

Prinzip: Mit einem LowCost - Gaschromatographen ist es möglich, fast „professionelle“ Trennungen von Feuerzeuggas zu erzielen. Die Wertepaare werden auf dem Display des Messmoduls AK LCGC 04 abgelesen, Tabelle und Graph dabei „von Hand“ erstellt.

Versuchsaufbau:



Gaschromatograph für Schülerübungen. Man erkennt von links die Aquariumpumpe und das Stativ mit Trennsäule (links Spritze - rechts der Glühbirchendetektor) die Elektronik und das Netzteil.

Materialliste:

Geräte:

- | | |
|---------------------------------------|--------------------------|
| 1 LOW-COST-Chromatograph
AK LCGC04 | 1 Injektionspritze, 2 ml |
| 1 Stativ | 1 Stoppuhr |

Chemikalien:

- | | | |
|-------------------------|----|---|
| Gasfeuerzeug | ?? | 🔥 |
| Feuerzeug- Nachfüll-Gas | | 🔥 |
| Camping-gas Kartusche | | 🔥 |

Vorbereitung des Versuches:

Der LOW-COST- Gaschromatograph AK LCGC04 wird nach Abbildung aufgebaut und die Aquariumpumpe angeschlossen. Die vorgefertigte Wertetabelle wird zurechtgelegt .

Durchführung des Versuches:

Man füllt ca. 0,5 - 1,0 ml des zu untersuchenden Gases in die Spritze. Die Spritze wird so tief wie möglich in die Einspritzöffnung gesteckt. Dabei wird der Kolben der Spritze mit dem Zeigefinger so gegen den Zylinder gedrückt, dass er sich nicht bewegen oder durch den Druck des Trägergases Gas herausgeschoben werden kann.

Ein Schüler startet die Stoppuhr im AK LCGC04 durch Drücken mit einem Kugelschreiber auf "0-Taste".

Nach 10 Sekunden wird das Probegas zügig injiziert und Spritze herausgezogen und nun die Zeit im 2 Sekunden -Takt und die Spannung abgelesen und diktiert. Der Partner trägt den entsprechenden Wert in die Wertetabelle ein. Beim Auftreten eines größeren Peaks ertönt ein Piepton.

Evtl. reicht auch eine Eintragung im Intervall von 4 Sekunden oder man notiert nur dann Werte, wenn sich der Messwert ändert.

Ändert sich die Spannung nur noch unwesentlich, kann man die Protokollierung abbrechen. Nach Skalierung der y-Achse kann der Graph auf der übernächsten Seite eingezeichnet werden.

