

Protokoll:

Gaschromatographie

Ziel

Optimierung der analytischen Trennung von Gemischen aus Kohlenwasserstoffen mittels Temperaturgradienten

Identifizierung der Kohlenwasserstoffe in kommerziellen Produkten (Benzin, Diesel, Heizöl, Petroleum, Lampenöl, Biodiesel ...)

Beschreibung der chemischen Zusammensetzung der Produkte unter Nutzung aller qualitativen Aussagen aus den Chromatogrammen und den zusätzlichen Informationen aus anderen Quellen

Aufbau des Geräts

- System zur Gasversorgung – elektronische Flusskontrolle (EPC)
- Injektor
- Säulenofen
- Kapillarsäule: 30m Länge und 0,32mm Durchmesser
- Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) und Flammenionisationsdetektor (FID)
- PC für Gerätesteuerung und Datenerfassung

Parameter die im Versuch nicht geändert wurden

- Kapillarsäule: 30m Länge und 0,32mm Durchmesser
Typ HP-1 (100% Polydimethylsiloxanfilm)
- Durchflussgeschwindigkeit: 1,5 ml/min
- Trägergas: Stickstoff

Durchführung

1. isokratische Messung von Diesel

bei $T=150^{\circ}\text{C}$

Man erkennt das die ersten Peaks noch nicht von dem Tolouenpeak zu unterscheiden sind, d.h. die schnellen Komponenten wurden ungenügend voneinander getrennt.

→ um die schnellen Komponenten in Diesel zu trennen müsste man die Temperatur niedriger wählen.

Man erkennt aber ebenfalls das die letzten Peaks im Chromatogramm ziemlich breit sind und sehr weit auseinander liegen. → für die letzten Komponenten müsste man also eher eine höhere Temperatur wählen

Schlussfolgerung: Temperaturprogramm ist nötig

Bereits hier wurde entschieden den FID als Detektor zu nehmen, da einige Peaks im WLD nicht zu erkennen waren.

Anlage hierzu: Chromatogramm Diesel (isokratisch)

2. Optimierung des Temperaturprogramms

einfacher Temperaturgradient: Start: 80°C Ende: 300°C Rampe: 12K/min

- Peaks waren allgemein zwar gut getrennt aber zu weit auseinander (vor allen die Hinteren)
- höhere Anfangstemperatur und höherer Heizgeschwindigkeit als Test

einfacher Temperaturgradient: Start: 120°C Ende: 300°C Rampe: 15K/min

- Anfang war jetzt nicht gut genug getrennt; Das Ende waren jetzt hohe Peaks und noch deutlich getrennt → für das Ende optimal

Schlussfolgerung: mit einfachen Temperaturgradienten wird eine Optimierung schwierig

→ Optimierung mit Temperaturprogramm

Überlegung: für die Anfangspeaks braucht man möglichst niedrige Temperaturen und einen langsam ansteigenden

Temperaturprogramm
80°C (2min Hold) $\xrightarrow{8K/min}$ 120°C $\xrightarrow{16min}$ 300°C (3min Hold)

- Temperaturprogramm wurde übernommen, da der Anfang gut getrennt und das Ende noch scharfe und deutliche Peaks hatte

3. Messungen mit dem Optimierten Temperaturprogramm

Es wurden nacheinander Diesel, Heizöl, Biodiesel, Superbenzin und der Standard mit diesen Temperaturprogramm gemessen. Daraufhin wurden die Chromatogramme der Kraftstoffe mit dem Chromatogramm des Standards verglichen und ausgedruckt.

(siehe Anhang Diesel (optimiert); Heizöl; Benzin-Super; Biodiesel)

Auswertung:

Die qualitative Auswertung erfolgt auf den Anhängen. Das optimierte Programm für Diesel stellte sich allerdings als nicht vollkommen optimal für den Standard heraus, da die niedrig siedenden Ketten nur unzureichend getrennt waren vom Tolupeak.

Auswertung zwischen den Dieselarten und Vergleich mit Literatur:

Literatur:

Diesel/Heizöl: Siedebereich: 250-350°C; Flammpunkt: 68°C; Kettenlänge C₁₂-C₁₆^{*1}
Biodiesel: Flammpunkt: 135°C; Synthetisiertes Produkt (Rapsölmethylester) C₁₈^{*2}

Die Literatur bestätigt die Vermutungen bei der Auswertung:

Diesel und Heizöl sind identisch. Zur Unterscheidung der beiden wird dem Heizöl ein Farbstoff zugesetzt. Dadurch wird verhindert, dass Heizöl, auf dass keine Steuern erhoben werden, als Kraftstoff eingesetzt wird. Dieser ist nicht im Chromatogramm zu erkennen. Diesel und Heizöl werden durch verschiedene Verfahren aus Erdöl gewonnen und sind damit natürliche Produkte. Deswegen ist Diesel ein Gemisch aus verschiedenen Kohlenwasserstoffketten, meistens Alkane. Die zwei unbekannt Peaks könnten von

verzweigten Alkanen herführen die im Standard nicht vorhanden waren. Laut Literatur sind die Hauptbestandteile von Diesel/Heizöl Kohlenwasserstoffe mit der Kettenlänge C₁₂-C₁₆. Dies bestätigt der Versuch, da die Peaks in dem Bereich größer sind als die bei den kürzeren Kettenlängen. Biodiesel ist im Gegensatz zu Diesel/Heizöl ein synthetisiertes Produkt. Es wird durch Umesterung von Rapsöl mit Methanol gewonnen. Dabei entsteht nur eine Kettenlänge. Dieser Peak ist auch in Chromatogramm zu sehen. Die kleineren Peaks könnten Antiklopfmittel sein, die dem Biodiesel beigemischt werden, um seine Verbrennung im Dieselmotor zu optimieren.

Literaturangaben:

*1: „Bausteine der Chemie – Brennstoffe, Kraftstoffe, Schmierstoffe“ 1. Aufl., K-H. Drews et al., VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1977

*2 Internet: http://rapsoel.onlinehome.de/images/de_was_ist_was.htm