

Chromatographie

Theoretische Grundlagen und praktische Messung

Inhalt

1	Chromatographie	K00 - 1
1.1	Adsorption	K00 - 1
1.2	Verteilung	K00 - 2
2	Papierchromatographie	K00 - 3
3	Dünnschichtchromatographie	K00 - 3
4	Säulenchromatographie	K00 - 6
5	HPLC	K00 - 7
6	Gaschromatographie	K00 - 8
6.1	Übersicht	K00 - 8
6.2	Detektoren	K00 - 9
6.3	Mobile Phasen	K00 - 10
6.4	Auswertung von Gaschromatogrammen	K00 - 10
6.5	In der Schule vorhandene Gaschromatographen	K00 - 14
6.6	Zubehör zur Gaschromatographie	K00 - 19
6.7	Tips und Tricks zur Gaschromatographie incl. Selbstbau	K00 - 20
6.8	Unregelmäßigkeiten im Gaschromatogramm und ihre Ursachen	K00 - 25
6.9	Software für Gaschromatographie	K00 - 27
7	Materialien /Adressen und Literatur	K00 - 28

1. Chromatographie - Prinzip

Physikalische Trennverfahren, die nach den Prinzipien der Adsorption und Verteilung arbeiten, werden unter dem Begriff Chromatographie (griech. chroma: Farbe, graphein: schreiben) zusammengefaßt. Da zunächst nur farbige Substanzen getrennt wurden, ist dieser Begriff historisch zu sehen. Die Chromatographie ist eine Trennungsmethode, bei der die zu trennenden Substanzen über zwei Phasen verteilt werden. Von diesen Phasen ist eine unbeweglich (stationär) und hat eine große Oberfläche, die andere Phase ist beweglich (mobil) und perkuiliert durch die unbewegliche Phase hindurch. Die unbewegliche Phase kann ein Feststoff (Adsorbens) oder eine Flüssigkeit sein. Bei einer Flüssigkeit wird die Unbeweglichkeit der Phasen und die große Oberfläche dadurch erreicht, daß die Flüssigkeit als ein dünner Film auf einem porösen, feinkörnigen Feststoff ausgebreitet ist. Die bewegliche (mobile) Phase kann eine mit der unbeweglichen Phase nicht mischbare Flüssigkeit oder ein nicht lösliches Gas sein. Nach den Trennprinzipien unterscheidet man zwischen Adsorptionschromatographie und Verteilungschromatographie.

1.1 Adsorption

Eine Adsorption erfolgt fast immer dann, wenn Gase oder Lösungen mit einer festen Phase in Wechselwirkung treten. Beispiel: Versetzt man z.B. Rotwein mit Aktivkohle und schüttelt gut durch, so erhält man nach dem Filtrieren eine wasserklare Flüssigkeit. Die Farbstoffe und Aromastoffe des Rotweins werden an der Aktivkohle adsorbiert. Beispiele für gute Adsorbentien sind: Aktivkohle, Kieselgel, Aluminiumoxid, Stärke und Cellulose. Die Adsorption ist um so stärker (intensiver), je größer die Oberfläche des Adsorbens ist. Ursache der Adsorptionsvorgänge sind Wechselwirkungen zwischen dem Adsorbens und dem adsorbierten Stoff. Im Inneren eines

homogenen Stoffes sind Atome, Moleküle oder Ionen von gleichartigen Teilchen umgeben, so daß nach allen Seiten hin gleich große Kräfte wirken. Bei den Teilchen an der Oberfläche sind ihre Bindungskräfte nach außen hin nicht abgesättigt. Sie sind daher in der Lage, andere Moleküle oder Ionen zu binden. Adsorptionsvorgänge beruhen im wesentlichen auf VAN - DER - WAALS- Bindungen. Sie verlaufen exotherm, so daß die Adsorption mit steigender Temperatur abnimmt.



Im Gegensatz zur Adsorption wird bei der Absorption der absorbierte Stoff in der aufnehmenden Substanz gelöst oder chemisch umgesetzt, so daß sich ein homogenes System bildet.

1.2 Verteilung

Schüttelt man eine wässrige Iodlösung mit dem gleichen Volumen an Tetrachlormethan, so wird der größte Teil des Iods von der organischen Phase aufgenommen. Es stellt sich bei konstanter Temperatur ein Verteilungsgleichgewicht des Iods zwischen den beiden nicht mischbaren flüssigen Phasen ein. Das Verhältnis der Stoffmengenkonzentration in den beiden Phasen ergibt den Verteilungskoeffizienten K.

Verteilungsgesetz nach Nernst:
$$K = \frac{\text{Konzentration in Phase 1}}{\text{Konzentration in Phase 2}}$$

Bei der Verteilung eines Stoffes zwischen zwei Phasen nimmt das Verhältnis seiner Stoffmengenkonzentration bei konstanter Temperatur einen konstanten Wert an. Dieses Verteilungsgesetz gilt nur für den Fall, daß der gelöste Stoff in beiden Phasen in der gleichen Form (Aggregatzustand) vorliegt. Er darf nicht dissoziieren, dimerisieren oder Addukte mit dem Lösungsmittel bilden.

In der Praxis ist das Ausschütteln oder die diskontinuierliche Extraktion organischer Verbindungen der wichtigste Mechanismus. Die Lösung eines Stoffgemisches wird in einen Scheidetrichter gegeben und mit einer nicht mischbaren Flüssigkeit versetzt. In dem zugesetzten Lösungsmittel sollte sich der abzutrennende Stoff gut lösen.

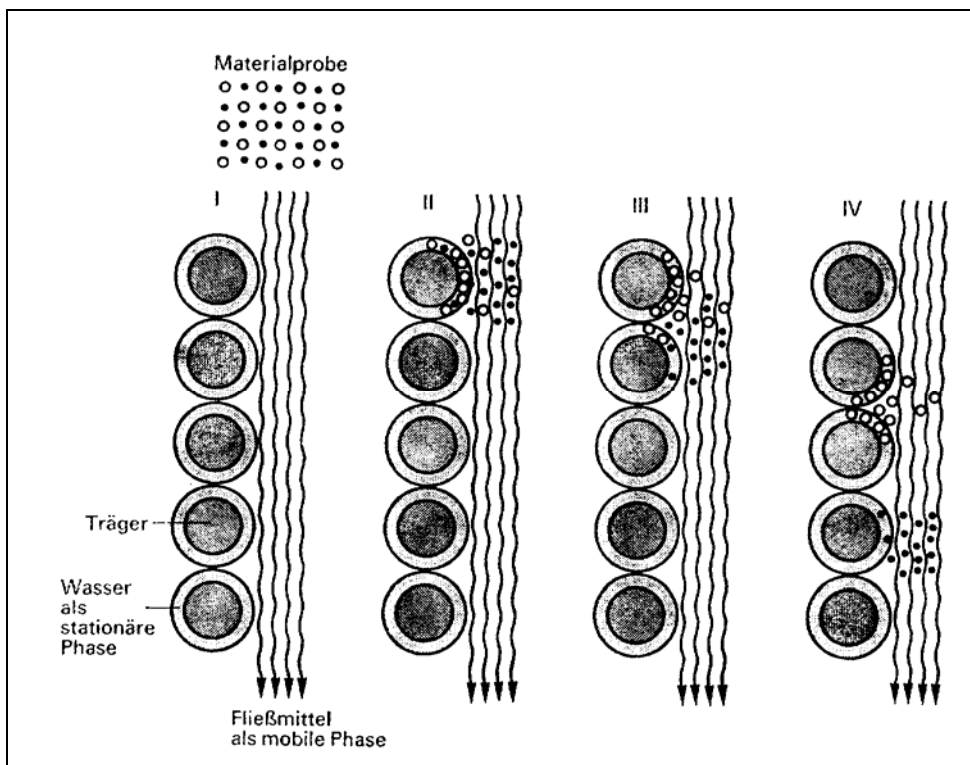


Abb. 1 Schematische Darstellung der Verteilungschromatographie in vier Teilbildern

2. Papierchromatographie

Bei der Papierchromatographie werden meist präparierte Cellulosefasern als Träger benutzt. Die stationäre Phase wird von der die Fasern umgebenden Hydrathülle gebildet. Als mobile Phase dienen meist organische Lösungsmittelgemische. Es handelt sich im wesentlichen um Verteilungschromatographie, die insbesondere zur Trennung polarer Substanzen geeignet ist. Dabei wird das Fließmittel durch Kapillarkäfte und Verdunstung an der stationären Phase vorbeigeführt.



Wegen der besseren Reproduzierbarkeit, Empfindlichkeit und Geschwindigkeit empfehlen wir die Dünnschichtchromatographie

3. Dünnschichtchromatographie (DC)

Bei der Dünnschichtchromatographie werden meist käufliche Fertigplatten aus Aluminium, Glas oder Kunststoff, die entweder mit Kieselgel, Aluminiumoxid oder Cellulose beschichtet sind, eingesetzt. Es handelt sich im wesentlichen um Adsorptionschromatographie. Auch hier wird das Fließmittel durch Kapillarkäfte und Verdunstung an der stationären Phase vorbeigeführt. Die mitgeführten Teilchen werden dabei an der Oberfläche der stationären Phase adsorbiert und / oder wieder desorbiert und durch Laufmittelteilchen ersetzt. Diese Adsorptionen und Desorptionen finden immer wiederholt statt. Je stärker die Affinität eines Teilchen zu der stationären Phase, um so schlechter wird es desorbiert - um so langsamer wandert es. Andererseits sorgen z. B. polare Fließmittel dafür, daß sich in ihm polare Substanzen besonders gut lösen - also sehr schnell mitwandern. Es hat sich als nützlich erwiesen, verschiedene Laufmittel in der Reihenfolge steigender Elutionskraft zu ordnen. Diese "elutrope Reihe" entspricht im wesentlichen der Reihenfolge steigender Polarität bzw. Dielektrizitätskonstanten des Laufmittels. Selbstverständlich gilt eine solche elutrope Reihe genau genommen nur für ein bestimmtes Sorbens. Die Reihen für Kieselgel und Aluminiumoxid sind zufällig fast gleich. Sie sind in der Tabelle auf der nachfolgenden Seite zusammengefaßt.

Chromatographische Parameter: R_F -Wert und Auflösung

Die Trennleistung des DC-Systems ist an der Zonenverbreiterung erkennbar, die der aufgetragene Substanzfleck entlang der chromatographischen Trennstrecke erfährt. Je breiter der Peak, desto schlechter die Trennleistung. Die Selektivität dagegen gibt an, wie unterschiedlich die R_F -Werte für getrennte Substanzen sind.

$$R_F = \frac{\text{Laufstrecke der Substanz}}{\text{Laufstrecke des Fließmittels}}$$

Entscheidend für die praktische Anwendung ist vor allem, wie gut zwei verschiedene Substanzen von einem gegebenen DC-System (Laufmittel + stationäre Phase) getrennt werden. Dies hängt sowohl von der Trennleistung als auch von der Selektivität des Trennsystems ab. Die zugehörige Kenngröße ist die Auflösung R_s

$$R_s = \frac{d}{1/2 \cdot W_1 + 1/2 \cdot W_2}$$

Dabei bezeichnen die Werte W die Fleckdurchmesser zweier Substanzen 1 und 2, d ist der Abstand der Fleckmittelpunkte. Anschaulich: je größer der Abstand und je kleiner der mittlere Fleckdurchmesser der Substanzen, desto besser die Auflösung. Wenn $1/2 \cdot W_1 + 1/2 \cdot W_2 = d$, so ist $R_s = 1$ und die Substanzen sind gerade "basislinien-getrennt", d. h. zwischen ihnen erreicht der chromatographische Meßwert die Basislinie.

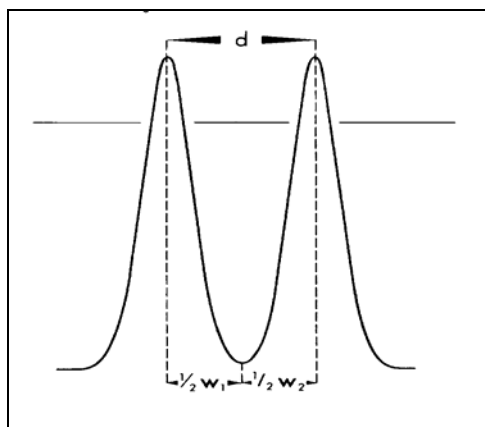


Abb. 2 Retentionszeiten und Fleckgrößen bei der DC

Tabelle 1: Elutrope Reihe nach HALPAAP [17].

Elutrope Reihe	Formel	Polaritätsindex nach Snyder*)	Dielektrizitätskonstante	Molare Masse	Siedepunkt	Dampfdruck	MAK-Wert
							DK (20 bzw. 25 °C)
n-Heptan	C ₇ H ₁₆	–	1,9	100,21	98,4	48	500
n-Hexan	C ₆ H ₁₄	0,0	1,9	86,18	68,9	160	100
Cyclohexan	C ₆ H ₁₂	0,0	2,0	84,16	80,7	104	300
Isooctan	C ₈ H ₁₈	0,4	1,9	114,23	99,2	51	500
1,1,2-Trichlor-trifluoethan	Cl ₂ FC ₂ CF ₂	–	2,4	187,38	47,7	368	1000
Tetrachlor-kohlenstoff	CCl ₄	1,7	2,2	153,82	76,5	120	10
Toluol	C ₆ H ₅ CH ₃	2,3	2,4	92,14	110,6	29	200
Chloroform	CHCl ₃	4,4	4,8	119,38	61,7	210	10
Dichlor-ethan	ClCH ₂ CH ₂ Cl	3,7	10,6	98,97	83,4	87	20
Dichlor-methan	CH ₂ Cl ₂	3,4	9,1	84,93	40,0	453	100
1-Butanol	CH ₃ (CH ₂) ₃ OH	3,9	17,8	74,12	117,2	6,7	100
Acetonitril	CH ₃ CN	6,2	37,5	41,05	81,6	97	40
2-Propanol	CH ₃ CH(OH)CH ₃	4,3	18,3	60,10	82,4	43	400
Ethylacetat	CH ₃ COOC ₂ H ₅	4,3	6,0	88,10	77,1	97	400
Aceton	CH ₃ COCH ₃	5,4	20,7	58,08	56,2	233	1000
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	5,2	24,3	46,07	78,5	59	1000
1,4-Dioxan	C ₄ H ₈ O ₂	4,8	2,2	88,11	101,0	41	50
Tetrahydrofuran	C ₄ H ₈ O	4,2	7,4	72,11	66,0	200	200
Methanol	CH ₃ OH	6,6	32,6	32,04	65,0	128	200
Wasser	H ₂ O	9,0	80,2	18,01	100,0	23	–

*) L. R. Snyder: J. Chromatogr. 92, 223–230 (1974)

Auftragen von Substanzen

Üblicherweise wird zunächst bei der DC im Abstand von 1,5-2,5 cm vom unteren Rand die Startlinie markiert. Von der Startlinie 10-15 cm entfernt kennzeichnet man die vorgesehene Laufstrecke der Fließmittelfront. Die Markierungen sollten nur am äußeren Rand der Platte mit weichem Bleistift angebracht werden, damit die Schicht nicht verletzt wird. Die Startpunkte werden mit einem seitlichen Abstand von 1-2 cm voneinander und vom Plattenrand entlang der gedachten Startlinie vorsichtig eingezeichnet. Auftrageschablonen erleichtern das Auftragen.