Wertetabelle für ein Gaschromatogramm

Gas: _____

Datum: _____

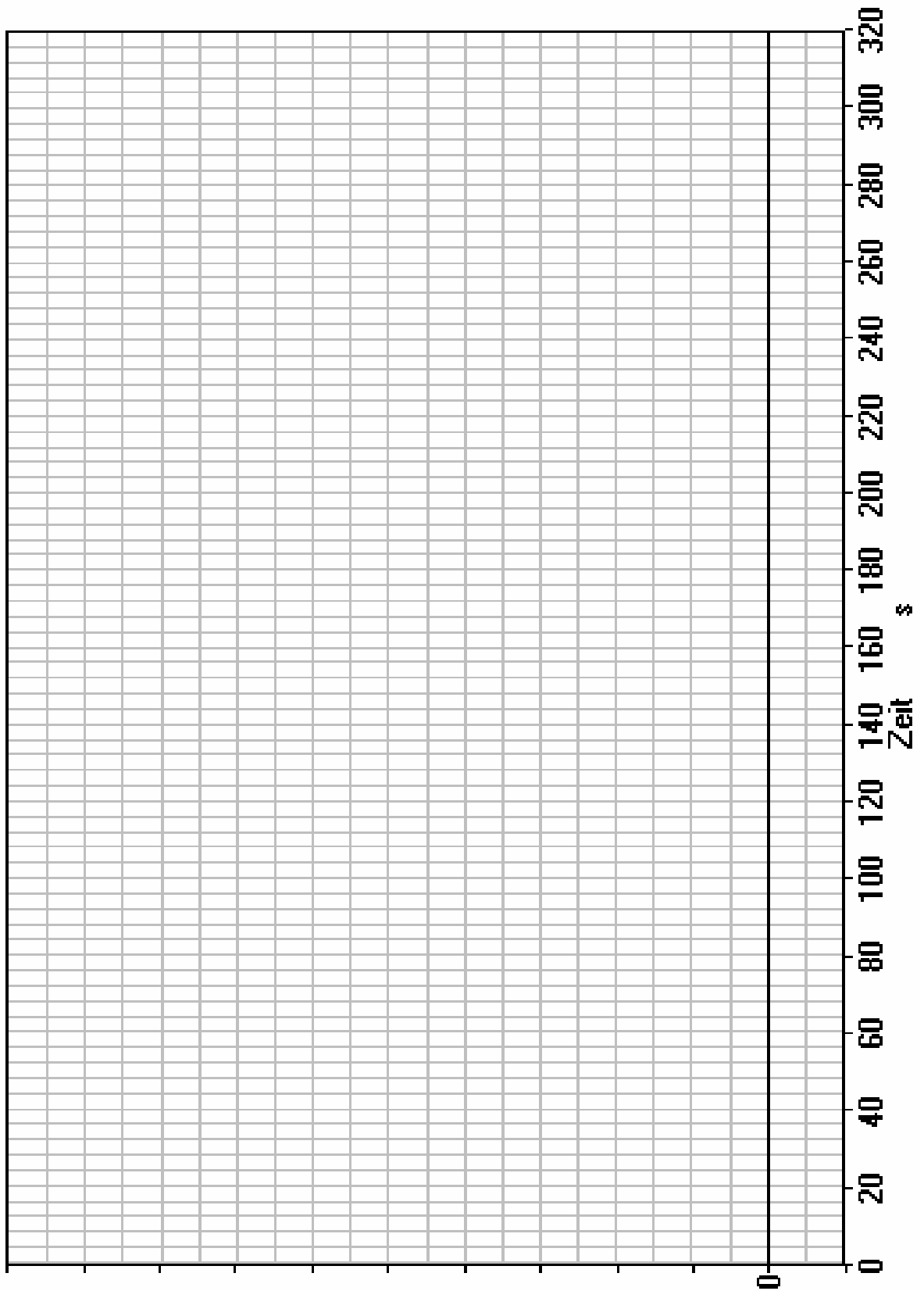
Zeit s	Spannung V (mV)
0	
2	
4	
6	
8	
10	
12	
14	
16	
18	
20	
22	
24	
26	
28	
30	
32	
34	
36	
38	
40	
42	
44	
46	
48	
50	
52	
54	
56	
58	
60	
62	
64	
66	
68	
70	
72	
74	
76	
78	

Zeit s	Spannung V (mV)
80	
82	
84	
86	
88	
90	
92	
94	
96	
98	
100	
102	
104	
106	
108	
110	
112	
114	
116	
118	
120	
122	
124	
126	
128	
130	
132	
134	
136	
138	
140	
142	
144	
146	
148	
150	
152	
154	
156	
158	

Zeit s	Spannung V (mV)
160	
162	
164	
166	
168	
170	
172	
174	
176	
178	
180	
182	
184	
186	
188	
190	
192	
194	
196	
198	
200	
202	
204	
206	
208	
210	
212	
214	
216	
218	
220	
222	
224	
226	
228	
230	
232	
234	
136	
238	

Zeit s	Spannung V (mV)
240	
242	
244	
246	
248	
250	
252	
254	
256	
258	
260	
262	
264	
266	
268	
270	
272	
274	
276	
278	
280	
282	
284	
286	
288	
290	
292	
294	
296	
298	
300	
302	
304	
306	
308	
310	
312	
314	
316	
318	

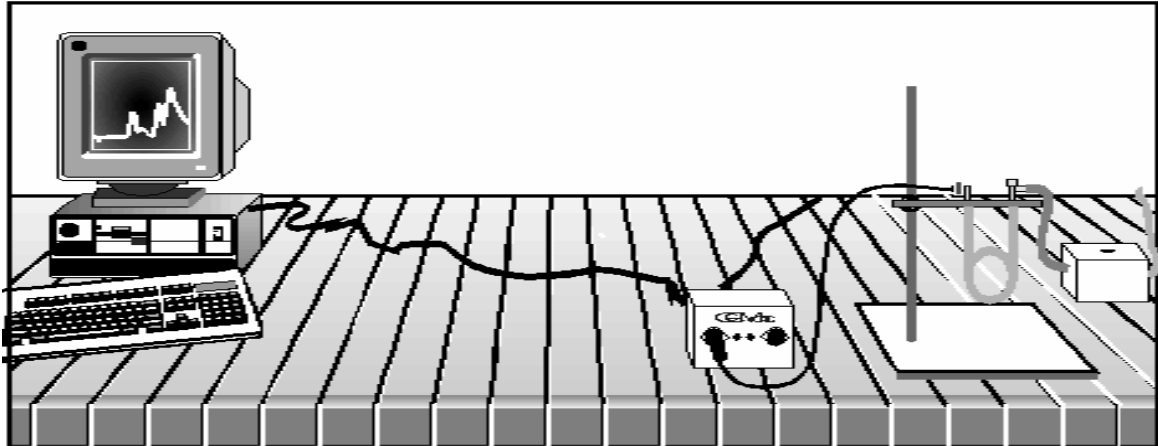
Mein erstes Gaschromatogramm:



AU - Absorbance Units

Prinzip: Ein Computer ist hervorragend geeignet, die lästigen Schreib- und Zeichenarbeiten bei gaschromatographischen Analysen zu übernehmen. Auch die „Auswertungen“ werden unterstützt.

