



Chromatographie IV

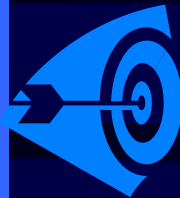
GC

Seminar

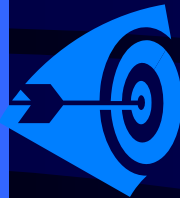
- I.1 **Einleitung** *(siehe Skript Praktikum)*
- I.2 **Ziele des Praktikums**
- I.3 **Die stationäre Phase**
- I.4 **Die mobile Phase**
- I.5 **Der Säulenofen**
- I.6 **Die Injektionseinheit**
- I.7 **Die Detektoreinheit**
- I.8 **Die Software**
- I.9 **Die Methode des ISTD** *(siehe Skript Praktikum)*
- I.10 **Aufgaben zum theoretischen Teil**

I.2 Ziele des Praktikums

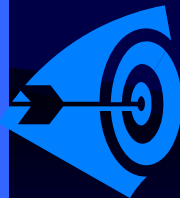
Nach diesem **Praktikum** soll man u.a.:



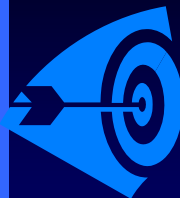
Ziel 1 Über den Aufbau einer **GC-Anlage**, sowie über **stationäre** und **mobile Phase** Bescheid wissen.



Ziel 2 Über die **Einzelbestandteile** (z.B. **Säulenofen**, **Injektoreinheit** und **Detektoren** Bescheid wissen.



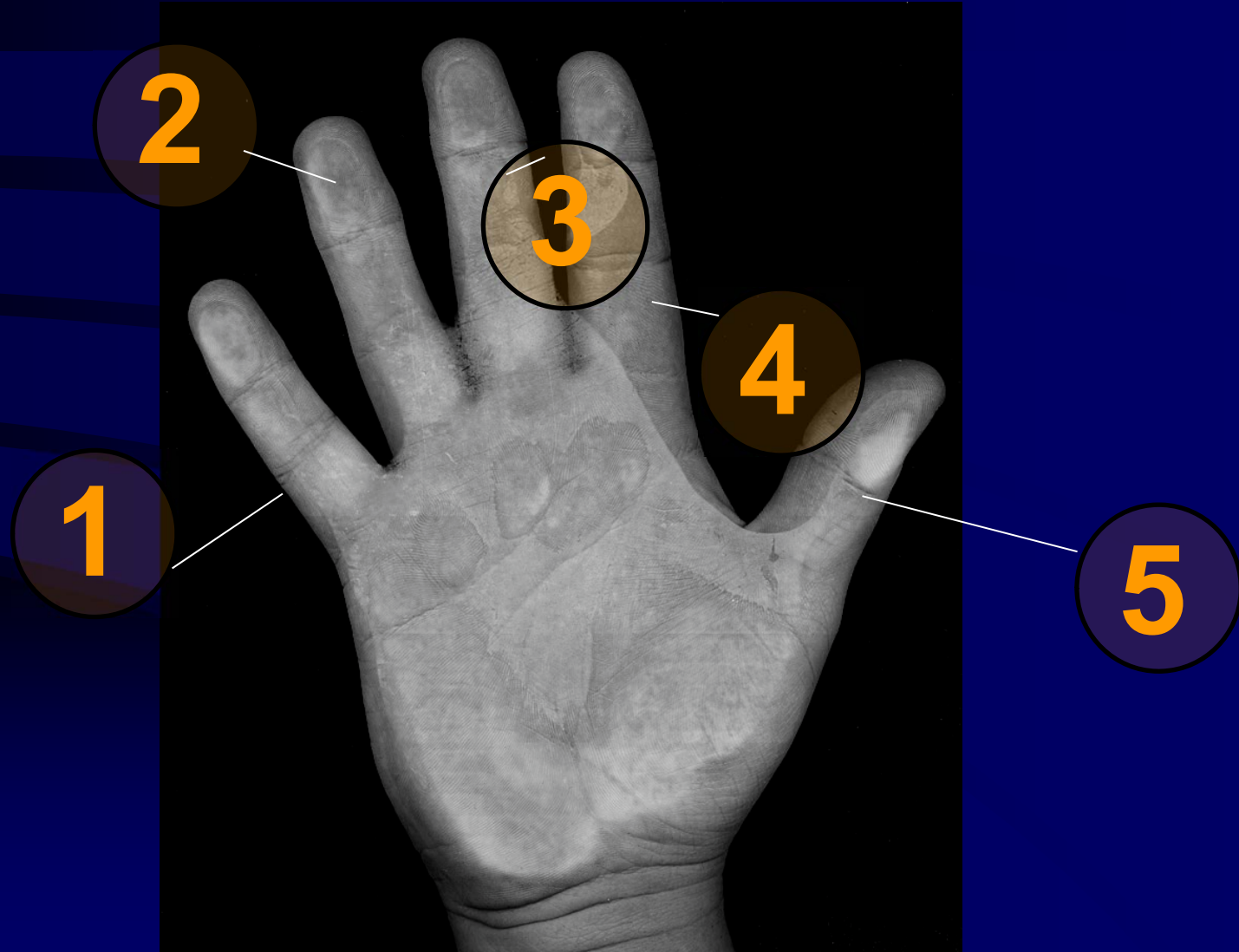
Ziel 3 Wichtige **chromatographische Kenngrößen** (z.B. t_m , $t_R(X)$, V_m , $V_R(X)$, u_m , $u(X)$, k etc.) bestimmen können.



Ziel 4 Eine **quantitative Bestimmung** mit der Methode des **Internen Standards** durchführen können.



Kapitel I Theoretischer Teil



I Theoretischer Teil

6

I.2.1 Komponenten der GC Anlage

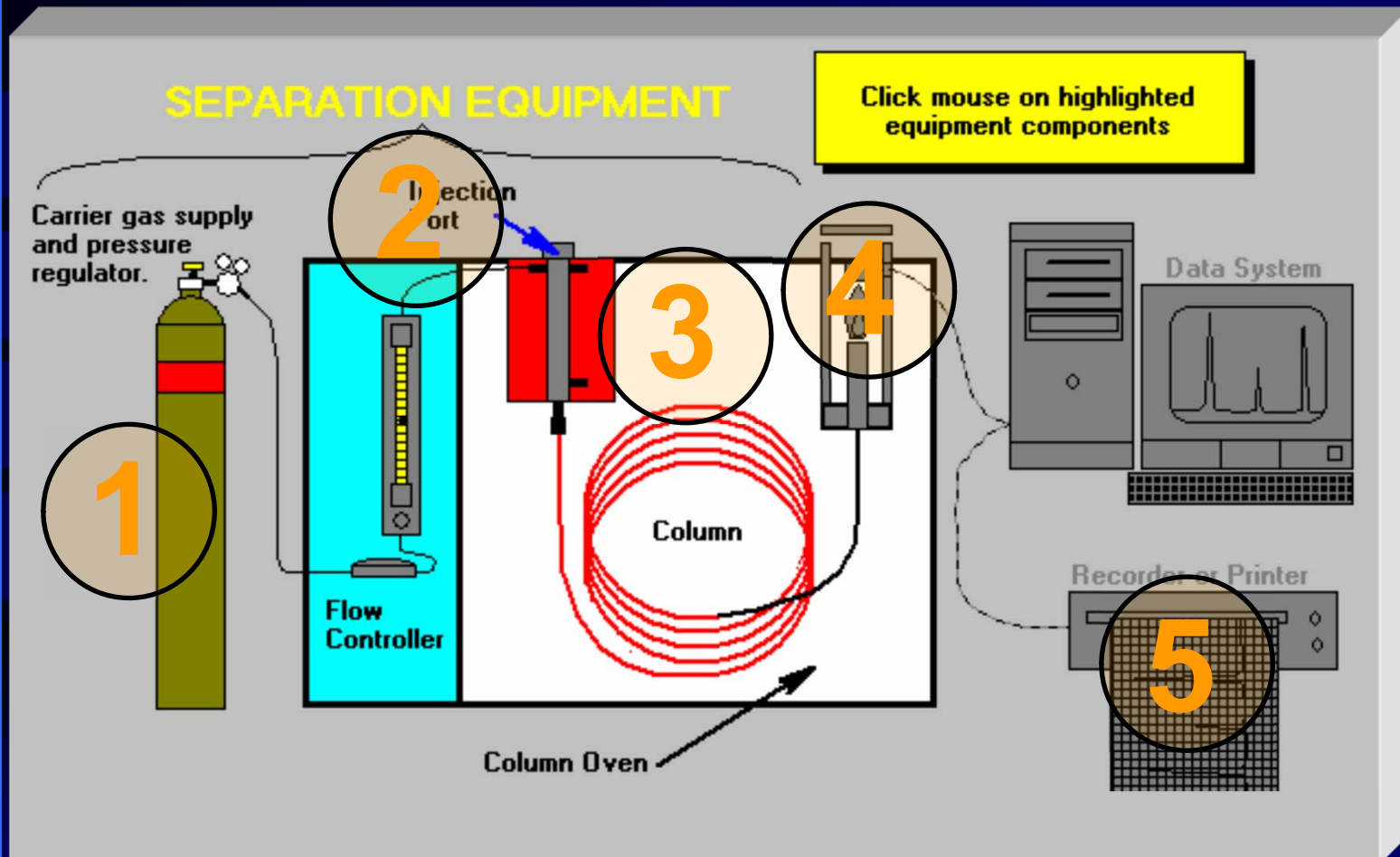
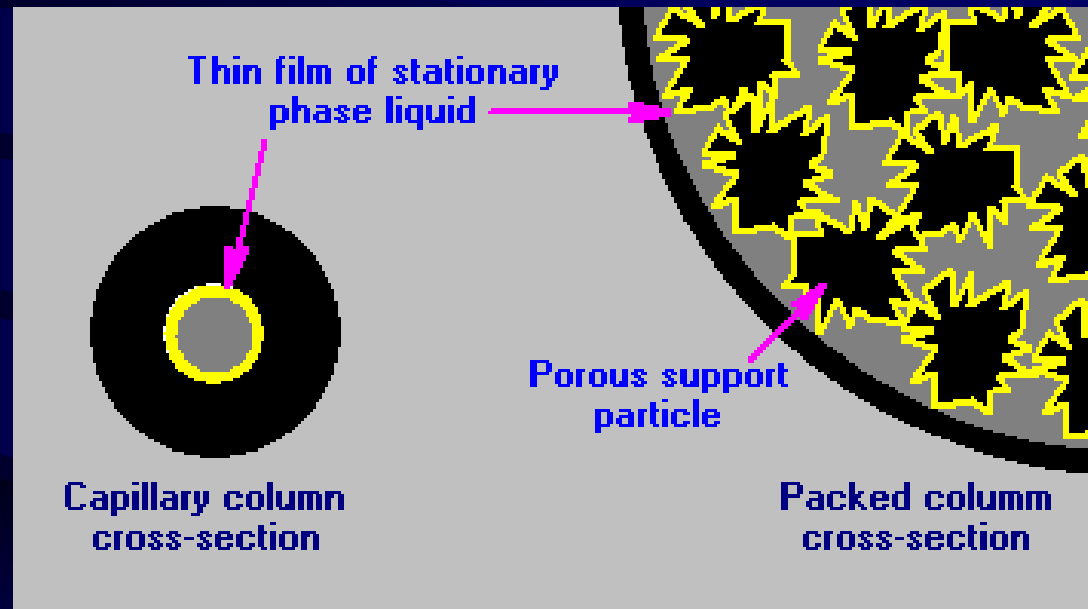


