

Protokoll Gaschromatographie

1. Aufgabenstellung

Ermittlung der Basisparameter einer Trennung von homologen Alkanen und Alkylbenzenen mit der Gaschromatographie und Identifizierung der Stoffe eines Gemisches unbekannter Zusammensetzung.

2. Durchführung und Auswertung

Wir ließen 2 Proben bei konstantem Volumenfluss der mobilen Phase und isothermen Bedingungen durch die Säule laufen. Die Meßwerte sind in der Tabelle dargestellt. Die Totzeit (t_m) der Säule erhielten wir, indem wir Methan mitlaufen ließen. Methan tritt nicht mit der festen Phase in Wechselwirkung und damit ist die Retentionszeit gleich der Totzeit. Die Retentionszeiten der anderen Kohlenwasserstoffe berechneten wir nach: $t'_R = t_R - t_m$. Die Halbwertsbreite w_h wird vom Auswerteprogramm angegeben. Die anderen Werte (Trennstufenhöhe, Trennstufenzahl, etc.) errechneten wir nach den entsprechenden Formeln.

Die Probe 1 enthielt die homologen Alkane vom Heptan bis zum Undecan und die homologen Alkylbenzole vom Toluol bis zum Butylbenzol. Wir haben für die Alkane die Kovats-Indices graphisch bestimmt, indem wir den Logarithmus der Nettoretentionszeit gegen die C-Anzahl abgetragen haben. Es entstand eine Gerade, mit deren Gleichung wir die Kovats-Indices berechnet haben. Sie liegen ausnahmslos sehr nah am Idealwert. Die maximale Abweichung ist kleiner als 0,9 %.

Mit Hilfe der Kovats-Indices haben wir die Zusammensetzung des unbekanntes Gemisches bestimmt. Wir erhielten Kovats-Indices von 800 und 900, das heißt, daß wir Oktan und Nonan in der Probe hatten.

Um die Trennzeit zu verkürzen haben wir die Trennung optimiert. Dafür haben wir während der Trennung die Temperatur erhöht, um die Peaks der höherkettigen Alkane näher zusammen zu schieben. Das Temperaturprogramm war so eingestellt, daß die Bedingungen am Anfang beibehalten wurden, da schon eine optimale Trennung vorlag. Dann wurde die Temperatur erhöht und die sonst weit auseinanderliegenden Peaks rückten aufgrund der temperaturabhängigen Verteilungsgleichgewichte näher zusammen.