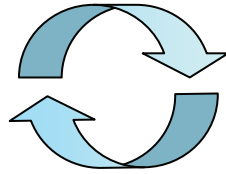


## GC: Bestimmung und Abschätzung von Peakparametern

### Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan Nr. 7.6](#)



### Berufsschule

[Rahmenlehrplan Lernfelder 4, 8](#)

Geräte: GC-System mit FID- oder WLD-Detektor, unpolare 25-m-Säule (100% Methylsilicon), Injektionspritze oder Autosampler

Chemikalien: n-Heptan (R-Sätze: 11, S-Sätze: 9 – 16 - 24/ 25 – 29 - 51, Xn, F, VbF: A1), n-Hexan (R-Sätze: 11 – 20 - 48, S-Sätze: 9 – 16 – 24 / 25 – 29 - 51, Xn, leichtentzündlich, fruchtschädigend: C), n-Nonan (R-Sätze: 10, Xn, VbF: A11), Aceton (R-Sätze: 11, S-Sätze: 9 – 16 – 23 - 33, L = Leichtentzündlich).

### 1. Prinzip

Ein Alkangemisch (n-Heptan, n-Hexan, n-Nonan) wird isotherm in einer unpolaren Säule chromatografiert. Die isotherme Ofentemperatur ist so zu steuern, dass die drei Peaks im Bereich von  $k' = 1$  bis  $k' = 7$  im Chromatogramm erscheinen. Mit Methaninjektionen wird die Totzeit  $t_M$  ermittelt. Aus den erhaltenen Chromatogrammen ist zu abzulesen bzw. zu berechnen:

- die Totzeit in Sekunden
- die Bruttoretentionszeiten  $t_R$  aller Peaks in Sekunden
- die Nettoretentionszeiten  $t_{R'}$  aller Peaks in Sekunden
- die Kapazitätsfaktoren  $k'$  aller drei Peaks
- die lineare Gasgeschwindigkeit  $u$  in cm/s
- die Breite des Hexanpeaks in der halben Höhe  $w_{1/2}$  (in s)
- die Peakfußbreite des Hexanpeaks  $w$  (in s)
- die theoretische Trennstufenzahl  $N_{th}$  des Hexanpeaks
- die theoretische Trennstufenhöhe (HETP) des Hexanpeaks
- der Trennfaktor  $\alpha$  zwischen Heptan- und Hexanpeak
- der Resolutionsfaktor  $R_s$  zwischen Heptan- und Hexanpeak

### 2. Orientierungsfragen

- (1) Welche Anwendung in der Praxis könnten die Peakparameter finden?
- (2) Warum sollten bei einer Messung der chromatografischen Werte zur Berechnung der Peakparameter isotherme Bedingungen herrschen?
- (3) Was sollte verändert werden, wenn die Peaks zu früh ( $k' < 1$ ) oder zu spät ( $k' > 7$ ) im Chromatogramm erscheinen?

### 3. Durchführung

#### 3.1 Bauteile und Einstellungen am GC:

Säule:	100 % Methylsilicon, z. B. HP1, OV1, DB 1 Innendurchmesser 0,32 oder 0,54 mm, Länge 25 bis 30 m Filmdicke 0,5 bis 0,8 m
Detektortemperatur:	255° C
Injektortemperatur:	250° C
Detektor:	FID oder Micro-WLD
Trägergas:	Helium
Gasgeschwindigkeit :	ca. 25 bis 30 cm/s
Splitverhältnis:	FID 1: 40, WLD 1:10 bis 1:20
Ofentemperatur:	isotherm im Bereich von 55 bis 80 C
Schreibergeschwindigkeit	1 cm/min

Die angegebenen Bedingungen müssen noch optimiert werden.

Das Auswertesystem ist so einzustellen, dass chromatografisch auswertbare Peaks entstehen, die bis zur Grundlinie völlig aufgelöst sind.

#### 3.2 Probe:

Es werden je 1 g n-Heptan, n-Hexan und n-Nonan gemischt und mit 30 mL Aceton (WLD) oder 100 mL Aceton (FID) vermischt. Ggf. ist das Mischungsverhältnis an die Empfindlichkeit des GC anzupassen.

#### 3.3 GC-Chromatografie-Lauf:

0,5 bis 1  $\mu$ L des Gemisches werden in den Splitinjektor injiziert und gleichzeitig der GC-Lauf gestartet. Falls vorhanden, kann ein Autosampler verwendet werden. Das Gemisch ist solange zu injizieren, bis sich drei stabile Retentionszeiten ergeben und die Chromatogramme aussagefähig sind.

Unter den gleichen Bedingungen ist 3-4mal hintereinander mit einer Spritze reines Methan (oder ersatzweise Feuerzeuggas) zu injizieren. Die durchschnittliche Retentionszeit des Methans ist die Totzeit  $t_m$ .