Abb. 1.2.1. Komponenten eines GC-Systems

I.3 Die Stationäre Phase

GC Säulen lassen sich einteilen in:

Gepackte Säulen (Länge 4-5 Meter)



Kapillar-Säulen (Länge 30-60 Meter)

I.3 Die Stationäre Phase

Kapillar-Säulen lassen sich einteilen in:

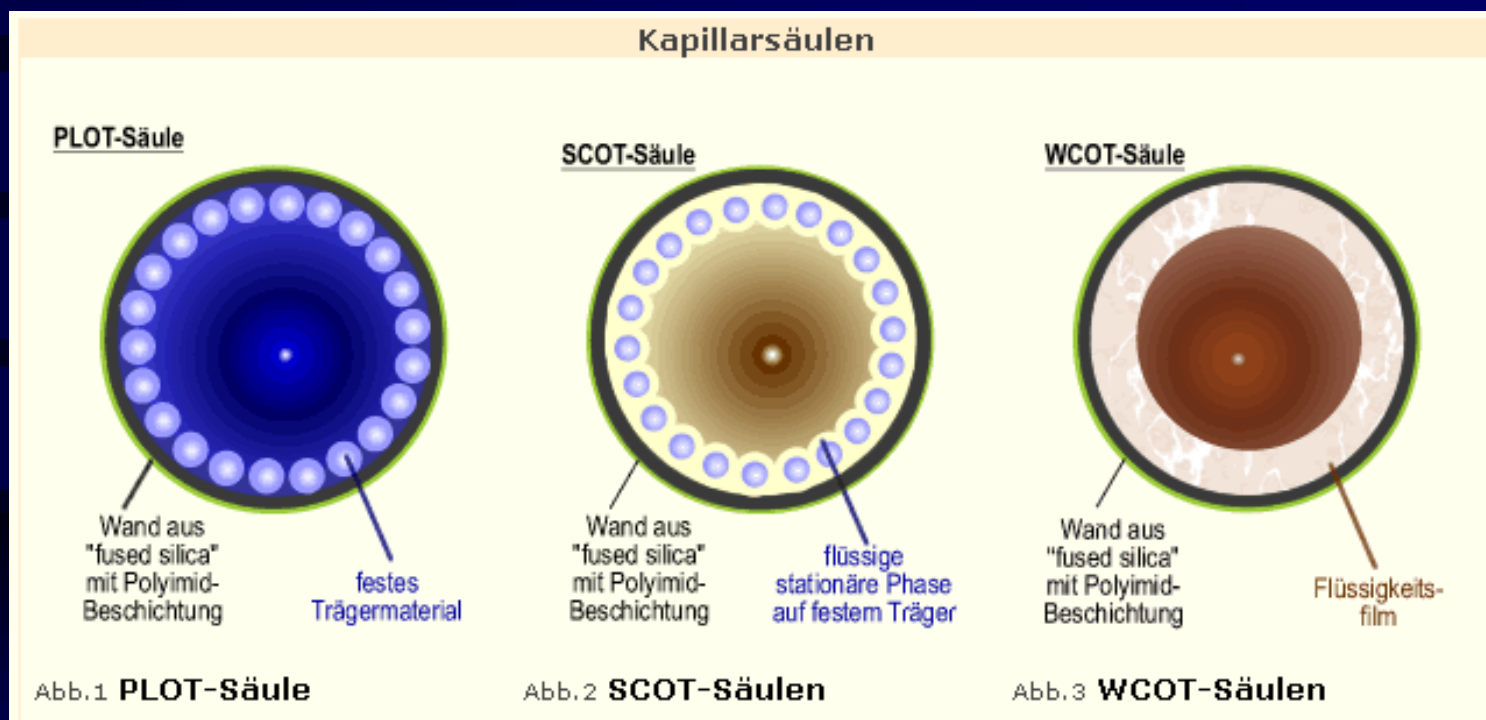
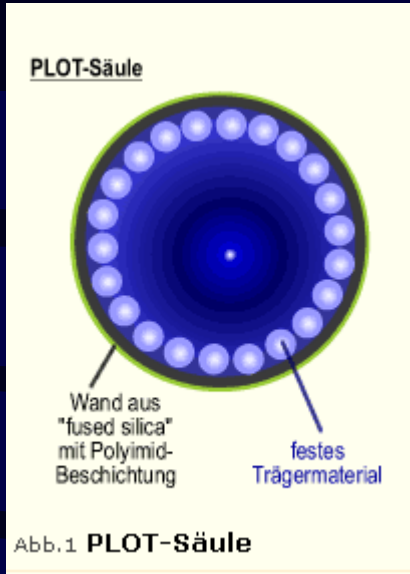


Abb. 1.3.

Verschiedene Arten von Kapillarsäulen

I.3 Die Stationäre Phase



Die PLOT-Säulen

(engl. porous-layer-open-tubular-column)

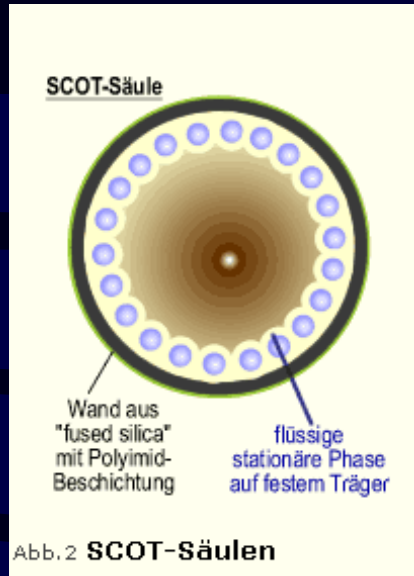
Feste stationäre Phase befindet sich innen an der **Kapillarwand**

Die Menge an stationärer Phase ist **sehr groß** (relativ gesehen)

Für Analyten, die nicht an einer flüssigen stationären Phase getrennt werden können (z.B. Permanentgase, kurzkettige Kohlenwasserstoffe)

Gas-fest-Adsorptions-Chromatographie

I.3 Die Stationäre Phase



Die SCOT-Säulen

(engl. support-coated-open-tubular-column)

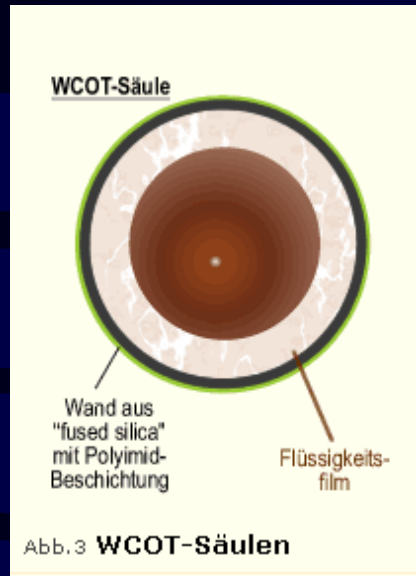
stationäre Phase ist ein Flüssigkeitsfilm, der auf einen festen Träger an der Kapillarwand aufgebracht ist.

Die Menge an stationärer Phase ist größer als bei wandbeschichteten Kapillaren (z.B. WCOT)

Trennung von leichtflüchtigen Verbindungen, die zu stark auf PLOT-Säulen retardiert (zurückgehalten) werden.
Schlechtere Trennleistung als bei WCOT-Säulen

Gas-flüssig-Verteilungs-Chromatographie

I.3 Die Stationäre Phase



Die WCOT-Säulen

(engl. wall-coated-open-tubular-column)

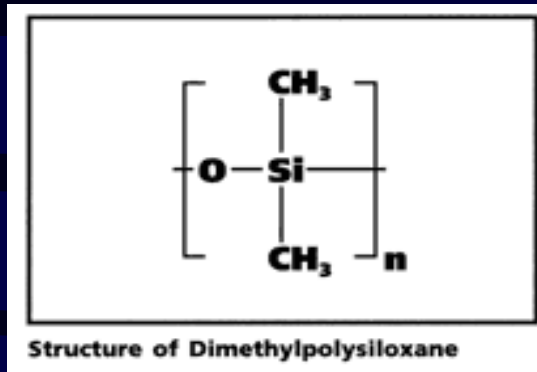
stationäre Phase befindet sich als **dünnere Flüssigkeitsfilm**, **direkt** an der Innenseite der Kapillarwand.

Diese Säulen besitzen die **höchste Trennleistung**

Einsatz der WCOT-Säulen vor allem in der Spurenanalytik
(nur geringe Probenmengen auftragbar)

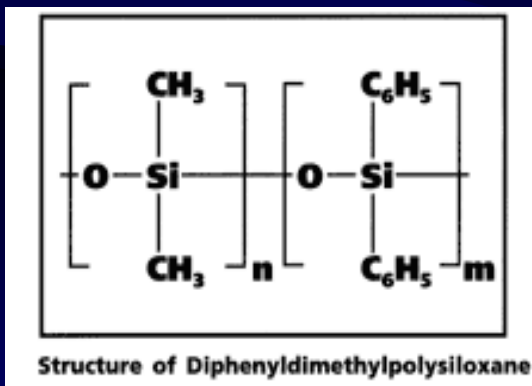
Gas-flüssig-Verteilungs-Chromatographie

I.3.1 Beispiele stationärer Phasen



Bei $n = 100\%$ besteht die Trennflüssigkeit aus reinem **Polydimethylsiloxan**.

