

**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 15. Ein Computer ist hervorragend geeignet, die lästigen Schreib- und Zeichenarbeiten bei gaschromatografischen Analysen zu übernehmen. Auch „Auswertungen“ werden unterstützt.

**Aufbau und Vorbereitung**



**Benötigte Geräte**

- AK LowCost-GC Classic Modul mit Birnchen-WLD und eine der folgenden Elektroniken:
  - a) AK GC15
  - b) AK GC11
  - c) AKGC04 mit USB-Adapter und Netzteil
- Teacher's Helper / Netzteil, USB-Kabel
- Säule: weißer Kabelbinder
- Tablet, Laptop o. Smartphone
- MT-Spritze, 2 mL

**Verwendete Chemikalien**

- Gasfeuerzeug
- Feuerzeuggas-
- Evtl. Vergleichsgase

**Vorbereitung**

- ▶ AK-LowCost GC-Koffer aufstellen
- ▶ Pumpe an das Netz anschließen

**Vorbereitung an den Tablets/Laptops (Clients)**

- ▶ Am Tablet /Laptop / Smartphone Einstellungen mit **WLAN** eine Verbindung herstellen: **ak.net** anwählen und warten bis die Verbindung eingebucht ist.
- ▶ Browser z.B. **Firefox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in Google-Suchzeile!! - **http://labor.ak** eingeben. - Es erscheinen 3 Bildschirme ...
- ▶ Anschluss und Einschalten der Messgeräte: Den Teacher's Helper (TH) mit Strom versorgen!
  - a) AC GC 15 bzw. b) AKGC 11 mit WLD Sensor und über USB mit TH verbinden
  - c) AK GC 04 über Netzteil mit Strom versorgen, WLD Sensor anschließen und über USB -seriell - Adapter mit TH verbinden
- ▶ **AK MiniAnalytik** wählen. Im Display können die Menüicons oben neben - oder bei kleinen Bildschirmen - links untereinander angeordnet sein.
- ▶ \*\* Icon 'Messen' (2. von links) und **Mit Messgerät verbinden (Gerätename)** antippen
- ▶ **Messgrößenauswahl:**  **GC Int (WLD)** und **OK**



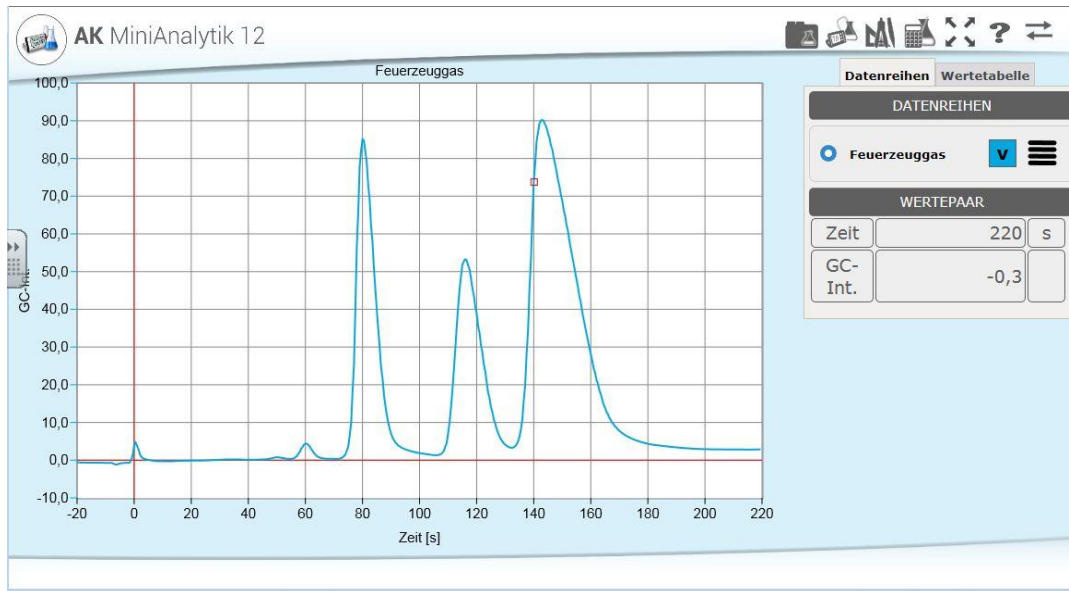
- ▶ Konfiguration GC-Messung . y-Achse GC (WLD) Min  - und Max  -  
Nachkomma  und Linie  ja  OK
- ▶ Es erscheinen Anweisungen auf dem Bildschirm. Diese abhaken:
  - ▶ GC Sensor mit Elektronik verbunden.
  - ▶ Pumpe: Schlauch bei "OUT" und mit Strom versorgt.
- ▶ **Zur Messung**  
Der Messbildschirm wird aufgebaut und Werte angezeigt.