### 4. Auswertung

#### 4.1 Bruttoretentionszeit $t_R$

Die Bruttoretentionszeit  $t_R$  ist den Chromatogrammen direkt zu entnehmen.

#### 4.2 Nettoretentionszeit $t_{R'}$

Die Nettoretentionszeit  $t_{R'}$  ist ein Maß für die Rückhaltefähigkeit der Säule und berechnet sich mit:

$$t_{R'} = t_R - t_M$$

$t_{R'}$	Nettoretentionszeit
$t_R$	Bruttoretentionszeit
$t_M$	Totzeit

#### 4.3 Kapazitätsfaktor $k'$

Der Kapazitätsfaktor  $k'$  berechnet sich mit:

$$k' = \frac{t_R - t_M}{t_M}$$

#### 4.4 lineare Geschwindigkeit $\bar{u}$

Die lineare Geschwindigkeit  $\bar{u}$  berechnet sich mit:

$$\bar{u} = \frac{L}{t_M}$$

L      Länge der Säule

#### 4.5 Breite des Peaks in der halben Höhe $w^{1/2}$

Die "Breite des Peaks in der halben Höhe  $w^{1/2}$ " wird mit einem Fadenzähler mit Lupe in mm (auf 0,1 mm genau) gemessen und mit Hilfe der Schreibergeschwindigkeit (1 cm / min) in Sekunden umgerechnet. Oder die Breite des Peaks kann direkt dem Chromatogrammergebnis entnommen werden (meist mit dem Parameter WIDTH)

#### 4.6 Peakfußbreite $w$

Die Peakfußbreite  $w$  wird mit einem Fadenzähler mit Lupe in mm (auf 0,1 mm genau) gemessen und mit Hilfe der Schreibergeschwindigkeit (1 cm / min) in Sekunden umgerechnet.

#### 4.7 theoretische Trennstufenzahl $N_{th}$ (Hexan)

Die theoretische Trennstufenzahl (Hexan)  $N_{th}$  soll mit zwei verschiedenen Formeln berechnet werden und dann die Werte verglichen werden:

$$\text{Formel 1: } N_{th} = 5,54 \cdot \left( \frac{t_B}{w_{1/2}} \right)^2$$

$$\text{Formel 2: } N_{th} = 16 \cdot \left( \frac{t_B}{w} \right)^2$$

#### 4.8 Trennstufenhöhe HETP (Hexan)

Die Trennstufenhöhe (HETP) in mm wird berechnet mit:

$$HETP = \frac{L \cdot 100 \cdot 10 \text{ mm}}{N_{th}}$$

L Länge der Säule in m

#### 4.9 Trennfaktor $\alpha$ :

Der Trennfaktor  $\alpha$  zwischen dem Heptan- und Hexanpeak berechnet sich mit:

$$\alpha = \frac{k'_{Hexan}}{k'_{Heptan}}$$

Der Trennfaktor  $\alpha$  ist ein Maß für die Trennung zweier Peaks, als Grundlage werden jedoch nur die Retentionszeiten und nicht die Peakbreiten verwendet.

#### 4.10 Resolutionsfaktor $R_s$

Zur Berechnung des Resolutionsfaktors  $R_s$  können zwei Formeln benutzt werden:

$$\text{Formel 1: } R_s = \frac{2 \cdot (t_{M(Hexan)} - t_{M(Heptan)})}{W_{Hexan} + W_{Heptan}}$$

$$\text{Formel 2: } R_s = \frac{1,176 \cdot (t_{M(Hexan)} - t_{M(Heptan)})}{W_{1/2Hexan} + W_{1/2Heptan}}$$

Zwei Peaks sind dann bis zur Grundlinie aufgelöst, wenn  $R_s$  mindestens 1,3 ist.

### 5. Bewertungsfragen

- (1) Was sagt ein Kapazitätsfaktor von z.B.  $k' = 2$  aus?
- (2) Was unterscheidet den Trennfaktor  $\alpha$  vom Resolutionsfaktor  $R_s$ ?
- (3) Warum wird zur Berechnung der Trennstufenzahl meistens die Formel mit der Peakbreite in der halben Höhe verwendet?
- (4) Warum handelt es sich bei der Berechnung der Gasgeschwindigkeit um eine „lineare mittlere Gasgeschwindigkeit“?
- (5) Verdoppeln Sie die berechnete Trennstufenzahl und berechnen Sie daraus mit der gleichen Säulenlänge HETP. Wie verhalten sich HETP und  $N_{th}$  zueinander?

**6. Umsetzungsvorschlag für den Ausbildungsbetrieb****6.1 Herstellung der Probe**

Die Probe wird vom Auszubildenden selbst hergestellt.

**6.2 Zeitbedarf**

Der durchschnittliche Zeitbedarf zur Durchführung der Aufgabe beträgt ca. 4 Stunden.

**6.3 Bewertung**

Eine Bewertung ist nicht vorgesehen.