Zum Auftragen werden im wesentlichen Kapillaren oder Spritzen verwendet. Beim Auftragen mittels Kapillaren sorgen allein die Kapillarkräfte der Schicht für das Ausfließen der Probelösung. Im Falle der Spritzendosierung handelt es sich um eine Zwangsdosierung: die Probe wird mit Stempelkraft aus der Spritze herausgedrückt. Für qualitative Untersuchungen werden häufig Schmelzpunktröhrchen mit ausgezogener Spitze als Auftragkapillare verwendet.

Kammersättigung

Einen starken Einfluß auf das Trennergebnis hat die Kammersättigung. Im Verlauf der Trennung verdampft Laufmittel von der Platte und zwar vorwiegend im Bereich der Fließmittelfront. Es wird mehr Laufmittel für eine bestimmte Laufstrecke der Front benötigt, und die R_F -Werte steigen. Kleidet man dagegen die Kammer mit Filterpapier aus und tränkt es mit dem Laufmittel, so verteilen sich nach kurzer Zeit Laufmitteldämpfe gleichmäßig im Dampfraum, die Kammer wird gesättigt. Stellt man eine Trennplatte in eine solche Kammer ein, so wird die trockene Schicht mit Laufmittel vorbeladen, der Laufmittelbedarf für die gleiche Laufstrecke der Front ist geringer, die R_F -Werte sind kleiner.

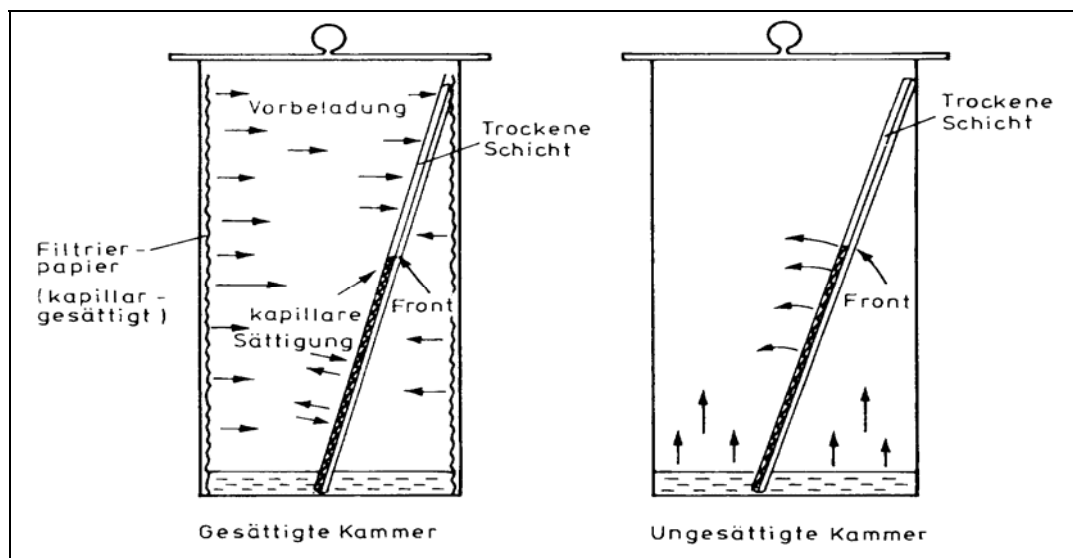


Abb. 3

Zweidimensionale Dünnschichtchromatographie

Bei der zweidimensionalen Entwicklung wird das zu trennende Gemisch auf einen Startpunkt in einer Plattenecke aufgetragen, die Platte in eine normale Entwicklungskammer eingestellt und zunächst linear einmal nach oben entwickelt. Nach dem Trocknen wird die Platte, um 90° gedreht, in eine zweite Kammer mit einem anderen Fließmittel eingestellt und nochmals entwickelt. Die Chromatogrammbahn aus dem ersten Durchlauf wird dann zur Startlinie der zweiten Entwicklung.

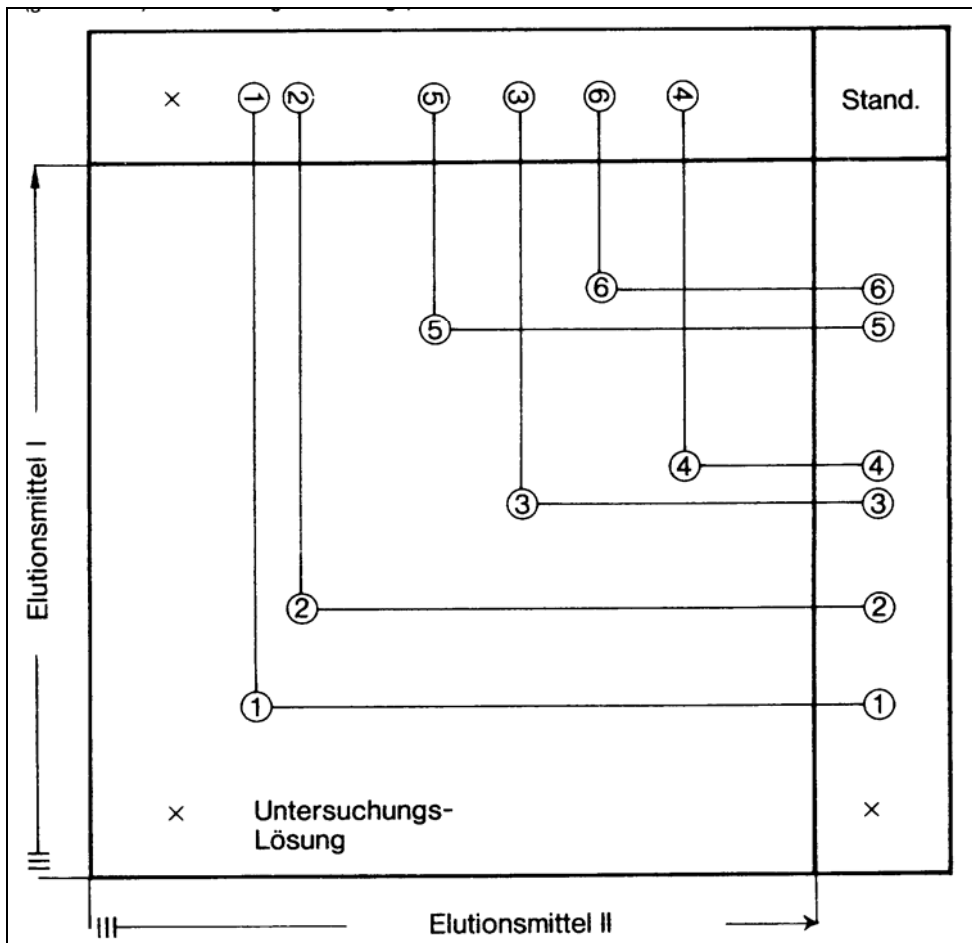


Abb. 4

Die Abb. 4 zeigt, daß durch die zweidimensionale Entwicklung eine deutlichere Trennung als bei der zum Vergleich durchgeführten eindimensionalen Entwicklung erreicht wird.

Identifizierung von Stoffen

Man benutzt meist die Technik des Co-Chromatogramms. Dabei trägt man nicht nur die zu trennende Substanz auf, sondern daneben Stoffe, von denen man annimmt, daß sie im Gemisch vorhanden sind. Ist die Vermutung richtig, so findet sich im aufgetrennten Gemisch ein "Fleck", der die gleiche Laufstrecke zurückgelegt hat wie die Vergleichssubstanz. Mit einem Färbereagenz muß er auch die gleiche Reaktion eingehen. Arbeitet man mit vergleichbaren Laufmittelgemischen und Trägermaterialien, kann man auch den R_F -Wert zur Identifikation heranziehen.

Häufig ist in die Beschichtung der DC-Platten ein Fluoreszenzindikator eingearbeitet; vorzugsweise für Bestrahlung mit einer Wellenlänge von 254 nm. Substanzflecken liegen darüber und führen bei Bestrahlung mit UV-Licht zu einer Fluoreszenzverminderung bzw. -löschung.

4. Säulenchromatographie

Säulenchromatographische Trennungen werden im allgemeinen im Makromaßstab durchgeführt und die Probe wird als Lösung mit den üblichen Volumenmeßgeräten aufgetragen. Die mobile Phase wird am oberen Ende der Säule aus Vorratsgefäßen zugeführt; man chromatographiert absteigend. Die mobile Phase wandert also im Schwerfeld der Erde. Ist die Fließgeschwindigkeit in der gegebenen Säule zu gering, verkürzt die Anwendung von Über- oder Unterdruck die Analysendauer.

Die Auswahl der mobilen Phase erfolgt nach den gleichen Kriterien wie bei der DC. Meist wird aus Kostengründen zunächst ein Probe- DC angefertigt.

Man arbeitet in der einfachen Säulenchromatographie mit Säulen aus Glas oder Kunststoff. Wenn notwendig, kann die Fließgeschwindigkeit durch einen Abflußhahn reguliert werden. Wesentlich für die Effektivität einer Trennsäule ist auch die Packung, die möglichst gleichmäßig sein soll. Darauf ist sowohl beim nassen als auch

AK Computer Chromatographie	Chromatographie Grundlagen	K 00 Seite 7 / 29
--------------------------------	---------------------------------------	-----------------------------

beim trockenen Füllen der Säule zu achten. Der erstgenannte Effekt erfolgt durch »Einschlämmen« einer Suspension der stationären in der mobilen Phase und langsames Sedimentieren. Beim trockenen Einfüllen wird die stationäre Phase durch "Stopfen" mit einem kleinen Stempel gepackt oder durch Anwendung eines Vibrators bzw. Beklopfen der Säule "ingerüttelt".

Auswertung

Sollen die getrennten Substanzen gewonnen werden, wird ein Fraktionssammler eingesetzt. Gesammelt werden die Fraktionen in Reagenzgläsern oder ähnlichen Gefäßen, die sich zumeist in Fraktionssammlern befinden. Das sind Geräte, die auf bestimmte Signale hin die Vorlage wechseln. Die Signalgebung und damit der Wechsel des Auffanggefäßes kann durch das Gewicht der Fraktionen, die Tropfenzahl des Eluats, die Zeit, oder durch Signale, die von einer Meßzelle (z.B. Leitfähigkeits- oder UV- Durchflußmeßzelle) ausgehen, gesteuert werden.

Werden z.B. farbige Substanzen in Kunststoffrohren getrennt, können diese aufgeschnitten und das Säulenmaterial mit der Probe entnommen werden.

5. HPLC

(HPLC, High-Pressure-Liquid-Chromatography, auch High-Performance Liquid-Chromatography, Hochleistungs-Flüssigchromatographie). Seit etwa 1965 wurden die mit Hilfe der Gaschromatographie gewonnenen theoretischen Erkenntnisse auf säulenchromatographische Trennungen mit flüssiger mobiler Phase übertragen.

Wesentlichen Veränderungen gegenüber der normalen Säulenchromatographie sind:

- a) Die Anwendung von Hochdruck (bis zu 35 MPa) zur Beschleunigung des Durchsatzes der mobilen Phase. Das Pumpensystem muß pulsfrei arbeiten. Schwankungen in der Fließgeschwindigkeit sind zu vermeiden. Zur Herstellung von Flüssigkeitsgemischen ist der Einbau einer Mischkammer erforderlich.
- b) Der Einsatz von Sorbentien geringerer Teilchengröße zur Herabsetzung der Diffusionswege und Beschleunigung des Stoffaustausches.
- c) Die Thermostatisierung der Säule.

6. Gaschromatographie

6.1 Übersicht

Bei der Gaschromatographie handelt es sich um ein Verfahren, welches zur Trennung von Stoffgemischen angewandt wird, die gasförmig vorliegen oder vollständig verdampft werden können.

Die gaschromatographische Untersuchung verläuft wie auch bei anderen chromatographischen Untersuchungen mit Hilfe einer "mobilen Phase" und einer "stationären Phase", wobei bei der Gaschromatographie die mobile Phase ein Trägergas ist. Hierzu verwendet man vorwiegend Wasserstoff oder Helium (1) aus der Stahlflasche, die sich aufgrund ihrer geringen Atommasse vorzüglich als "mobile Phase" eignen. Als "stationäre Phase" werden bevorzugt Paraffine, Siliconöle und Polymere verwendet, die auf einen Träger z.B. Kieselgel aufgebracht werden und sich in einer bis zu 2 m langen Metall- oder Glasröhre (5) befinden. Je nach Polarität des zu trennenden Stoffgemisches wählt man nun eine geeignete "stationäre Phase", so daß die einzelnen Komponenten des Stoffgemisches unterschiedlich lange an der "stationären Phase" adsorbiert werden, bis sie durch das Trägergas weitergeschoben werden.