Bei kleinen Bildschirmen zur richtigen Darstellung wechseln von Hoch- in Querformat oder das 'ICON'  (= Seitenleiste Ein- /Ausblenden) benutzen.

Durchführung

- ▶ **1. Testgas in die Spritze füllen, 2. diese bis 0,5 mL entleeren und dann 3. bis 1 mL Luft dazu aufziehen.**
- ▶ Warten bis Messwert stabil ist. Evtl. **Auf Null setzen**  
Spritze einführen und dabei den Stempel mit dem Mittelfinger einklemmen, damit er sich nicht bewegt, aber noch nicht das Gas injizieren!!!
- ▶ Mit **Aufzeichnung Starten** die Messwertspeicherung starten.
- ▶ Beim Countdown genau bei 0 s das Gas zügig in den Chromatografen injizieren und Spritze entfernen.
- ▶ Nach ca. 200 s zum Beenden **Stoppen** drücken



Speichern

- ▶ Projekticon oben links und **Speichern unter** wählen
  - ▶ Unter ‚Projekt Speichern‘ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel)  und  OK

Excel-Export

- ▶ Projekticon oben links und **Datenreihen exportieren** wählen  
Unter "Datenreihen Speichern" eine Datenreihe auswählen und **Speichern**
- ▶ Je nach Gerät mit „Speichern unter“ noch Pfad aussuchen und bestätigen!

Öffnen bei Bedarf

- ▶ Ist der Teacher's Helper nicht mehr zu erreichen: Browser z.B. **Firefox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!)  eingeben.
- ▶ **AK MiniAnalytik** antippen.
- ▶ Projekticon oben links und **Laden** "Projekt Laden"  direkt auswählen und → anklicken

### Auswertung:

#### A. Qualitative - Identifizierung der Komponenten

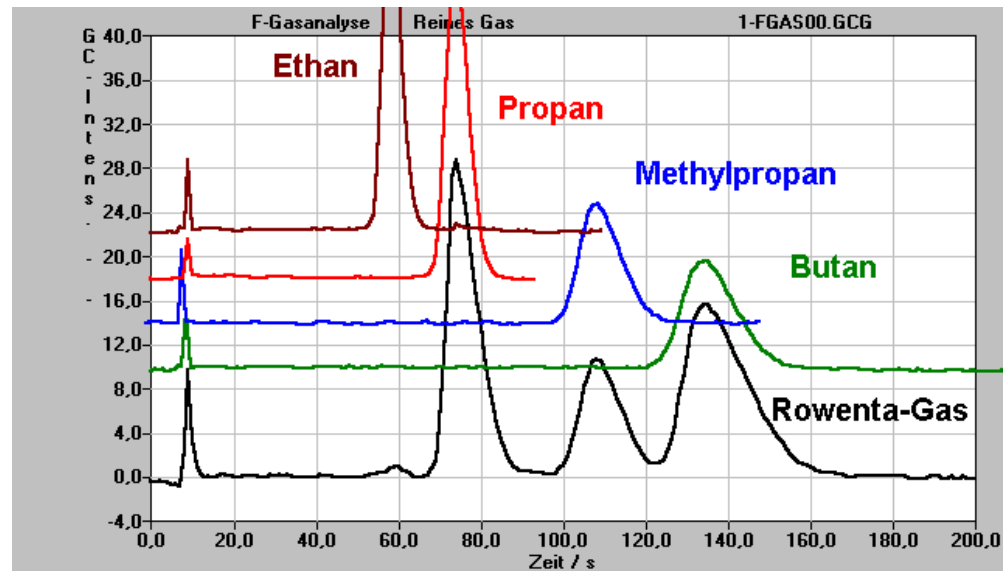
#### Vergleich mit Gaschromatogrammen einiger Reingase aus der Gasbar

##### Abschätzen der Einfüllmenge eines Vergleichsgases:

Da ein einzelnes Gas nur etwa einen 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.

Auswertung

- ▶ Zur Vorbereitung einer neuen Messung **jeweils bei \*\* (Seite 1)** neu beginnen.
- ▶ Evtl. **Auf 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 (hier: bei 10 s).
- ▶ usw.



