



Prinzip

Mit einem LowCost- Gaschromatografen ist es möglich, fast „professionelle“ Trennungen von Feuerzeuggas zu erzielen. Die Werte erscheinen auf dem Display des Messmoduls AK LCGC 11. Ein Computer ist hervorragend geeignet, die lästigen Schreib- und Zeichenarbeiten bei gaschromatografischen Analysen zu übernehmen. Auch „Auswertungen“ werden unterstützt.

Benötigte Geräte

- LowCost- Chromatograf
- Computer/Laptop
- AK LCGC 11 komplett
- MT- Spritze, 2 mL
- Säule: weißer Kabelbinder

Verwendete Chemikalien

- Gasfeuerzeug
- Feuerzeuggas-Kartusche

Vorbereitung am Computer: Programm AK Analytik 11



⇒Messen

⇒mit Geräte-
Schnellstarter App

⇒GC App

⇒GC11

**Aufbau
und**

**Vorbe-
reitung**

AK Labor: LowCost GC App
Folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm um ein Gaschromatogramm aufzunehmen.

Typ wählen Gerät anschließen Gerät testen Messen

Arbeiten Sie die folgenden Schritte ab:

- Verbinden Sie den AK LC GC 11 per USB Kabel mit Ihrem Computer
- Die grüne LED 'Betrieb' leuchtet. Falls nicht: USB-Kabel überprüfen!
- Pumpe: Schlauch bei 'OUT' aufstecken und Netzstecker in Steckdose!
- GC-Sensor: Bei 'Sensor' in GC-Elektronik eingesteckt?
- !! Rote LED darf nicht leuchten !!
 - a) Falls rote Leuchtdiode blinkt, ist das Detektor-Birnchen nicht festgeschraubt oder durchgebrannt.
 - b) Falls rote LED konstant leuchtet, ist Kurzschluss in Birnchen oder Zuleitung