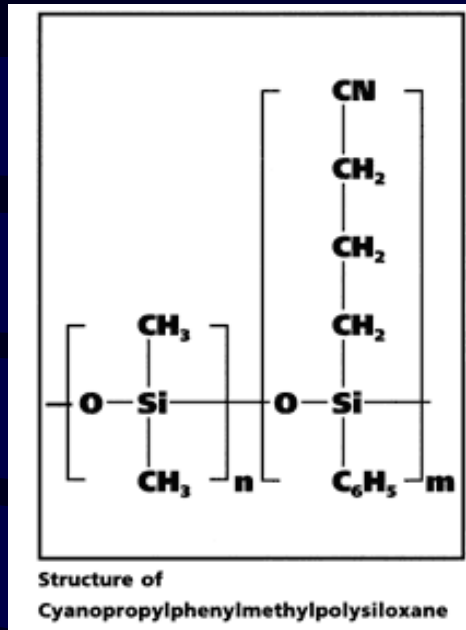
Folge: Sehr unpolare stationäre Phase



Die Trennflüssigkeit besteht neben n Anteilen an **Polydimethylsiloxan** auch aus unterschiedlichen Anteilen an **Diphenylpolysiloxan** m mit ($n=100\%-m$).

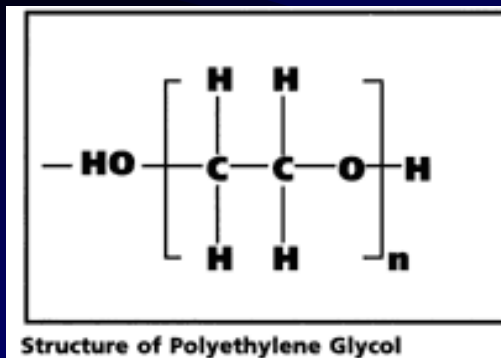
Folge: Zunehmend höhere Polarität der stationäre Phase

I.3.1 Beispiele stationärer Phasen



Die Trennflüssigkeit besteht neben n Anteilen an **Polydimethylsiloxan** auch aus unterschiedlichen Anteilen an **Cyanopropylphenylpolysiloxan** m mit $(n=100\%-m)$.

Folge: Zunehmend höhere Polarität der stationären Phase



$(n=100\%)$ Die Trennflüssigkeit besteht aus **100% Polyethylenglykol**.

Folge: Sehr hohe Polarität der stationären Phase.

Achtung !! Empfindlich gegenüber Sauerstoff und hohen Trenntemperaturen.

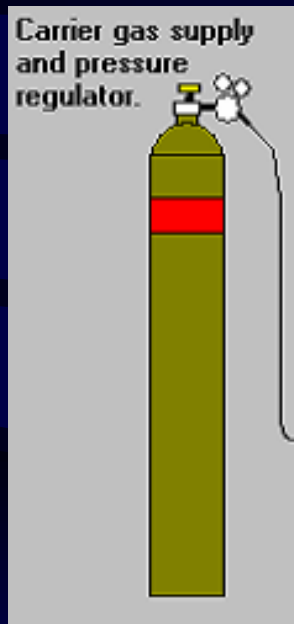
I.3.1 Beispiele **stationärer Phasen**

Im Praktikumsversuch wird folgende Säule eingesetzt:

Hersteller:	J+W Scientific
Typ:	HP-5MS[©]
Länge:	30 Meter
I.D.	0.25 mm
Film	0.25 µm
Material:	Polydimethylsiloxan (mit 5% Diphenyl-Anteil)
Temp. Limit:	-60°C – 325°C (350°C)

I.4 Die **mobile Phase**

Anforderungen an die mobile Phase (*Trägergas*):



Besondere Reinheit (mind. 5.0 Qualität)

= 99,9990 % Reinheit

Besser noch (6.0 Qualität)

= 99,99990 % Reinheit

**Keine Reaktion bei hohen Temp.
mit Säulenmaterial und Trennkomponente
gebräuchlich sind He, H₂, (N₂)**

**Versorgung aus Gasbomben
mit Druckminderer (4 bar)**

I Theoretischer Teil

I.4 Die mobile Phase Phase

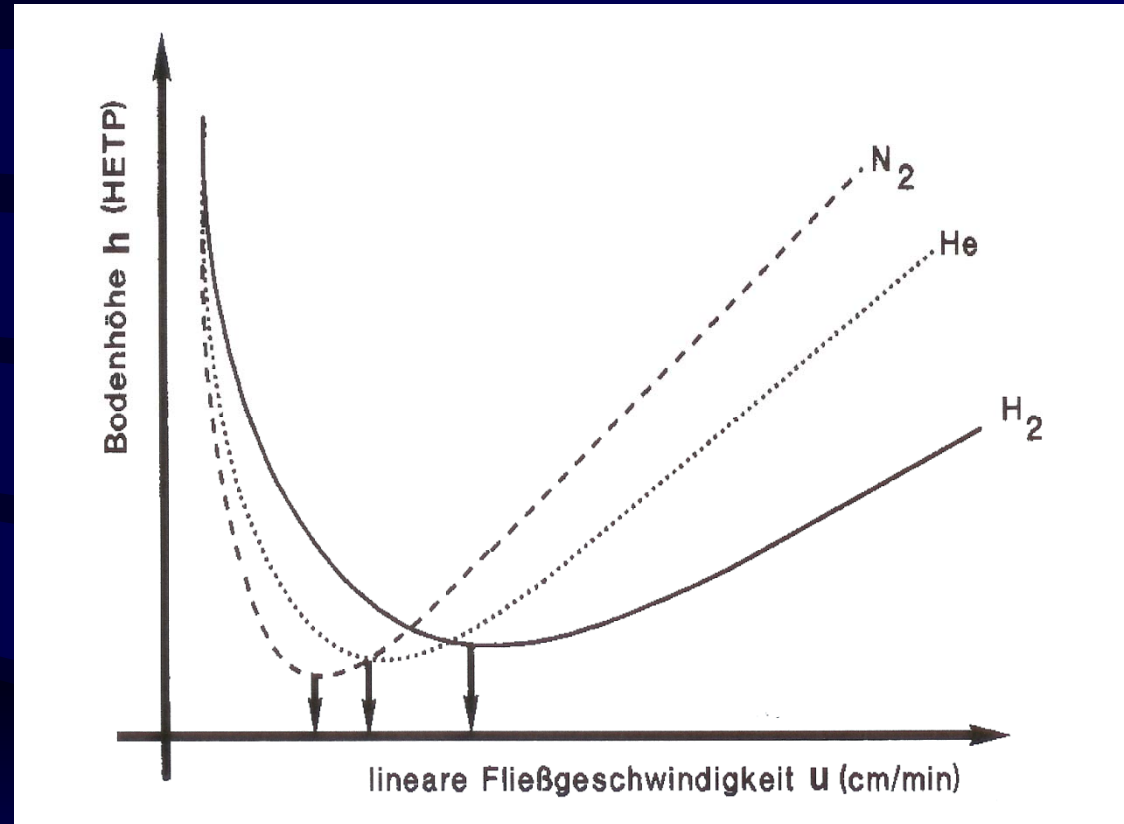


Abb. I.4: Van-Deemter-Kurven für N_2 , He , H_2

I Theoretischer Teil

I.5. Der Säulenofen

17



Abb. I.5.0: GC-Säulenofen

I.5. Der Säulenofen

I.5.1 Die **isotherme GC**

Die **Temperatur** im **Säulenofen** ändert sich während der chromatographischen Trennung nicht:

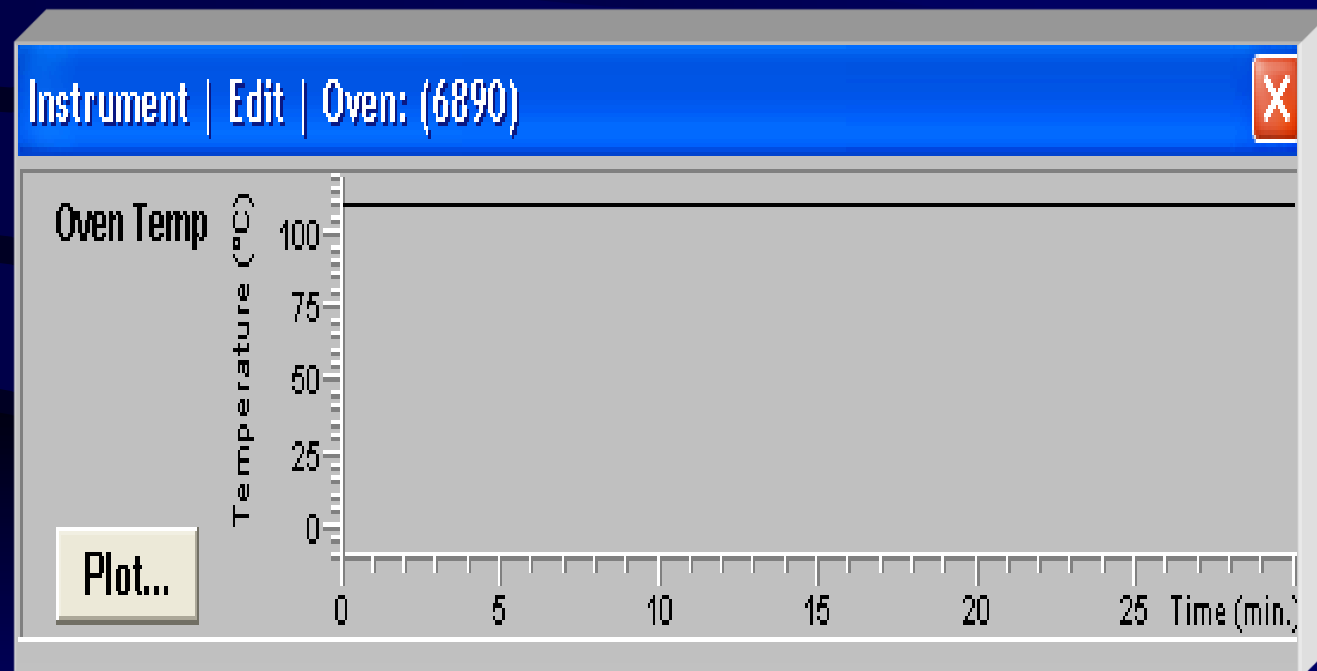


Abb. I.5.1: Temperaturverlauf bei isothermer GC

I.5.2 Die temperaturprogrammierte GC

Die **Temperatur** im **Säulenofen** ändert sich während der chromatographischen Trennung:

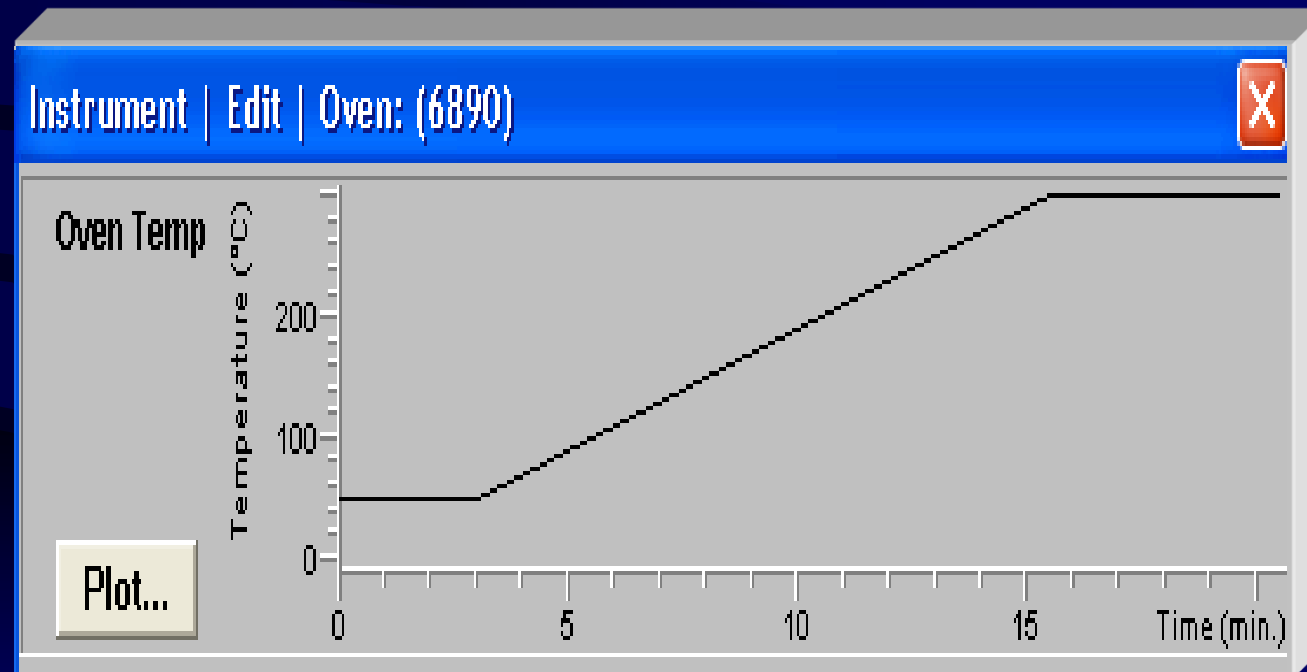


Abb. I.5.2: Temperaturverlauf bei temperaturprogrammierter GC

I Theoretischer Teil

I.6. Die **Injektionseinheit**

I.6.1 Der **Split/Splitless Injektor**

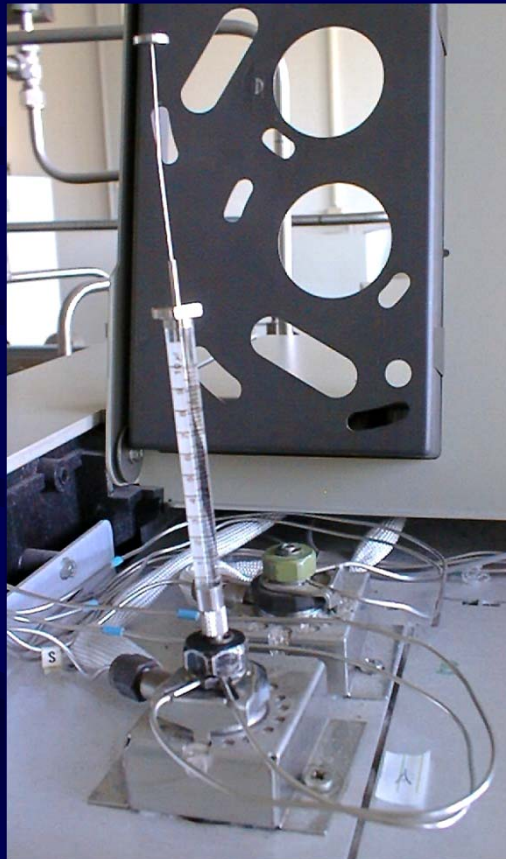


Abb. I.6.0: Split/Splitless -Injektor

I.6. Die **Injektionseinheit**

I.6.1 Der **Split/Splitless Injektor**

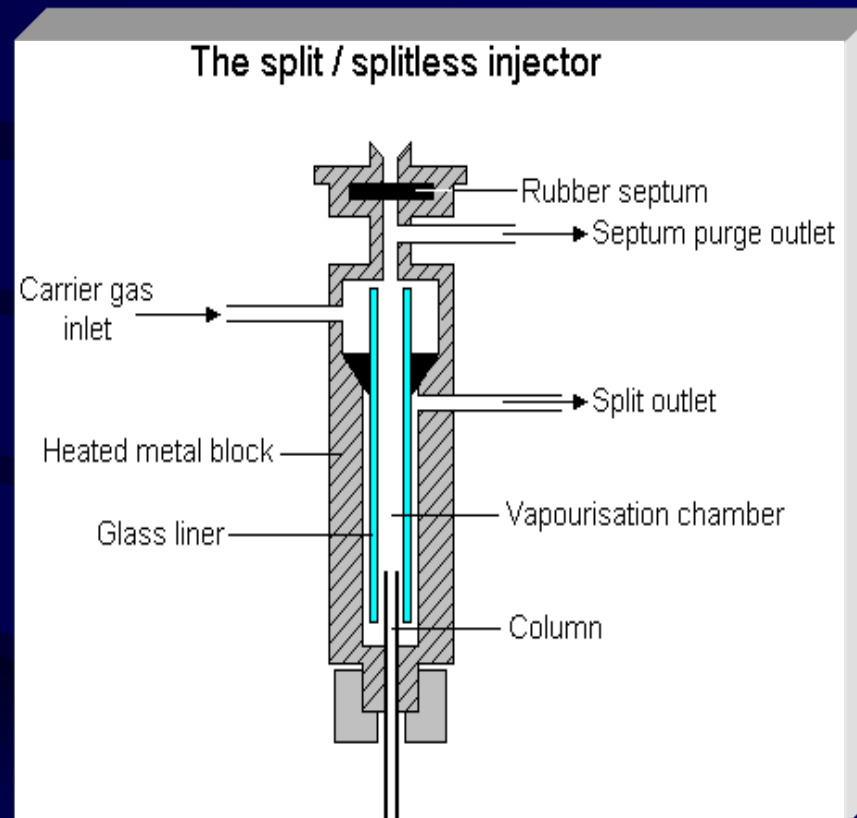


Abb. I.6.1: Split/Splitless –Injektor (schematisch)

I Theoretischer Teil

I.6. Die Injektionseinheit

I.6.2 Der On-Column-Injektor

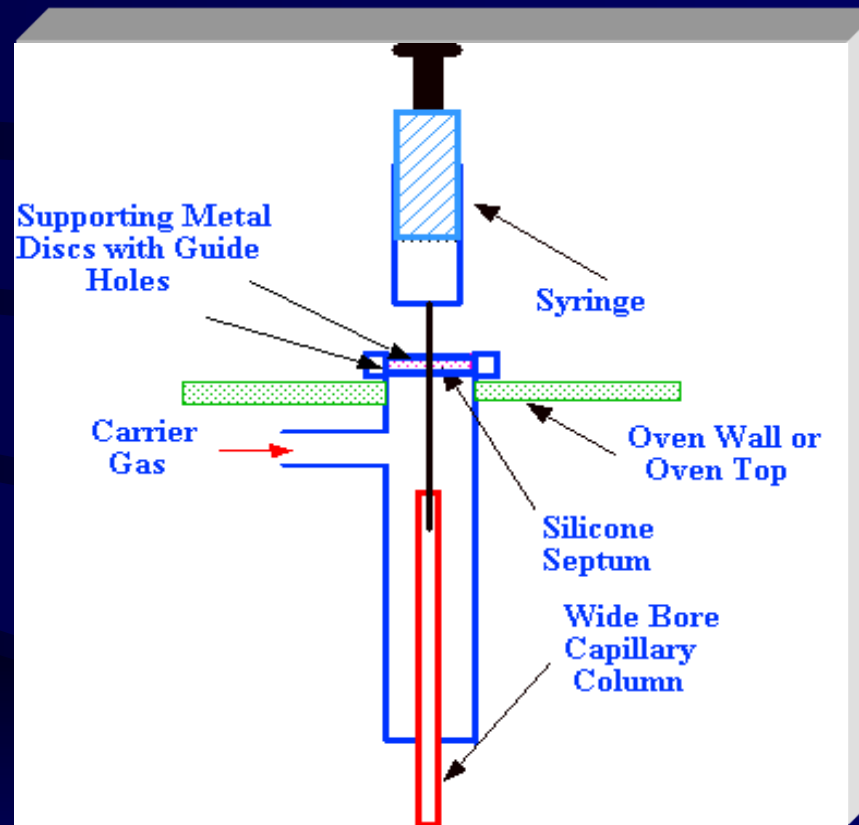


Abb. I.6.2: On-Column-Injektor

I.7. Der Detektor

I.7.1 Der Flammenionisationsdetektor (FID)



Abb. I.7.0: Flammenionisationsdetektor (FID)

I.7. Der Detektor

I.7.1 Der Flammenionisationsdetektor (FID)