## B: Quantitative Auswertung des Gaschromatogramms (Gehaltsermittlung)

### 1. Basislinienkorrektur

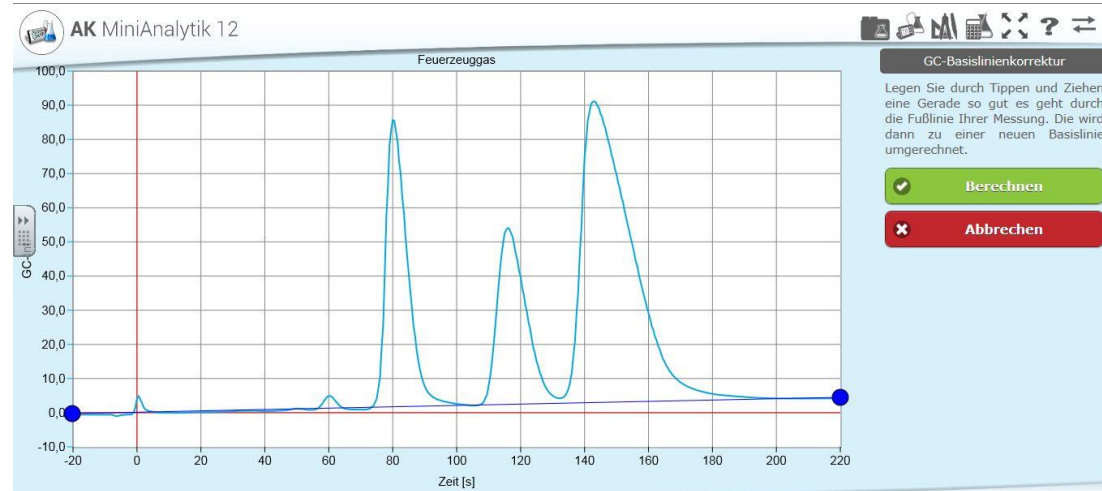
Nach der Identifizierung verbannt man sinnvollerweise die Vergleichsgase vom Bildschirm und arbeitet nur mit dem zu analysierenden Gas.

**Dazu entfernt man die Häkchen (V im farbigen Kästchen) bei den anderen Datenreihen.**

Ist eine „Drift“ festzustellen, so muss zunächst die "Basislinie" grafisch korrigiert werden.

- ▶ Iconmenü Auswerten: **GC - Basislinienkorrektur**
- ▶ Eine Erläuterung, wie die Linie gelegt werden soll, steht am Rand: Eine **Linie**, die im korrigierten Graphen die **Parallele zur x-Achse mit  $y = 0$**  werden soll, in das Chromatogramm ziehen. **Berechnen**