Versuchsaufbau:



Materialliste:

<u>Geräte:</u>	
1 LOW-COST-Chromatograph	1 Stativ
MS GC 951	1 Injektionsspritze, 2 ml
1 Computer	

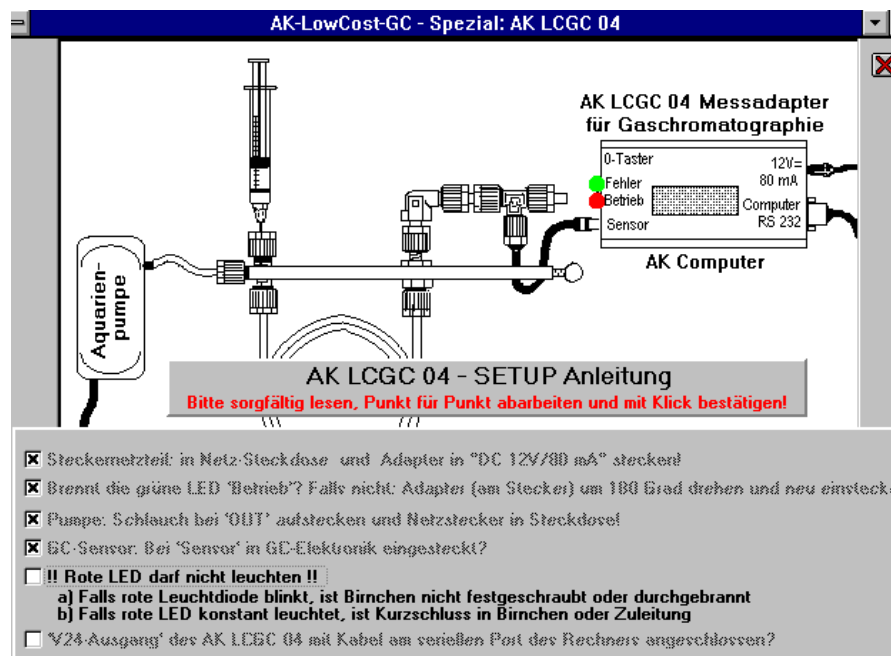
Chemikalien:

Gasfeuerzeug
Feuerzeug- Nachfüll-Gas
Camping-gas Kartusche



Vorbereitung des Versuches:

Der LOW-COST- Gaschromatograph wird nach Abbildung aufgebaut .