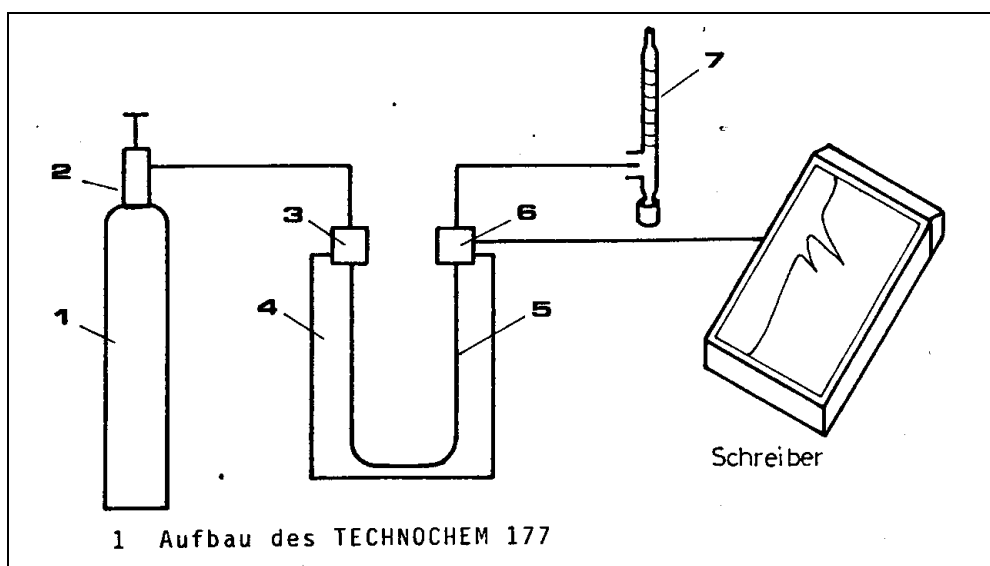


Abb. 4 Schema eines Chromatographen

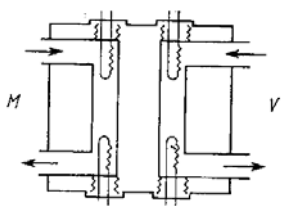
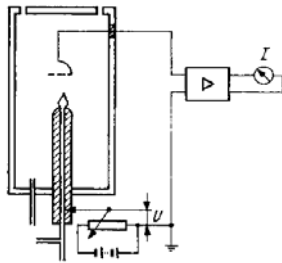
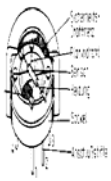
Aufgebracht wird das Stoffgemisch mit einer Injektionsspitze am Beginn der Säule (3). Spätestens an dieser Stelle muß dafür gesorgt werden, daß alle Stoffe gasförmig sind (heizbarer Injektionsblock). Wenn nun eine der Komponenten des Stoffgemisches, die mit der "stationären Phase" gefüllte Säule (im temperierbaren Raum (4)), durchlaufen hat, trifft sie auf einen Detektor (6). Bei der Detektion der Substanzen nutzt man z. B. ihr unterschiedliches Wärmeleitfähigkeitsvermögen gegenüber dem Trägergas aus. Das Gas strömt an einer elektrisch beheizten glühenden Wendel vorbei. Sind nun im Gemisch Teilchen mit einer großen Wärmekapazität vorhanden, so kühlen sie die Wendel stärker ab als das Trägergas. Die Folge ist eine größere Stromstärke. Diese Änderung hat nun zur Folge, daß nach elektrischer Verstärkung auf dem ebenfalls angeschlossenen Schreiber ein sogenannter "Peak" entsteht. Die Methode heißt Wärmeleitfähigkeitsdetektion (WLD). Gemessen wird dabei meistens mit mehreren Glühwendeln, die in einer Wheatstone-Brücke geschaltet sind.

Eine weitere Möglichkeit bietet sich an, wenn man z.B. mit Wasserstoff als Trägergas arbeitet. In der heißen Wasserstoffflamme wird ein Teil der zu untersuchenden Moleküle ionisiert. Dies läßt sich ebenfalls durch Fließen eines Stromes im sogenannten Flammenionisationsdetektor (FID) nachweisen.

Neuerdings setzt man zur Detektion auch Gassensoren auf Metalloxid-Basis ein. Diese reagieren mit oxidierbaren Substanzen und bilden Metalle. Als Folge steigt die Stromleitung. Sie kann nach elektrischer Aufbereitung ebenfalls auf dem Schreiber dargestellt werden.

In gewissen Grenzen läßt sich das Trennergebnis durch den Gasdruck, den man am Reduzierventil (2) ablesen kann, bzw. durch die Gasmenge, die man mit dem Strömungsmesser (7) messen kann, beeinflussen. Zur Vergleichbarkeit der Chromatogramme sind diese Werte sowie Trägermaterial und Temperatur im Chromatogramm zu vermerken.

6.2 Detektoren

Detektor	WLD Wärme-Leitfähigkeits- Detektor	FID Flammen-Ionisations- Detektor	TGS Taguchi-Gas- Sensor
Schematischer Aufbau			
Prinzip	Ein beheizter Draht wird in den Gasstrom gehalten. Je nach Wärmekapazität der vorbeiströmenden Gase ändert sich die Temperatur des Drahtes. Je höher dessen Temperatur ist, desto größer ist sein Widerstand.	Zwei Elektroden werden in eine Flamme gehalten. Der FID mißt dann den eventuell auftretenden Ionisationsstrom. Da dieser Strom so gering ist, muß er noch um ein Vielfaches verstärkt werden.	Das Herz des TGS ist eine aus Metalloxiden gesinterte Pille. In dieser sind zwei Elektroden aus Platin eingebettet. Bei Kontakt mit reduzierenden Gasen werden die Metalloxide reduziert, wodurch der Widerstand sinkt. Nach Oxidation mit dem Luftsauerstoff steigt der Widerstand wieder an.
Vor- und Nachteile	Bei diesem Sensor kann man mit jedem Gas als mobiler Phase arbeiten, er ist jedoch nicht so empfindlich wie die beiden anderen Sensoren. Deshalb benötigt man etwas größere Stoffkonzentrationen als beim FID. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß er alle Stoffkomponenten detektieren kann.	Dieser Sensor ist recht empfindlich. Er benötigt allerdings ein brennbares Gas als mobile Phase, und das ist sowohl teuer als auch nicht ganz ungefährlich. Ein weiterer Nachteil besteht darin, daß dieser Sensor nur ionisierbare Gase messen kann.	Diese Sensoren sind recht empfindlich, man kann daher auch mit geringen Stoffkonzentrationen arbeiten. Sie eignen sich außerdem für die Gaschromatographie mit Luft als Trägergas. Dies ist recht <i>einfach, billig und ungefährlich</i> . Allerdings neigen sie, wenn der Sensor nicht genügend geheizt oder die Stoffmenge zu groß ist, zum <i>Tailing Effekt</i> , das bedeutet, daß der Peak am hinteren Ende nicht steil, sondern viel zu langsam wieder die Grundlinie erreicht. Ein weiterer gravierender Nachteil besteht darin, daß sie nicht alle Stoffe detektieren und zur quantitativen Auswertung nicht geeignet sind. Näheres siehe Kapitel M00.

6.3 Mobile Phasen

Trägergas	Vorteile	Nachteile
Wasserstoff:	hohe Wärmeleitfähigkeit (für WLD-Detektor) niedrige Viskosität FID einsetzbar	gefährlich (Mischung mit Luft explosiv) aufgrund des hohen Diffusionsvermögen des Wasserstoffes ist es schwierig, eine vollkommene Dichtigkeit der Apparatur zu erlangen.
Helium	hohe Wärmeleitfähigkeit relativ niedrige Viskosität,	teuer
Kohlenstoffdioxid	relativ billig und ungefährlich	niedrige Wärmeleitfähigkeit
Stickstoff:	relativ billig und ungefährlich	niedrige Wärmeleitfähigkeit
Luft)*	kostenlos, ungefährlich, mit dem TGS qualitative Ergebnisse mit dem WLD gute quantitative Ergebnisse	möglicherweise ein geringfügig höherer Sensorenverschleiß.

*) Ein besonders großer Vorteil der Luft als Trägergas in Schülerversuchen besteht darin, daß Luft einfach für jeden Schüler zu beschaffen ist (durch Aquarienpumpen oder aufpumpbare Druckflaschen). Im Gegensatz dazu müßte bei Schülerversuchen mit herkömmlichen Gaschromatographen für jeden Schüler eine Gasdruckflasche bereit gestellt werden, oder durch höchst aufwendige und teure Verteilungssysteme jedem Schüler Zugang zu einer Gasflasche verschafft werden.

6.4 Auswertung von Gaschromatogrammen:

Ein Gaschromatogramm besteht aus der Basislinie und einer entsprechenden Anzahl von Peaks.

Retentionszeiten

Der zeitliche Abstand vom Zeitpunkt der Injektion zum Maximum eines Signals entspricht der Retentionszeit t_{Ri} , über die es möglich ist, eine Komponente zu identifizieren (qualitative Bestimmung der Retentionszeit). Sie setzt sich zusammen aus der Aufenthaltsdauer der Substanz in der mobilen Phase t_0 und der Verweilzeit in der stationären Phase ($t_{Ri} = \text{Nettoretentionszeit}$).

$$t_{Ri} = t_0 + t$$

Die Zeit t_0 wird auch als Totzeit bezeichnet. Sie ist die Zeit, die eine Komponente benötigt, um das chromatographische System zu durchlaufen, ohne mit der stationären Phase in Wechselwirkung zu treten ("Luftpeak"). Die Nettoretentionszeit t_{Ri} ist demzufolge die Differenz zwischen der Bruttoretentionszeit t_{Rj} und der Totzeit t_0 .

$$t_{Ri} = t_{Rj} - t_0$$

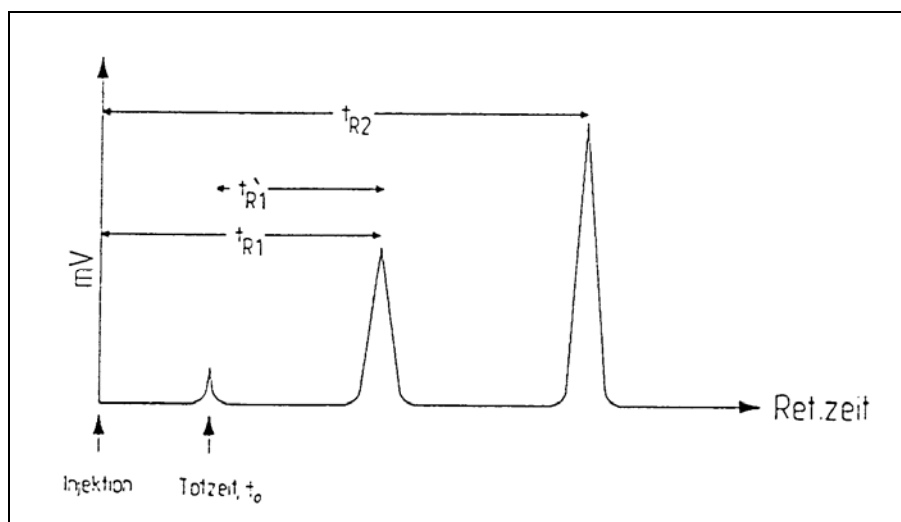


Abb. 6 Retentionszeiten

Diese Zeit entspricht der Verweildauer der Komponente in der stationären Phase. Sie ist allerdings äußerst stark von allen Bedingungen in Chromatographen abhängig und daher nur für einen bestimmten Satz von Bedingungen tabelliert.

Anhand der Retentionszeit kann man nun Vermutungen aufstellen, um welchen Stoff es sich handeln könnte.

"Aufstocken"

Hier bedient man sich der Methode des Co-Chromatogramms, indem man zusätzlich zu dem Stoffgemisch eine gewisse Menge des vermuteten Stoffes gibt und dieses dann wiederum gaschromatographisch untersucht. Wenn nun der Peak größer wird, kann man "fast" sicher sein, daß es sich um den vermuteten Stoff handelt. (Abb. 7 n-Butan und 2-Methylpropan)

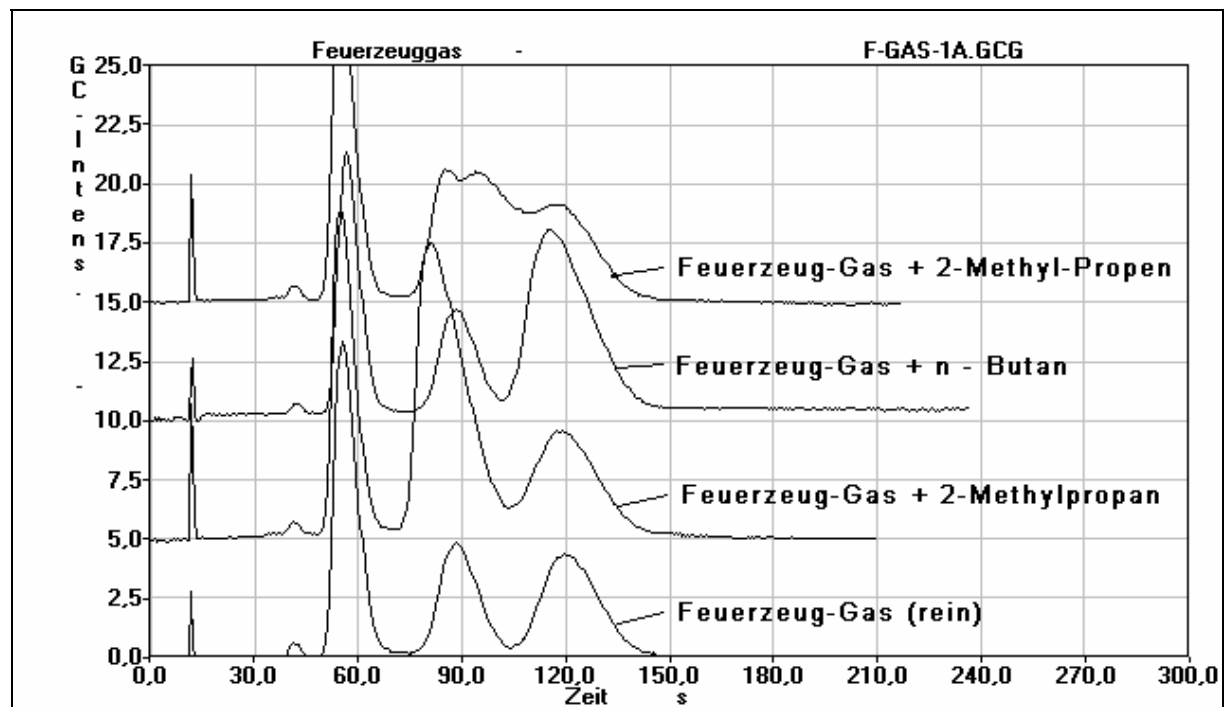


Abb. 7 Gaschromatogramm von Feuerzeug Gas und "Aufstockung mit verschiedenen Gasen. In diesem Fall verkleinert sich durch Konzentrationserhöhung etwas die Retentionszeit

Eindeutiger ist allerdings die Aussage, daß ein Stoff fehlt, wenn beim Cochromatogramm ein neuer Peak auftritt. (Abb. 7 2-Methylpropan)

Zusätzlich zu der Anwendung der Gaschromatographie als qualitatives Analyseverfahren kommt nun die Anwendung als quantitatives Analyseverfahren.