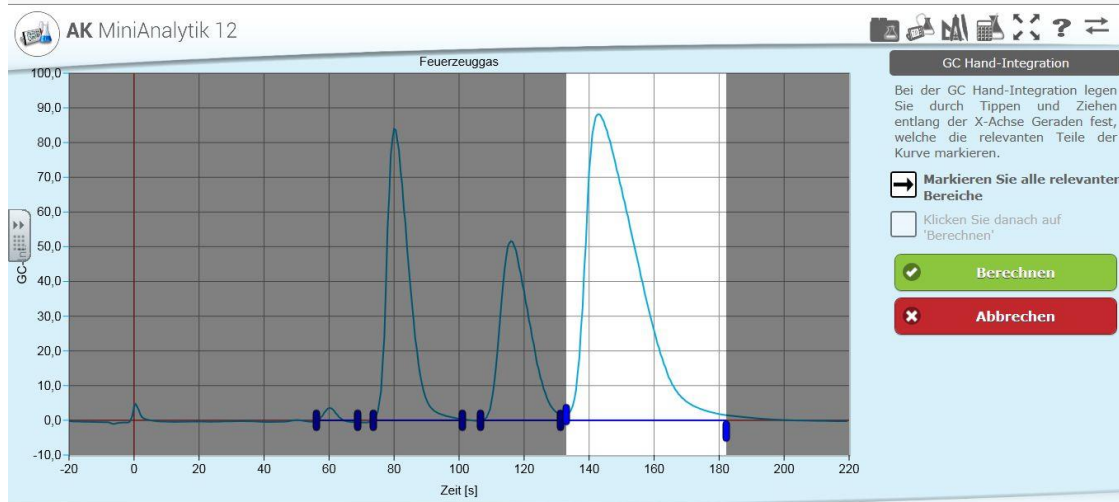
Auswertung



### 2. Integration (Ermittlung der Peakflächen)

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

- ▶ Iconmenü Auswerten: **GC - Handintegration**
- ▶ Dem Erläuterungstext auf dem Bildschirm folgen:
- ▶ Mit Maus oder Finger auf den linken Rand des ersten Peaks (nicht Einspritzpeak), tippen, **gedrückt halten** und ziehen bis zum rechten Rand und loslassen
- ▶ Die Grenzen kann man nachträglich korrigieren mit Klick in die markierte Fläche des Peaks!
- ▶ Für jeden Peak nach rechts die Schritte wiederholen. **Berechnen**



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

### 3. Berücksichtigung der unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten

Die Angabe des Gehaltes 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 in einer Art "Verdünnungsreihe der Reinsubstanzen" experimentell bestimmbar. Näherungsweise können die R-Faktoren auch den Vorschlägen in der Tabelle entnommen werden.

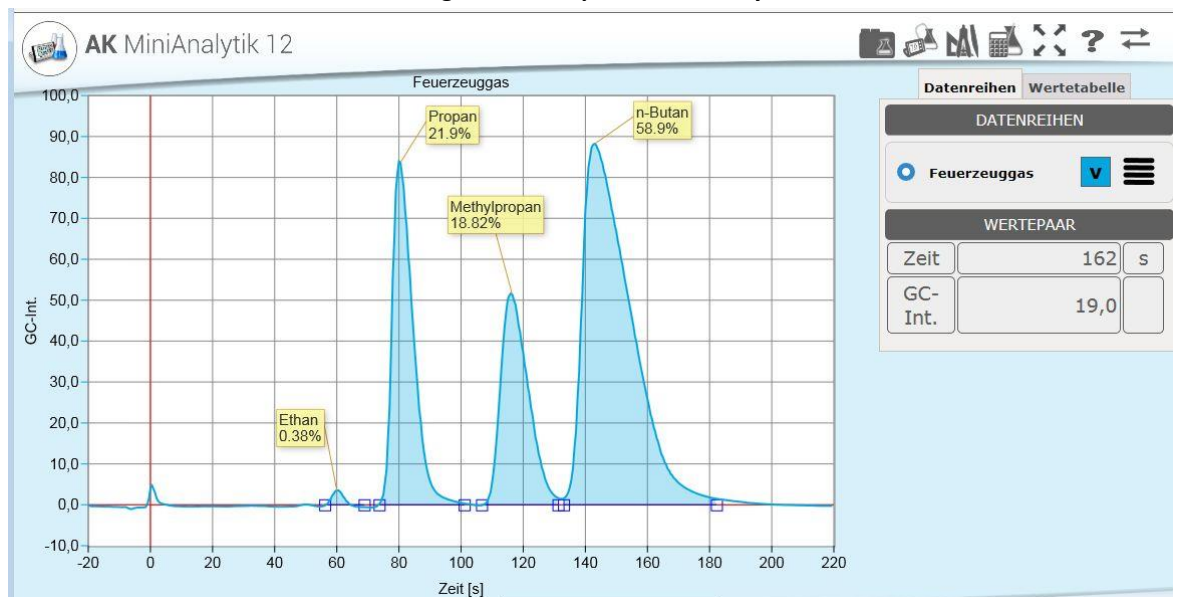
Zur exakten Zuordnung der einzelnen Peaks greifen Sie auf Ihre Identifizierungsversuche zurück, orientieren sich an den aufgeführten Retentionszeiten oder verlassen sich auf Ihr chemisches Gefühl (kleinere, kugelförmige Moleküle werden meist weniger stark adsorbiert als große langkettige; haben also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

- Iconmenü Auswerten: **GC-Referenztable anzeigen**



- Zur Zuordnung der Peaks jeweils vorne eine Reihe in der oberen und eine entsprechende Reihe in der unteren Tabelle anklicken und dann auf **Peak Zuordnen**. Der Computer trägt daraufhin im oberen Teil den Namen und den Response-Faktor ein und berechnet sofort die neue prozentuale Zusammensetzung.
- Die Ergebnisse nach Bedarf in der Grafik positionieren.

### Fertig ist die komplette Gas-Analyse



Beachten:



Entsorgung

entfällt

Literatur

Wedeking, Veltel und Kappenberg, Arbeiten für den Wettbewerb „jugend forscht“