(C) 2011 by AK Kappenberg

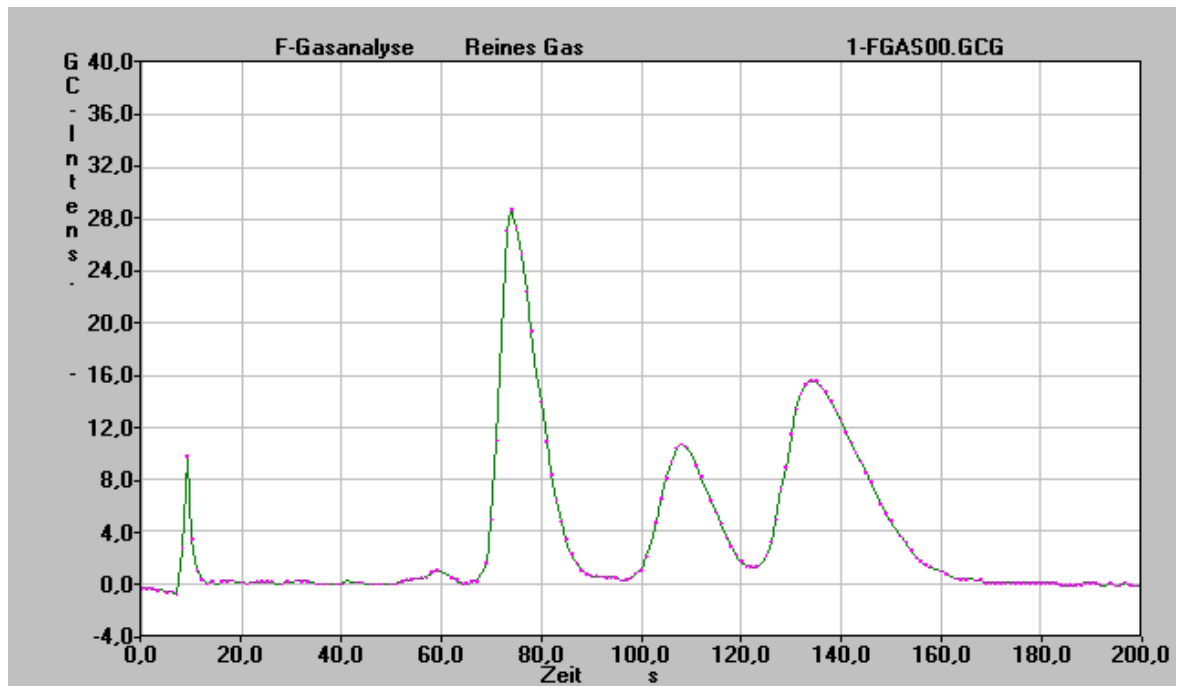
Zurück Weiter

**Durch-
führung**

- ▶ **Testgas in die Spritze füllen, diese bis 0,5 mL entleeren und dann bis 1 mL Luft dazu aufziehen.**
- ▶ Evtl. **Auf "0"(null) setzen**
- ▶ Spritze einführen und dabei den Stempel einklemmen, damit er sich nicht bewegt, aber noch nicht das Gas injizieren!!!
- ▶ Mit **Aufzeichnen** oder mit der 's'-Taste die Messwertspeicherung starten.
- ▶ Bei genau 10 s (linke Anzeige) das Gas zügig in den Chromatografen injizieren und die Spritze entfernen.
- ▶ Nach ca. 200 s **Messung beenden** drücken.
- ▶ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) **Mein erstes Projekt** und **Akzeptieren**



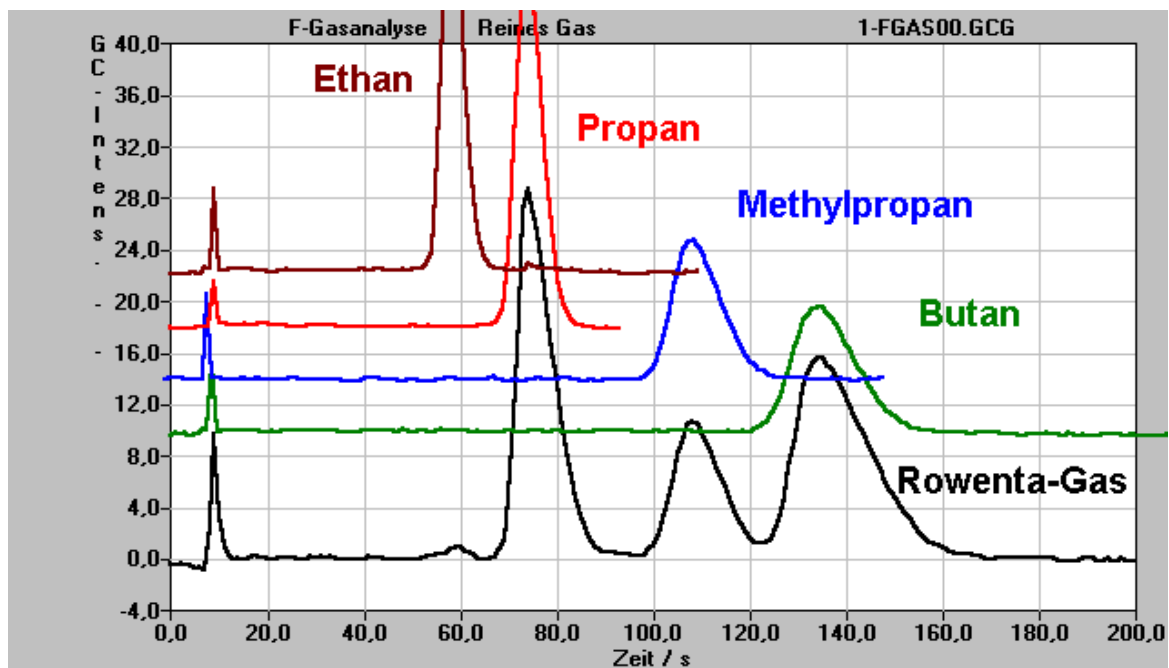
Auswertung



Identifizierung der Komponenten - Aufnahme von GC's von Reingasen aus der Gasbar:

Abschätzen der Einfüllmenge eines Vergleichsgases: Da ein einzelnes Gas nur etwa einem Anteil von 1/3 am Gasgemisch hat, sollte man auch nur 1/3 von 0,5 mL aufziehen, also etwa **0,15 mL**. Sind später die entstehenden Flächen im Chromatogramm gleich, hat man direkt den Anteil des Gases bestimmt.