Quantitative Auswertung

Bei der quantitativen Auswertung eines Gaschromatogramms geht man davon aus, daß die Fläche (A) unter einem Peak proportional zu der Masse (Menge) des zugehörigen Stoffes ist. Um die Beziehung in die Form einer Gleichung zu bringen, führt man eine Proportionalitätskonstante R ein, den Responsefaktor.

$$m = R \cdot A$$

Falls kein Integrator (oder ein entsprechendes Computerprogramm) zur Verfügung steht, werden die auf einem Schreiber produzierten Peaks ausgeschnitten und auf einer Waage gewogen. Beim mathematischen Verfahren bestimmt man das Produkt aus Höhe und Halbwertsbreite (oder zählt die Kästchen des Millimeterpapiers). Die Methode der Integration gilt streng nur bei Molekülen mit gleichen Eigenschaften (z.B. gleicher Wärmekapazität).

Quantitative Analyse mit äußerem Standard

Zur Bestimmung der Substanzmenge (m_K) der in einem Gemisch enthaltenen Substanz K spritzt man zuerst das Substanzgemisch ein und nachher bei gleichen Arbeitsbedingungen (Temperatur, Gasvolumenstrom) eine genau dosierte Substanzmenge (m_{St}) der reinen Substanz K als äußeren Standard (äußerer Standard deshalb, weil er nicht direkt dem Substanzgemisch zugegeben, sondern gesondert gemessen und aufgezeichnet wird). Da die Substanzmenge des Standards meist bekannt ist, kann aus den Peakflächen beider Chromatogramme die Substanzmenge m_K der im Gemisch enthaltenen Substanz K berechnet werden: Dabei stehen die Substanzmenge m_K der Substanz K im untersuchten Gemisch und die Substanzmenge (m_{St}) des Standards in demselben Verhältnis zueinander wie die Größe ihrer Peakflächen:

$$\frac{m_K}{A_K} = \frac{m_{St}}{A_{St}} ; \text{daraus folgt: } m_K = \frac{m_{St} \cdot A_K}{A_{St}}$$

Wenn auch die Gesamtstoffmenge des eingespritzten Substanzgemisches (m_G) bekannt ist, kann auch der prozentuale Massenanteil der Substanz K berechnet werden:

$$\text{Massen -\% K} = \frac{m_K \cdot 100}{m_{Gt}}$$

Es muß hinzugefügt werden, daß für diese Berechnungen nur Messungen in Frage kommen, die im Linearbereich des Detektors liegen. Die Konstanz der Meßbedingungen in beiden Messungen (Substanzgemisch und Standard) ist Voraussetzung für diese Analyse.

Stoffspezifische Korrekturfaktoren

Man sollte nicht davon ausgehen, daß die Größe der Peakfläche bei gegebenen konstanten Arbeitsbedingungen nur von der Substanzmenge abhängt. Es ist vielmehr anzunehmen, daß zwei verschiedene Substanzen bei gleicher Substanzmenge verschieden große Peakflächen aufweisen.

Man kann die Korrekturfaktoren für mehrere Komponenten mit einer einzigen Messung bestimmen, indem man deren Gemisch mit der Standardsubstanz einspritzt und den stoffspezifischen Korrekturfaktor jeder Komponente einzeln berechnet. Voraussetzung dafür ist, daß das Massenverhältnis jeder einzelnen Substanz zur Standardsubstanz bekannt ist und die Peaks im Chromatogramm nicht überlappen. Beziehen sich die stoffspezifischen Korrekturfaktoren der Substanzen R und S auf die gleiche Standardsubstanz, dann entspricht das Massenverhältnis dieser Substanzen dem Verhältnis ihrer korrigierten Peakflächenwerte, und es gilt die Gleichung

$$\frac{m_R}{m_S} = \frac{A_R \cdot f_R}{A_S \cdot f_S}$$

wobei m_R und m_S die Massen der Substanzen R und S, A_R und A_S deren Peakflächen und f_R und f_S deren stoffspezifische Korrekturfaktoren sind. Es ist vorteilhaft, als Standardsubstanz die im Gemisch anwesende Hauptkomponente zu wählen.

Der stoffspezifische Korrekturfaktor dient der Ermittlung der prozentualen Zusammensetzung von Stoffgemischen, wobei in der Berechnung anstelle der Peakflächenwerte die korrigierten Peakflächenwerte verwendet werden.

Bestimmung der prozentualen Zusammensetzung der Komponenten im Substanzgemisch

Durchlaufen alle im Substanzgemisch enthaltenen Komponenten die Trennsäule und erfolgt hierbei eine vollständige Auftrennung, so zeigt das Chromatogramm so viele Peaks (i), wie Komponenten im Substanzgemisch vorhanden waren. Addiert man alle Peakflächen, so erhält man die Summe der Peakflächen. Der prozentuale Anteil A_K der Substanz K wird errechnet nach der Formel

$$\text{Massen-\% K} = \frac{A_K \cdot f_K \cdot 100}{\sum_1^n A_i \cdot f_i}$$

Quantitative Analyse mit innerem Standard

Mit dieser Methode kann die Masse m_K einer im Substanzgemisch enthaltenen Substanz ermittelt werden. Zur Probe wird vor der Messung eine als innerer Standard St_i bezeichnete Substanz beigegeben, deren Masse m_{St_i} bekannt ist. Sind der stoffspezifische Korrekturfaktor f_{St_i} des inneren Standards und ebenso der stoffspezifische Korrekturfaktor der Substanz K bekannt, so läßt sich m_K nach der Ermittlung der Peakfläche der Substanz (A_K) und des Standards (A_{St_i}) nach der Formel

$$m_K = \frac{m_{St_i} \cdot A_K \cdot f_K}{A_{St_i} \cdot f_{St_i}}$$

berechnen.

Der innere Standard muß folgende Voraussetzungen erfüllen: Er darf mit keiner der im Substanzgemisch anwesenden Komponenten identisch sein, und sein Peak darf mit den Peaks der Probe nicht überlappen. Seine Retentionszeit soll sich von der Substanz nicht allzu sehr unterscheiden. Seine Konzentration im Substanzgemisch sollte in der Größenordnung der Konzentration der Substanz K liegen. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, daß die Peakflächen der anderen im Substanzgemisch anwesenden Komponenten für die Berechnung nicht ermittelt werden und auch ihre stoffspezifischen Korrekturfaktoren nicht bekannt sein müssen. m_K kann auch dann berechnet werden, wenn eine Komponente im Substanzgemisch nicht verdampfbar oder meßbar ist. Dadurch, daß das Substanzgemisch und der innere Standard gemeinsam in einem Durchlauf analysiert werden, braucht man Analysenfehler, die auf Veränderungen der Arbeitsbedingungen zurückzuführen sind, nicht zu fürchten.

Verifizierung der quantitativen Analyse

Anhand der Ergebnisse der quantitativen Analyse kann man selber "Feuerzeuggas" "synthetisieren". Wenn beide ein vergleichbares Ergebnis bei der Messung liefern, sollte die Analyse richtig sein.

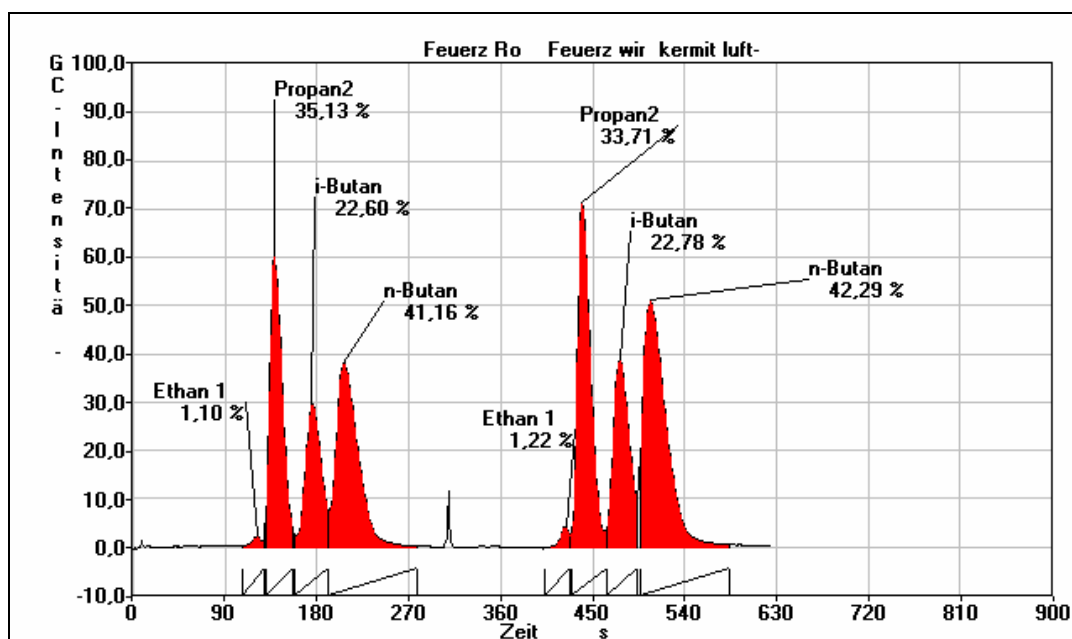


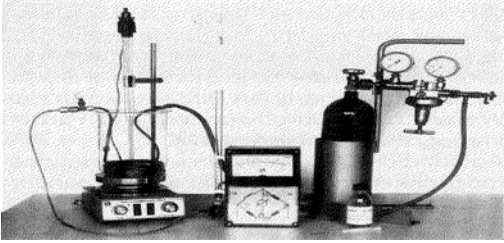
Abb. 8 Chromatogramm von Feuerzeug-Gas bzw. nach der quantitativen Analyse gemischtes Gas.

In der Abbildung ist der zuerst eingespritzte Stoff industriell angefertigtes Feuerzeuggas (ROWENTA) und der zweite nach den Integrationsergebnissen gemischtes Vergleichsgas. Bei dieser Methode lassen sich kleine Ungenauigkeiten nicht vermeiden, da man keine andere Möglichkeit hat, als das Gas in einem gebräuchlichen Kolbenprober zu mischen. Mit solchen Mitteln ist es kaum möglich, zum Beispiel genau 31,46 mL Propan einzuspritzen.

6.5 In der Schule vorhandene Gaschromatographen"

Diese Aufstellung ist rein willkürlich - sicher gibt es noch viele weitere gute Geräte / Ideen etc. von anderen Herstellern / Firmen oder Privatpersonen. Auch die Reihenfolge ist völlig willkürlich. Ich bitte, Verbesserungen und Ergänzungen an meine Adresse zu schicken

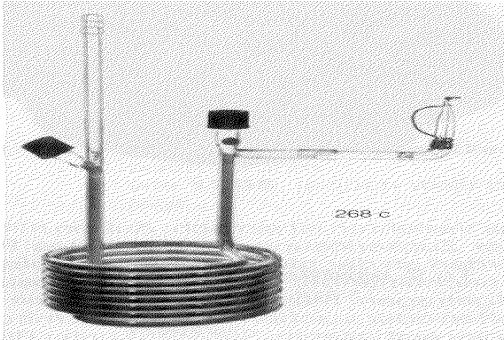
1. Modell- Gaschromatograph nach Prof. Wegmann



Der "didaktische" Chromatograph besteht im wesentlichen aus der stabilen Kupfersäule gefüllt mit Siliconöl auf Chromosorb, an die Einspritzeinheit und WLD angeschraubt sind. Eine Glasdüse mit evtl. Kupferdraht können als "Augen- Detektor" dienen.
Betriebsgas: Wasserstoff.
Eine evtl. Temperierung geschieht im Becherglas auf einem regelbaren, heizbaren Magnetrührer.

z.B.: Fa. Hedinger. Bestellnummer 270	Ausgang: ?? mV	649,75 DM
weitere Säule: (Molekularsieb 279/1)		328,04 DM
Haye-Sep-Q ???)		ca. 250,00 DM

2. Gaschromatograph nach Prof. Wagner

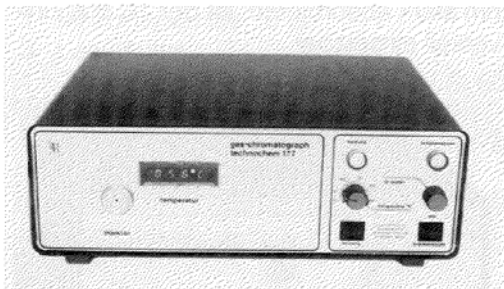


Der Chromatograph besteht im wesentlichen aus einer zerbrechlichen Säule aus Glas, gefüllt mit APL auf Chromosorb, an die eine Einspritzeinheit angeblasen ist.
Kein elektronischer Detektor.