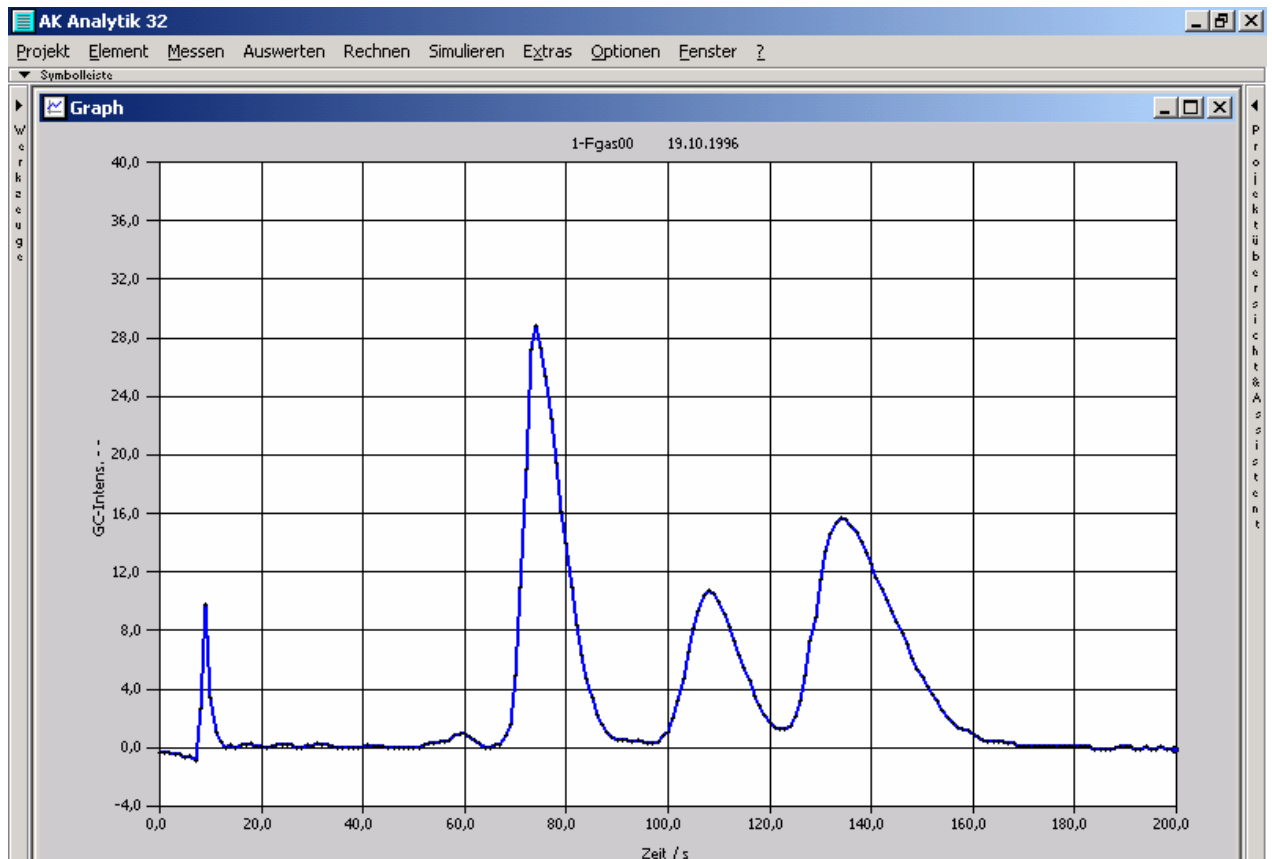
Vorbereitung am Computer: (ausführliche Beschreibung: siehe nächste Seite)

Angezeigte Messgröße:	GC- Intensität	Untergrenze:	-10	Obergrenze:	100
Wandler:	AK-GC-04	Kanal	GC-04	Anschluss	COM ½
Vorgabe x-Achse:	Zeit	Zeitintervall:	0,5 s	Gesamtzeit:	200 s

Durchführung des Versuches:

(Eventuell durch Klick auf „Null“ die GC-Intensität auf „0,0“ stellen). Man füllt ca. 0,5 - 1,0 ml des zu untersuchenden Gases in die Spritze und startet die Aufnahme des Gaschromatogramms mit **START** oder mit Druck auf die Taste **[S]**. Damit man eine Einspritzstelle im Chromatogramm sieht, injiziert man erst nach ca. 10 s das Gas zügig in den Chromatographen.

(Die graphische Darstellung läßt sich bei Bedarf (Vergrößerung/Verkleinerung des Chromatogramms) auch während der Messung mit **VarioGraph** verändern). Beendet wird mit **BEENDEN**.

**Identifizierung der Komponenten:**

Prinzip: Zu dem nach Arbeitsblatt K4C1 aufgenommenen Chromatogramm können auf zwei Arten zusätzliche Vergleichschromatogramme aufgenommen werden.


1. (Pseudo)-Co-Chromatogramme:

Unter gleichen Versuchsbedingungen werden Chromatogramme der Vergleichsgase aufgenommen und dabei zusätzlich auf dem Bildschirm dargestellt.

