

# Gaschromatographie

in

## Schülerübungen

mit dem

### AK LowCost GC 04



**Betriebsanleitung**

## Inhalt

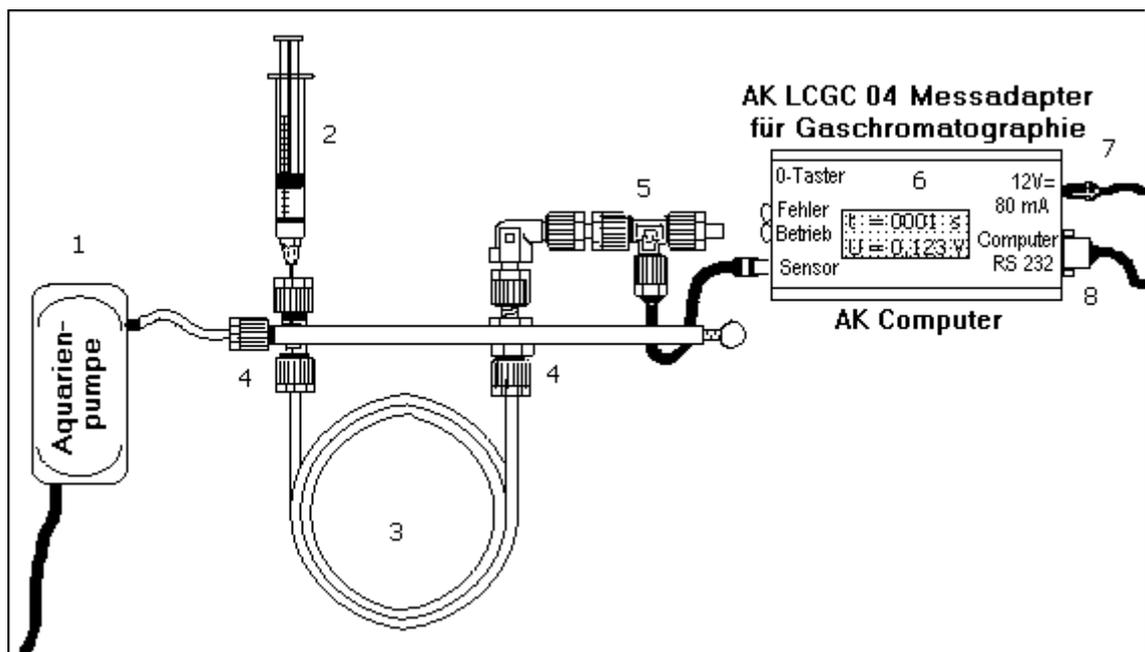
1. Erstaufbau des Schüler - Gas- Chromatographen	
a) Auspacken und Bestandsaufnahme	03
b) Betriebstest ohne Computer	04
c) Betriebstest mit Anschluss an den Computer	05
2. Die Funktionsweise des Schüler - Gas- Chromatographen	
a) Prinzip der Gaschromatographie	06
b) Realisierung mit dem Schüler-Gaschromatographen	06
3. Das erste Gaschromatogramm von Feuerzeuggas (ohne Computer)	08
a) Wertetabelle	09
b) Graph	10
4. Komfort - Gaschromatogramm von Feuerzeuggas mit Computer	
Versuchsaufbau / Vorbereitung	11
Durchführung	12
Identifizierung der Komponenten	12
Korrektur der Basislinie	13
Integration / Korrektur der Peakflächen	14
Endgültige Analyse	15
5. Die „S“- Ausführung des AK LCGC-04	
Besonderheiten	16
Anwendungsbeispiele	17
6. Fehlerquellen und Fehlerbeseitigung	18
7. Technischer Anhang	
Technische Daten	20
Explosionszeichnung des Gaschromatographen	21

## Der Erstaufbau des Schüler - Gas- Chromatographen

### a) Auspacken und Bestandsaufnahme:

Bitte identifizieren und kontrollieren Sie beim Auspacken folgende Bestandteile:

- Messmodul AK LCGC-04 [6]
- Steckernetzteil [7]
- Stativhalter mit Schlauch zur Membranpumpe, Trennsäule, Sensor, Injektionsstelle [4]
- Aquarienpumpe (Membranpumpe) [1]
- Tüte mit Ersatzteilen [Septen, Unterlegscheiben]
- Zwei Spritzen und Nadeln [2]
- Betriebsanleitung
- Serielles Kabel RS232 [8]



## b) Betriebstest ohne Computer

- Die Messeinrichtung an einem Labor- Stativ befestigen.
- Den Luftschlauch mit dem Ausgang der **Aquarienpumpe / Membranpumpe (OUT)** verbinden



Wichtiger Hinweis zur Membranpumpe:

**Der Anschluss in Gehäusefarbe ist der Auslass „OUT“ - Diesen benutzen!!!!**

**Der metallische Anschluss ist der Einlass „IN“**

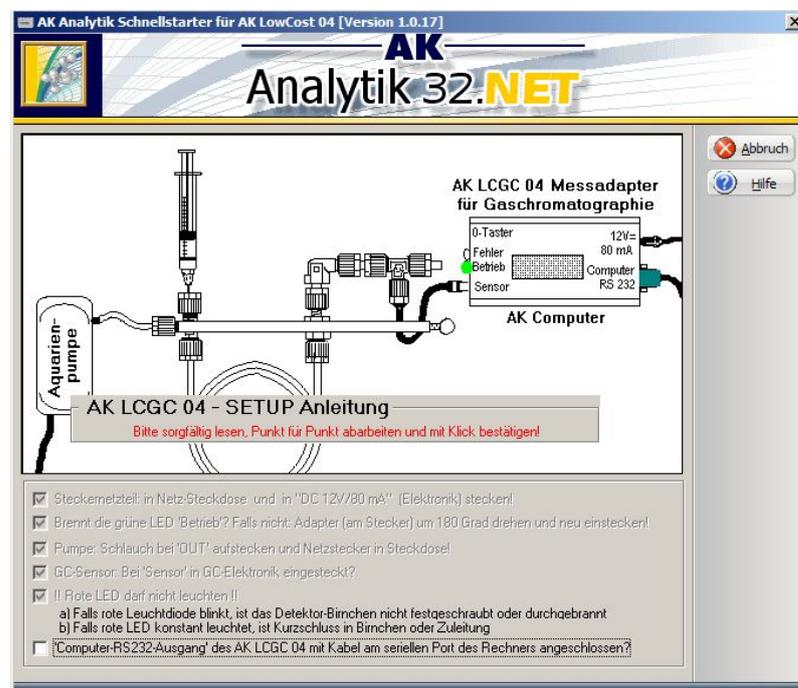
- Das **Steckernetzteil** mit dem **Messmodul AK GC 04** verbinden und das Steckernetzteil in die Netzsteckdose stecken.
- Die **grüne Leuchtdiode (LED)** des Verstärkermoduls muss jetzt leuchten. Die **rote Leuchtdiode** sollte blinken. Beim AK GC 04 S sollte in der **oberen Zeile** der **Anzeige „AK LCGC 04 S“** und in der **unteren Zeile „Unterbrechung“** angezeigt werden.
- Verbinden Sie den Sensor (5) mit dem Messmodul AK LCGC 04 (1). Es müsste im Normalmodus eine Spannung von etwa 1,4 -1,6 V angezeigt werden.
- 0-Taste - Funktionstest: (= gleichzeitig Pegel für das Piep-Geräusch zurückstellen)  
Drücken Sie mit einem spitzeren Gegenstand (Kugelschreiber) kurz auf die **„0-Taste“**.  
Damit wird der **Zeitmodus** aktiviert. Es beginnt in der oberen Zeile eine Stoppuhr zu laufen, in der unteren Zeile wird gleichzeitig der alte Spannungswert auf 0 V (= neue Nulllinie) gesetzt.
- Bei jedem weiteren kurzen Druck auf die **„0-Taste“** wird jeweils die Stoppuhr und die Spannung auf 0 zurückgesetzt
- Drücken Sie mit einem spitzeren Gegenstand länger (etwa 5 Sekunden) auf die **„0-Taste“**, so wird auf den **Normalmodus** (echte gemessene Spannung in der unteren Zeile) zurückgestellt.
- Drücken Sie mit einem spitzeren Gegenstand lange (etwa 10 Sekunden) auf die **„0-Taste“**, so wird der Piezo-Lautsprechermodus ein- oder ausgeschaltet.  
Ist der Lautsprechermodus eingeschaltet, erscheint unten rechts ein **„S“**  
Ist der Lautsprecher ausgeschaltet, erscheint ein: ein **„\$“**.
- Fehleranzeigen  
Die **rote LED** darf nicht leuchten. In der Zeile mit der Spannungsanzeige darf keine der beiden Fehlermeldungen „Kurzschluss“ bzw. „Unterbrechung“ erscheinen.  
Leuchtet die **rote LED** (Spannung > 4,5 V) dauerhaft, so ist in der Birne oder in der Zuleitung ein Kurzschluss. In der Spannungszeile erscheint „Kurzschluss“.  
Blinkt **rote LED** (Spannung < 0,5 V), so ist der Glühdraht der **Sensorbirne durchgebrannt** oder die **Sensorbirne sitzt locker** in der Fassung oder der **Sensor ist nicht richtig eingesteckt**. In der Spannungszeile erscheint „Unterbrechung“
- Einfacher Sensortest:  
Schrauben Sie das komplette Sensor - T- Stück (5) vom Gaschromatographen ab und wedeln es etwas durch die Luft. Die angezeigte Spannung müsste entsprechend stark schwanken.  
Wenn Sie das Messmodul auf Zeitmodus gestellt haben, entsteht gleichzeitig ein Piepton.  
**Vergewissern Sie sich, dass das Sensorkabel in der Elektronik steckt.**

### c) Betriebstest mit Anschluss an den Computer

- Am besten das Programm AK Analytik32.NET starten: entweder vom Desktop oder mit → Start → Programme → Chemie → AK Kappenberg → AK-Analytik32.NET
- Auf dem Start-Bildschirm Schnellstarter aufrufen und
- den Anweisungen folgen!