Eine Glasdüse mit evtl. Kupferdraht kann als "Augendetektor" dienen.
Betriebsgas: Wasserstoff.
Eine evtl. Temperierung geschieht im Becherglas (siehe oben) kein Ausgang

z.B.: Fa. Hedinger. Bestellnummer 268c		362,25 DM
weiterer Säulenchromatograph: (Haye-Sep-Q 268d)		425,50 DM

3. Gaschromatograph(en) Technochem



Dies ist der wohl verbreitetste Schul- Gaschromatograph mit thermostatisierbarem Ofenraum und Einspritzteil, WLD, verschiedenen Säulen. Mitgelieferte Säule 10% APL auf Chromosorb P. Betriebsgas: Helium (Wasserstoff, Stickstoff)
Auch als Zweisäulenausführung erhältlich.
Angebote des Herstellers Fa. Elektroautomatik
Asbest - Sanierung: Ofenraum ca. 210,00 DM
Ersatz der Detektorfilamente ca. 350,00 DM
Ausgang : ca. 100 mV

z.B.: Fa. Hedinger. Bestellnummer		177000	2903,75 DM
Zweisäulenausführung incl. APL und PEGA-Säule		277000	3795,00 DM
weitere Säulen PEGA auf Chromosorb P		177103-2	224,25 DM
DC 550		177103-3	224,25 DM
Chromosorb 108		177103-4	224,25 DM
Haye-Sep-Q		177103-5	195,50 DM

4. Gaschromatograph MBM WLD 80-10 - Fa. Mauer/MBM



Ein weit verbreiteter Schul- Gaschromatograph mit thermostatisierbarem Ofenraum und Einspritzteil für 2 Säulen:
1,20 m OV101 und 0,60 m Chromsorb C 102,
WLD, reichliches Zubehör:
Betriebsgas: Helium (Wasserstoff, Stickstoff)

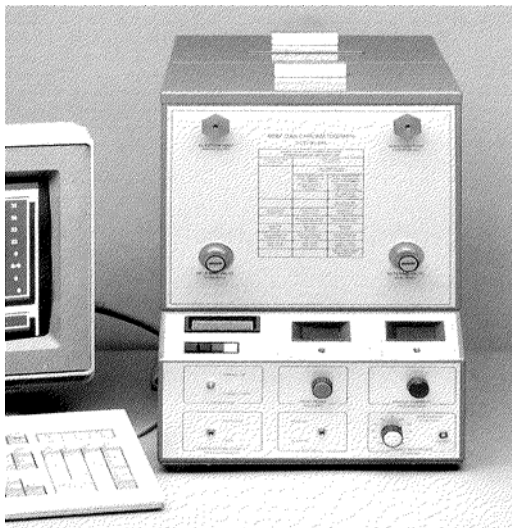
Chromatograph nicht mehr lieferbar

Alle Ersatzteile sind noch lieferbar.

weiterhin lieferbar:

Computerpaket: Schnittstellenkarte / Kabel / Software
Best. Nr. 275 360.30/275 360.35/275 360.50 1242.92 DM

5. Gaschromatograph MBM TCD 91 - PR Fa. Mauer/MBM



Nachfolger der bewährten WLD 80-10 mit eingebauter Computerschnittstelle Temperaturrampe möglich.

Technisch ähnlich TCD 80

Chromatograph 275 360.00 8044,25 DM

Zubehörpaket: 275 360.05 573,85 DM

Softwarepaket/ Kabel 275 360.30/ 275 360.20 733,12 DM

weitere Säulen

15% Carbowax 20 M 275 400.50 253,00 DM

20% Dinonylphthalat 275 400.52 253,00 DM

10% APL 275 400.54 253,00 DM

10% PEGA 275 400.55 253,00 DM

10% DC 550 275 400.56 253,00 DM

PORAPAK Q 275 401.01 437,00 DM

Molekularsieb 275 401.03 313,95 DM

Leersäule links 275 400 60 78.55 DM

Ausgang: 50 mV und RS 232

6. Mauer Gaschromatograph

Er ist noch geheim - Es gibt keine Abbildung

Neues Chromatographen- Konzept - Tischgehäuse mit Klarsichtdeckel - 2 Trennsäulen (ineinander)

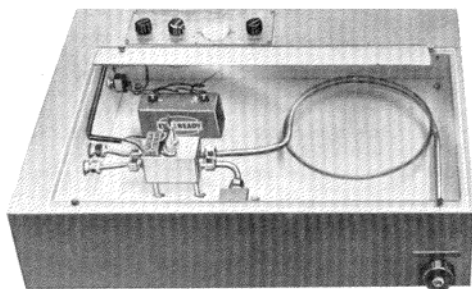
Trärgas: Schuldruckluft oder Kompressor

Spezielle Detektorverstärker bis 10 V und RS 232

(mobil)

Preis ca. 6000.00 DM

7. SCS Junior Gaschromatograph Fa. Jürgens



Einfach überschaubarer Schulchromatograph

Säule : 1,20 m

Thermistoren , Batteriebetrieb

Betriebsgas: Stickstoff

Ausgang: ca 3 V

Preis: 400,00 DM

8. Shandon UNI-KIT



Ein Veteran unter den Schul- Gaschromatographen (mit wie man sieht thermostatisierbarem Ofenraum)

Benötigte Spannung: 12 V

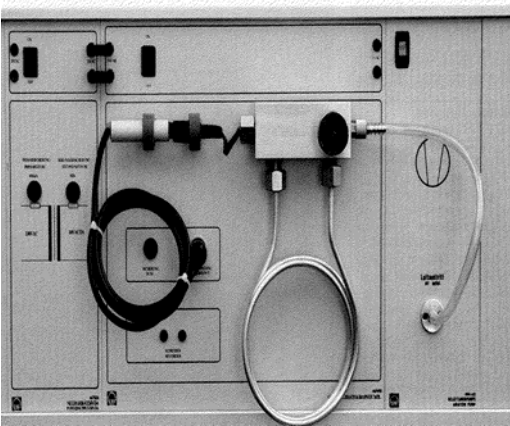
Mitgelieferte Edelstahlsäule APL auf Chromosorb P
Betriebsgas: ??

Chromatograph: ca. 3000,00 DM

weitere Säulen	
10% PEGA	DM
Leersäule	DM

nicht mehr lieferbar

9. LEYBOLD CPS 490



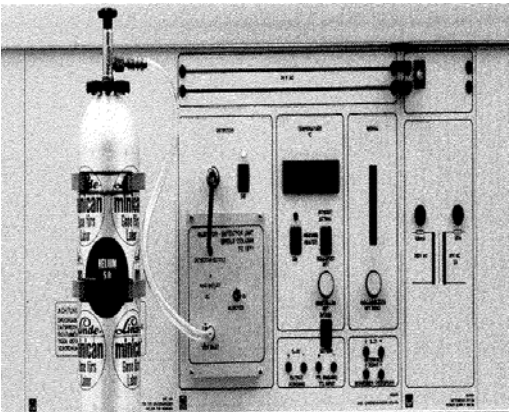
Das CPS -System zeichnet sich durch Kombinierbarkeit aus: Man kann sich den Demonstrationschromatographen für Raumtemperatur selbst zusammenstellen: So existiert z.B. eine Version aus Gassensor und Pumpe (Trägeras: Luft), Säule: Chromosorb C108 und Netzteil: Bestell-Nr. 665 490/ 665495/ 666412/ 665534/ 667824/ 666428 2906.05 DM

Aufpreis: WLD(Trägergas H₂, He, N₂) 665 495 27.85 DM

weitere Säulen :		
PEGA	665 532	272,55 DM
DC 550	665 533	272,55 DM
Leersäule	665 535	53.01 DM

Ausgang : 0 - 2 V

10. LEYBOLD CPS 470

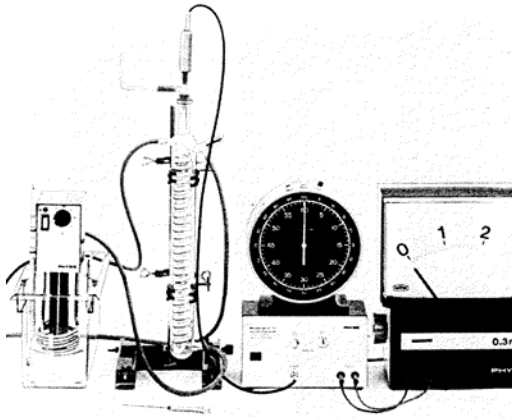


Demonstrationschromatograph für Raumtemperatur. Dieses Gerät mit WLD und Säule C 108, Netzgerät und Profilrahmen wird aus mehreren Teilen im Platten-System aufgebaut: Trägergas: Helium. Bestell-Nr. 665 470/ 665 477/ 665 471/ 667 824/ 666 428 8396,15 DM

weitere Säulen :		
PEGA	665 471	347,30 DM
DC 550	665 472	347,30 DM
APL	665 473	347,30 DM

Ausgang : 0 - 2 V

11. PHYWE Demonstrationschromatograph



Der vielleicht älteste Demonstrations- Schul- Gaschromatograph mit Rückflußkühler und "WLD". Säule: Dinonylphthalat auf Chromosorb (muß man selbst herstellen) Trägergas : Wasserstoff.

mit Zusatz thermostatisierbar.

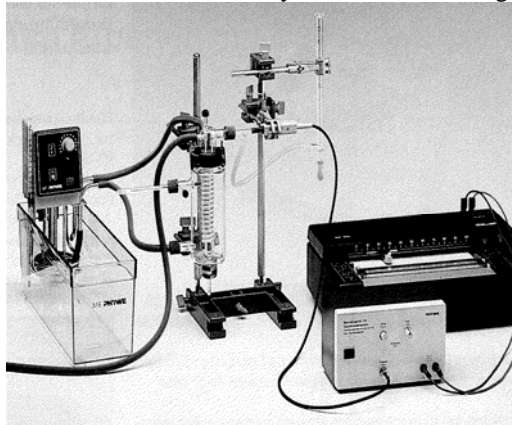
Aufstellung ohne Chemikalien, Uhr und Meßgerät:

Best-Nr. 36664.88 / 36670.10/ 36670.95 1614,54 DM

Thermostatisiereinrichtung: Wasser wird durch den Kühlermantel gepumpt 08482.93/ 08484.01 08482.02 -967,60 DM

Ausgang : 0 - 2 V

12. PHYWE Glasmantelsystem-Gaschromatograph



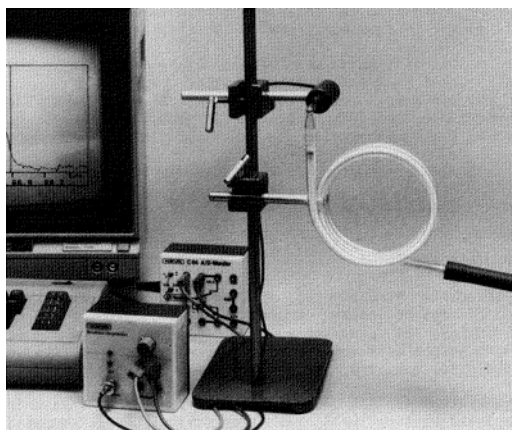
Dem obigen Chromatographen recht ähnlich - nur im Glasmantelsystem

Best-Nr. 36670.88 / 36670.95 1865,25 DM

Thermostatisierung siehe oben.

Ausgang : 0 - 2 V

13. Chromatograph nach Prof Wollrab (JS -Unternehmensgruppe)



Dieser "Selbstbauvorschlag" wird auch kommerziell hergestellt.

Säule aus Acrylglas Lieferung incl. Schlauch und Spritzen und "Beilstein-Detektor". Nicht temperierbar!

Besonderheit: FID daher Betriebsgas Wasserstoff

Gerätesatz mit einer Säule U (unpolar) 8250.00 534,75 DM

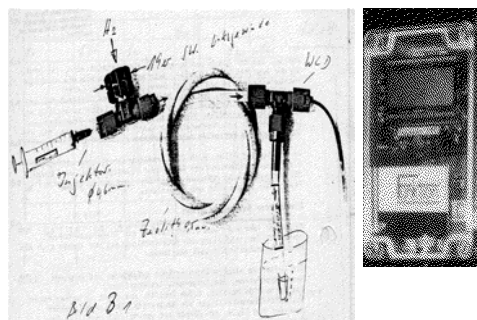
weitere Säulen:

Trennsäule P (wie Polar) 8254.00 158.12 DM

Leersäule 8255.00 112.70 DM

Ausgang : 0 - 3 V

14. Chromatograph nach V. Fahrney (u. E. Wiederholt)

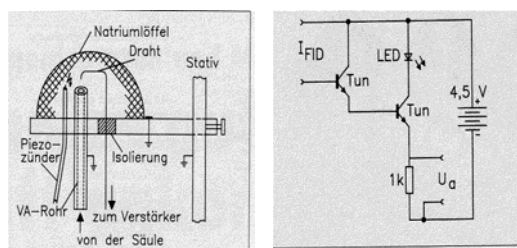


Ein relative neues Produkt aus der "Wuppertaler GC-Schmiede". Detektor (WLD) ist ein abgesägtes Glühbirnchen. Mit ausgeklügelter Elektronik lassen sich zum Teil Gasart und Gasströme messen. Ebenso ist ein "Chemophon" eingebaut.

Lieferung: mit H₂-Anschluß und Zeolith-Säule 493,35 DM

Ausgang 0 - 2 V.

15. Selbstbauvorschlag von Prof Wiederholt nach CLB 4/1993 Seite 174 ff



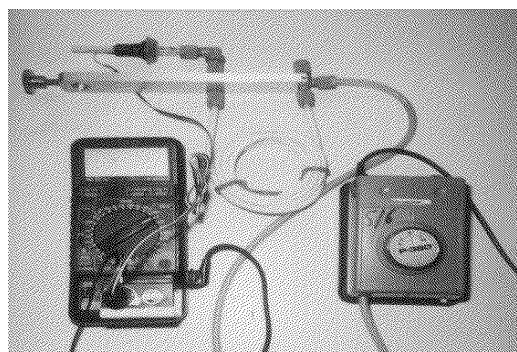
Auch hier ein Wuppertaler Vorstoß zum relativ unkomplizierten Eigenbau eines Gaschromatographen, der mit Wasserstoff betrieben wird und mit FID arbeitet. (Leider etwas "wetterfühlig").

Preis je nach "Geschicklichkeit" DM

ca. 40,00

Ausgang 0 - 2 V.

16. Selbstbau-Vorschlag mit TGS - Gas - Sensor (nach Jugend - forscht Arbeit - Quelle: AK-Computer)



Nach Frühling und Wrobel usw. als der nächste Versuch, einen preiswerten Chromatographen für den Unterricht (sprich: Schülerübungen) möglichst im Selbstbau zu konzipieren.

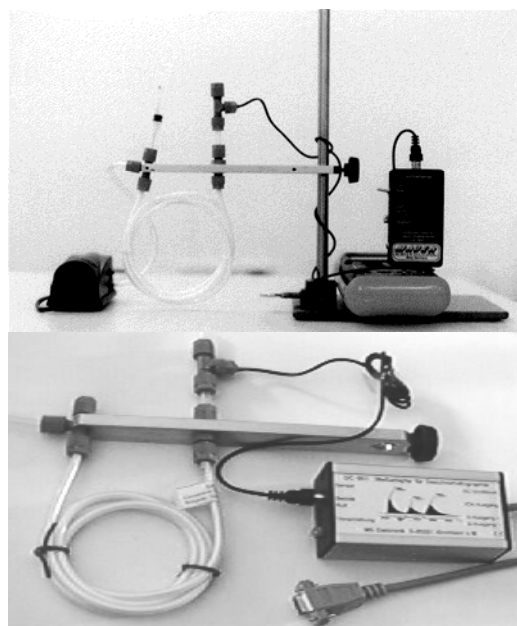
Tätagas Luft (bereitgestellt durch Aquarienpumpe), Detektor leider nur für "Oxidierbare Substanzen" geeignet).