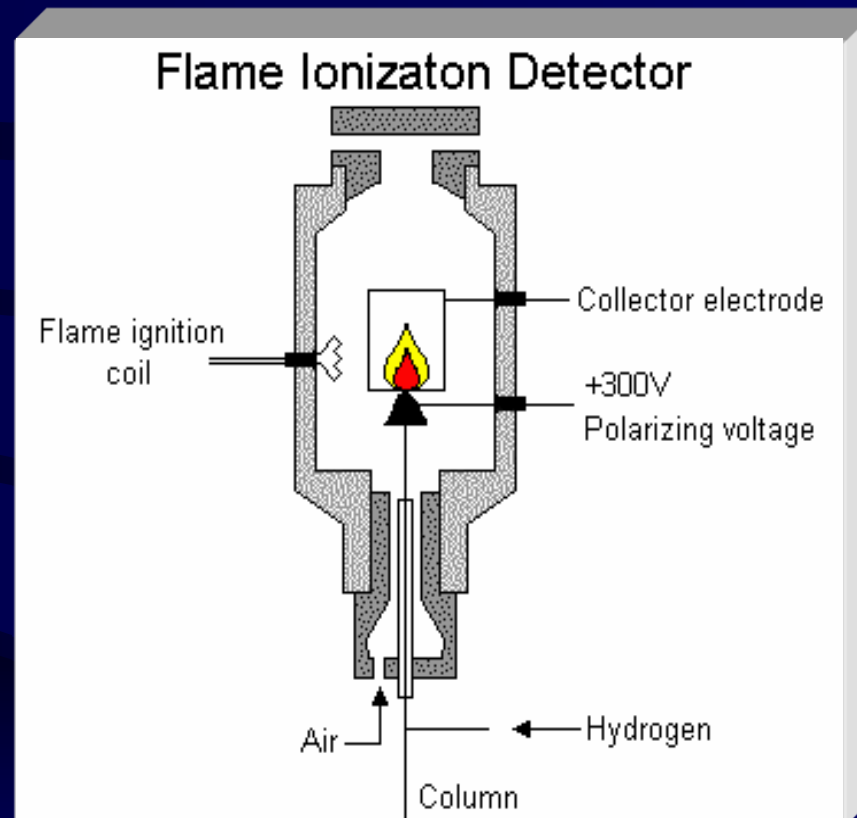


Abb. I.7.1: FID (schematisch)

I.7. Der Detektor

I.7.2 Der massenselektive Detektor (MSD)

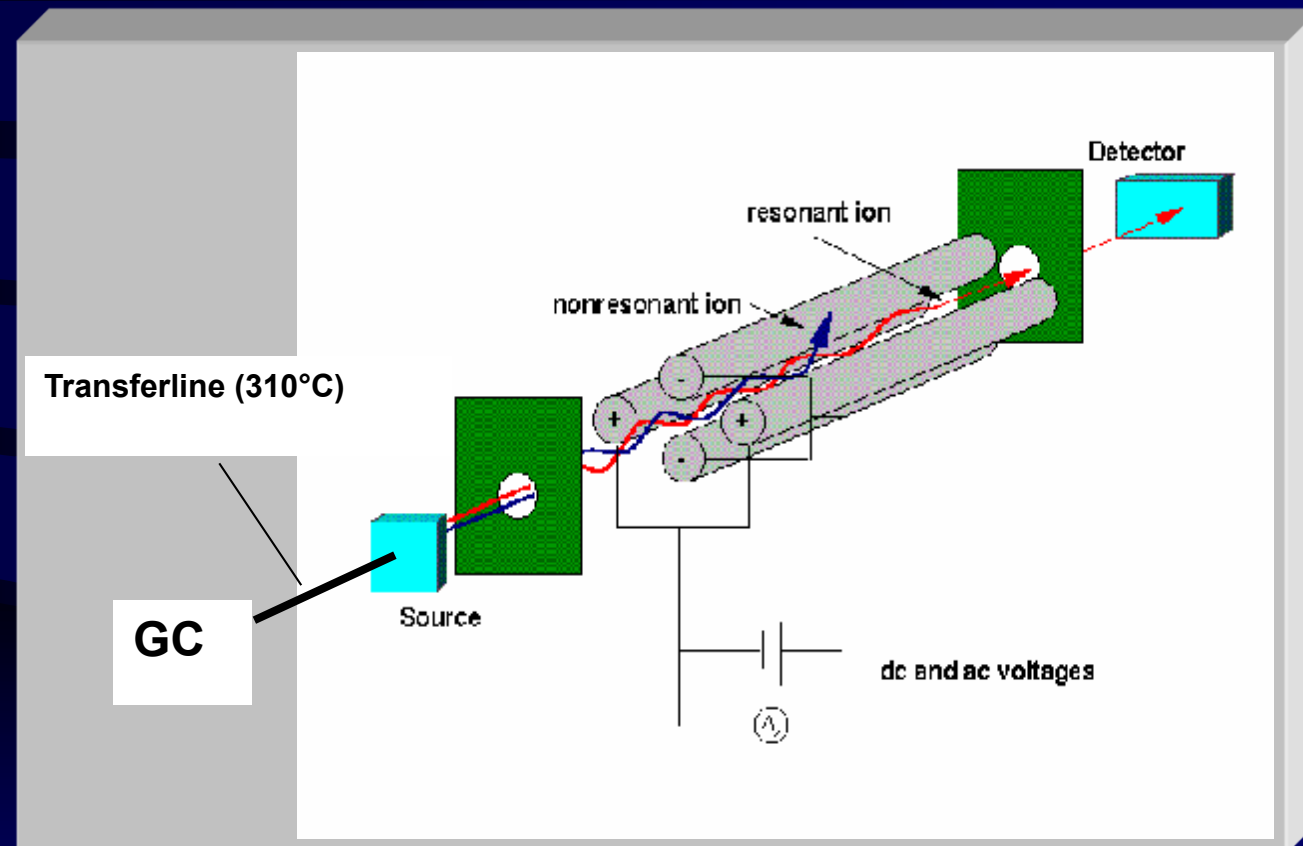


Abb. I.7.2: massenselektiver-Quadrupol-Detektor (MSD)-

I.7.3 GC-Detektoren (Auswahl)

GC-Detektoren	Anwendung	Nachweisgrenze	Linearität
FID (flame ionization detector)	selektiv nur ionisierbare Komponenten in H ₂ /Luft-Flamme	ca. 10 -100 pg* organic compd	1 x 10 ⁷
TCD (WLD) (thermal conductivity detector)	für alle Analyte mit unterschiedlicher thermischer Leitfähigkeit zum Trägergas	< 400 pg*	1 x 10 ⁶
ECD (electron capture detector)	selektiv; besonders für Analyte mit Heteroatomen	0,05 - 1 pg*	1 x 10 ⁴
NPD (nitrogen-phosphorus detector)	selektiv für Stickstoff und -phosphorhaltige organische Analyte	0,1 – 10 pg*	1 x 10 ⁴
MSD (mass selective det.)	für alle im MS ionisierbaren Analyte	10 pg – 10 ng*	1 x 10 ⁵

Quelle: Buffington R., Wilson M.K., „Detectors for Gas Chromatographie“ a practical primer, Hewlett Packard, 1987

Abb. I.7.3: häufig eingesetzte GC-Detektoren

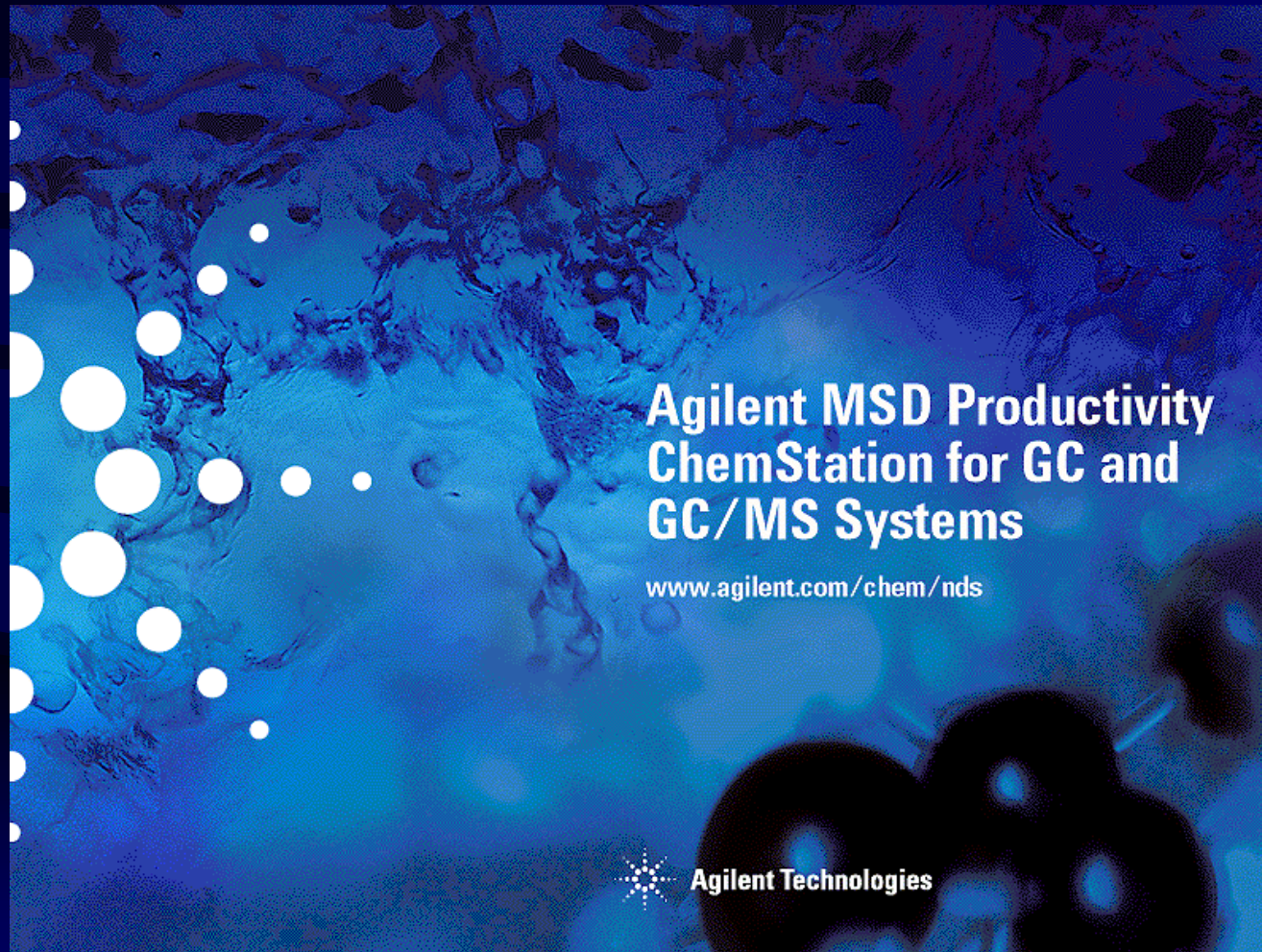


Abb. I.8: Software MSD-ChemStation D.01.02.16 (Jun 2004)