In diesem Menüpunkt werden Sie ganz gezielt geführt, damit Sie den AK-LowCost-GC korrekt aufbauen und anschließen können. Quittieren Sie jede Aufforderung mit einem "Mausklick"!



Auch bei der Überprüfung des elektrischen Anschlusses und der Einstellung der Faktoren übernimmt der Rechner die "Hauptarbeit".



Falls alles korrekt eingestellt ist, springt der Computer zum Messbildschirm. Wenn Sie aber noch nicht messen wollen, können Sie die Messung abbrechen mit "Aufzeichnen starten" und "Messung beenden" und das Programm beenden

**!! Fertig sind Aufbau und Überprüfung !!**

## 2. Die Funktionsweise des Schüler - Gas- Chromatographen

### a) Prinzip der Gaschromatographie

Bei der Gaschromatographie handelt es sich um ein Verfahren, welches zur Trennung von Stoffgemischen angewandt wird, die gasförmig vorliegen oder vollständig verdampft werden können. Aufgebracht wird das Stoffgemisch mit einer Injektionsspitze am Beginn der sog Trennsäule.

Es gibt zwei Phasen: Erstens die "**stationäre Phase**". Hierbei handelt es sich z. B. um Paraffine, Siliconöle und Polymere, die auf einen Träger z. B. Kieselgel aufgebracht sind, und sich in der Trennsäule befinden. Zweitens eine sogenannte "**mobile Phase**" die die stationäre Phase durchströmt, ein Gas. Je nach Polarität des zu trennenden Stoffgemisches werden die einzelnen Komponenten des Stoffgemisches bei ihrem Weg durch die Säule unterschiedlich stark an der "stationären Phase" **adsorbiert** oder zwischen den Phasen **verteilt**. Somit sind ihre Verweilzeiten in der Trennsäule verschieden.

Wenn nun eine der Komponenten des Stoffgemisches, die mit der "stationären Phase" gefüllte Säule, durchlaufen hat, trifft sie auf einen Detektor. Dieser nutzt das unterschiedliche Wärmeleitfähigkeitsvermögen des Stoffes gegenüber dem Trägergas aus. Das Gas strömt an einer elektrisch beheizten Wendel vorbei. Sind nun im Gemisch Teilchen mit einer großen Wärmeleitfähigkeit vorhanden, so kühlen sie die Wendel stärker ab als das Trägergas. Die Folge ist eine größerer Strom. Diese Änderung hat nun zur Folge, dass nach elektrischer Verstärkung auf dem ebenfalls angeschlossenen Schreiber ein sogenannter "Peak" entsteht. Die Methode heißt Wärmeleitfähigkeitsdetektion (WLD).

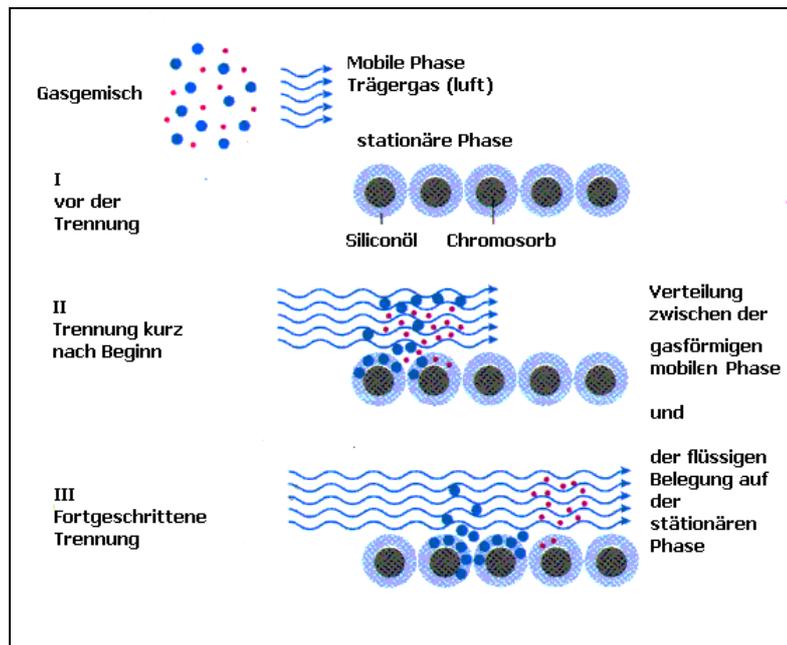


Abbildung: Versuch der Darstellung der Verteilungschromatographie

### b) Realisierung mit dem Schüler-Gaschromatographen

Das Blockbild des Schüler-Gaschromatographen unterscheidet sich kaum von dem eines "normalen" Gaschromatographen (siehe Abbildung)

Als **Trägergas** wird **Luft** benutzt. Der Druck wird einfach mit einer **Aquarien(membran)pumpe** erzeugt. Eine Gefährdung durch zu hohen Druck oder gar durch explosive Trägergase ist also ausgeschlossen.

Als **Einspritzblock** zum Anschluss der Pumpe, der Säule und zur Aufnahme des Detektors dienen Präzisions- Normteile für Druckverbindungen aus Polyamid. Diese lassen sich mit der Hand leicht und schnell sogar mehrere hundertmal verschrauben, ohne das Undichtigkeiten auftreten.

Ein Strömungsmesser ist nicht unbedingt erforderlich, da die Aquarienpumpe einen recht konstanten Luftstrom liefert.

Als **Trennsäule** wird ein einfaches etwa 1,20 m langes Polyamidrohr eingesetzt. Das PA-Rohr der Säule 1 ist mit Siliconöl OV101 (20%) auf Chromosorb WHP 80 - 100 gefüllt.

Der **Detektor** ist, vereinfacht ausgedrückt, ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD). Dieser besteht aus einem kleinen Glühbirnchen mit "geknacktem" Glaskolben. Damit der Sensor gegebenenfalls schnell und problemlos gewechselt werden kann, ist die Fassung für das Birnchen in die T-Verschraubung eingeklebt. Das Birnchen wird von einer kleinen Elektronik mit konstantem Strom versorgt. Gemessen wird hier letztendlich eine Spannung,

Die **netzteilgespeiste Elektronik** enthält eine eigene serielle Computerschnittstelle. Das Messsignal kann mit einem Computer aufgezeichnet und ausgewertet werden.