Preis je nach "Geschicklichkeit"

ca. 200,00 DM

Ausgang 0 - 2 V. Ausgang 0 - 2 V.

17. LOW-COST Chromatograph - Quelle: AK-Computer - Herstellung: MS Elektronik



Nächster Versuch, einen preiswerten Chromatographen für den Unterricht (sprich: Schülerübungen) möglichst im Selbstbau zu konzipieren.

Tätagas Luft (bereitgestellt durch Aquarienpumpe), Detektor: aufgesägtes Glühbirnchen).

Preis je nach "Geschicklichkeit"

ca. 200,00 DM

Ausgang 0 - 2 V. Ausgang 0 - 2 V.

Lieferung: Komplett mit Stativhalterung, Pumpe, Säule OV101, direkter Computeranschluß RS232 390,35 DM

Alternative mit eingebautem Wandler:

6.6 "Zubehör" für Gaschromatographie

Träbergase

2 L Stahlflasche gefüllt mit Wasserstoff mit Reduzierventil im Ständer (wohl an den meisten Schulen vorhanden).

z.B. Fa. Hedinger : Bestellnummern 7051/ 7061/ 7085 945,15 DM
 dto. Helium 177102/ 177101/ 7085 1007,40 DM

Gasdose MINICAN (1 l Helium) Mit Ventil z.B. Fa. LEYBOLD 660 984/ 660 980 235.17 DM

Temperiermöglichkeit für Gaschromatographen

2 L Becherglas auf heizbarem Magnetrührer mit Kontaktthermometer

z.B. Fa. Hedinger : Bestellnummern 89/ 2018/ 2019/ 2020/ 2021 948,29 DM

Spritzen:

Einwegspritzen

Gut eignen sich Plastik- Einwegspritzen - möglichst ohne Nadel dafür mit LUER LOCK - Nadelansatz (siehe unten),

Preis: Stück ca. 0,30 - 5,00 DM). Bezugsquelle: Apotheke, Arzt oder Zulieferfirma (diese muß eine Anbruchpackung besitzen, ansonsten sehr große Mindestabnahmemenge. Ausweg: man kann z. B. zur Fa. Braun Melsungen schreiben und um eine Probe bitten.

Einwegspritzen insbesondere Insulinspritzen

Für kleine Gasmengen (0,02 - 1mL) eignen sich besonders gut Insulinspritzen (im Volksmund: "Rotkäppchen"). Sie sind sehr preiswert und eine sehr dünne septenschonende Nadel ist eingebaut. Leider sind die Nadeln sehr kurz (ca. 10 mm), so daß sich die Spritzen nicht für alle Gaschromatographen eignen. Lieferbare Größen 0,5 und 1 mL bzw. früher 0,4 und 0,8 mL

Preis: 10 Stück ca. 10 DM; Bezugsquelle: Apotheke

Nadeln

insbesondere die Nadeln z. B. STERICAN der Größe 0.4 x 20 mm besser 0.6 x 60 mm der Fa. Braun, Melsungen sind recht lang und trotzdem sehr dünn und schonen beim Einstich das Septum. Wichtig: LUER-LOCK Ansatz, dann kann man die Nadel leicht arretieren, und sie bleibt beim Herausziehen nach der Injektion nicht "hängen".

Bezugsquelle: Örtlicher Apothekenzulieferer (Achtung: evtl. Mindestabnahmemenge 10 000 Stück - siehe Spritzen)

Vergleichssubstanzen - insbesondere Vergleichsgase:

Eigentlich benötigt man zur Aufstockung von Peaks oder als Referenz nur geringe Menge Substanz . Bei Gasen sind diese sehr schlecht zu erhalten. Von manchen Firmen werden Druckdosen der Größe 1 L angeboten. So liefert zB. die Fa. Messer Griesheim (regionalen Lieferanten bitte erfragen) als Vergleichsgase

G as	Bestellnr.	Preis	G as	Bestellnr.	Preis
Methan 4.5*	795 0 3043	65,55	isoButan 2.5	795 0 3038	112,70
Ethan 3.5	795 0 3032	65,55	Butylen (1) 2.0	795 0 3011	112,70
Ethylen 3.5	795 0 3033	65,55	isobutylen 2.0	795 0 3039	112,70
Propan 3.5	795 0 3050	65,55	cis-Butylen -2.0	795 0 3012	608,35
Propylen 3.5	795 0 3051	65,55	trans-butyten 2.0	795 0 3013	608,35
n-Butan 2.5	795 0 3010	112,70	Butadien 2.0	795 0 3009	112,70

* Die Bezeichnung hinter dem Namen des Gases gibt Auskunft über den Reinheitsgrad. "4.5" bedeutet, daß die ersten vier Ziffern aus "9" bestehen und dann eine "5" folgt. der Reinheitsgrad beträgt also 99.995%

6.7 "Tips und Tricks" zur Gaschromatographie

Selbstbau von Gaschromatographen und Zubehör

In der Abbildung sind die wichtigsten Funktionseinheiten eines Gaschromatographen dargestellt:

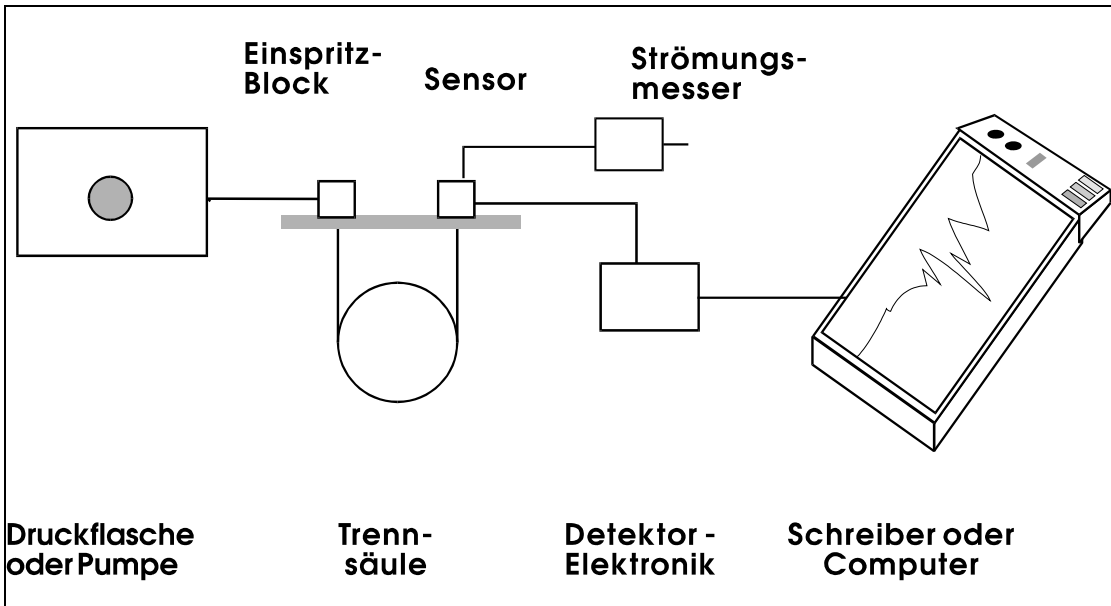


Abb. 9 Schematischer Aufbau eines Gaschromatographen [12]

a) Gasversorgung

Die Gasversorgung erfolgt wie bei den professionellen Geräten am einfachsten aus Druckflaschen. Je nach Trennaufgabe können Wasserstoff, Helium, Stickstoff, und Pressluft eingesetzt werden.

Luft als Trägergas kann auch einfach mit Hilfe einer Aquariumpumpe bereitgestellt werden. Für netzstromunabhängige Messungen empfiehlt es sich, evtl. leere Druckdosen von Vergleichsgasen (z.B. Messer Griesheim) mit Hilfe von Fußpumpen, wie sie für Autoreifen benutzt werden, zu füllen.

b) Trennsäule

In der Literatur werden Glasrohre und Rückflußkühler vorgeschlagen. Günstiger erscheint es uns, der Idee von Wiederholt zu folgen und Kunststoffrohre einzusetzen.

Leersäulen:

Recht gut geeignet sind Rohre der Fa. Serto Jacob, Fuldabrück mit dem Innendurchmesser von 4 mm, einem Außendurchmesser von 6 mm und einer Wandstärke von 1mm (Kürzel: 6/4 x 1). Sie lassen sich gut mit Hilfe von Bürettentrichtern mit Trägermaterial füllen - Lediglich das Füllen mit den recht großen Körnern des Molekularsiebs ist etwas langwieriger. Für "normale Temperaturbereiche" reicht PA.

Material	Bestell-Nr.	DM/m
Polyamid (flexibel, natur)	PAw 6/4 x 1	0,85
Polyvinylidenfluorid	PVDF 6/4 x 1	4,75
Polytetrafluorethylen (natur)	PTFE 6/4 x 1	7,20

Die von uns benutzte Säulenlänge betrug zunächst meist 90 cm. Je nach Trennproblem wurden die Säulen gekürzt oder auch zwei Säulen über Siliconschlauch aneinander befestigt.

Füllen von Leersäulen

Einige Firmen, z.B: Fa.Macherey & Nagel oder Fa. Chrompak, bieten die unterschiedlichsten Fertigsäulen aber auch bereits belegtes Trägermaterial an. Dieses läßt sich leicht mit Hilfe eines Bürettentrichtes in die obigen Säulen einfüllen. Dazu steckt man die Säule mit dem mit einem Watte- oder Glaswollebüschel verstopften Ende in einen Gummistopfen einer Wulff'schen Flasche. Während das Material zusammen mit Luft von einer Wasserstrahlpumpe in das Rohr gesogen wird, beklopft man die Säule z.B. mit einer Reagenzglasklammer. Vibrationen können auch mit einem alten Rasierapparat oder einen kleinen Elektromotor, bei dem man die Achse etwas verbogen hat (Unwucht), erzeugt werden.

Die Verbindungen zwischen den einzelnen Funktionsgruppen können durch Silicon- oder Vakuum-(Gummi)-schläuche hergestellt werden. Auch kann man die Probe direkt in den Verbindungsschlauch vor der Trennsäule einspritzen.

Das Wechseln der Säule etc. wird jedoch recht einfach und bequem mit billigen PA- Druck-Patent-Verschraubungen z.B. der Fa. Serto-Jakob. Auf diesem Wege läßt sich auch das Problem des Einspritzens der Probe eleganter lösen.

T-Stücke

als Verbindung der Säule mit Gasversorgung, Sensor etc. Vorteile: Sie sind für GC-Zwecke gasdicht und lassen mit der Hand (ohne Werkzeug) einen schnellen und bequemen Säulenwechsel zu. Für "normale Temperaturbereiche" reicht PA.

Material	Bestell-Nr.	DM
Polyamid	SO-PA-3021-6	3,00
Polyvinylidenfluorid	SO-PVDF-3021-6	10,40

Herstellen einer Einspritzmöglichkeit am T-Stück

T- Stück an der gewünschten Stelle aufschrauben, Klemmring aus der Anschlußmutter entfernen. Mit einem Messer das überstehende Rohrstückchen abschneiden. In die Anschlußmutter wird zuerst eine Unterlegscheibe (3 x 9 mm Innen-, Außendurchmesser, Werkzeughandel, Baumarkt) und dann das Septum (9 mm Herstellung siehe unten) gelegt. Danach wird wieder zugeschraubt.

Septen

Passende Septen lassen sich am günstigsten aus einer 3 mm starken Silicon-Platte herstellen. Leider sind diese nur in der Größe von ca. 60 x 55 cm zum Preis von etwa. 250,00 DM lieferbar, aber vielleicht kann der örtliche Glasbläser ein kleineres Stück zuschneiden. Man sticht die Septen passender Größe mit einem Korkbohrer aus.

c) Sensoren

1. WLD bzw. Sensor auf der Basis von Wärmeleitung

Hier werden in den professionellen Gaschromatographen häufig sehr teure (200 - 400 DM) Filamente aus Platin eingesetzt. In unserer Praxis haben sich die schon von Prof. Wegmann oder Prof. Wiederholt eingesetzten Glühbirnchen mit abgesprengtem Glaskörper bewährt. Nach Wollrab kann man eine Brückenschaltung mit zwei Birnchen einsetzen. Aber die Vereinfachung kann noch weiter gehen, wie eine entsprechende „Jugend-Forscht“ Arbeit gezeigt hat.

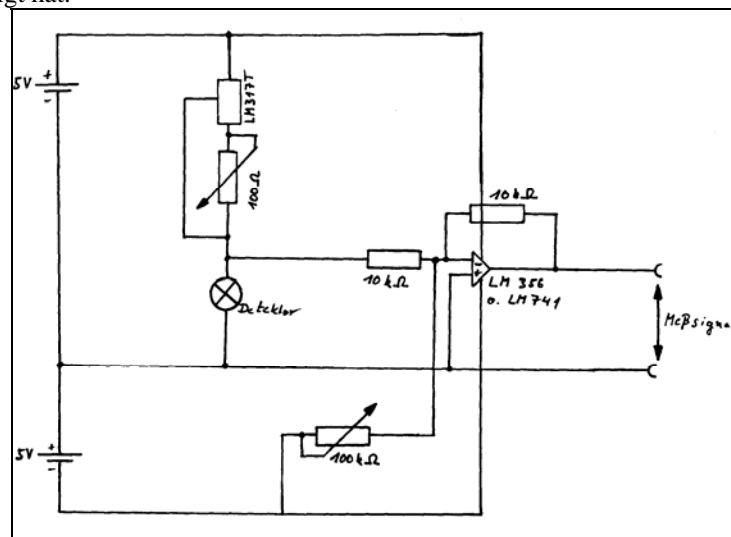


Abb. 10 Schaltplan einer einfachen "WLD"-Elektronik [13]

Hierzu läßt man durch das Birnchen (6V, 50 mA, Fassung: E 5,5) mit Hilfe eines Spannungsregler-ICs LM317 einen konstanten Strom von 50 mA fließen und mißt den Spannungsabfall, der durch die vorbeiströmenden Gase verursacht wird. Um eine Spannung anzuzeigen, die der "Nulllinie" entspricht, wird noch eine von Hand regelbare negative Spannung mit Hilfe eines Operationsverstärkers hinzu addiert.