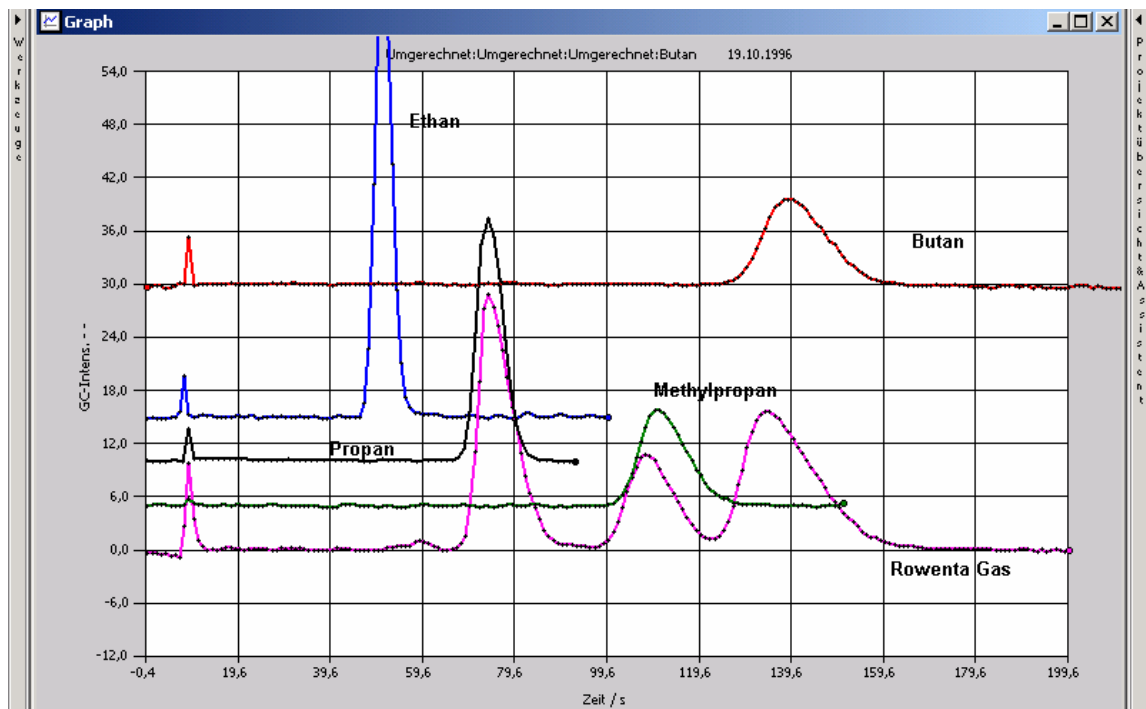
2. Aufstockung

Zu dem zu untersuchenden Gas wird zusätzlich ein Vergleichsgas auf die Spritze gezogen und die Identifizierung durch "Peakerhöhung" vorgenommen.

(Pseudo) - Co-Chromatogramm - Durchführung des Versuches:

Es bleibt auch für nachfolgende Messungen auf dem Bildschirm erhalten. Man klickt auf den Button  **Jetzt Messen** oder im Hauptmenü auf \Rightarrow **Messen** und dann auf \Rightarrow **Jetzt Messen**. Die Frage, ob Sie die neue Datenreihe in einen neuen Graphen einzeichnen wollen beantworten Sie mit **NEIN**. Das Programm wählt eine neue Linienfarbe, um das Chromatogramm vom „alten“ zu unterscheiden.

Dann füllt ca. 0,5 mL eines der ausgesuchten Vergleichs - Gase in die Spritze und startet die Aufnahme des Gaschromatogramms mit **START** oder mit Druck auf die Leertaste.. Man versucht, möglichst zur gleichen Zeit einzuspritzen, wie schon beim GC- vom Probengas (nach genau 10 s). Beendet wird mit **BEENDEN**.



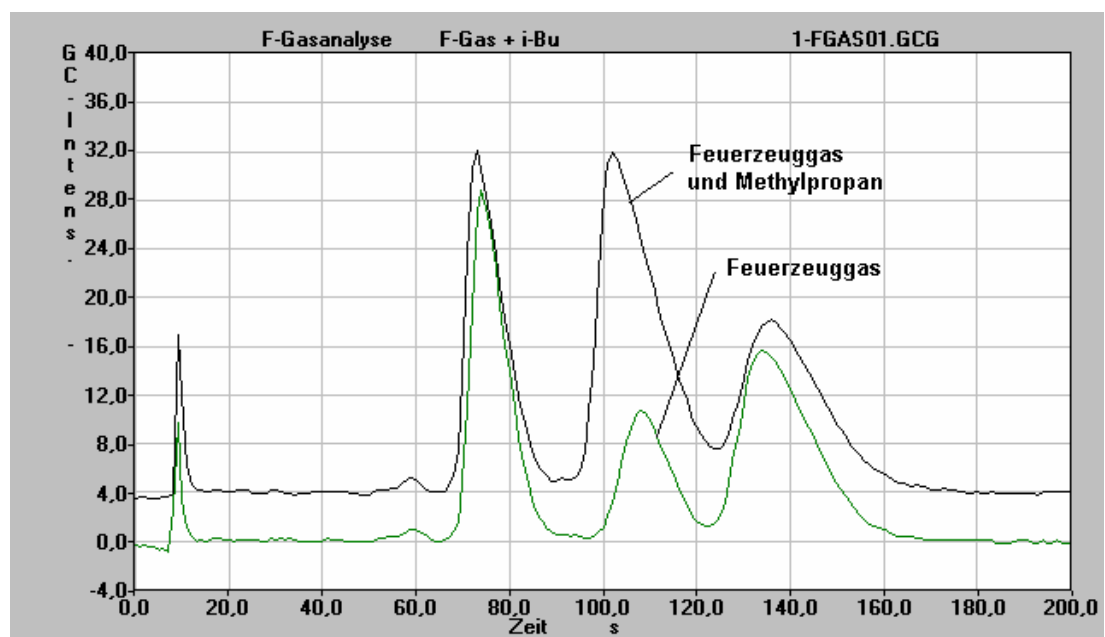
Methode II: Aufstockung-

Durchführung des Versuches:

Günstig ist es, ein Chromatogramm nach Arbeitsblatt K04 C1 aufzunehmen. Es bleibt auch für nachfolgende Messungen auf dem Bildschirm erhalten.

Dann füllt man ca. 0,5 - 1,0 ml des zu untersuchenden Gases und dazu ca. 0,5 mL des zu ausgesuchten Vergleichs - Gases in die Spritze und startet die Aufnahme des Gaschromatogramms mit **START** oder mit Druck auf die Leertaste. Man versucht, möglichst zur gleichen Zeit einzuspritzen, wie schon beim GC- vom Probengas (nach ca. 5 s).

Beendet wird mit **OK**.



Der Versuch wird in gleicher Weise mit anderen Vergleichsgasen wiederholt.

Die Auswertung (Gehaltsermittlung)

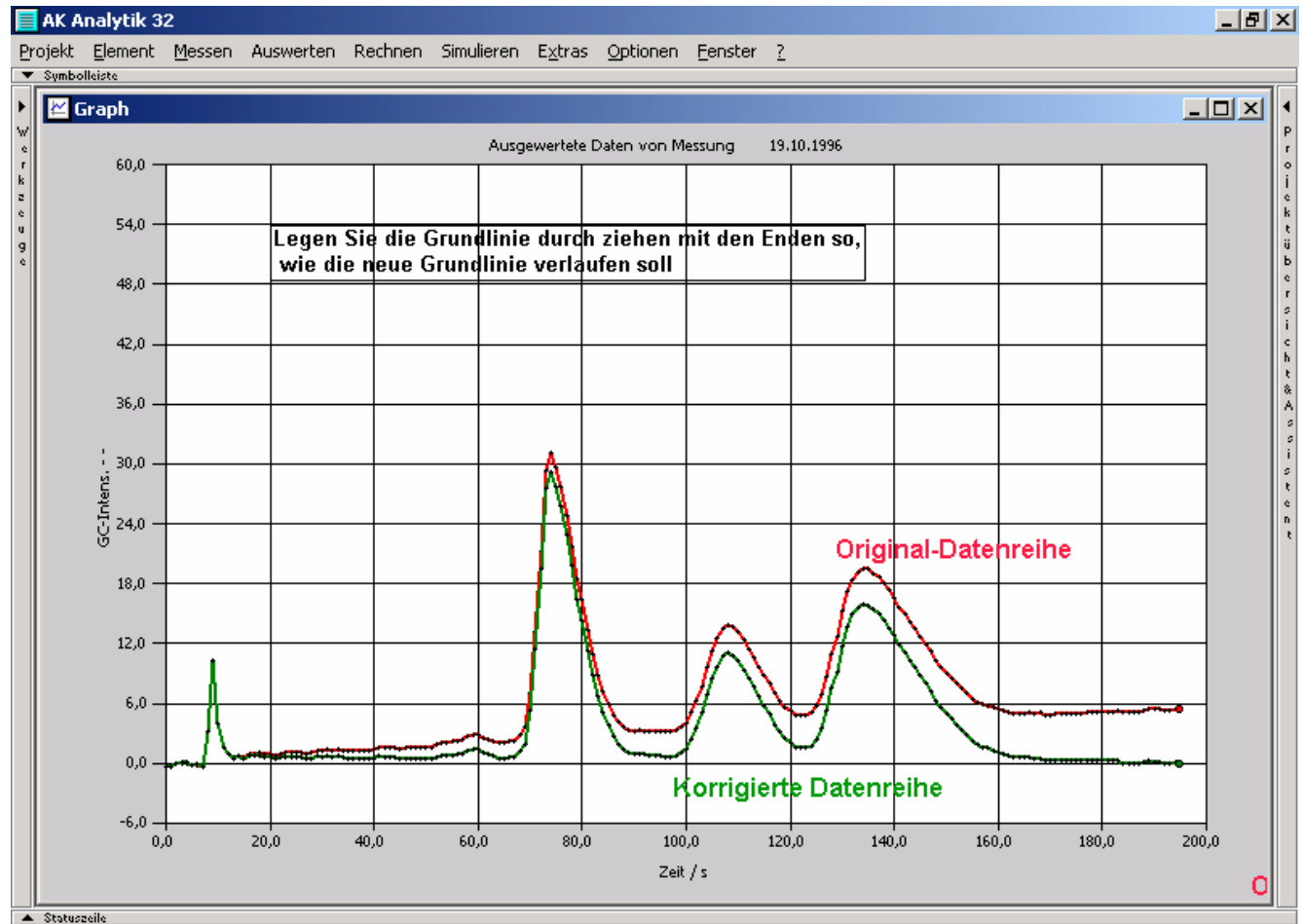
Hierzu ist es sinnvoll die Vergleichsgase vom Bildschirm zu verbannen und nur mit dem Gas zu arbeiten.