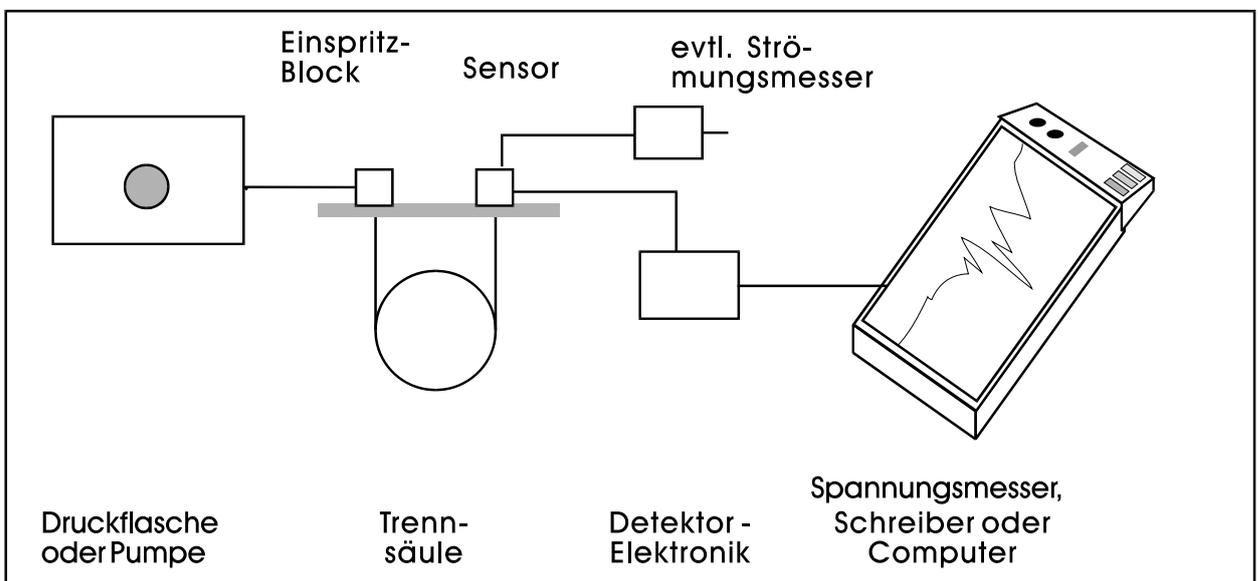


Abbildung: Schema eines Gaschromatographen

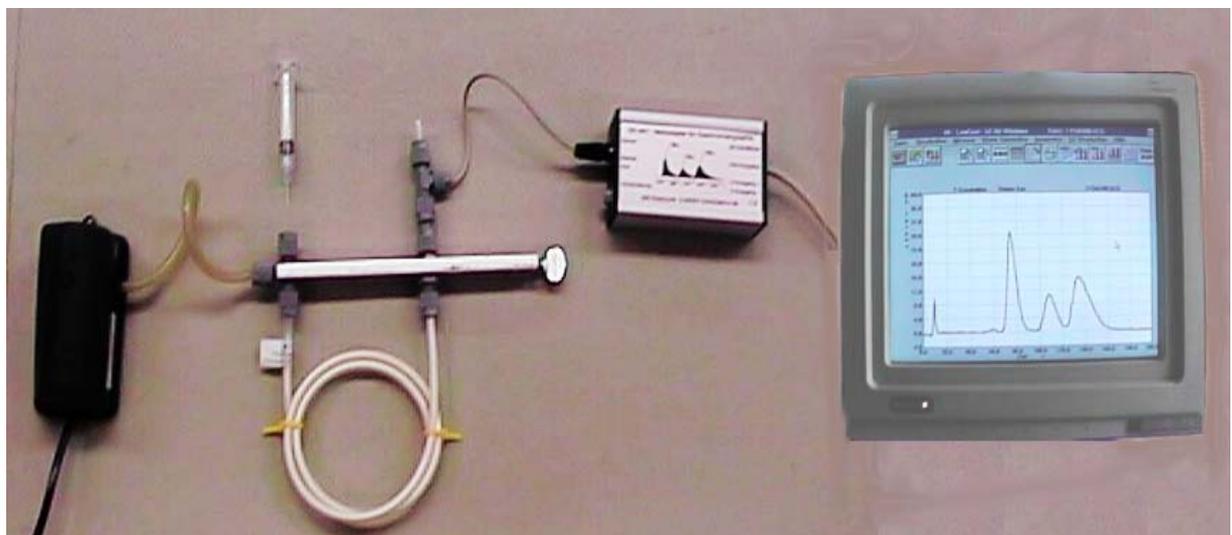


Abbildung: Bildmontage mit den Einzelheiten eines Gaschromatographen

# Das erste Gaschromatogramm von Feuerzeuggas (ohne Computer)

**Prinzip:** Mit einem LowCost - Gaschromatographen ist es möglich, fast „professionelle“ Trennungen von Feuerzeuggas zu erzielen. Die Wertepaare werden auf dem Display des Messmoduls AK LCGC 04 abgelesen, Tabelle und Graph dabei „von Hand“ erstellt.

---

## Versuchsaufbau:



## Materialliste:

### Geräte:

1	LOW-COST-Chromatograph	1	Stativ
	AK LC GC 04	1	Injektionsspritze, 2 ml
1	Säule1 (weißer Kabelbinder)	1	Stoppuhr

### Chemikalien:

Gasfeuerzeug	Φ
Feuerzeug- Nachfüll-Gas	Φ
Camping-gas Kartusche	Φ

---

## Vorbereitung des Versuches:

Der LOW-COST- Gaschromatograph wird nach Abbildung aufgebaut und an den Computer angeschlossen. Der AK LCGC04 wird über das Netzteil mit Strom versorgt und die Aquarienpumpe angeschlossen.

---

## Durchführung des Versuches:

Man füllt ca. 0,5 ml des zu untersuchenden Gases in die Spritze und zieht noch 0,5 ml Luft auf. Die Spritze wird so tief wie möglich in die Einspritzöffnung gesteckt. Dabei wird der Kolben der Spritze mit dem Zeigefinger so gegen den Zylinder gedrückt, dass er sich nicht bewegen oder durch den Druck des Trägergases Gas herausgeschoben werden kann.

Ein Schüler startet die Stoppuhr im AK LCGC04 durch Drücken mit einem Kugelschreiber auf "0-Taste" Nach 10 Sekunden wird das Probegas zügig injiziert, die Spritze herausgezogen und nun die Zeit im 2 Sekunden -Takt und die Spannung abgelesen und diktiert. Der Partner trägt den entsprechenden Wert in die Wertetabelle ein. Beim Auftreten eines größeren Peaks ertönt ein Piepton.

Evtl. reicht auch eine Eintragung im Intervall von 4 Sekunden oder man notiert nur dann Werte, wenn sich der Messwert ändert.

Ändert sich die Spannung nur noch unwesentlich, kann man die Protokollierung abbrechen. Nach Skalierung der y-Achse kann der Graph auf der übernächsten Seite eingezeichnet werden.

## Wertetabelle für ein Gaschromatogramm

Gas: \_\_\_\_\_

Datum: \_\_\_\_\_

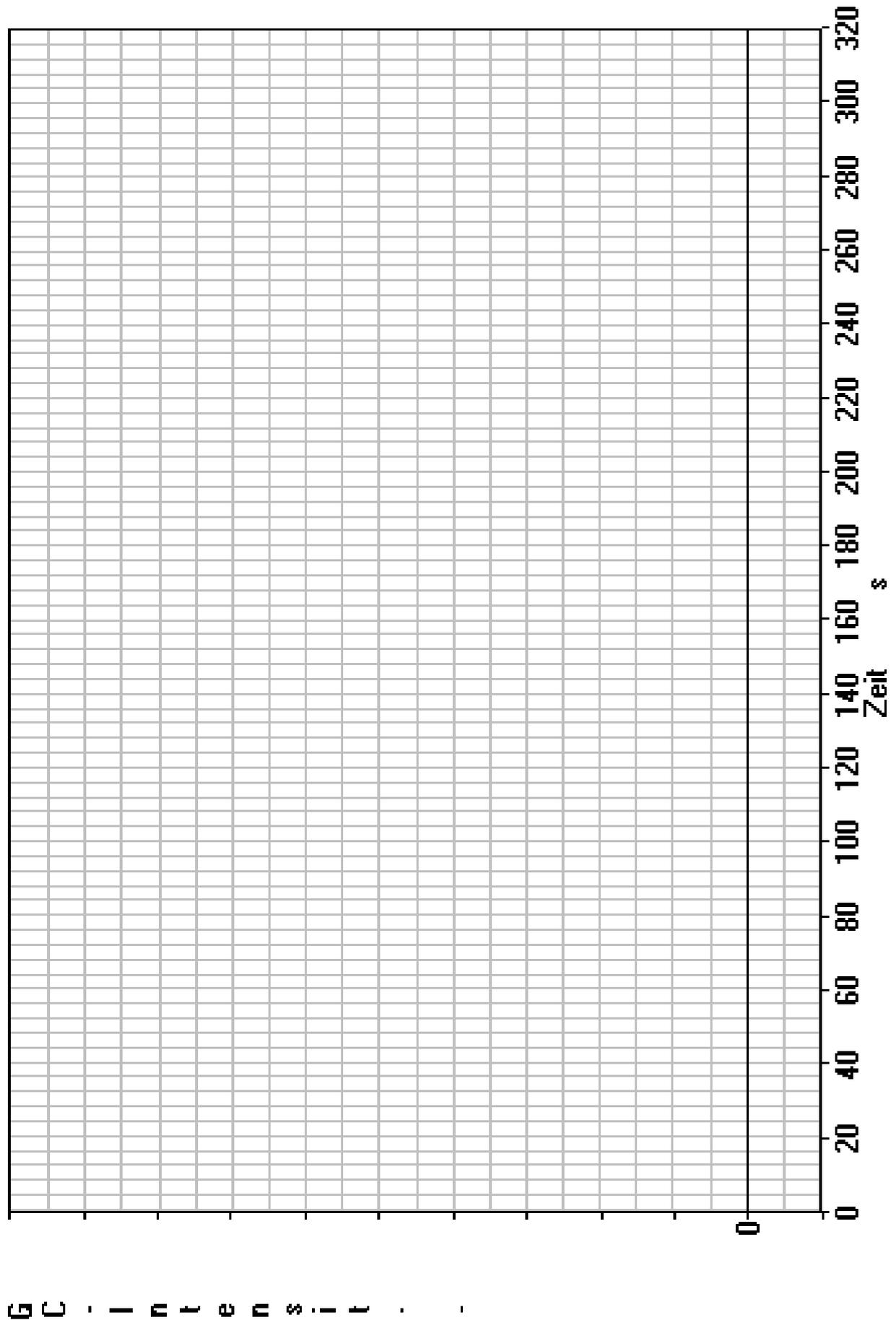
Zeit s	Spannung V (mV)
0	
2	
4	
6	
8	
10	
12	
14	
16	
18	
20	
22	
24	
26	
28	
30	
32	
34	
36	
38	
40	
42	
44	
46	
48	
50	
52	
54	
56	
58	
60	
62	
64	
66	
68	
70	
72	
74	
76	
78	
79	

Zeit s	Spannung V (mV)
80	
82	
84	
86	
88	
90	
92	
94	
96	
98	
100	
102	
104	
106	
108	
110	
112	
114	
116	
118	
120	
122	
124	
126	
128	
130	
132	
134	
136	
138	
140	
142	
144	
146	
148	
150	
152	
154	
156	
158	
159	

Zeit s	Spannung V (mV)
160	
162	
164	
166	
168	
170	
172	
174	
176	
178	
180	
182	
184	
186	
188	
190	
192	
194	
196	
198	
200	
202	
204	
206	
208	
210	
212	
214	
216	
218	
220	
222	
224	
226	
228	
230	
232	
234	
136	
238	
239	

Zeit s	Spannung V (mV)
240	
242	
244	
246	
248	
250	
252	
254	
256	
258	
260	
262	
264	
266	
268	
270	
272	
274	
276	
278	
280	
282	
284	
286	
288	
290	
292	
294	
296	
298	
300	
302	
304	
306	
308	
310	
312	
314	
316	
318	
319	

Mein erstes Gaschromatogramm:



## Komfort- Gaschromatogramm von Feuerzeuggas

**Prinzip:** Mit einem LowCost-Gaschromatographen ist es möglich, fast „professionelle“ Trennungen von Feuerzeuggas zu erzielen. Die Werte erscheinen auf dem Display des Messmoduls AK LCGC 04. Ein Computer ist hervorragend geeignet, die lästigen Schreib- und Zeichenarbeiten bei gaschromatographischen Analysen zu übernehmen. Auch „Auswertungen“ werden unterstützt.

