

Chromatographie-Praktikum

VAK 02-03-5-AnC3-4

Hinweise für die Versuchsvorbereitung und Protokollierung

Eine ausführliche und klare Protokollierung ist unabdingbarer Bestandteil jeder wissenschaftlichen Arbeit. Dabei liegt ein wesentlicher Schwerpunkt auf der optimalen Vorbereitung eines Experiments, denn nur dann kann man *bewusst* protokollieren.

Ein Lernziel dieses Kurses ist es, Vorbereitung und Verlaufsprotokollierung so rational und effektiv durchführen zu können, dass das Protokollschreiben nicht zur „lästigen Pflicht“, sondern zu einer Selbstverständlichkeit wird.

Das bedingt:

- Vorbereitung des Experiments (s. u.),
- ausführliche Verlaufsprotokollierung aller Arbeitsoperationen und Beobachtungen während des Experimentes in übersichtlicher Form,
- Auswertung der Ergebnisse in möglichst rationaler und kurzer Form, wobei ein Schwerpunkt der gedanklichen Auseinandersetzung mit dem Experiment darin liegen sollte, die durchgeführten Arbeitsoperationen und die gemachten Beobachtungen zu erklären.

1. Versuchsvorbereitung

Tabelle der physikalischen, chemischen und sicherheitstechnischen Kenndaten aller im Versuch eingesetzten Chemikalien erstellen:

- Name(n) der Verbindung(en)
- Strukturformel und Summenformel
- Molekulargewicht
- Schmelz- und Siedepunkt
- Dampfdruck bei Raumtemperatur
- Mischbarkeit mit Wasser
- Löslichkeitsverhalten
- Stabilität gegenüber Wasser, Sauerstoff, Temperatur
- persönliches Gefährdungspotenzial: hautreizend, cancerogen, giftig, explosiv, brennbar etc.
→ Vorsichtsmaßnahmen
- ökologisches Gefährdungspotenzial: z.B. Wasserverschmutzung, Luftverschmutzung
→ Abfallbeseitigung

2. Umsetzung der Versuchsvorschrift in ein Fließschema

- Chemikalienliste, Geräteliste, Mengenangaben (molar und in g)
- alle Arbeitsschritte in Form eines Versuchsablaufschemas aufführen
- sicherheitstechnische Angaben einarbeiten

3. Protokollierung während des Versuchs

- Auswertung der Chromatogramme
- Speichern bzw. Ausschneiden und Aufkleben der Gas- und HPLC-Chromatogramme
- genaue Protokollierung der Analysenbedingungen, Gerätedaten, Laufmittel, Injektionsvolumina etc..

4. Versuchsauswertung

- Erklärungsmöglichkeiten für die vorgeschriebenen Arbeitsschritte:
Warum macht man etwas; wählt man das Lösungsmittel bzw. Laufmittel; eine Arbeitstemperatur, eine Sicherheitsmaßnahme?
- Erklärungsmöglichkeiten für Beobachtungen während des Versuchs (Probenvorbereitung)
- Erklärungsmöglichkeiten für das Misslingen eines Experiments
- eventuelle Verbesserungsvorschläge für die Versuchsvorschrift
- qualitative bzw. quantitative Auswertung der Chromatogramme

Gaschromatographie

Qualitative und quantitative gaschromatographische Analyse von Alkangemischen

Lernziele des Versuches

Die Gaschromatographie erlaubt die Stofftrennung von komplexen Stoffgemischen. In diesem Versuch werden Sie eine Vielkomponenten-Mischung mittels eines Temperaturprogramms trennen und quantifizieren. Des Weiteren werden Sie die Koväts-Indices und den Response-Faktor kennenlernen.

Versuchsvorbereitung

Was sind Koväts-Indices?

Was ist der Response-Faktor?

Woraus besteht ein GC?

Welche Detektoren gibt es und wie funktionieren sie?

...

Der Gaschromatograph

Vor Inbetriebnahme mache man sich mit den einzelnen Bausteinen der Anlage und ihrer Funktionsweise vertraut. Dokumentieren Sie sich genau die verwendeten Gerätebezeichnungen, die Trennsäule und das Trägergas sowie alle verwendeten Einstellungen. Vor dem Versuch bekommen Sie eine Einweisung in die Software, zum Umgang mit dem Gerät und zur Probeinjektion.

Trennung und qualitative Analyse

Die bereit gestellten Proben "A, B, und C" sind Alkan Mischungen aus C₉, C₁₀, C₁₂, C₁₃, C₁₄, und C₁₅ Kohlenwasserstoffen gelöst in n-Hexan, mit verschiedenen Konzentrationen. Jede Probe sollte mindestens dreimal gemessen werden (technische Replikate) um die Reproduzierbarkeit der Messung zu überprüfen.

Aus einer Reihe aus vorgegebenen Programmen soll das am besten geeignete Ofenprogramm ausgewählt werden. Dabei ist zwischen isothermen Bedingungen und Temperaturgradient zu wählen.

Ein Beispiel für ein Ofenprogramm wäre:

80°C → 290 @ 30°C/min

Halten für weitere 10 min.

1 µL der Probe wird injiziert.

Die Optimierung des Ofenprogramms erfolgt mit Probe "A"

Aufgaben

1. Mit dem besten Temperaturprogramm werden die Proben "A, B, und C" gemessen.

a) Berechnen Sie die Netto-Retentionszeit (RT) für jedes Alkan.

b) Erstellen Sie ein Diagramm Kovàts-Index vs (RT), sowie Kovàts-Index vs log (RT).

Die Parameter der Linearen Regression und der Korrelationskoeffizient sind zu berechnen. Wie gut ist die lineare Anpassung mit Ihren Daten? Was fällt beim Vergleich der isothermen Messungen mit den Messungen mit Temperaturgradient auf?

c) Aus der erhaltenen Peakflächen, sind Kalibriergeraden aller erfassten Alkane zu erstellen (Peakfläche vs Konzentration je Komponente).

Was sind Response-Faktoren und warum werden sie in der GC häufig eingesetzt?

2. Untersucht wird verdünntes Lampenöl. Unter Verwendung der Daten und Parameter aus 1. werden die gemessenen Bestandteile der Ölprobe identifiziert und quantifiziert.

Können auch nicht im Testgemisch vorhandene Signale identifiziert werden? Wenn ja, wie? Und wenn nein, warum nicht?

Alkane	Siedepunkt [°C]*
C8	125.6
C9	150.8
C10	174.1
C11	195.9
C12	216.3
C13	235.4
C14	253.5
C15	270.6
C16	286.8

*CRC Handbook of Chemistry and Physics, 78th Edition