Ist ein „drift“ festzustellen, so muß zunächst die Basislinie korrigiert werden.

Basislinienkorrektur aufrufen

Im HM ⇒ Auswerten ⇒ GC Basislinie

⇒ linken Punkt der Gerade anspringen und klicken ⇒ rechten Punkt der Gerade anspringen und klicken ⇒ OK



Die Ermittlung der Peakflächen geschieht auf folgende Weise.

Flächenbestimmung aufrufen

Im HM ⇒ Auswerten ⇒ GC-Hand-Integration

⇒ linken Punkt des Peaks anspringen und klicken ⇒ rechten Punkt des Peaks anspringen und klicken

Wiederholen Sie die Schritte für jeden Peak

Es erscheint eine Tabelle. In dieser sind schon Retentionszeit, Fläche Responsefaktor (=1.000) und Gehalt eingetragen. Der letzte Wert ist allerdings nicht korrekt, dass die Gase unterschiedlich gut die Wärme von dem WLD ableiten und so ein verfälschtes Bild vortäuschen. So liefert Methan etwa eine doppelt so große Fläche wie die gleiche Menge Butan. Dieser Fehler wird mit den Responsefaktoren korrigiert. Solche Responsefaktoren sind eigentlich in einer Art "Verdünnungsreihe der Reinsubstanzen" experimentell zu bestimmen. Näherungsweise können die R-Faktoren auch z.B. einer Referenzdatei entnommen werden, wie man sie z.B. unter dem Namen "alkane.gcr" laden kann.

Referenzdatei laden

⇒Vorgabe ⇒ wählen Sie die entsprechende Referenzdatei aus ⇒OK

Zur exakten Zuordnung greifen Sie auf Ihre Identifizierungsversuche zurück , orientieren sich an den aufgeführten Retentionszeiten oder verlassen sich auf ihr chemische Gefühl (kleinere kugelförmige Moleküle werden meist weniger stark adsorbiert als große langkettige).

Gaschromatographie - Auswertung

Aktuelles Gaschromatogramm

Nr.	Name	Retentionszeit	Fläche	R-Korrfaktor	Gehalt in %
1	Peak 1	59,0	12,38	1,00	1,72
2	Peak 2	74,0	270,53	1,00	37,53
3	Peak 3	108,0	139,41	1,00	19,34
4	Peak 4	134,0	298,49	1,00	41,41

Säule: T-Gas: Temp.: (°C) Ström.: (ml/min)