I.10 Fragen zum Theoretischen Teil (Auszug)

- 1.) Nennen Sie neben der **Adsorptionschromatographie** eine weitere **Chromatographieart**, die in der **GC** hauptsächlich eingesetzt wird.
- 2.) In der Gaschromatographie unterscheidet man im Wesentlichen zwischen zwei unterschiedlichen **Kategorien von Trennsäulen**. Wie heißen sie und worin unterscheiden sie sich?
- 3.) Nennen sie drei Beispiele fester **Adsorbentien**, die bei **gepackten Säulen** als **stationäre Phase** zum Einsatz kommen und für welche Substanzen sie verwendet werden.
- 4.) Nennen sie einen wesentlichen Vorteil, bei der Verwendung von **Kapillarsäulen**.
- 5.) Welcher Zusammenhang besteht zwischen der **Schichtdicke (Film)** der Trennflüssigkeit in Kapillarsäulen und der **Kapazität** der Trennsäule bzw. der **Trennleistung** der Kapillarsäule.
- 6.) Aus welchem Material ist in der Regel die **Kapillarwand einer Kapillarsäule** hergestellt. Wie heißt der entsprechende Fachausdruck?
- 7.) Was versteht man unter **Säulenbluten**, wie kommt es zustande und wie macht es sich bemerkbar?
- 8.) Wie kann eine Säule hinsichtlich des aufgetragenen **stationären Trägermaterials** modifiziert werden, um Säulenbluten zu minimieren und wie nennt man eine so veränderte Phase?
- 9.) Wann wird in der GC eher mit **Split-Injektion** und wann im **Splitless-Mode** gearbeitet ?
- 10.) Nennen Sie ein Beispiel für ein sog. **kaltetes Injektionsverfahren** und bei welchen Substanzen wird es überwiegend verwendet ?
- 11.)