### Materialliste:

#### Geräte:

- |                           |                           |
|---------------------------|---------------------------|
| 1 LowCost-Chromatograph   | 1 Universalständer        |
| AK LCGC04 auf Platte      | 1 Injektionsspritze, 2 mL |
| Säule: weißer Kabelbinder |                           |

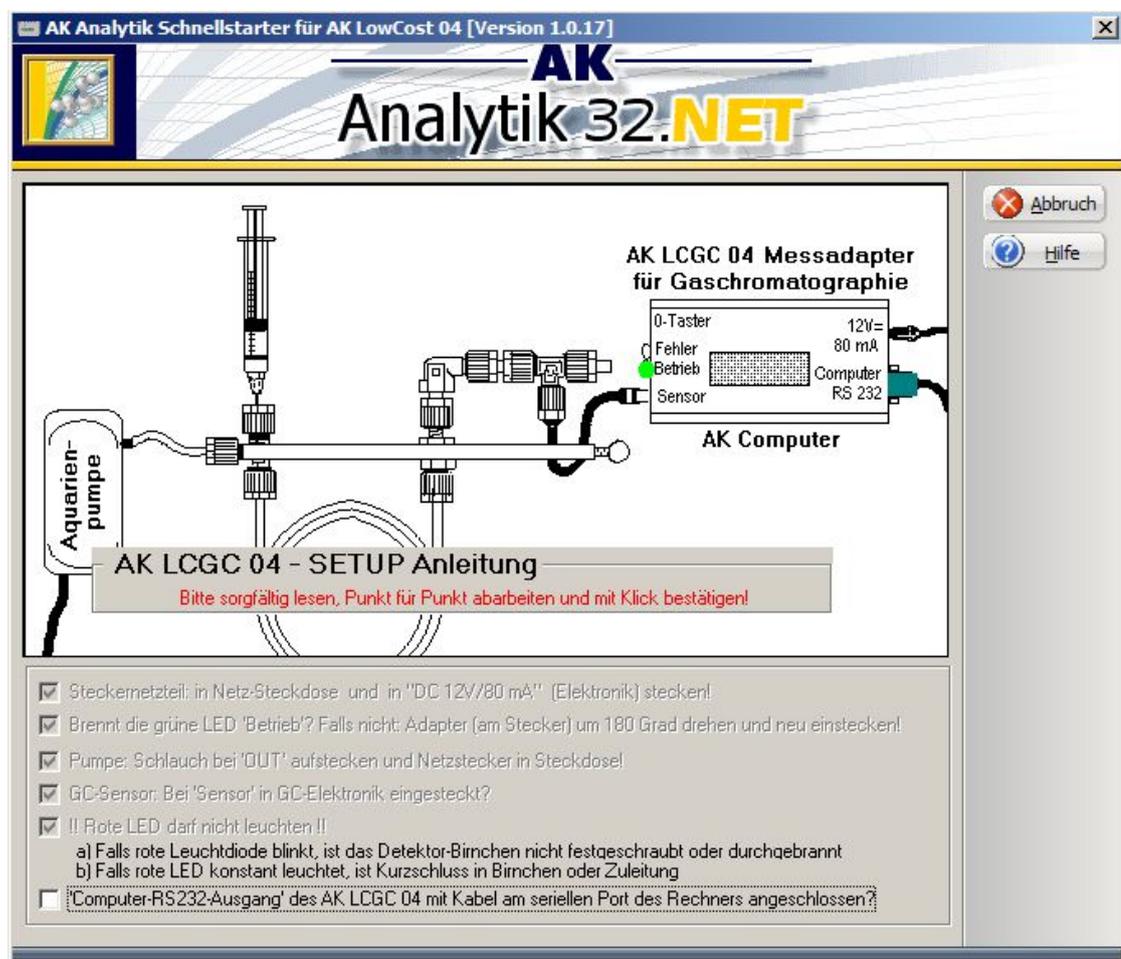
#### Chemikalien:

- |                        |   |
|------------------------|---|
| Gasfeuerzeug           |  |
| Feuerzeug- Nachfüllgas |  |
| Camping-Gaz Kartusche  |  |

### Vorbereitung des Versuches:

Der LowCost-Gaschromatograph AK LCGC04 wird bereitgestellt. Evtl. muss die Platte in den vorderen Teil des Kofferdeckels umgesetzt werden. Die Kontrolle des Aufbaus erfolgt programmgeführt.

### Computerprogramm: AK Analytik 32.NET (→ Schnellstarter → AK-Lowcost-GC)

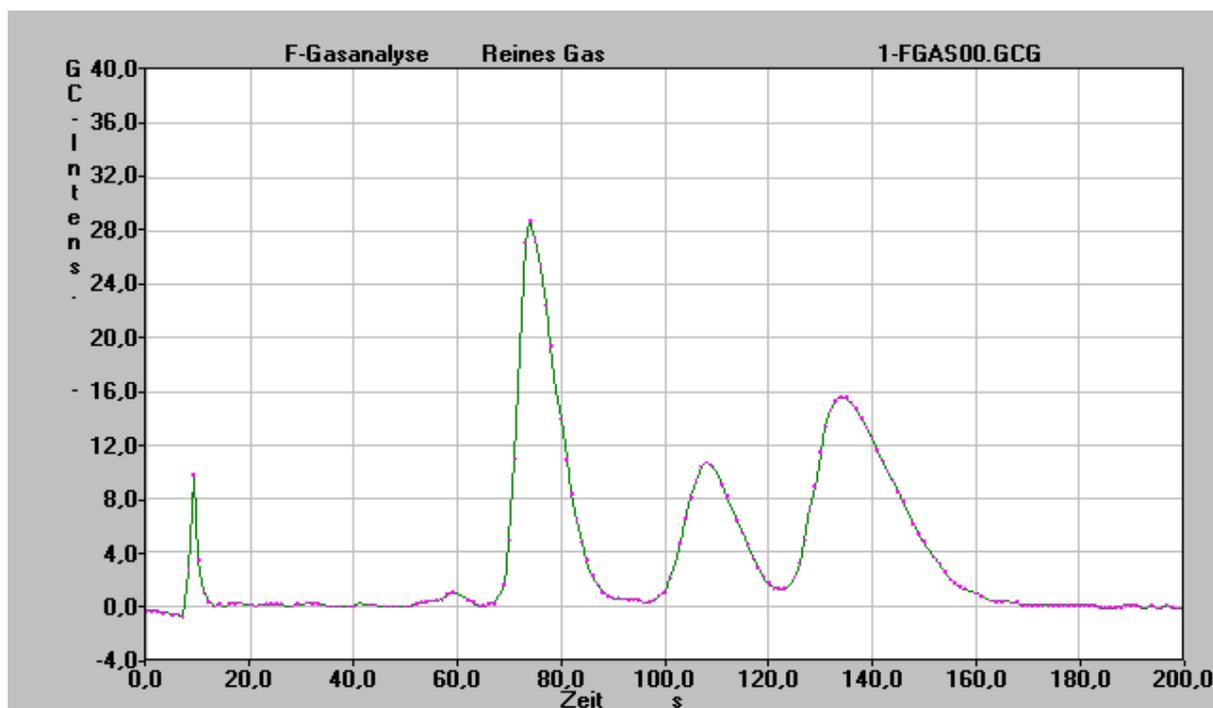


**AK LCGC 04 - SETUP Anleitung**  
Bitte sorgfältig lesen, Punkt für Punkt abarbeiten und mit Klick bestätigen!

- Steckernetzteil: in Netz-Steckdose und in "DC 12V/80 mA" (Elektronik) stecken!
- Brennt die grüne LED 'Betrieb'? Falls nicht: Adapter (am Stecker) um 180 Grad drehen und neu einstecken!
- Pumpe: Schlauch bei 'OUT' aufstecken und Netzstecker in Steckdose!
- GC-Sensor: Bei 'Sensor' in GC-Elektronik eingesteckt?
- !! Rote LED darf nicht leuchten !!
  - a) Falls rote Leuchtdiode blinkt, ist das Detektor-Birnchen nicht festgeschraubt oder durchgebrannt
  - b) Falls rote LED konstant leuchtet, ist Kurzschluss in Birnchen oder Zuleitung
- "Computer-RS232-Ausgang" des AK LCGC 04 mit Kabel am seriellen Port des Rechners angeschlossen?