Referenz-Gaschromatogramm

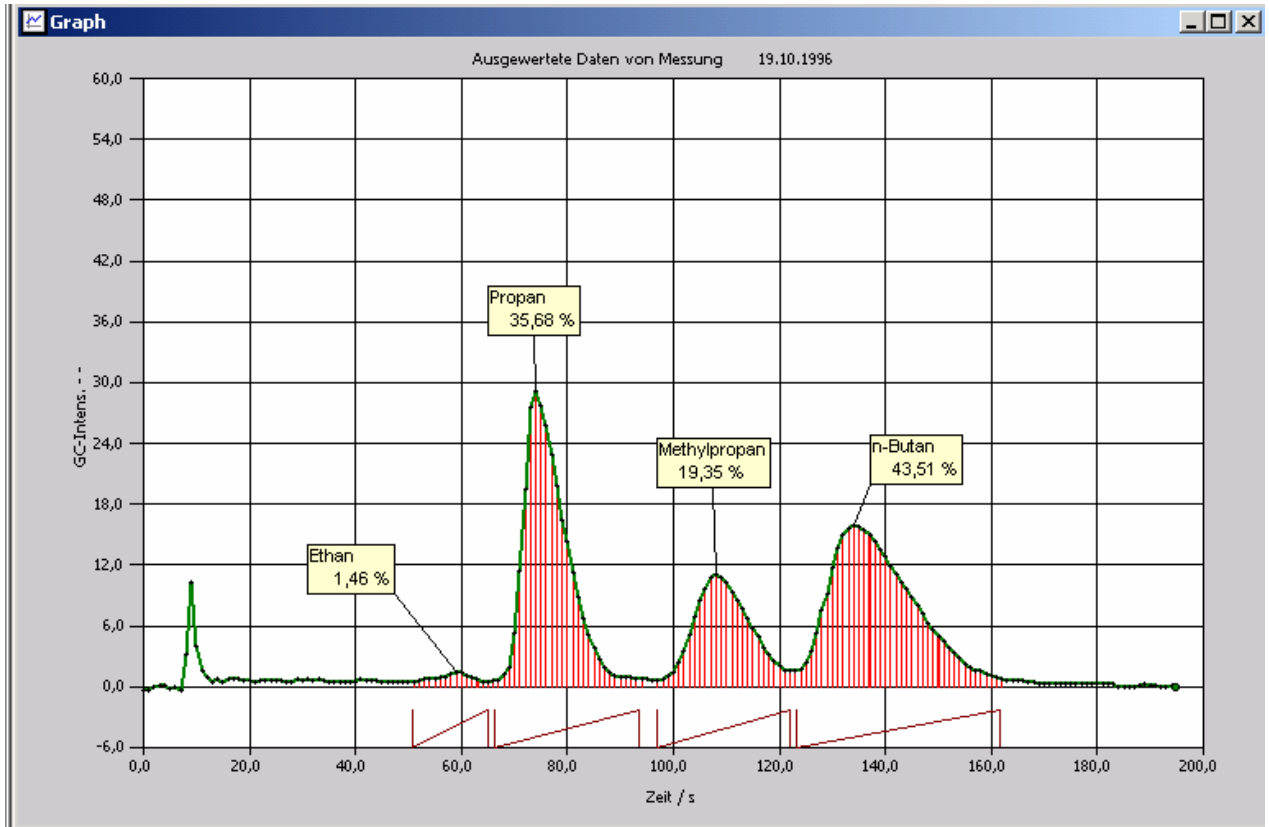
Nr.	Name	Retentionszeit	Fläche	R-Korrfaktor	Gehalt in %
1	Methan	60,0	2,00	0,55	0,24
2	Ethan	65,0	5,00	0,85	0,93
3	Propan	80,0	200,00	0,95	41,73
4	Methylpropan	120,0	50,00	1,00	10,98
5	n-Butan	150,0	200,00	1,05	46,12

Säule: T-Gas: Temp.: (°C) Ström.: (ml/min)

In der oberen Liste sehen Sie die aktuellen Peaks, unten stehen Ihnen Vergleichswerte zur Verfügung.

Buttons: Beschrift., Ändern, Löschen, Speichern, Laden, Drucken, Übernehmen, Vorgabe, Fertig

Nach Zuordnung klicken Sie jeweils die entsprechende Reihe in der oberen und der unteren Tabelle an und klicken auf **Übernehmen**. Der Computer trägt daraufhin oben den Namen ein und berechnet sofort die neue prozentuale Zusammensetzung. Schließlich klicken Sie auf **Beschriften** zum Eintragen jeder einzelnen Beschriftung in die Graphik und positionieren die Ergebnisse. **Fertig** ist die Analyse.

**Wichtige Hinweise:**

- Um die Grundlinie besser sehen zu können ist es günstig, die y-Bereichsuntergrenze auf einen negativen Wert (z.B. 10 % des positiven Wertes) zu legen. Das sollte bei der Gitterfelderzahl (im Beispiel: 11) berücksichtigt werden.
- Da Feuerzeuggas auch von ein und dem selben Hersteller ein Verschnitt aus verschiedenen Raffinerien ist, können unterschiedliche Chromatogramme erhalten werden. Neurderdings enthalten eine Reihe von Feuerzeug-gas-Nachfüll-patronen nur noch eine Komponente (meist iso- Butan)
- Besonders bei der hier benutzten Säulenfüllung wird die Trennung noch besser, wenn man bei tiefen Temperaturen arbeitet. Dazu stellt man die Säule in ein Becherglas mit Eiswasser.
- Evtl.-Prüfung auf Dichtigkeit: Am Detektor wird das Siliconschlauchstückchen aufgesteckt und mit Hilfe des wassergefüllten Becherglases geprüft, ob Luft durch die Apparatur strömt (ca. 0.5 - 5 Blasen pro Sekunde).

Aufbau des LowCost- Chromatographen