Das Birnchen selber wird vor dem "Knacken" des Glaskolbens in eine in dem T- Stück (siehe oben) eingeklebte Fassung geschraubt.

Mit diesem "Birnchen WLD" haben wir sehr gute Erfahrungen gemacht. Selbst wenn man Luft als Trägergas einsetzt, ist die Lebensdauer beträchtlich (ca. 20- 100 Stunden - solange wird kaum im Jahr chromatographiert - und das bei Kosten von 0,80 DM)

2. FID Flammenionisationsdetektor nach Wollrab bzw. Wiederholt

In der nach Wollrab modifizierten Version wird ein Nickeldraht in die Flamme des Trägergases Wasserstoff, das aus einer Bremsleitung strömt, gehalten und die durch die Flamme erzeugten äußerst kleinen Ionisations-

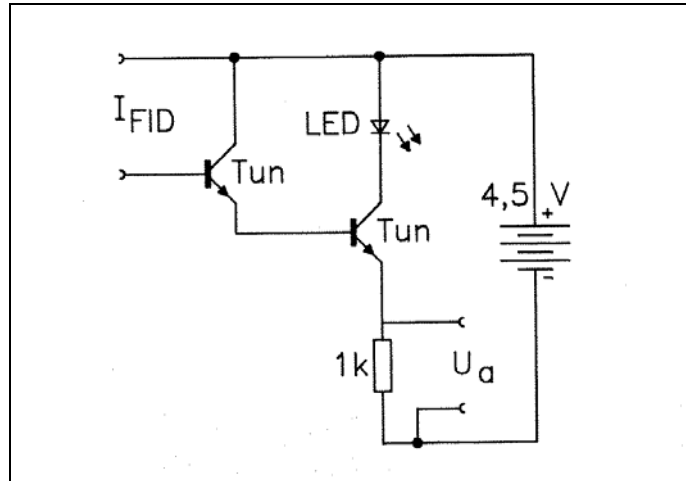


Abb.11 Schaltung eines FID-Verstärkers nach Wiederholt [10]

ströme über einen Stromverstärker mit extremem Verstärkungsfaktor zur Messung aufbereitet. Leider ist die Anordnung sehr anfällig, so daß bei verschiedener "Wetterlage" unterschiedliche Chromatogramme (es treten meist zusätzliche unerwartete Signalspitzen auf) aufgenommen werden. Auch die folgenden Abschirmungsmaßnahmen mit "Natriumlöffel" etc. bringen leider nicht unbedingt den gewünschten Erfolg.

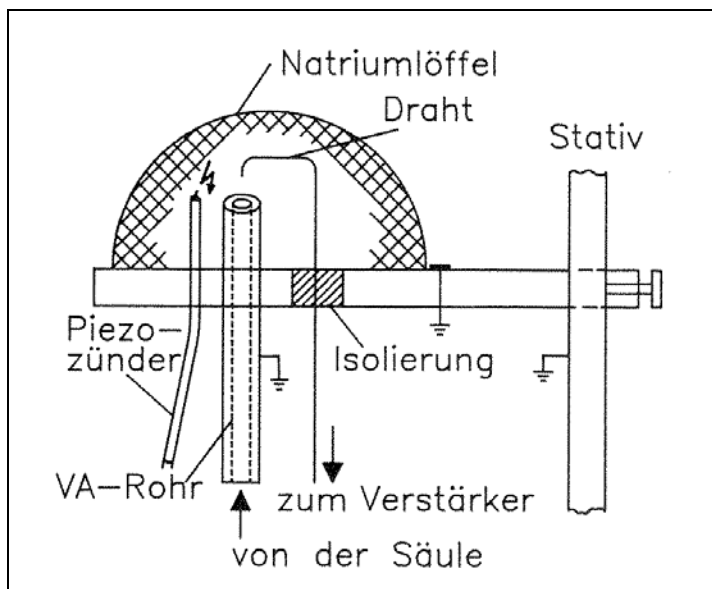


Abb.12 Der von Wiederholt modifizierte FID [10]

3. Detektoren auf der Basis von Gassensoren

Schon Frühling setzte 1981 Gassensoren zur Detektion von Substanzen in der Gaschromatographie ein. Die Tauglichkeit insbesondere beim Einsatz mit Luft als Trägergas wurde ebenfalls in einer „Jugend Forscht“ - Arbeit getestet. Dabei stellte sich heraus, daß die Empfindlichkeit der Gassensoren so hoch ist, daß man mit einem

tausendstel der üblichen Einspritzmenge arbeiten kann. Leider arbeiten nicht alle Gassensoren, auch nicht der gleichen Baureihe, völlig reproduzierbar.

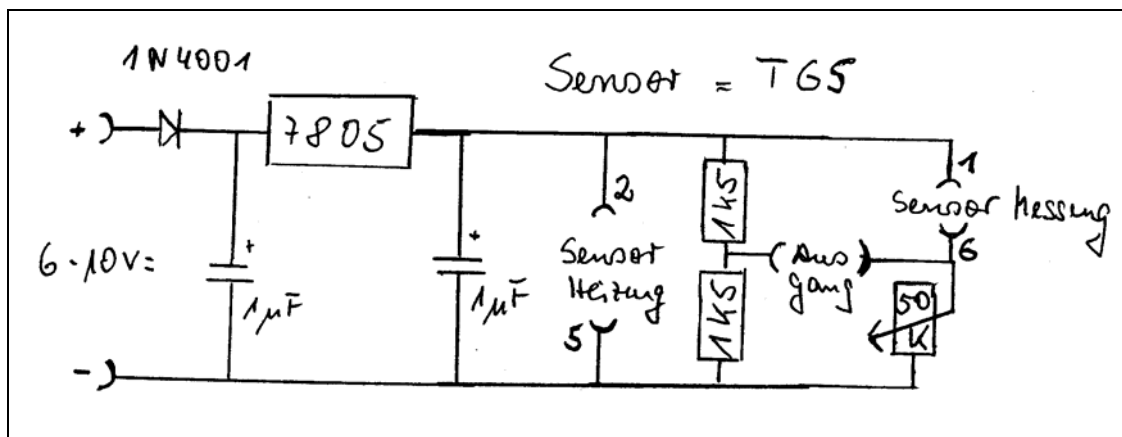


Abb. 13 Einfache Schaltung zum Betrieb eines Taguchi-Gas-Sensors

Der Sensor kann am einfachsten in ein aufgeschnittenes Benzinfilter (Tankstellenbedarf) eingeklebt werden. Achten Sie darauf, daß die Durchführungen der Anschlußkabel dicht verklebt sind.

d) Strömungsmesser

muß man nicht kaufen, denn in jeder Schule existiert eine Vollpipette 10 mL, ein T-Stück aus z.B. 8 mm Glasrohr, ein kurzes Verbindungsschlauchstück, und ein Gummibällchen, wie es für Pasteurpipetten benutzt wird. Für die meisten Messungen kann ein Strömungsmesser entfallen. Man schätzt dann den Gasdurchgang einfach ab, indem man ein Schlauchstückchen am Ausgang des Sensors befestigt, in ein Becherglas mit Wasser taucht und evtl. die Blasen zählt (dies ist beim Einsatz eines FID nicht möglich).

Verschuß für Kolbenprober

Der Kolbenprober ist immer noch das Gerät, mit dem man bei Reaktionen entstehende Gase auffängt. Häufig ist es ungünstig, zu untersuchende käufliche Gase direkt aus ihrem Behälter in die Spritze abzufüllen. Als günstiger erweist es sich, wenn man diese für einen kürzeren Zeitraum in einem Kolbenprober zwischenlagert.

Als Verschuß sind bei einigen Firmen Gummikappen kaufbar, die jedoch nach wenigen Probeentnahmen undicht werden.

Besser ist es, wenn man sich vom Glasbläser zwei Glasgewindestücke (z.B. Fa. Schott GL14) direkt gegeneinander blasen läßt. Mit einem Schraubverschluß mit Bohrung GL14 und der entsprechenden Silicondichtung GL 14 x 6 befestigt man das geblasene ca. 30 mm lange "Doppelgewindestück" auf dem Ansatz des Kolbenprobers. Die andere wird eine Einspritzmöglichkeit (ähnlich siehe Herstellung: T-Stück) mit Hilfe einer Unterlegrosette (3 x 9 mm) und Silicon - Septum GL 14 und einem Schraubverschluß mit Bohrung GL14. Nach dem Zusammenbau gibt es (fast) kein Totvolumen mehr.


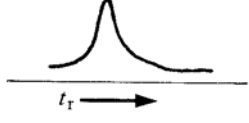
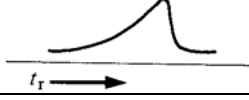
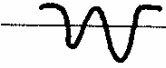
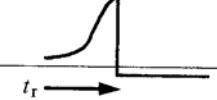



Abb 14 Zapfstelle für Gase

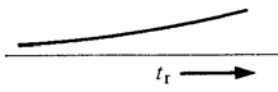

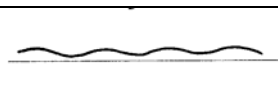
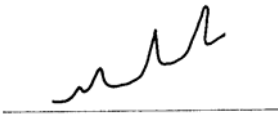
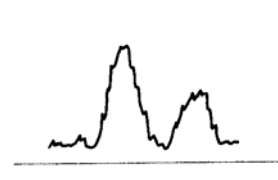
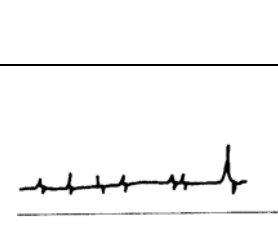
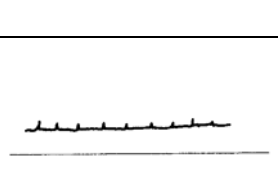
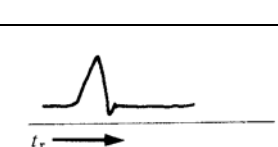
Achtung: Bewahren Sie in dem so präparierten Kolbenprober keine Gase über einen längeren Zeitraum auf! Durch Diffusion wird das Gas nach und nach durch Luft ersetzt. Die Stellung des Kolbens bleibt gleich und gaukelt Ihnen vor, daß noch Gas enthalten ist.

Das Füllen der obigen Kolbenprober geschieht auf einfachste Weise: Man schließt an das Nadelventil käuflicher Gasdruckdosen über ein kleines ca. 15 mm langes Siliconschlauchstückchen (Durchmesser: 6 x 2 mm) eine oben erwähnte Nadel (siehe Spritzen) an und kann das entsprechende Gas direkt in den oben präparierten Kolbenprober einfüllen. Auf diese Weise lassen sich auch gut dosiert Gasgemische herstellen.

6.8 Unregelmäßigkeiten im Gaschromatogramm und ihre Ursachen

aus Wollrab [8] (nach Mc NAIR, BONELLI und KAISER)

<p>Im Chromatogramm keine Peaks: Detektor oder Verstärker defekt oder nicht angeschlossen, Schreiber defekt, falsch angeschlossen oder seine Nullstellung stark verstellt, Meßbrückenpotentiometer defekt, zu kleine Probenmengen, zu lange Retentionszeiten (Peaks sind zu flach und deshalb nicht erkennbar - Arbeitstemperatur oder Gasvolumenstrom müssen erhöht oder eine andere Trennflüssigkeit verwendet werden, die eine kürzere Retentionszeit und höhere Trennstufenzahl bringt). Empfindlichkeitsabschwächung zu hoch, kein Trägergasstrom, Spritzenadel verstopft oder Spritzenkolben undicht, Flamme des FID aus, Ionisationsdetektor hat keine oder zu geringe Saugspannung, Hitzdraht des HD zerstört, Gaswege undicht (z.B. undichte Anschlußstellen oder durch viele Einstiche undichtes Septum), Arbeitstemperatur oder Temperatur des Einspritzblocks sind zu niedrig.</p>	
<p>Zu kleine Peaks: Probenmenge zu klein, geringe Empfindlichkeit des Detektors, Empfindlichkeitsabschwächung zu hoch, Undichtigkeit der Gaswege.</p>	
<p>Peaks überlappen: Trennflüssigkeit ist ungeeignet, zu hoher Gasvolumenstrom, zu hohe Arbeitstemperatur, zu kurze Säule, hohe Alterung der Trennsäule (Trennflüssigkeit ist weitgehend abgedampft), das Dosierverfahren ist mangelhaft.</p>	
<p>Starkes Tailing der Peaks: Restadsorption des Trägermaterials, bei Kapillarchromatographie Restadsorption der Kapillarwandung (kann teilweise durch Anheben der Arbeitstemperatur behoben werden), die Temperatur des Detektorblocks oder Arbeitstemperatur ist zu niedrig, Probe reagiert mit Säulenfüllung.</p>	
<p>Flacher Anstieg der Peaks (leading): Trennsäule ist durch zu große Probenmenge überladen, Probe kondensiert in Geräteleitungen (Arbeitstemperatur erhöhen!).</p>	
<p>Negativpeaks: Umpolsschalter falsch eingestellt, Schreiberanschlüsse vertauscht, mit WLD haben manche Stoffe Negativpeaks, wenn N₂ als Trägergas verwendet wird (He verwenden!), bei Doppelsäulen-Doppeldetektorengeräten. Negativpeaks, wenn Probe in den falschen Einspritzblock eingegeben wurde.</p>	
<p>Peak bricht plötzlich ab: Probenmenge ist zu hoch, die Probe enthält mehr Sauerstoff als die dem FID zugeführte Brennlufte, und es tritt ein Flammenrückschlag ein (Probe verdünnen!), der Trägergasfluß ist zu hoch, es erlischt das Flämmchen des FID (Wasserstoff oder Luftzufuhr wurde unterbrochen oder Brennerdüse verstopft).</p>	
<p>Peak oben breit und abgerundet: Detektor überlastet mit zu großer Stoffmenge, zu geringer Verstärkungsgrad.</p>	
<p>Peak ist oben scharf abgeschnitten: Detektor ist mit zu großer Probenmenge übersteuert, Detektor braucht einen größeren Meßbereich, Fehler am Potentiometer-Schleifdraht des Schreibers.</p>	
<p>Zusätzliche Peaks im Chromatogramm: Schwerflüchtige oder adsorbierte Stoffe aus früheren Messungen, Feuchtigkeit oder Verunreinigungen im Trägergas, Zersetzung der gemessenen Substanzen, Verunreinigung der Probe durch Fremdstoffe, die Probe reagiert mit der flüssigen Phase.</p>	
<p>Basislinie steigt vor oder hinter dem Peak treppenförmig an: Verstärkung oder Dämpfung falsch eingestellt (bei richtiger Einstellung darf Schreibfederwagen nicht durch Fingerdruck leicht verstellt werden), Gerät oder Schreiber unrichtig geerdet, auf Meßleitung wird Wechselfeld übertragen (im Schreibereingang Filter 0,25 biF, 150 V zwischen (B oder G Zuleitung und</p>	