### Durchführung des Versuches:

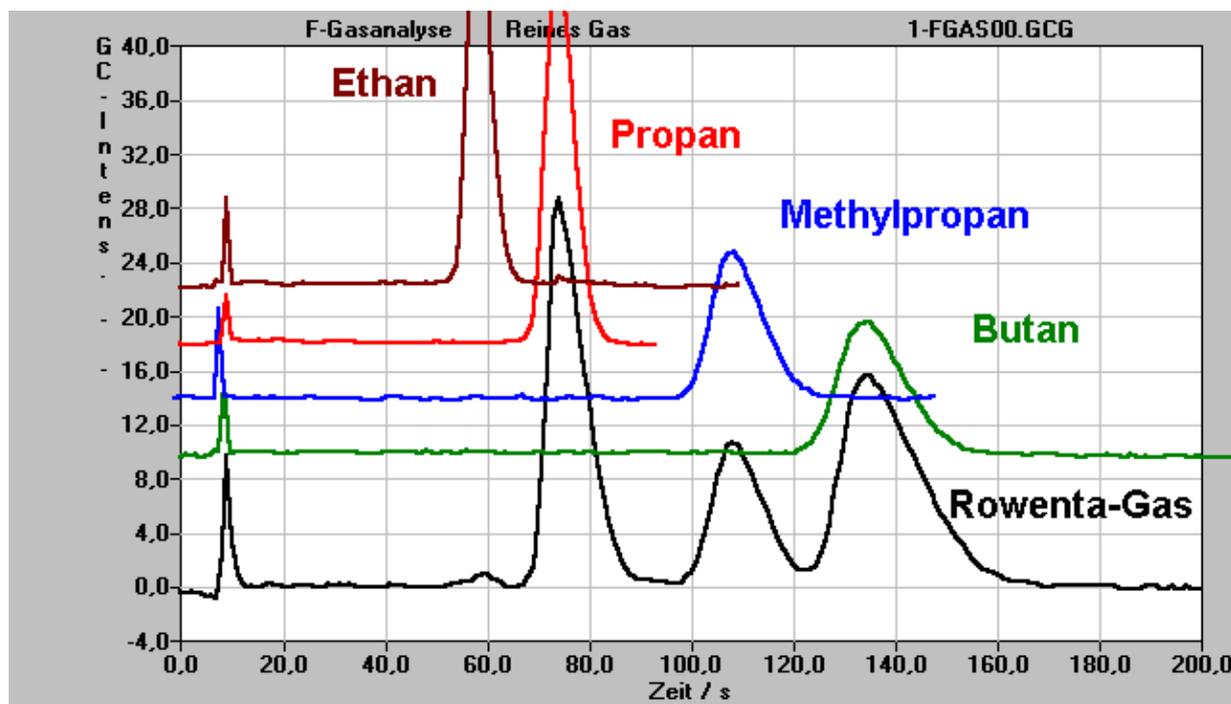
- 0,5 ml des zu untersuchenden Gases in die Spritze füllen und noch bis 1,0 mL Luft dazu einziehen.
- Eventuell am PC auf „Auf "0" (Null) setzen“ klicken.
- Spritze einführen -Stempel einklemmen- aber noch nicht das Gas injizieren!!!
- Die Aufnahme des Gaschromatogramms mit "**Aufzeichnung starten**" oder mit der Taste [s] starten.
- Bei genau 10 s (linke Anzeige) das Gas zügig in den Chromatographen injizieren und die Spritze entfernen.
- Nach ca. 200 Sekunden Messung mit Klick auf „**Messung Beenden**“ oder mit der Taste [Esc] beenden.
- Evtl. sofort die Aufnahme des nächsten Gaschromatogramm starten (siehe nächste Seite)



**Identifizierung der Komponenten - Aufnahme von GC's von Reingasen aus der Gasbar:**

Abschätzen der Einfüllmenge eines Vergleichsgases: Da ein einzelnes Gas nur etwa einem Anteil von 1/3 am Gasmisch hat, sollte man auch nur 1/3 von 0,5 mL aufziehen - also etwa 0,166 mL. Sind später die entstehenden Flächen im Chromatogramm gleich, hat man direkt den Anteil des Gases bestimmt.

- evtl. wieder „Auf "0" (Null) setzen“ und
- ca. 0,15 mL eines der ausgesuchten Vergleichsgases in die Spritze füllen und bis 1,0 mL Luft aufziehen
- die GC Aufnahme starten und injizieren wie beim ersten Mal (bei 10 s).
- usw.



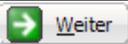
## Die Auswertung des Gaschromatogramms (Gehaltsermittlung)

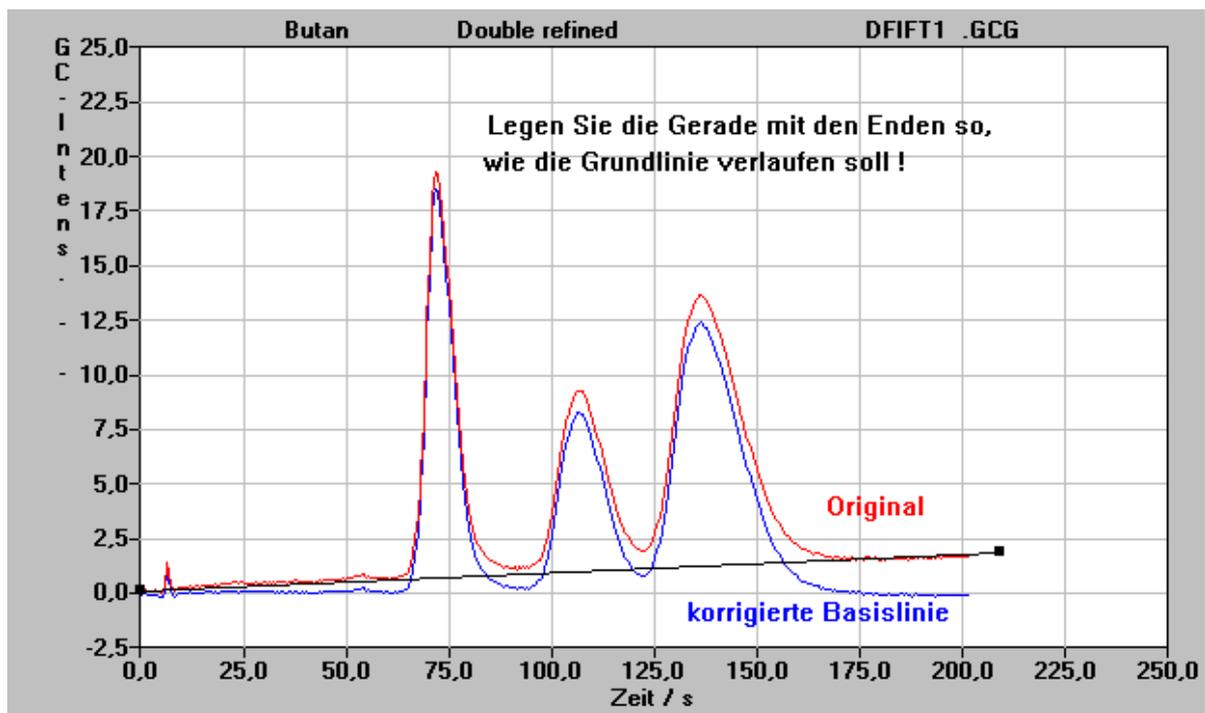
### 1. Basislinienkorrektur

Hierzu ist es sinnvoll die Vergleichsgase vom Bildschirm zu verbannen und nur mit dem zu analysierenden Gas zu arbeiten:

**Dazu klickt man mit der rechten Maustaste auf den Graphen und entfernt durch klicken die Häkchen bei den anderen Datenreihen.**

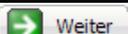
Ist ein „drift“ festzustellen, so muss zunächst die "Basislinie" grafisch korrigiert werden. Dazu zieht man eine **Linie**, die im korrigierten Graphen die **Parallele zur x-Achse mit  $y=0$**  werden soll, in das Chromatogramm.

Basislinienkorrektur aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒ Auswerten ⇒ „GC Basislinie“
⇒ linken Punkt der Linie mit Linksklick markieren, gedrückt halten und nach rechts bis zum Endpunkt ziehen 
Die alte Datenreihe mit dieser ersetzen <input type="checkbox"/> Ja in den selben Graphen einzeichnen <input checked="" type="checkbox"/> 



### 2. Integration (Ermittlung der Peakflächen)

Die Ermittlung der Peakflächen geschieht auf folgende Weise.

Flächenbestimmung aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒ Auswerten ⇒ „GC-Hand-Integration“
⇒ auf den linken Randt des ersten Peaks klicken ⇒ und mit gedrückter Maustaste bis zum rechten Rand ziehen Man kann die Grenzen noch nachträglich korrigieren, wenn man in die markierte Fläche des Peaks klickt!
für jeden Peak nach rechts die Schritte wiederholen 

Es erscheint eine Tabelle. In dieser sind schon Retentionszeit, Fläche, Responsefaktor (=1.000) und Gehalt eingetragen (nächste Seite).