Kapitel II Experimenteller Teil

Kapitel II: Experimenteller Teil

II.1 Einleitung *(siehe Skript Praktikum)*

II.2 Versuchsdurchführung

II.2.1 Vorbereitung der Lösungen *(siehe Skript)*

II.2.1.1 Vorbereitung der Stammlösungen *(siehe Skript Praktikum)*

II.2.1.2 Vorbereitung der Eich-(Kalibrierlösung) *(siehe Skript Praktikum)*

II.2.1.3 Vorbereitung der Probenlösungen *(siehe Skript Praktikum)*

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

II.3 Aufgaben zum experimentellen Teil

II Experimenteller Teil

GC-Bestimmung von

Cumarin in Parfums



II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

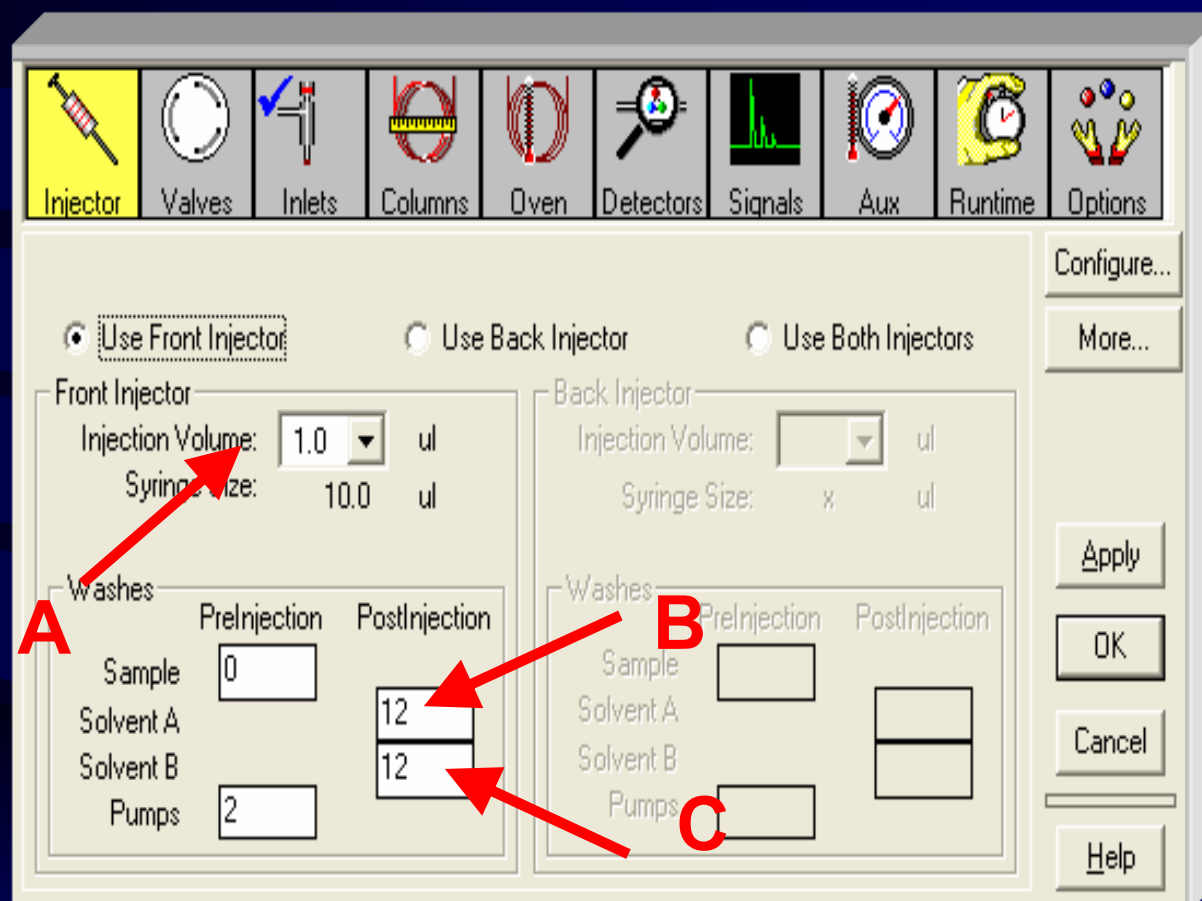


Abb. II.2.2.a: Die Injektor-Programmierung

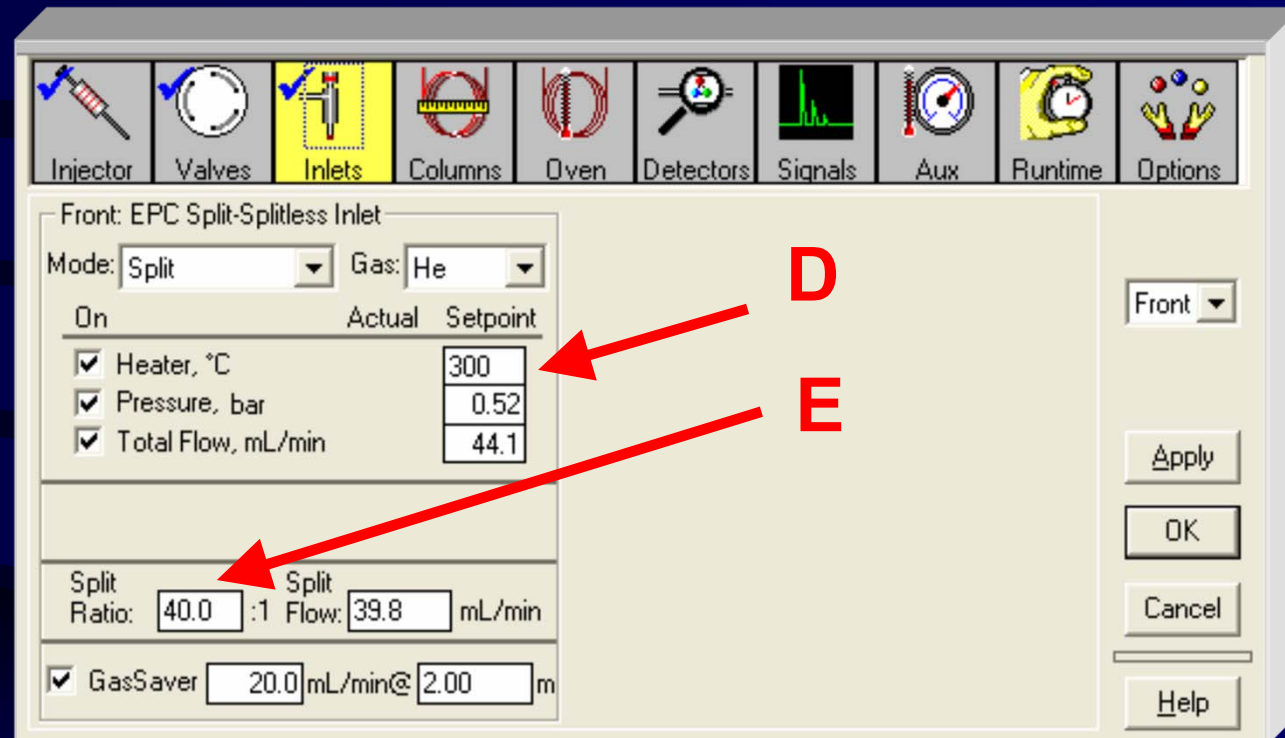


Abb. II.2.2.b: Der Injektionsmodus

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

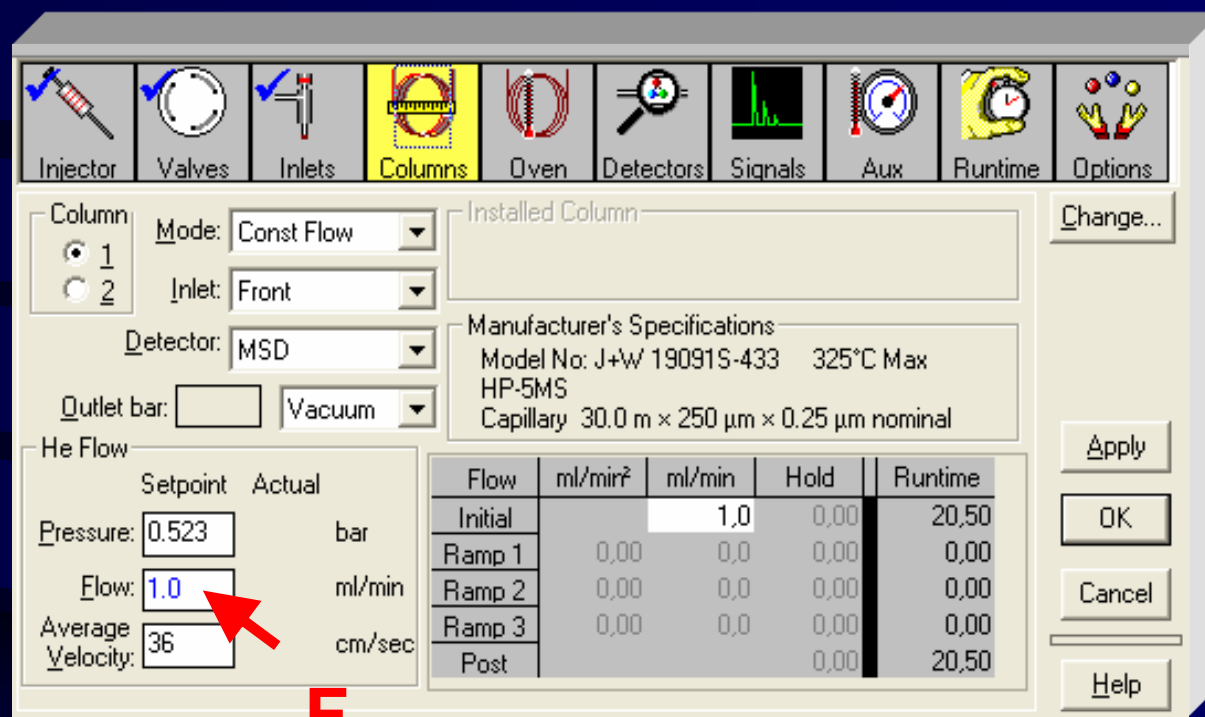


Abb. II.2.2.c: Die Programmierung des Säulenflusses

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

35

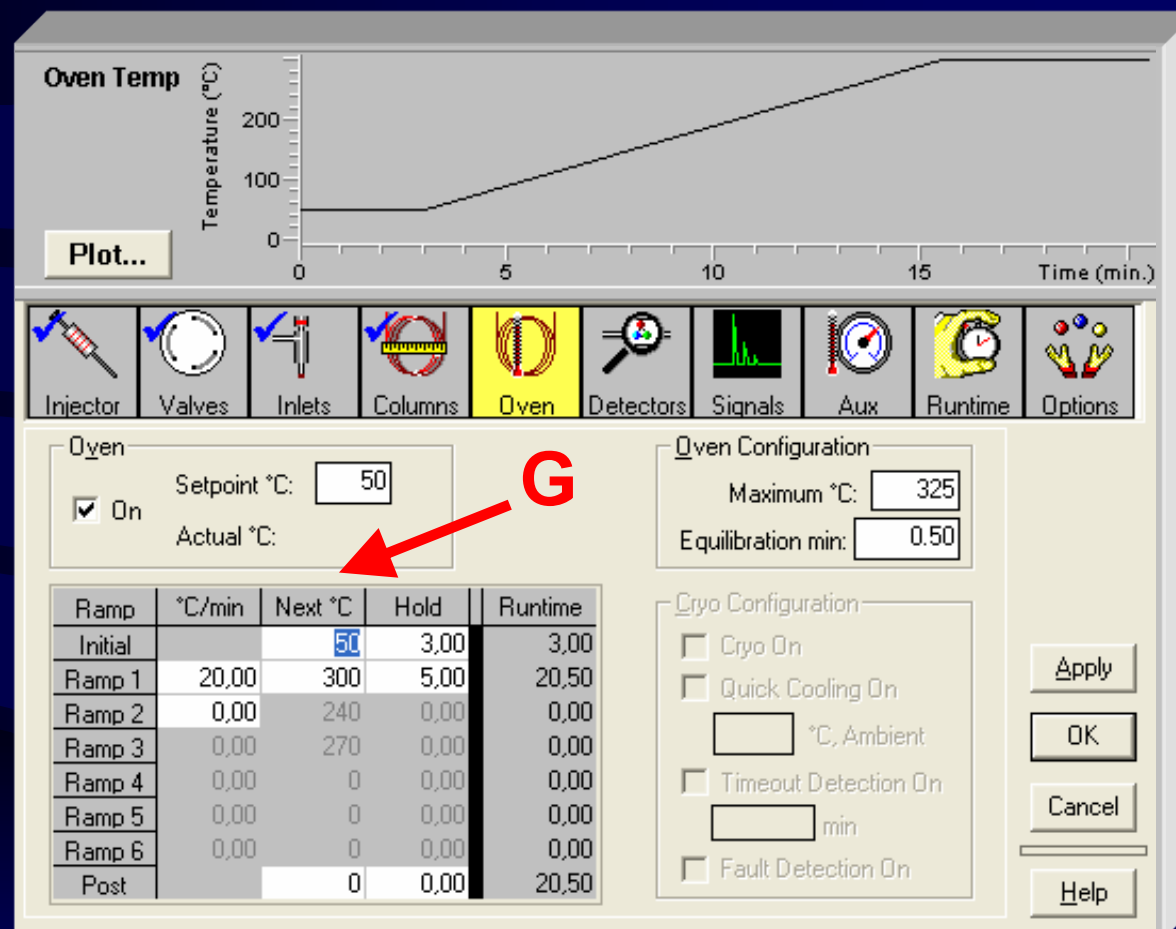


Abb. II.2.2.d: Die Programmierung des Säulenofens

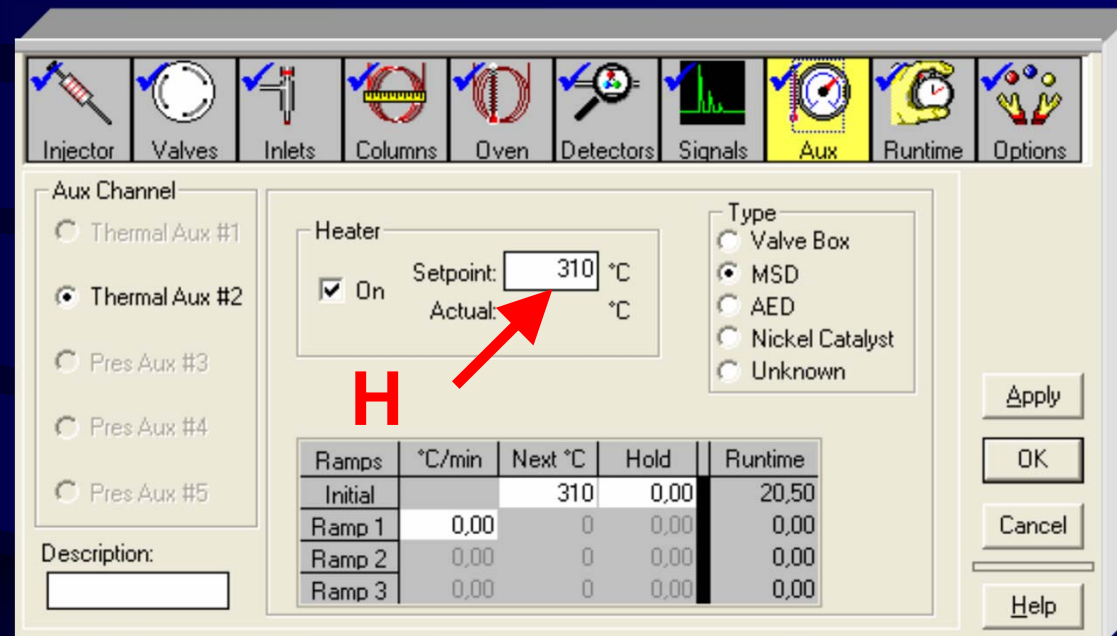


Abb. II.2.2.e: Die Einstellung der Transferline-Temperatur

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

37

Sample Log Table

Data Path: Browse... Method Path: Browse...

	Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString	E: ^
1	Sample	1	Eichlösung	G0177_00	G0177_01	[0.50 mg/ml AN + 0.50 mg/ml CUM]	
2	Sample	2	Joop	G0177_00	G0177_02	[+ 0.5 mg/ml AN]	
3	Sample	3	Chanel	G0177_00	G0177_03	[+ 0.5 mg/ml AN]	
4	Sample	4	Pure	G0177_00	G0177_04	[+ 0.5 mg/ml AN]	
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							

Sheet1

Insert Row Repeat Row 1 times Read Barcode OK Cancel Help

Abb. II.2.2.f: Die Programmierung des Autosamplers

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

38

Start Sequence G0177_00.S Last Modified: Fri Oct 14 11:06:32 2005

Method Sections To Run

☒ Full Method

☐ Reprocessing Only

☐ Overwrite Existing Data Files

On A Barcode Mismatch

☒ Inject Anyway

☐ Don't Inject

Sequence Comment: Sequence für Praktikum (5. Semester)

Operator Name: R. Vasold

Data File Directory: C:\MSDCHEM\1\DATA\PRAKTIKUM\ Browse..