- ▶ Evtl. [Auf "0"\(null\) setzen](#)
- ▶ Ca. 0,15 mL eines der ausgesuchten Vergleichsgase in die Spritze füllen und bis 1,0 mL Luft aufziehen.
- ▶ Spritze einführen, die GC Aufnahme starten und injizieren wie beim ersten Mal (bei 10 s).
- ▶ usw.





Die Auswertung des Gaschromatogramms (Gehaltsermittlung)

1. Basislinienkorrektur

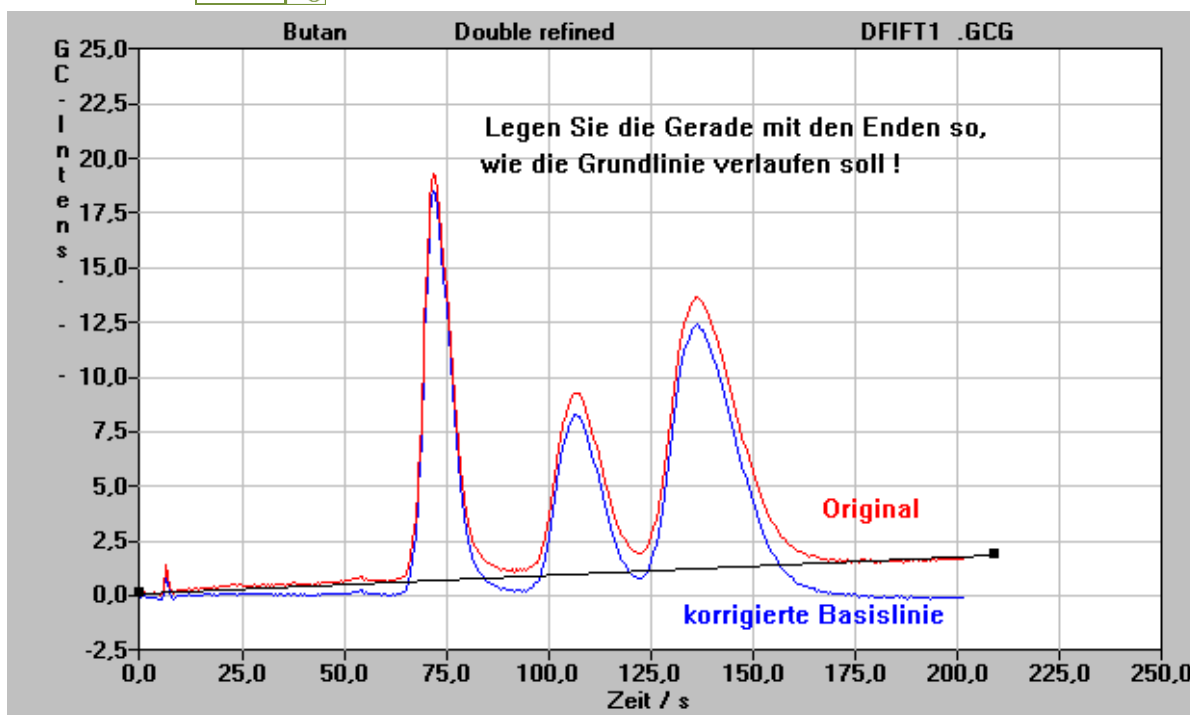
Sinnvollerweise verbannt man die Vergleichsgase vom Bildschirm und arbeitet nur mit dem zu analysierenden Gas.

Dazu klickt man mit der rechten Maustaste in den Graphen und entfernt durch Klicken die Häkchen bei den anderen Datenreihen.

Ist ein „drift“ festzustellen, so muss zunächst die "Basislinie" grafisch korrigiert werden.

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen **GC - Basislinie**
- ▶ Eine Linie, die im korrigierten Graphen die Parallele zur x-Achse mit $y=0$ werden soll, in das Chromatogramm ziehen. **Weiter**

Auswertung



2. Integration (Ermittlung der Peakflächen)

Die Ermittlung der Peakflächen (ohne den Einspritzpeak) geschieht auf folgende Weise:

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen **GC - Handintegration**
- ▶ Den linken Rand des ersten Peaks (nicht Einspritzpeak) klicken und mit gedrückter Maustaste bis zum rechten Rand ziehen. Die Grenzen kann man nachträglich korrigieren mit Klick in die markierte Fläche des Peaks!
- ▶ Für jeden Peak nach rechts die Schritte wiederholen **Weiter**

Es erscheint eine Tabelle. In dieser sind schon Retentionszeit, Fläche, Responsefaktor und Gehalt eingetragen.