### 3. Berücksichtigung der unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeit

Der Gehalt 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 eigentlich 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 chemische Gefühl (kleinere kugelförmige Moleküle werden meist weniger stark adsorbiert als große langkettige; sie haben also kürzere Retentionszeiten).

Gaschromatogramm - Auswertung

**Gaschromatogramm**  
In der oberen Liste sehen Sie die aktuellen Peaks, unten stehen Ihnen Vergleichswerte zur Verfügung.

**Aktuelles Gaschromatogramm**

Nr.	Name	Retentionszeit	Fläche	R-Korrfaktor	Gehalt in %
1	Ethan	59,0	6,00	0,85	0,75
2	Peak 2	74,0	259,67	1,00	37,98
3	Methylpropan	108,0	131,60	1,00	19,25
4	Peak 4	134,0	287,31	1,00	42,02

Säule:  T-Gas:  Temp.: (°C)  Ström.: (ml/min)

**Referenz Peaks**

Nr.	Name	Retentionszeit	Fläche	R-Korrfaktor	Gehalt in %
1	Methan	60,0	2,00	0,55	0,24
2	Ethan	65,0	5,00	0,85	0,93
3	Propan	80,0	200,00	0,95	41,73
4	Methylpropan	120,0	50,00	1,00	10,98
5	n-Butan	150,0	200,00	1,05	46,12

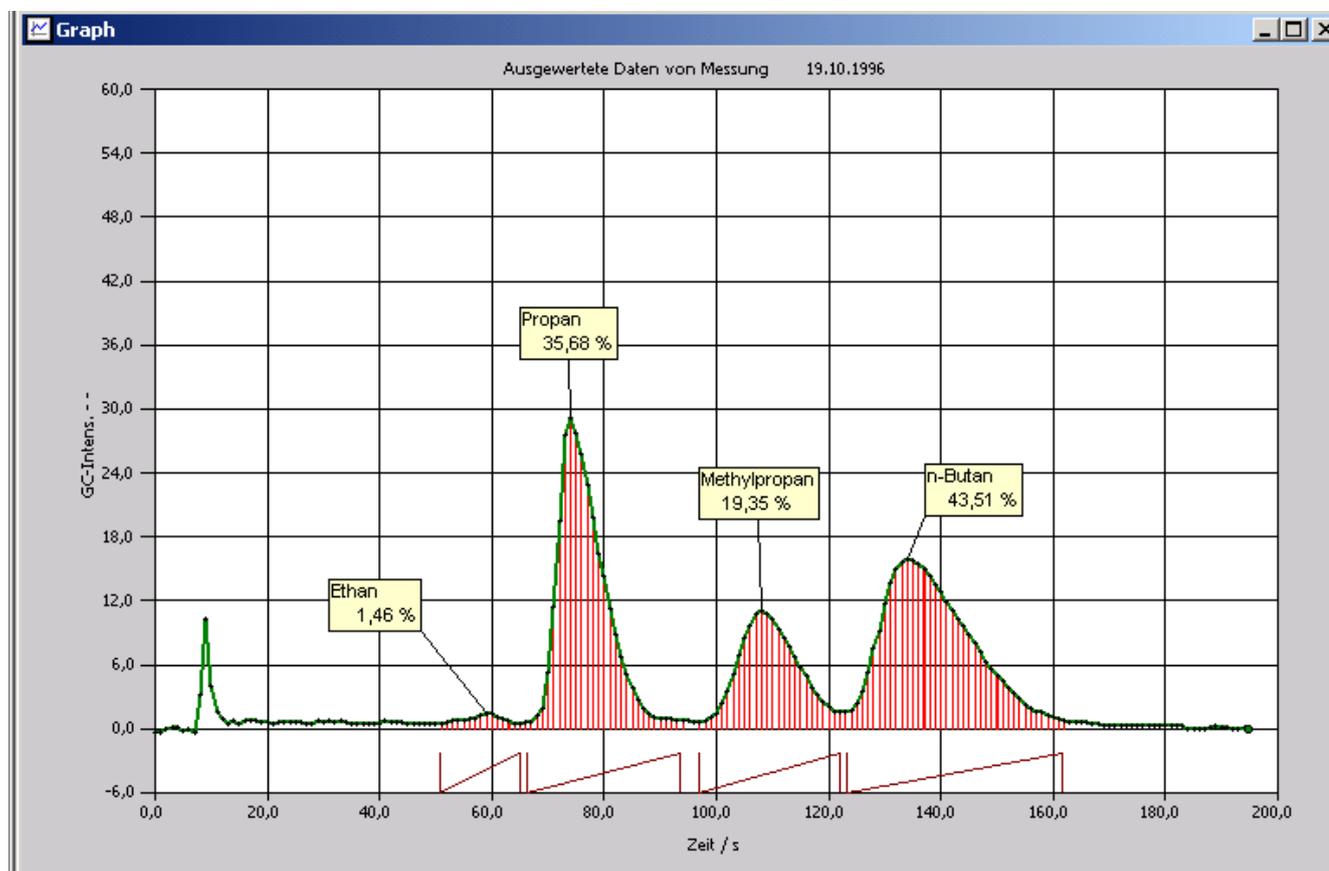
Säule:  OV101 T-Gas:  Luft Temp.: (°C)  25 Ström.: (ml/min)  2

**Buttons:** Fertig, Peak beschriften, Peak ändern, Peak löschen, Satz speichern, Satz laden, Drucken, Vorgabe laden

**Buttons:** Gewählten Peak übernehmen

- Zur Zuordnung der Peaks jeweils eine Reihe in der oberen und eine entsprechende Reihe in der unteren Tabelle anklicken und dann auf **"Gewählten Peak übernehmen"**. Der Computer trägt daraufhin im oberen Teil den Namen und den Response-Faktor ein und berechnet sofort die neue prozentuale Zusammensetzung.
- Erst, wenn alle Responsefaktoren eingerechnet sind, den entsprechenden Stoff in der oberen Tabelle markieren, auf **"Peak Beschriften"** klicken und die Ergebnisse in der Grafik positionieren.

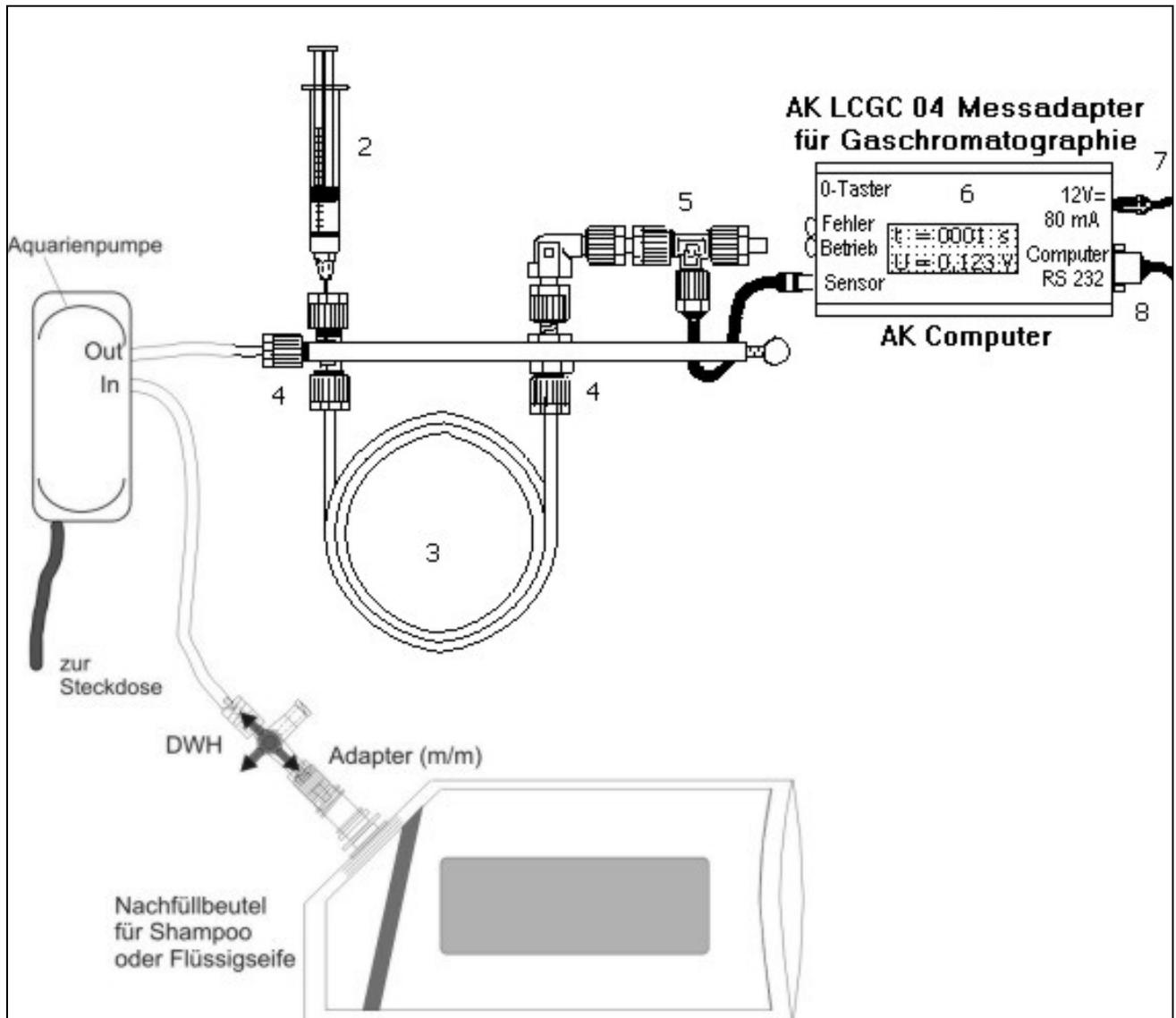
## Fertig ist die Komplett- Analyse



## Besonderheiten bei der „S“ - Version des AK LCGC-04

Mit der S - Version des AK LCGC-04 ist es besonders einfach möglich, andere Gase als Luft als Trägergas zu benutzen. z.B. Wasserstoff oder Helium. Dazu wird eine Aquariumpumpe mitgeliefert, die nicht nur Pumpen sondern auch Saugen kann.

