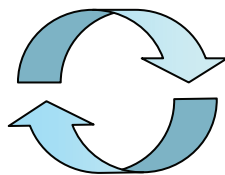


GC: Qualitative Bestimmung eines Gemisches von Lösemitteln

Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan Nr. 7.6](#)



Berufsschule

[Rahmenlehrplan Lernfelder 4, 8](#)

Geräte: GC mit 25-m-Säule, 100 % Methylsilicon als Phase, FID oder Micro-WLD, Split, Auswertesystem

Chemikalien: 2-Methylbutan-1-ol, Octan-1-ol, Cyclohexan, n-Octan, n-Nonan, Benzoessäuremethylester, Benzoessäureethylester, Salicylsäureethylester
Die Sicherheitskenndaten sind abzurufen unter:
<http://www.chemie.fu-berlin.de/chemistry/safety/chemsafety.html>.

1. Prinzip

Mit Hilfe der GC ist die qualitative Zusammensetzung eines Lösemittelgemisches zu bestimmen. Dazu wird zunächst das Gemisch, welches aus 3 Analyten besteht, in den Injektor injiziert und chromatografiert. Die Bedingungen sind solange zu verändern, bis ein auswertefähiges Chromatogramm entsteht, bei dem die Peaks bis zur Basislinie aufgelöst sind. Danach werden die reinen Komponenten injiziert und die Peaks durch einen Retentionszeitenvergleich identifiziert. Am Schluss wird die Probe mit den vermutlich in der Probe enthaltenen Analyten aufgestockt und das aufgestockte Gemisch erneut chromatografiert.

2. Orientierungsfragen

- (1) Unter welchen Bedingungen kann die Bruttoretentionszeit als Vergleichswert zur Identifizierung der Analyten dienen?
- (2) Warum ist es sinnvoll, die Probe mit den vermuteten Analyten aufzustocken und erneut zu chromatografieren?
- (3) Von was ist die Retentionszeit der Komponenten in erster Linie abhängig?
- (4) Falls die Peaks nicht völlig getrennt werden, welche Parameter könnten prinzipiell verändert werden, damit die Analyten doch noch getrennt werden?

3. Gaschromatografische Bedingungen

Säule: 25 m oder 30 m, unpolare Kapillarsäule, z. B. 100 % Methylsilicon, 320 μm oder 530 μm Innendurchmesser, Filmdicke ca. 1 μm

Ofen: temperaturprogrammiert

Injektor: Split, Splitverhältnis 1 :20 (530- μm -Säule) oder 1: 40 (320- μm -Säule)

Injektortemperatur: 220 °C

Detektor: Micro-WLD oder FID

Detektortemperatur: 225 °C

Gas: He, mind. 99,99 %

Gasgeschwindigkeit durch die Säule: 30 bis 45 cm/s (gemessen mit Methan-Totzeitpeak)

Temperaturprogramm

Als Temperaturprogramm wird zunächst vorgeschlagen:

- Anfangstemperatur: 60 °C
- Aufheizrate: 10 °C / Min
- Endtemperatur 220 °C

Das Temperaturprogramm muss noch optimiert werden.

4. Probe

In der Probe sind **drei** der folgenden Analyten enthalten:

- 2-Methylbutan-1-ol
- Octan-1-ol
- Cyclohexan
- n-Octan
- n-Nonan
- Benzoessäuremethylester
- Benzoessäureethylester
- Salicylsäureethylester

Alle Analyten stehen als reine Vergleichschemikalien zur Verfügung. Ggf. ist die Probe mit Aceton verdünnt.

5. Durchführung

Von der Probe werden maximal 0,5 µL und zusätzlich ca. 5 µL Luft bei den oben genannten Bedingungen in den Injektor des GCs injiziert und das Chromatogramm aufgenommen. Die Integrator- oder PC-Parameter müssen so eingestellt werden, dass aussagefähige Chromatogramme entstehen.

Danach wird die Ofentemperatur so optimiert, dass die drei Peaks einerseits mindestens bis zur Grundlinie aufgelöst sind und andererseits die Retentionszeitendifferenz zweier Peaks nicht größer als 7 Minuten ist. Anschließend sind die reinen Vergleichssubstanzen zu injizieren. Die Probe ist dann mit den vermutlichen Analyten aufzustocken und erneut zu chromatografieren.

6. Auswertung

Anhand der Retentionszeiten der Vergleichs- und Probenchromatogramme sind die drei Analyten der erhaltenen Probe zu identifizieren.

7. Umsetzungsvorschlag für den Ausbildungsbetrieb

7.1 Herstellen der Probe:

Pro Anwender sind ca. 3 mL eines Gemisches aus drei der folgenden Chemikalien (chemisch rein) herzustellen und in einem dichten Fläschchen in einem Kühlschrank aufzubewahren.

Cyclohexan	n-Nonan	n-Octan
2-Methylbutan-1-ol	Octan-1-ol	Benzoessäuremethylester
Benzylsäureethylester	Salicylsäuremethylester	

Grundsätzlich sind alle Chemikalien kombinierbar. Es wird jedoch empfohlen, ein Alkan, einen Alkohol und einen Ester zu verwenden. Diese sollten zu gleichen Teilen in dem Gemisch enthalten sein.

Die Proben sind in einem dichten Fläschchen aufzubewahren. Bei der Aufbewahrung im Kühlschrank sind die Proben mind. 2 Wochen lang stabil.

Als Vergleichschemikalien sind alle Chemikalien in gleicher Reinheit zur Verfügung zu stellen.

7.2 Zeitbedarf

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

7.3 Bewertung

Für die Bewertung wird folgende Tabelle vorgeschlagen:

3 Analyten richtig,	100 Punkte
2 Analyten richtig, 1 nicht angegeben	70 Punkte
2 Analyten richtig, 1 falsch angegeben	50 Punkte
1 Analyt richtig, 2 nicht angegeben	30 Punkte
alle anderen Angaben	0 Punkte