

Minta oldószertartalmának gázkromatográfiás meghatározása

A meghatározás elve: a vivőgázba került gőz állapotú minta alkotói az állófázison végighaladva, eltérő adszorpciójuk miatt, az oszlop végére érve egymástól elkülönülnek. Az alkotók kromatográfiás csúcsainak területe arányos lesz a mintabeli koncentrációkkal. Az alkotók koncentrációja kalibrációs egyenes alapján számítható.

A feladathoz szükséges anyagok, eszközök: metanol és etanol 5-5 v%-os törzsoldatait, ioncserélt víz 100 cm³-es mérőlombikok, büretták.

Mérés menete

1. Két tagú, közös kalibráló oldatsorozat készítése a két anyagból: metanolra 0,1 és 0,5v%-os, illetve etanolra 0,1 – 0,5 v%-os, a törzsoldatok összemérésével.
2. Minta: bürettába töltött törzsoldatokat felcímkézett 100 cm³-es mérőlombikkal beadni. A visszkapott lombikot ioncserélt vízzel jelre állítani, homogenizálni.
3. Készülékten nyomásmérők ellenőrzése: Air: 0,5 bar; Hydrogen: 0,5 bar; Carrier(P): 2; Carrier(M): kb. 0,4-0,6 bar hidegen, melegen 1 bar (ha nem jók, szólni a gyakorlatvezetőnek).
4. Kromatográf és számítógép bekapcsolása.
5. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 160 → ↓.
6. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 170 → ↓.
7. Detektor hőmérséklet: DET_T/TCD_T → 180 → ↓.
8. HEAT bekapcsolása, majd → START
9. FID begyújtását a gyakorlatvezetőtől kéri, majd bekapcsolja a FID-et, beállítja az erősítést: Range. 3 → ↓.
10. Számítógép beállítása, felvétel indítása: lásd mellékelt leírás a Waters 746 integrátorhoz.
11. [Ha a C-R5A számítógép áll rendelkezésre (csatornaszámot – CH1/CH2 – a gyakorlatvezető adja). Beállítandó: FILE=1 → ↓, ATTEN → 2 SPEED → 5, MONIT → CH1. A számítógépen alapvonalat állít: MONITOR → CH1, a FID egység ZERO szabályzójával 10-50 μV közé.]
12. Ha az alapvonal jó, injektálja az első oldat 1,0 μl-ét, $\frac{INJ}{END}$ A -val felvételt indít. Második csúcs után $\frac{INJ}{END}$ A -val leállít. Még kétszer kromatografálja az oldatot.
13. Kromatografálja a további oldatokat a 13. ponttal azonosan.
14. Papírt SPEED-del előtolja, letépi.
15. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 25 → ↓.
16. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 25 → ↓.
17. Detektor hőmérséklet: DET_T/TCD_T → 25 → ↓.
18. HEAT kikapcsolása, FID detektor kikapcsolása (kromatográfon).
19. Kikapcsolja a kromatográfot, a készülékajtót kitarja. Kikapcsolja a számítógépet. Zárja a nitrogén és hidrogén csapját.
20. Kiszámítja az összetartozó csúcsok területeinek számtani átlagát. Kalibrációs egyeneseket illeszt táblázatkezelővel a metanol és az etanol kalibráló oldataira kapott csúcsterület átlagokra a koncentrációk függvényében. Az egyenesek egyenleteiből számítja a minta metanol és etanol tartalmát. Az összetartozó csúcsok terület adataira kiszámítja a szórást!

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Beadandó: a minta metanol és etanol tartalma, szórások. Adatok a jegyzőkönyvhöz: oszlop hosszúsága 1 m, töltet anyaga PORAPACK Q, vivőgáz: N₂, detektor: FID, + a hőmérsékletprogram.