3. Berücksichtigung der unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten

Der Gehalt ist allerdings nicht korrekt, weil die verschiedenen Gase unterschiedlich gut die Wärme von dem WLD ableiten und so ein verfälschtes Bild vortäuschen. Methan liefert etwa eine doppelt so große Fläche wie die gleiche Menge an n-Butan. Dieser Fehler wird mit den „Responsefaktoren“ korrigiert. Solche Responsefaktoren sind eigentlich in einer Art "Verdünnungsreihe der Reinsubstanzen" experimentell bestimmbar. Näherungsweise können die R-Faktoren auch den Vorschlägen in der Tabelle entnommen werden.

Zur exakten Zuordnung der einzelnen Peaks greifen Sie auf Ihre Identifizierungsversuche zurück, orientieren sich an den aufgeführten Retentionszeiten oder verlassen sich auf Ihr chemisches Gefühl (kleinere kugelförmige Moleküle werden meist weniger stark adsorbiert als große langkettige; sie haben also kürzere Retentionszeiten).

Gaschromatogramm - Auswertung

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

Aktuelles Gaschromatogramm

Nr.	Name	Retentionszeit	Fläche	R-Korrfaktor	Gehalt in %
1	Ethan	59,0	6,00	0,85	0,75
2	Peak 2	74,0	259,57	1,00	37,98
3	Methylpropan	108,0	131,60	1,00	19,25
4	Peak 4	134,0	287,31	1,00	42,02

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

Gewählten Peak übernehmen

Referenz Peaks

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

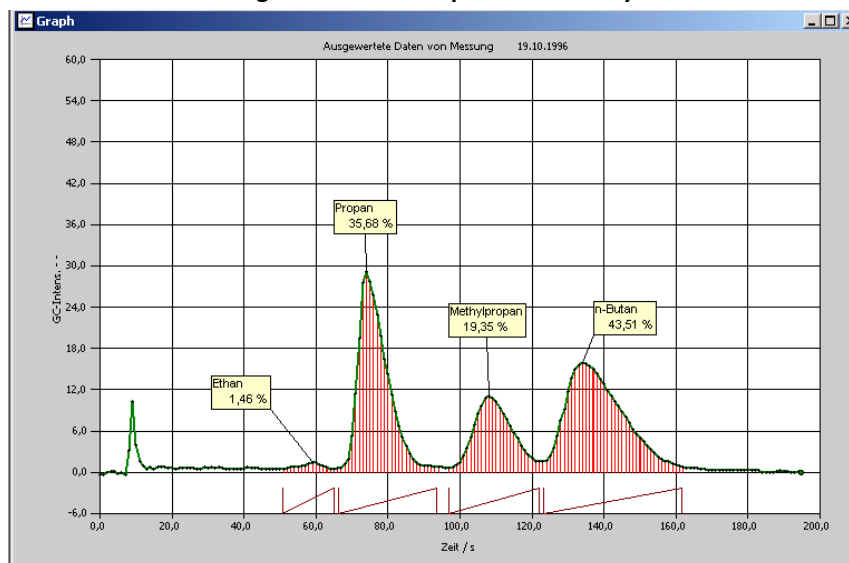
Säule: DV101 T-Gas: Luft Temp.: (°C) 25 Ström.: (ml/min) 2

Fertig

- Peak beschriften
- Peak ändern
- Peak löschen
- Satz speichern
- Satz laden
- Drucken
- Vorgabe laden

- ▶ Zur Zuordnung der Peaks jeweils eine Reihe in der oberen und eine entsprechende Reihe in der unteren Tabelle anklicken und dann auf **Gewählten Peak übernehmen**. Der Computer trägt daraufhin im oberen Teil den Namen und den Response-Faktor ein und berechnet sofort die neue prozentuale Zusammensetzung.
- ▶ Erst, wenn alle Responsefaktoren eingerechnet sind, den entsprechenden Stoff in der oberen Tabelle markieren, auf **Peak beschriften** und die Ergebnisse in der Grafik positionieren.

Fertig ist die eine komplette Gas-Analyse



Beachten:



Entsorgung

entfällt

Literatur

Wedeking, Veltel und Kappenberg