

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.

Materialliste:

Geräte:

- | | |
|---------------------------|---------------------------|
| 1 LowCost-Chromatograf | 1 Universalständer |
| AK LCGC04 auf Platte | 1 Injektionsspritze, 2 mL |
| Säule: weißer Kabelbinder | |

Chemikalien:

- Gasfeuerzeug
Feuerzeug- Nachfüllgas
Camping-Gaz Kartusche



Der AK LCGC11 steht bereit. Evtl. Platte in den vorderen Teil des Kofferdeckels umsetzen.

Vorbereitungen am Computer: Programm starten: AK Analytik 11

⇒Messen	⇒mit Geräte-Schnellstarter App	⇒GC App	⇒FM11

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:

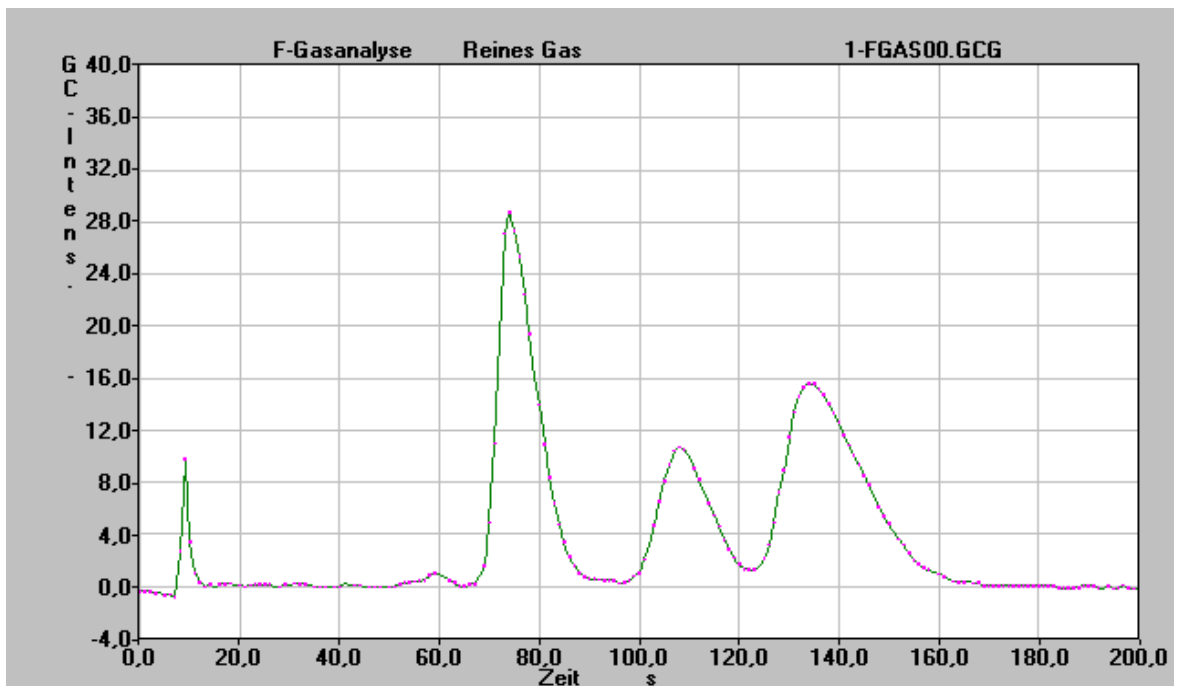
- Verbinden Sie den AK LC GC 11 per USB Kabel mit Ihrem Computer
- Die grüne LED 'Betrieb' leuchtet. Falls nicht: USB-Kabel überprüfen!
- Pumpe: Schlauch bei 'OUT' aufstecken und Netzstecker in Steckdose!
- GC-Sensor: Bei 'Sensor' in GC-Elektronik eingesteckt?
- !! Rote LED darf nicht leuchten !!
 -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

© 2011 by AK Kappenberg

← Zurück Weiter →

Versuchsdurchführung:

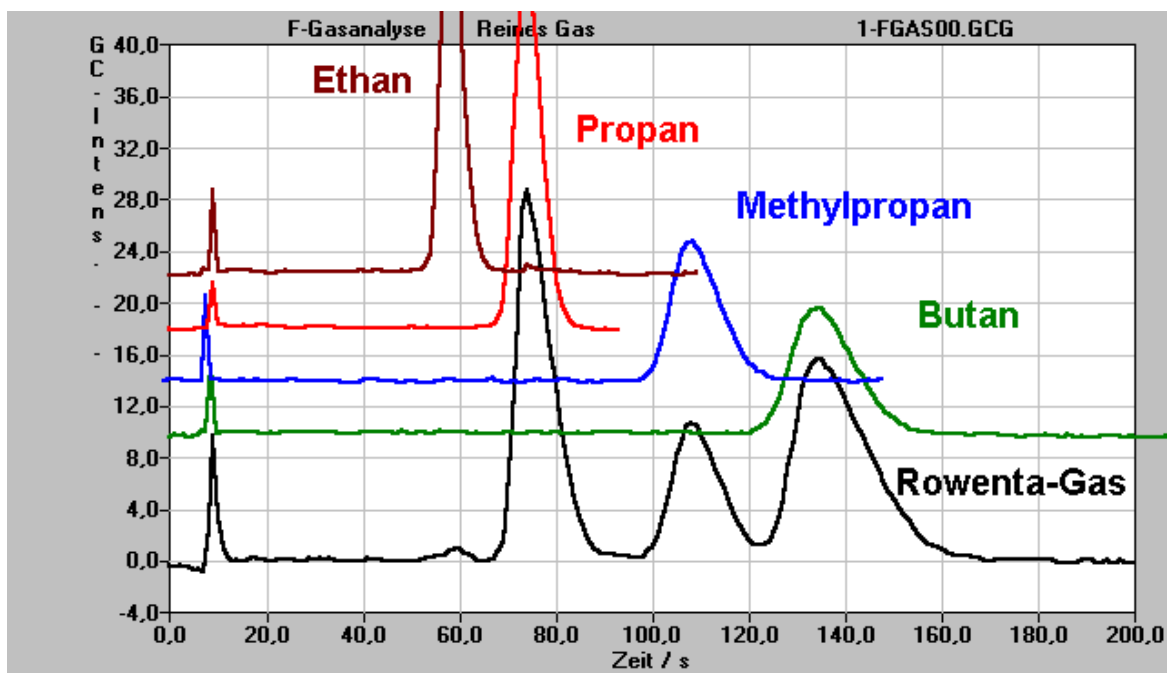
- **Testgas in die Spritze füllen, diese bis 0,5 mL entleeren und dann bis 1 mL Luft dazu aufziehen.**
- Eventuell am PC auf klicken.
- Spritze einführen -Stempel einklemmen- aber noch nicht das Gas injizieren!!!
- Die Aufnahme des Gaschromatogramms mit oder mit starten.
- Bei genau 10 s (linke Anzeige) das Gas zügig in den Chromatografen injizieren und die Spritze entfernen.
- Nach ca. 200 Sekunden Messung oder mit ..
- Vor der die Aufnahme des nächsten Gaschromatogramms alte Messung beschriften!!



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. wieder und
- ca. 0,15 mL eines der ausgesuchten Vergleichsgases in die Spritze füllen und bis 1,0 mL Luft aufziehen
- die GC Aufnahme starten und injizieren wie beim ersten Mal (bei 10 s).
- usw.


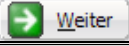
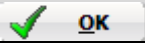