Das Trägergas wird in einer Shampoo-Tüte oder in einem Urinbeutel bereitgestellt.



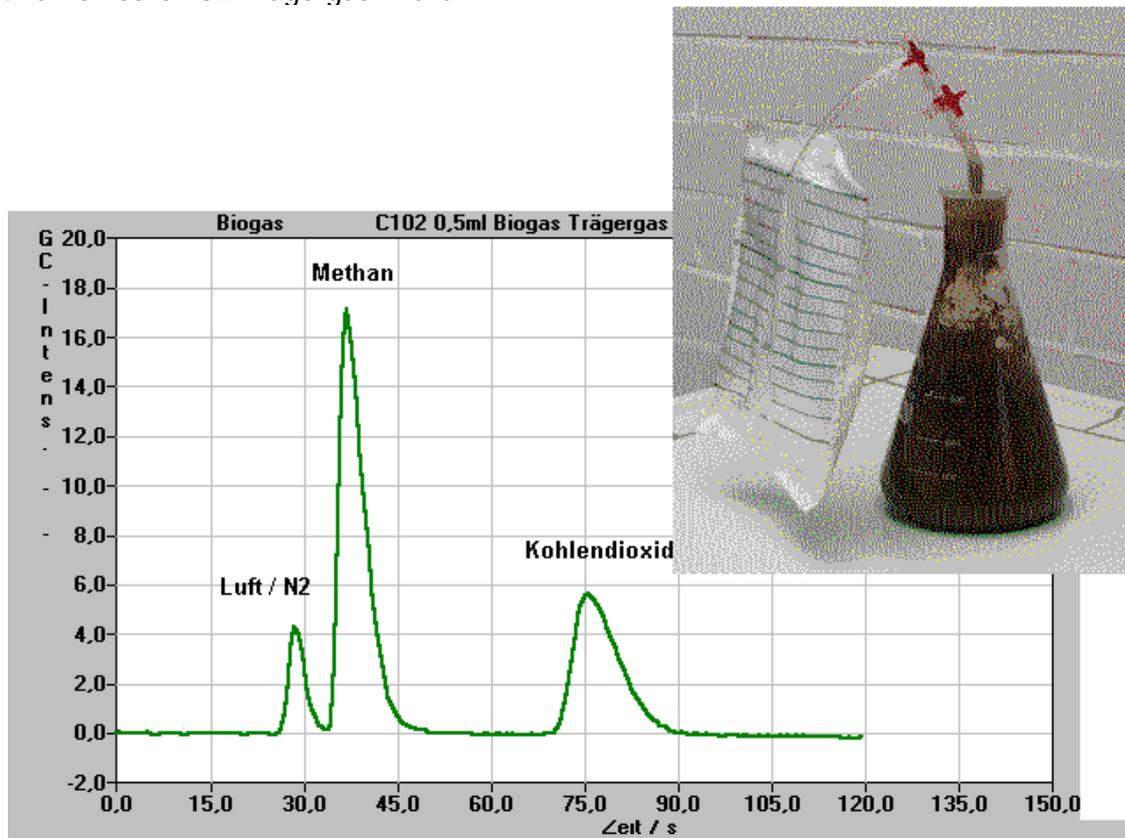
### Änderungen bei den Versuchsvorbereitungen:

- Da man mit dem Dreiwegehahn (DWH) den Gasstrom nicht gut einstellen kann empfehlen wir, die Säule Nr.3 (rote Kabelbinder) zwischen Gastüte und Luftpumpe zu schalten. Damit ist ein konstanter Widerstand im Luftstrom. Eine Beutelfüllung von 750 ml hält dann etwa 0,75 - 1 Stunde.
- Da Helium oder Wasserstoff eine viel höhere Wärmeleitfähigkeit haben, gehen die Peaks nach unten. Dies umgeht man im Programm durch „Umpolen“ mit Klick auf den Button +/-

# Anwendungsbeispiele für die „S“ - Version

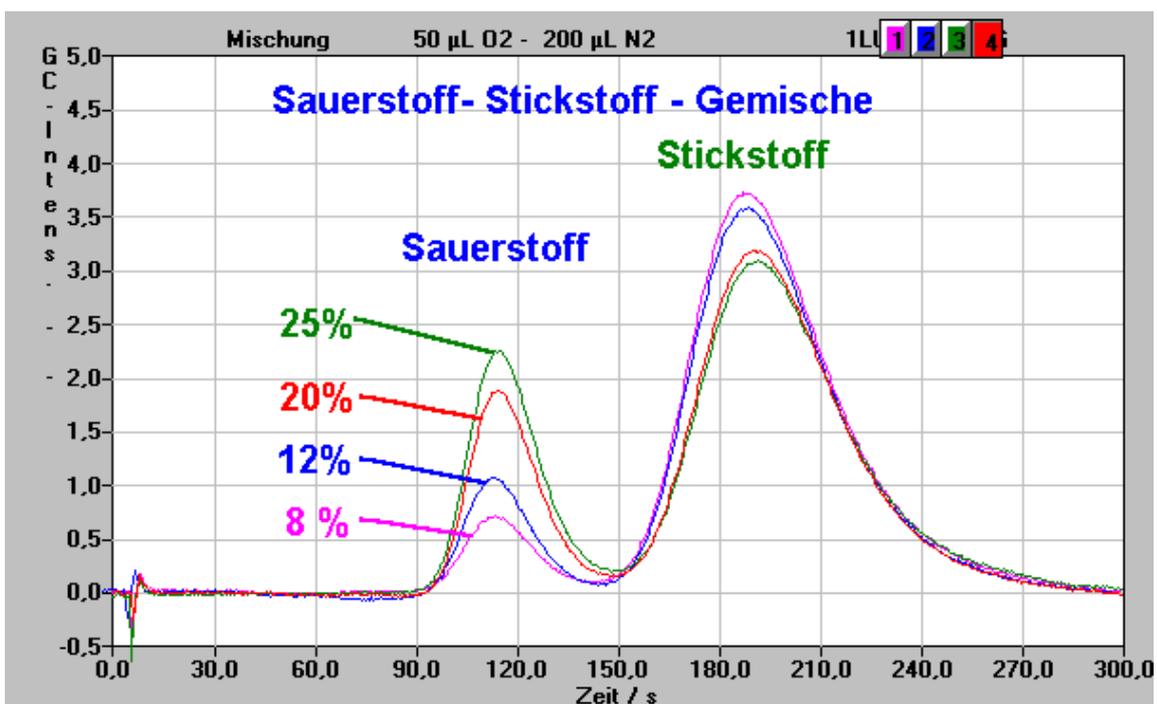
## Untersuchungen von Biogas

Säule: 4 Chromsorb 102 Trägergas: Helium



## Untersuchungen von Sauerstoff / Stickstoff - Gemischen

Säule: 5 (Zeolith) Trägergas: Helium



# Was tun, wenn´s mal nicht tut?

## A. Die Grundlinie driftet (aber nicht sehr stark)

Dieser Fehler ist (fast) immer in einer Undichtigkeit begründet. Leider lässt sich die Dichtigkeit der kompletten Apparatur kaum testen, da der Sensoranschluss für das Birnchen meist nicht ganz dicht ist. Bedenken Sie, dass der Gasstrom nur sehr gering ist (abhängig von Säulenlänge und Packungsdichte nur etwa 3 bis 0.3 Bläschen pro Sekunde).

### 1. Undichtetes Septum (Siliconscheibe) (siehe Abbildung im technischen Anhang)

(Testen mit Seifenlösung - oder Spucke???)

Dieser Fehler ist selten aber besonders leicht zu beseitigen.



Man sollte nur die Anschlussmutter etwas fester anziehen.



Nur im Extremfall muss das Septum ausgewechselt werden.

### 2. Undichter Anschluss bei den SERTO - Verschraubungen

(Testen: relativ kräftig am Rohr ziehen: die Verbindung darf sich nicht lösen).

Dieser Fehler tritt recht häufig auf, wenn die SERTO - Teile häufig unvorschriftsmäßig angeschraubt werden.



Richtige Vorgehensweise:

- Verbindung auseinander schrauben.
- PA - Anschlussmutter (richtig herum) über das PA- Rohr schieben.
- Quetschring separat vollständig auf das PA-Rohr schieben
- PA-Rohr bis zum Anschlag in die SERTO - T- Stücke stecken
- Mit der PA - Anschlussmutter den Quetschring auf die SERTO - Verschraubung drehen. Dabei darf sich das PA-Rohr nicht lösen
- Anschließend testen!!.

