

## Oldószerek azonosítása gázkromatográfián

**Mérés elve:** a vivőgázba juttatott minta gőzei az állófázissal érintkezve, eltérő adszorpciójuk miatt, az oszlop végén egymástól elkülönülve jelennek meg. Az oszlophoz csatlakozó hővezetésmérő detektorba jutva, a minta alkotói kromatográfiás csúcsok alakjában lesznek megjelenítve.

**Készülékek:** GC-14B gázkromatográf, C-R5A számítógép.

**Anyagok, eszközök:** szerves oldószerek cseppentős üvegben, ioncserélt víz, nitrogén vivőgáz, 10 ml-es mérőlombikok, 10 µl-es „Hamilton” fecskendő, analitikai mérleg.

**Minta:** az elkészített vizes oldószerkegyek, és személyenként egy darab címkézett, tiszta, üres műanyag mintatartó beadása.

### Mérés menete

1. Oldószerkegyek készítése: 10 ml-es mérőlombikba kb. félig ioncserélt vizet tölt, analitikai mérlegen tárazza a lombikot, cseppentős üvegből a lombikba bemér 2,0 g ( $\pm 0,05$  g) szerves oldószert. A tényleges bemérést feljegyzi és a jegyzőkönyvben is dokumentálja. Jelre állít ioncserélt vízzel, homogenizál.
2. Fali gázelosztó nitrogén csapjának nyitása.
3. Készülékten a nyomásmérők ellenőrzése: „Hydrogen” 50 kPa, Carrier(P): 300 kPa, Carrier(M): kb.: 40-60 kPa. (ha nem jók, szólni a gyakorlatvezetőnek!).
4. Kromatográf és számítógép bekapcsolása.
5. TCD bekapcsolása (GC jobb oldalán), GC-billentyűzet: DET → 4 → ↵, CURR → 75 → ↵.
6. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 150 → ↵.
7. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 160 → ↵.
8. Detektor hőmérséklet: SHIFT DOWN → DET\_T/TCD\_T → 200 → ↵.
9. **HEATER** (zöld fűtéskapcsoló a GC-n) bekapcsolása, → **START**
10. Számítógépen: ATTEN → 5 ↵, SPEED → 5 ↵, MONITOR → CH1.
11. Alapvonalat állít: a TCD egység COARSE (durva) és FINE (finom) szabályzóival 100-500 µV közé. Alapjel eltolódás 20 µV/percet ne haladja meg.
12. Beinjektálja az első oldószert 1,0 µl-ét és START/STOP1-vel felvételt indít. Figyeli a számítógépen az alapvonal emelkedéseit. Első csúcs a víz, második csúcs az oldószert. Felvétel leállítása: START/STOP1.
13. Kromatografálja a többi standardot, majd a mintát.
14. Papírt FEED-del előtolja letépi.
15. Kikapcsolás, GC-billentyűzet: CURR → 0 → ↵, DET → 2 → ↵.
16. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 25 → ↵.
17. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 25 → ↵.
18. Detektor hőmérséklet: SHIFT DOWN → DET\_T/TCD\_T → 25 → ↵.
19. HEATER kikapcsolása, TCD detektor kikapcsolása (kromatográfon), sípolásnál CE.
20. Kikapcsolja a kromatográfot, a készülékajtót kitarja. Kikapcsolja a számítógépet. Zárja a nitrogén csapját.

**Beadandó:** a kötelező jegyzőkönyvi elemeken kívül, a vizsgált oldószerek neve és tömegkoncentrációja (bemérés alapján) g/10 cm<sup>3</sup>-ben, az abszolút-, és a vízhez számított redukált retenciók percben. Az ismeretlen összetételű mintára kapott eredmények és retenciók idők, a mérés paraméterei, a minta kromatogramja (Paraméterek: oszlop: 1 m-es üveg, töltet: PORAPAC Q adszorbens, vivőgáz: N<sub>2</sub>, detektor: TCD).