K

Run Sequence OK Cancel Help More>>

Enter a descriptive comment for this sequence

Abb. II.2.2.g: Das Starten der Probensequenz

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

39

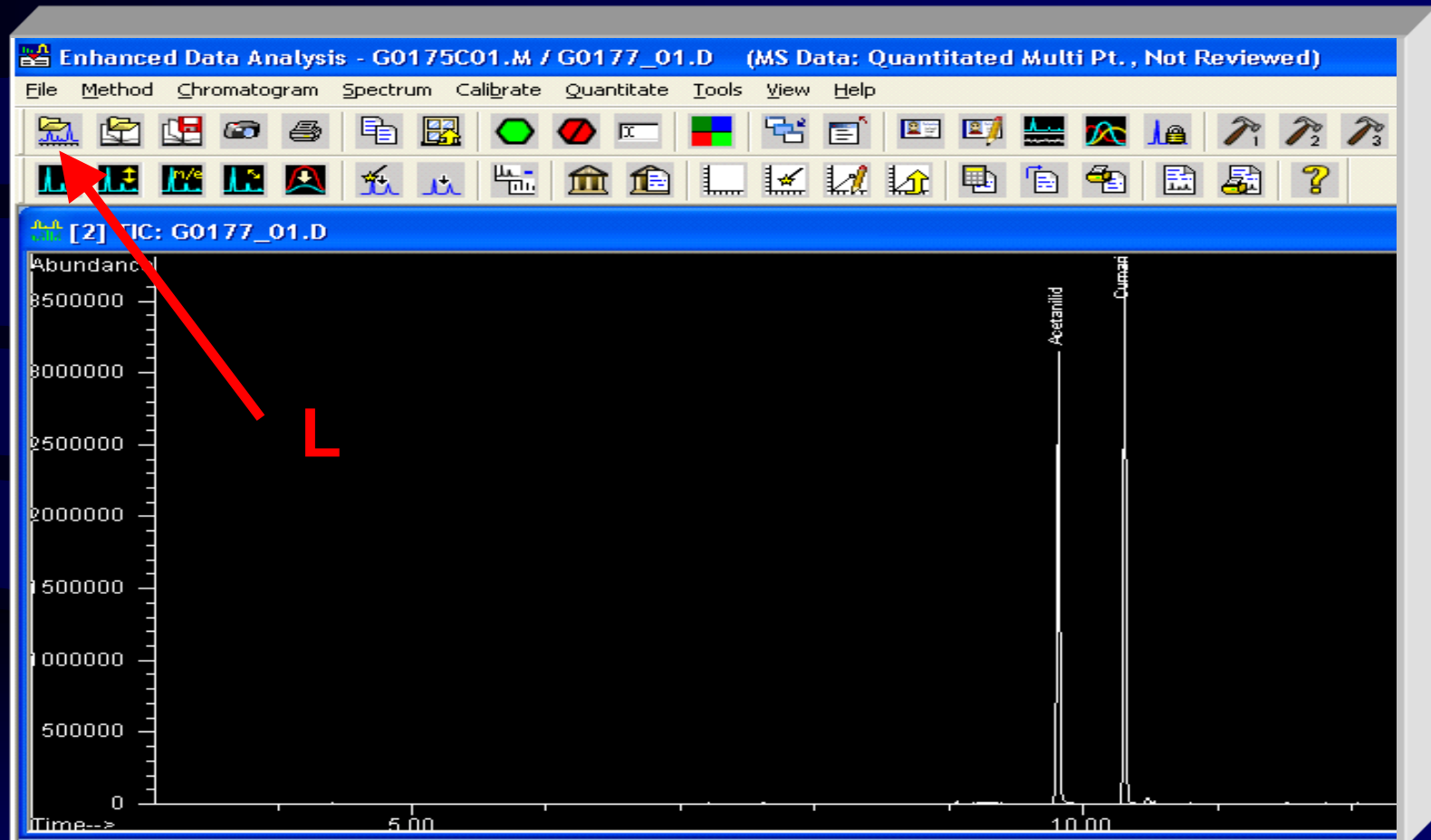


Abb. II.2.2.h: Der Menüpunkt: Data-Analysis

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analysen

40

Quantitation Database Globals

Calibration Title

Locating Peaks

Reference Window Minutes

Non-Reference Window Minutes

Correlation Window minutes
 (signal-to-signal retention time match) ☐ Use RTEINT

New Compound Info

Integration Parameter File Measure

Default +/- min around exp RT **MK**

Units of concentration **N**

Curve Fit

ISTD concentration

Data point weight for linear regressions

Abb. II.2.2.i: Das Erstellen der Kalibriertabelle

II Experimenteller Teil

II.2.2 Durchführung der GC/MS-Analyse

41

Quantitation Report (Not Reviewed)						
Data Path : C:\MSDCHEM\1\DATA\PRAKTIKUM\						
Data File : G0177_04.D						
Acq On : 14 Oct 2005 12:39						
Operator : R. Vasold						
Sample : Pure						
Misc : [+ 0.5 mg/ml AN]						
ALS Vial : 4 Sample Multiplier: 1						
Quant Time: Oct 20 10:47:45 2005						
Quant Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\ALL\PRAKTIKUM\G0175_01.M						
Quant Title :						
QLast Update : Thu Oct 20 10:47:01 2005						
Response via : Initial Calibration						
Internal Standards	R.T.	QIon	Response	Conc	Units	Dev(Min)
1) Acetanilid	9.81	TIC	42833309	___	mg/ml	0.00
Target Compounds						Qvalue
2) Cumarin	10.31	TIC	6853012	___	mg/ml	100

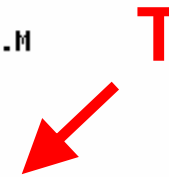


Abb. II.2.2.j: Das Erstellen des Quantitativen Reports

- 1.) Für das verwendete chromatographische System sei eine Durchbruchzeit von 2.5 min gegeben. Berechnen Sie die **lineare Wanderungsgeschwindigkeit** der mobilen Phase u_m in [cm/s] (Länge der Säule 30 Meter).
- 2.) Wie würde sich die Trennleistung der Säule verändern, wenn Sie die lineare Wanderungsgeschwindigkeit u_m **drastisch erhöhen** oder **drastisch reduzieren** würden. Begründen Sie Ihre Aussage mit der **Van-Deemter-Gleichung**.
- 3.) Ermitteln Sie aus dem Eich-Chromatogramm die Retentionszeiten t_R von **Acetanilid** und **Cumarin**. Berechnen Sie für beide Komponenten den jeweiligen Kapazitätsfaktor k und bestimmen Sie den Trennfaktor α zwischen Acetanilid und Cumarin.
- 4.) Berechnen Sie ausgehend von den erhaltenen chromatographischen Ergebnissen der Kalibriermessung den **KF-Wert** für Cumarin.
- 5.) Berechnen Sie mit Hilfe des ermittelten **KF-Wertes** die Konzentration an Cumarin [mg/ml] in den Parfums Joop und Chanel No5.
- 6.) Überprüfen Sie das Chromatogramm des **Parfums Pure (Jil Sander)** mit Hilfe der MS-Spektren auf den möglichen Inhaltsstoff Cumarin.
- 7.) Untersuchen Sie anhand der erhaltenen **EI-Massenspektren** das Chromatogramm des Parfums Chanel auf den möglichen Inhaltsstoff Moschusketon (MW 294).



INSTITUT FÜR
ANALYTISCHE CHEMIE, CHEMO- UND BIOSENSORIK

Praktikum der Analytischen Chemie II

Für Studierende der Chemie



Universität Regensburg

ater Bearbeiten Ansicht Chronik Lesezeichen Extras Hilfe

Fakultät für Chemie und P... x +

www.uni-regensburg.de/chemie-pharmazie/fakultaet/

im Go

UR

EN DE Suche SUCHEN KONTAKT IMPRESSUM DATENSCHUTZ

FAKULTÄTEN

STARTSEITE UR

FAKULTÄT FÜR CHEMIE UND PHARMAZIE

Fakultätsrat
Gremien
Einrichtungen
AKTUELLES
DEKANAT
INSTITUTE
FORSCHUNG
STUDIUM
INFO & SERVICE

Fakultät für Chemie und Pharmazie

DEKAN
Prof. Dr. Burkhard König
zur [Homepage von Prof. Dr. König](#)

PRODEKAN
Prof. Dr. Jörg Heilmann
zur [Homepage von Prof. Dr. Heilmann](#)

STUDIENDEKAN CHEMIE
Prof. Dr. Joachim Wegener
zur [Homepage von Prof. Dr. Wegener](#)

STUDIENDEKAN PHARMAZIE
Prof. Dr. Sigurd Elz
zur [Homepage von Prof. Dr. Elz](#)

Fakultät für Chemie und Pharmazie

23 V 50.9415 3d ⁴ 4s ¹	24 Cr 51.9961 3d ⁵ 4s ¹	25 Mn 54.938045 3d ⁵ 4s ²	26 Fe 55.845 3d ⁶ 4s ²
41 Nb 92.90638 4d ⁴ 5s ¹	42 Mo 95.94 4d ⁵ 5s ¹	43 Tc* [98] 4d ⁵ 5s ²	44 Ru 101.07 4d ⁷ 5s ¹
73 Ta 180.94788 4f ¹⁴ 5d ³ 6s ²	74 W 183.84 4f ¹⁴ 5d ⁴ 6s ²	75 Re 186.207 4f ¹⁴ 5d ⁵ 6s ²	76 Os 190.23 4f ¹⁴ 5d ⁶ 6s ²

KONTAKT
Gebäude Ch, Zi. 03.1.83
Telefon 0941 943-2557
Telefax 0941 943-4275
E-Mail fakultaet.chemie@ur.de



UR Home - Prof. B. König - UR x +

www-oc.chemie.uni-regensburg.de/koenig/index.html

Suche FIND CONTACT LEGAL NOTICE PRIVACY

UR
Universität Regensburg

UR HOME

HOME
PROF. DR. B. KÖNIG
F-PRAKTIKUM
RESEARCH
TEACHING CHEMISTRY
CHROMATOGRAPHIE
LABS AND OFFICES
MEMBERS
RESPONSIBLE FOR
PUBLICATIONS
LECTURES

GRK 1626 Chemical Photocatalysis

Herzlich Willkommen – Welcome

FACULTY OF CHEMISTRY AND PHARMACY
Institute of Organic Chemistry

Research Group König

PROF. DR.
Burkhard König



E-mail
Sekretariat
Viola Rappenegger
Room CH32.1.85
Phone +49 941 943-4575
Fax +49 941 943-1717



Universität Regensburg



STARTSEITE UR

STARTSEITE

Mitarbeiter

Ausstattung

Formulare

Lehre

Übungen im Vortragen
mit Demonstrationen
(OC)

Blockpraktikum
Chromatographische
Methoden

Analytische Chemie II

Wissenschaftliche
Anleitung zu HPLC und
GC

Anfahrt

Vorlesungsverzeichnis

Material

Datensicherung

Analytische Chemie II

Alle erforderlichen Unterlagen zum Chromatographie Praktikum im Rahmen des Praktikums Analytische Chemie II (3. Semester) incl. der begleitenden Chromatographie-Vorlesung etc. finden sie hier:

- Skript Analytische Chemie II (Chromatographie) >
- Folien Chromatographie I (HPLC VL) (WS 2015/16) >
- Folien Chromatographie II (HPLC Seminar) (WS 2015/16) >
- Folien Chromatographie III (GC VL) (WS 2015/16) >
- Folien Chromatographie IV (GC Seminar) (WS 2015/16) >
- HPLC Versuchsanleitung (WS 2015/16) >
- GC Versuchsanleitung (WS 2015/16) >
- E-Learning >

Dr. Rudolf Vasold – 08.10.2015 15:04