## B. Die Grundlinie driftet stark (und evtl. ist das Signal sehr unruhig)

Dieser recht hässliche Fehler hat fast immer seine Ursache in einem defekten Birnchen oder der Birnchenkontakt ist nicht korrekt.

### 1. Steckverbindung zwischen Sensor und Elektronik sitzt nicht stramm. (Dieser Fall ist recht selten)



Massekragen am Stecker mit Kombizange nachdrücken

### 2. PA - Anschlussmutter mit Birnchen vorsichtig heraus schrauben und schauen, ob die Wendel durchgebrannt ist (Dieser Fall ist recht selten)



Birnchen ersetzen

### 3. Mit einer Kombi-Zange (evtl. Pinzette) testen, ob das Birnchen festen Sitz in der Fassung hat. (Dieser Fall ist recht häufig)



Birnchen mit der Kombi-Zange festschrauben)

4. In ganz hartnäckigen (seltenen) Fällen: Schauen, ob unten im Fuß der Fassung noch etwas Kolonphonium sitzt, dann



vorsichtig wegkratzen.

5. Falls der Birnchenkontakt noch nicht ordentlich:



vorsichtig Fuß des Birnchens mit Sandpapier oder einer Feile bearbeiten.

### C. Plötzlich kann man keine Chromatogramme mehr aufnehmen, obwohl es bisher immer funktionierte - der Rechner "hängt"

Der Rechner speichert die aktuellen Einstellungen z.B. Farben etc in einer sogenannten "INI - Datei". Wahrscheinlich haben Sie irgendwann einmal das Programm unkorrekt verlassen, so dass die aktuellen Einstellungen nicht korrekt gespeichert wurden.



Löschen Sie mit dem Windows- Explorer oder unter DOS nur die Datei "AG-GC.INI" auf der Festplatte. Dann benutzt das Programm Standardwerte.

### D. Birne defekt - rote LED blinkt (Fehlermeldung: Unterbrechung)

Zur Überprüfung schraubt man vorsichtig die Überwurfmutter mit dem Birnchen aus dem T-Stück. Meist sieht man schon mit bloßem Augen, ob die Glühwendel durchgebrannt ist. Falls nicht - überprüft man mit einer Kombi-Zange den festen Sitz des Birnchens.



Man schraubt mit einer geeigneten Kombizange das Birnchen heraus und ein Ersatzbirnchen an dessen Stelle wieder hinein. Dann knackt man vorsichtig mit dem „Nussknackerteil“ der Kombizange den Glaskolben des Birnchens - Achten Sie dabei auf die Glassplitter.



Betrieb des AK LCGC 04 mit Wasserstoff oder Helium aus der Druckgasflasche (Regelung mit dem Gasventil - Kontrolle mit dem Blasenähler: etwa 1 Blase / s).

!! Bei älteren Sensoren muss das Gewinde der Sensorhalterung mit Teflonband abgedichtet werden !!

## Technische Daten:

### Elektronik AK LCGC 04

Mikrokontroller:

A/D - Wandler: 24 bit / 5 Messungen /s

Bereich: 0- 5 V

Warngrenzen: < 0,4 V und größer 4,5 V

Display-Anzeige: 1.Zeile: Stopp - Uhr:0 - 9999 s  
2.Zeile: Spannung:0 - 5 V abs. oder relativ

Piezolautsprecher ca. 40 -10 000 Hz

Schnittstelle: RS232 ohne Kontrollleitungen

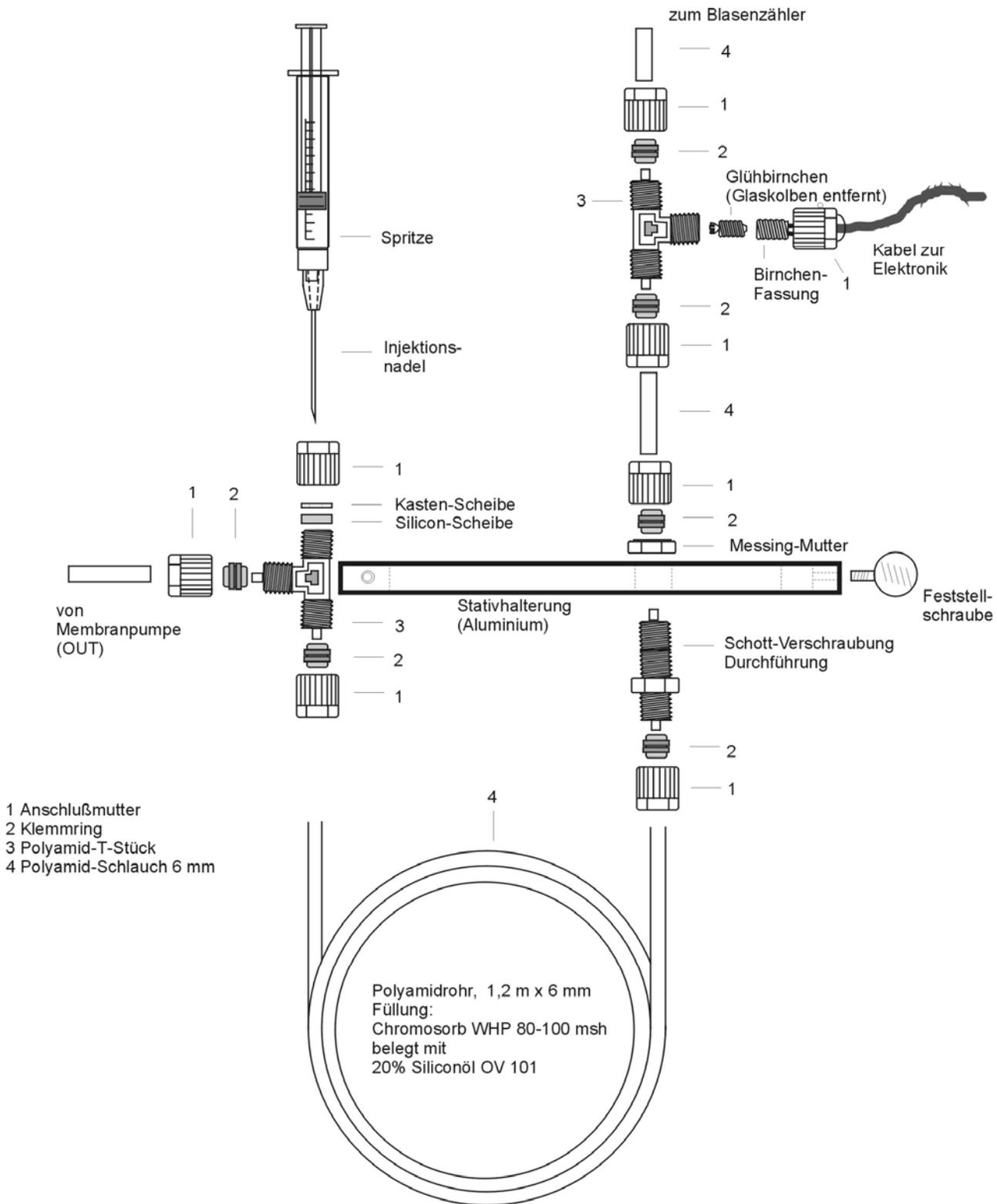
Aquariumpumpe: 200V / 3 W 100 l /h

Netzteil: 230 V , sec. 12 V 600 mA =

### Säulen:

- |       |                                     |  |
|-------|-------------------------------------|--|
| Nr.1: | weißer Kabelbinder                  | (Standard) OV101, 20 % auf Chromosorb WHP<br>80 -100 msh, 1.20 m für Feuerzeug-Gas etc.                  |
| Nr.2: | gelber Kabelbinder                  | OV101, 5 % auf Chromosorb WHP 80-100 msh, 0.60 m<br>höhere Alkane, kl. halogen. KW (schnelle "Sichtung") |
| Nr.3: | roter Kabelbinder                   | Kieselgel 60 ohne Belegung, 0,80 m zur Trennung<br>von Wasserstoff, Methan, Ethan, Ethen, Ethin          |
| Nr.4  | schwarzer Kabelbinder               | Chromosorb 102, 60-80 msh, 0.80 m für Wasserstoff,<br>Methan, Kohlendioxid (Erdgas, Biogas)              |
| Nr.5  | Zeolith - Perlen<br>(Frisch füllen) | Molekularsieb 5 A (Zeolith), 0,25 m<br>Trennungen von Sauerstoff, Stickstoff (Luft)                      |

## Explosionszeichnung der Trennapparatur



## Der AK - LowCost GC-04

**AK** Arbeitskreis Kappenberg  
**Computer**  
im Chemieunterricht

Ringstraße 81; 48165 Münster  
Tel.(02 501)28018; Fax 28087  
Internet <http://www.kappenberg.com>

*Untersuchung technischer Gase*

*katalytische Hydrierung und andere Stationen*

*Analyse von Biogas*

*Bei viel Sauerstoff erfährt die Spitze*

**Gaschromatographie  
in Schülerübungen**

- Im Display kann Stoppuhr und Spannung angezeigt werden
- kein lästiges Drehen mehr an Einstellknöpfen
- Fehleranzeige auf dem Display und mit Leuchtdiode
- akustisches Signal für einen Peak
- läuft auch mit Betriebssystemen wie Windows NT oder Windows 2000 etc.