Erde verwenden!), Probe wird durch aktives Trägermaterial oder hohe Arbeitstemperatur zersetzt.	
Basislinie verschiebt sich unregelmäßig: Im Detektor sind Stoffe adsorbiert (Aufheizen oder Reinigen des Detektors, Verkürzung der Verbindung Säulenausgang-Detektor), bleeding der Trennflüssigkeit (Herabsetzen der Temperatur oder Verwendung einer anderen Trennflüssigkeit!), in der Säule sind noch Stoffe aus vorher erfolgter Messung (Apparatur muß längere Zeit bei der für die Trennflüssigkeit zugelassenen Höchsttemperatur betrieben werden, um die Stoffe aus der Säule zu entfernen).	
Die Basislinie kann im Schreiberbereich nicht auf Null gebracht werden: Die Nullstellung im Schreiber ist stark verstellt, der WLD oder seine Stromversorgung sind defekt, infolge bleeding ist die Grundionisation des FID zu hoch, der FID oder ECD sind verunreinigt.	
Ständige Drift der Basislinie in eine Richtung bei isothermer Arbeitsweise: Leck zwischen Säulenende und Detektor, der WLD oder seine Stromversorgung sind defekt, Verstärker ist defekt, Detektortemperatur nimmt ständig zu. Bei Drift der Basislinie muß nicht immer gleich ein Mangel vorliegen, eine Apparatur mit WLD braucht längere Zeit, bis die Basislinie konstant ist.	
Unregelmäßige Schwankungen der Basislinie: Temperaturschwankungen (z.B. durch Zugluft), Apparatur schlecht geerdet, Schwankungen des Gasvolumenstromes, Undichtigkeit der Gaswege, Verunreinigungen des Detektors, defekte Spannungsversorgung, Schreiber arbeitet unzuverlässig.	
Sinusförmige Schwankungen der Basislinie: Temperaturschwankungen im Detektor oder im Säulenofen, defekte Gasvolumenstromregelung, zu niedriger Druck des Trägergases in der Druckflasche.	
Basislinie steigt während Temperaturprogrammierung steil an: Bei höherer Temperatur bleeding der Trennflüssigkeit, in der Säule sind noch Stoffe aus vorhergehenden Messungen, der Gasvolumenstrom ist bei Doppelsäulengerät nicht auf die nötigen Bedingungen abgestimmt.	
Hohes Untergrundrauschen, sehr unruhige Basislinie Probengeber, Trennsäule, Verbindungsstück Trennsäule-Detektor oder Detektor sind verunreinigt, Schalter verunreinigt, Schreiber defekt, verunreinigter Schleifdrahtpotentiometer des Schreibers, Wackelkontakt der Meß- oder Stromversorgungsleitung, schlechte Erdung, Gasvolumenfluß des Trägergases zu hoch, Trägergas verunreinigt, Gasleitung undicht, Wasserstoff- und Luftzufuhr zum FID zu hoch oder niedrig, Wasserstoff oder Luft verunreinigt, Wasser im FID kondensiert, defektes Meßkabel, Isolatoren bei Ionisationsdetektoren sind defekt, Trennsäule zeigt "bleeding"	
Unregelmäßige Störpeaks oder Spannungszacken nach beiden Seiten der Basislinie: Staubteilchen oder Partikel der Säulenfüllung verbrennen im FID, Stromversorgung oder Detektorverstärker sind defekt, Isolation oder Stecker vom Meßkabel sind verunreinigt, rasche Druckstöße (z. B. Öffnen und Schließen von Türen), schlechte Abschirmung, so daß fremde unregelmäßige Schaltstöße aufgenommen werden.	
Kleine Störpeaks oder Spannungszacken in regelmäßiger Folge: Am Trennsäulen- oder Detektorausgang hat sich Flüssigkeit niedergeschlagen, durch welche Trägergas blubbert, es wurde vergessen, daß der Seifenfilmströmungsmesser noch am Detektorausgang angeschlossen ist, schlechte Erdung, schlechte Abschirmung, so daß periodische elektromagnetische Schwingungen von außen aufgenommen werden.	
Negative Ausschläge hinter den Peaks: Der Detektor (speziell bei Verwendung eines ECD) ist verunreinigt.	

6.9 "Software" für Gaschromatographie

AK Computer Chromatographie	Chromatographie Grundlagen	K 00 Seite 26 / 29
--------------------------------	---------------------------------------	------------------------------

HPLC

Man spürt die Handschrift des Initiators: K. Hagenstein. Das Programm soll die Theorie und die Anwendung dieser hervorragenden Trennmethode vermitteln. Daneben werden die allgemeinen Grundlagen (fast zu) ausführlich auch mit Simulationen behandelt. Die Graphik, zum Teil mit Animationen, wurde mit sehr viel Liebe - das Programm mit viel Professionalität gestaltet.

Autor: Hagenstein, Schättle

Preis: 190.- DM

Bezugsquelle: Jünger Verlag

HPLC

Die High Performance Liquid Chromatography ist die wohl zur Zeit effektivste Methode zur Auftrennung von Stoffgemischen. Sie hat die Gaschromatographie wegen ihrer Trennschärfe und Einsatzbreite in sehr vielen Fällen abgelöst. Es gibt zwar Firmen, die eine abgemagerte technische Version der HPLC anbieten, jedoch ist die Bedienung für Schulen fast zu kompliziert - wie sich bei vielen Gaschromatographen inzwischen erwiesen hat. In diesem Programm wird die komplette Methode anhand eines Übungsgerätes simuliert.

Autor: ??

Preis: 5- 10 US\$

Bezugsquelle: Seraphim

Auf reine **Meßwerterfassungsprogramme**, mit denen Gaschromatogramme aufgenommen werden können, soll hier nicht näher eingegangen werden. Erwähnt werden sollten jedoch

1. TCD 91 - PR von MBM Instruments
2. CHROMA vom Umschau Verlag
3. Cassy und Cassy Software von der Fa.Leybold

4. und nicht zuletzt das Paket **Analytik for DOS** bzw. **Analytik für Windows** vom AK- Computer (mit diesem können Gaschromatogramme aufgenommen werden)

Bei der WINDOWS-Version wurden in den Programmteil UNI-AUS Features für die GC-Auswertung eingebaut

- Natürlich ist der neue Hauptmenuepunkt: "Graphen überlagern" für die Gaschromatographie nutzbar
- Die Bearbeitung der Identifizierungstabelle wurde der Bearbeitung der Datentabelle angeglichen.
- Name und Flächenanteil kann auf Knopfdruck in den Graphen gezeichnet werden.
- Weitere Änderungen zur Gaschromatographischen Analyse:
 - Die Basislinienkorrektur kann jetzt auch nur mit Teilen des Chromatogramms durchgeführt werden.
 - Das Festlegen der Basislinie wurde verbessert
 - Die Identifizierungstabelle kann separat gespeichert und für Vergleichszwecke geladen werden. Endung GCR

Mit dem Programmteil **UNI-SIM** lassen sich einfache Chromatogramme durch Simulation berechnen

Im Programmpaket Analytik sind weiterhin enthalten:

GC-Einführung/Begriffe (ebenfalls in Analytik für DOS enthalten) Autor: F.Kappenberg
Dieses Programm dient zur Erläuterung der Grundlagen der Gaschromatographie. Neben einführenden "GC-Märchen" und einem erläuternden Text zeigt eine rechnerische Simulation die Verteilung in verschiedenen Stufen. Der Zustand (Verteilung der Teilchen auf die beiden Phasen) wird berechnet und als Zahlenwert angezeigt. Es ist auch möglich, die Entwicklung der Verteilung graphisch zu verfolgen.

Simulation: GC-Trennung (ebenfalls in Analytik für DOS enthalten) Autoren: Longman / F.Kappenberg
Aufgrund echter experimenteller Daten simuliert dieses Programm Gaschromatogramme von bis 35 organischen Substanzen auf 4 verschiedenen Säulen. Im Simulationsteil kann der Benutzer die Stoffe und Massenanteile eingeben - im analytischen Teil sind die Stoffe bzw. Mengen aus der 'Retentionszeit' bzw. der Peak-Fläche zu bestimmen. Das Gaschromatogramm wird hochauflösend auf dem Bildschirm gezeichnet. Auch Ausgabe auf dem Drucker ist möglich.

7 Materialien zur Chromatographie

Textbuch: HPLC, GIT-Verlag

GC Gaschromatographie, Fa. Macherey&Nagel, Düren: Applikationen (Beispiele für die verschiedensten Trennungen mit unterschiedlichsten Säulen)

Video:(VHS)

Methoden der analytischen Chemie,
Teil 2 Chromatographische Trennverfahren und Elektrophorese
Nr. 1 Das Grundprinzip der Chromatographie (14 min 53 s)
Nr. 2 Dünnschichtchromatographie (8 min 15 s)
Nr. 3 Gaschromatographie (12 min 6 s)
Fond der chemischen Industrie, Frankfurt

Adressen zur Chromatographie

Firma	Strasse	PLZ	Ort
Chrompak	Berner Str. 52	60437	Frankfurt
Elektroautomatik	Helmholtzstr. 33	41747	Viersen
Carlo Erba	Münsterer Straße 256		Lorsbach/Ts
Funktion (V.A.Fahrney)	Berghauser Str. 52C	42349	Wuppertal
Hedinger	Heiligenwiesen 26	70327	Stuttgart 60
JS Unternehmensgruppe	Alte Straße 17	55606	Hochstetten-Dhaun
Jürgens	Postfach 10 44 49	28044	Bremen 1
Klüver & Schulz	Osterbrooksweg 13a	22869	Hamburg -Schenefeld
Leybold Didactic GmbH	Leybold-Str. 1	50354	Hürth
Macherey & Nagel	Postfach 10 13 52	52313	Düren
Mauer	Postfach 1627	48666	Ahaus
MBM	Hofheimstr. 63	65917	Hofheim Ts.
Messer Griesheim	Homberger Str. 12	40474	Düsseldorf
NEVA didactic Dr. Vatter	Heidenheimer Str. 79	73312	Geistlingen
Packard Instrument GmbH	Hanauer Landstraße 220		Frankfurt 1
Perkin-Elmer.	Postfach 1307	7770	Überlingen
Philips GmbH, Abt. V-V3	Miranstraße 87		Kassel.
Phywe Systeme	Postfach 3062	37020	Göttingen
Reiss, Walter	Meyer-Delius-Platz	22459	Hamburg 61
Serto Jakob	Kasseler Str.	34277	Fuldabrück
Riedel-de Haën	Postfach	30926	Seelze
Siemens	Gutleutstraße 31	60329	Frankfurt 1
UNI-LAB	Hauptstr. 297	42579	Heiligenhaus
Varian	Alsfelder Straße 2	64289	Darmstadt
WGA	Sentaweg 16	40468	Düsseldorf
M. Woelm	Postfach 840	37269	Eschwege

AK Computer Chromatographie	Chromatographie Grundlagen	K 00 Seite 28 / 29
--------------------------------	---------------------------------------	------------------------------

Literatur:

1. K.Bauer, L.Gros, W.Sauer, Dünnschichtchromatographie - Eine Einführung, Hüthig-Verlag, Heidelberg, 1989
2. H. Daecke, Chromatographie, Laborbücher Chemie, Diesterweg Verlag, Frankfurt 1974
3. F. Cramer, Papierchromatographie, Verlag Chemie, Weinheim 1962
4. E. Wiederholt u. R. Engler, Gas-Flüssig-Chromatographie im Unterricht, Handbuch zum Technochem 177
5. E. Wiederholt, Modelle zum Verständnis der Gas-Flüssig-Chromatographie, Praxis(Chemie), 25, S. 52ff, 1976
6. GC Gaschromatographie, Fa. Macherey&Nagel, Düren:
7. Firmenschriften der Phywe, AG, Postfach 3062, 37020 Göttingen
8. A. Wollrab, Laborbücher Chemie: Gaschromatographie Nr. 5, Diesterweg Salle Sauerländer
9. E. Wiederholt, R. Engler, Gas-Flüssig Chromatographie im Chemieunterricht, aus Praxis Schriften Reihe Chemie Band 32, Aulis Verlag, Deubner&CO KG Köln, 1978
10. E. Wiederholt, Pyrolyse von Polyethen und gaschromatographische Analyse der Pyrolyseprodukte als Beispiel eines abfallfreien Chemieunterrichts, CLB 44 (1993) 4, s. 174ff
11. U. Bongardt, Reuschel, Dr. Wrobel; Einfache Versuche zur Gaschromatographie, Regionale Lehrerfortbildung
12. K.Wedeking / S.Veltel, Gaschromatographie in der Schule, Wettbewerbsarbeit zu Jugend Forscht 1994
13. K.Wedeking / S.Veltel, Gaschromatographie in der Schule II, Wettbewerbsarbeit zu Jugend Forscht 1995
14. Dr. Bongardt, Reuschel, Dr. Wrobel; Einfache Versuche zur Gaschromatographie, Regionale Lehrerfortbildung (Handreichung ca. 1991)
15. W. Frühling, P. Faßbender, Einfache Gaschromatographie mit einem Halbleiter-Gas-Sensor als Detektor, PdN-Chemie, 8, S. 233, (1981)
16. K-H. Näser, Physik. chemische Meßmethoden, VEB Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1972
17. H.Bergmann, Physikalisch chemischer Wissensspeicher, VEB Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1975
18. R.Flügel, Die Chemie in Versuchen, Organische Chemie OC 2.14, Fa. Phywe, Göttingen