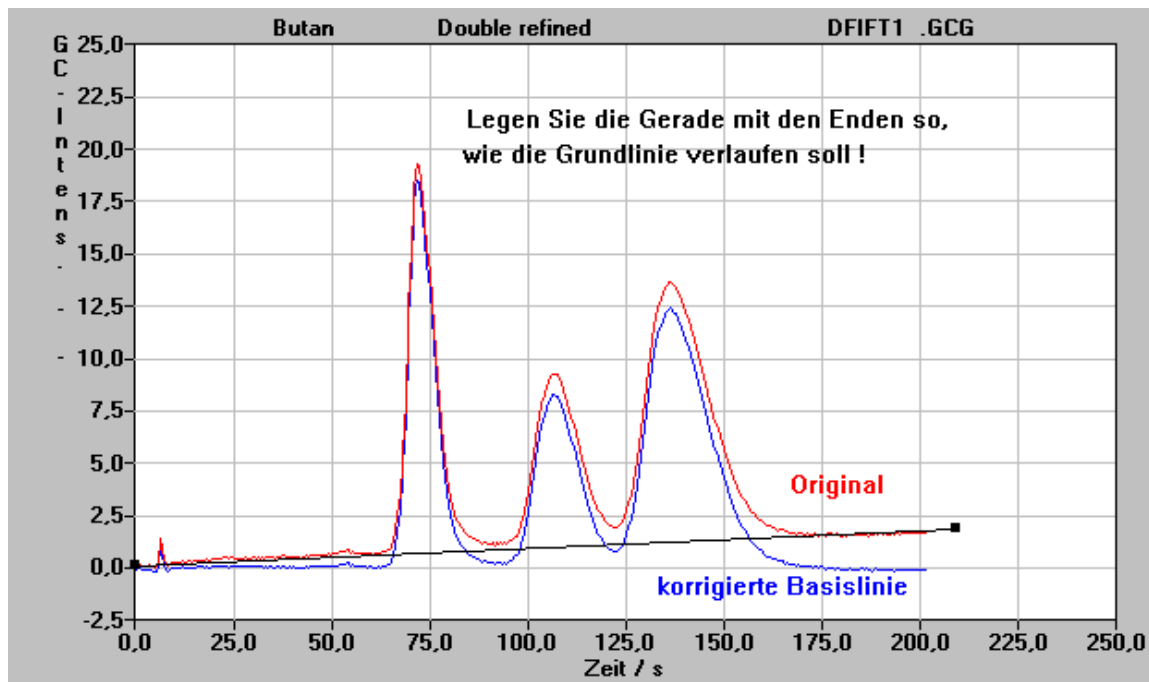
Die Auswertung des Gaschromatogramms (Gehaltsermittlung)**1. Basislinienkorrektur**

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



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

Ist ein „drift“ festzustellen, so muss zunächst die "Basislinie" grafisch korrigiert werden. Dazu zieht man eine **Linie**, die im korrigierten Graphen die **Parallele zur x-Achse mit $y=0$** werden soll, in das Chromatogramm.

Basislinienkorrektur aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒ Auswerten ⇒ „GC Basislinie“
⇒ linken Punkt der Linie mit Linksklick markieren, gedrückt halten und nach rechts bis zum Endpunkt ziehen 
Die alte Datenreihe mit dieser ersetzen Ja in den selben Graphen einzeichnen 

**2. Integration (Ermittlung der Peakflächen)**

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

Flächenbestimmung aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒ Auswerten ⇒ „GC-Hand-Integration“
⇒ den linken Rand des ersten Peaks (nichtg Einspritzpeak) klicken ⇒ und mit gedrückter Maustaste bis zum rechten Rand ziehen. Grenzen nachträglich korrigieren mit Klick in die markierte Fläche des Peaks!
⇒ für jeden Peak nach rechts die Schritte wiederholen 

Es erscheint eine Tabelle. In dieser sind schon Retentionszeit, Fläche, Responsefaktor (=1.000) und Gehalt eingetragen (nächste Seite).

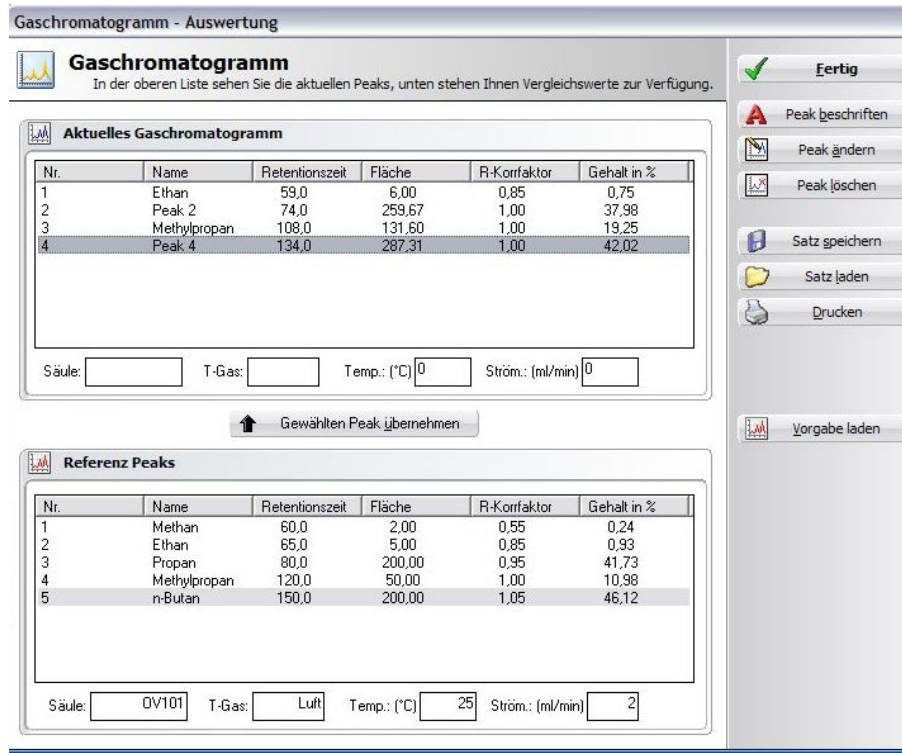
3. Berücksichtigung der unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeit

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 chemische Gefühl (kleinere kugelförmige

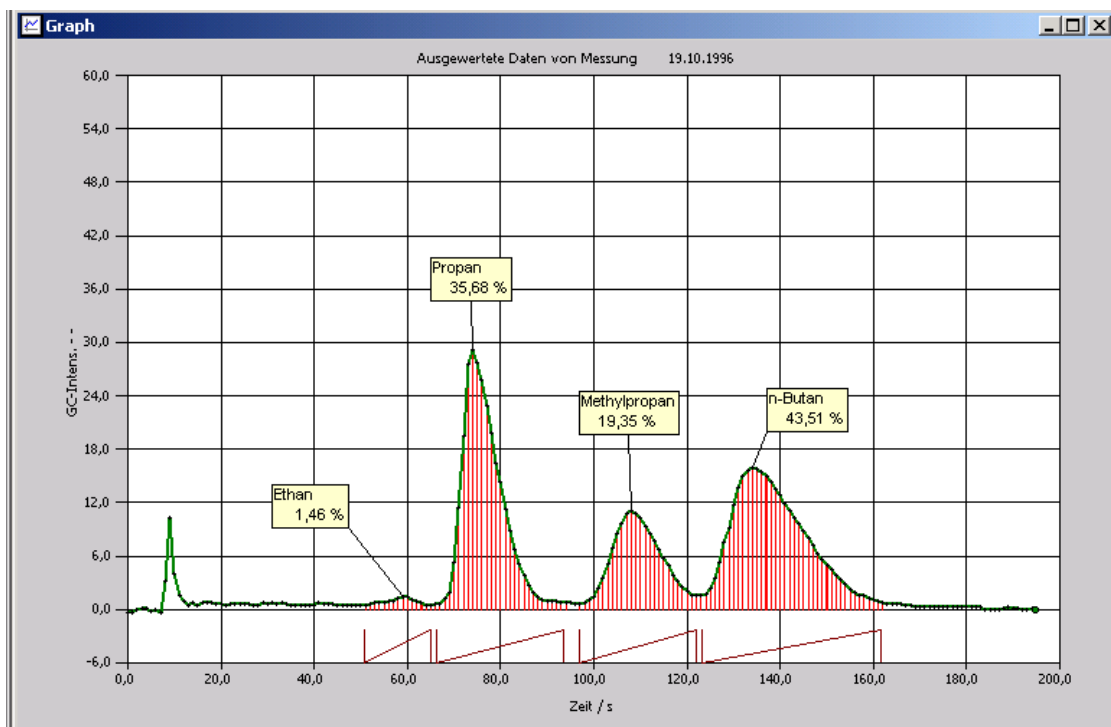
Arbeitskreis Kappenberg Schnupperkurs	"LOW-COST"- Gaschromatografie von Feuerzeug - Gas	K04 GC
--	--	-------------------

Moleküle werden meist weniger stark adsorbiert als große langkettige; sie haben also kürzere Retentionszeiten).



- 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 Responsfaktoren eingerechnet sind, den entsprechenden Stoff in der oberen Tabelle markieren, auf Peak beschriften klicken und die Ergebnisse in der Grafik positionieren.

Fertig ist die eine komplette Gas-Analyse



Literatur: Wedeking, Veltel und Kappenberg