

Gaschromatographie und Rektifikation

Grundlagen

Gaschromatographie

Bei der Chromatographie handelt es sich um ein Verfahren zur Trennung chemisch und physikalisch sehr ähnlicher Stoffe. Sie ermöglicht das Arbeiten mit äußerst kleinen Stoffmengen. Die physikalisch – chemischen Effekte, die bei der Chromatographie genutzt werden, sind Adsorption und Absorption. Ein Chromatographie-System besteht im wesentlichen aus zwei Phasen, einer stationären und einer mobilen. Das Stoffgemisch löst sich in der mobilen Phase und wird über die Oberfläche der stationären Phase geleitet. Aufgrund der unterschiedlichen Stärke der Wechselwirkungen der einzelnen Komponenten mit den Phasen kommt es zu einer Trennung. Zwei Arten der Chromatographie werden unterschieden: die Adsorptionschromatographie und die Verteilungschromatographie.

Verantwortlich für die Stofftrennung ist im Falle der **Adsorptionschromatographie** die unterschiedliche Stärke der zwischen den Komponenten der zu untersuchenden Substanz als Adsorptiv und der festen Phase als Adsorbens wirkenden physikalischen Bindung und die Geschwindigkeit der Desorption durch die mobile Phase (= Elution). Es stellt sich ein Gleichgewichtszustand zwischen Adsorption und Elution ein, welcher anhand der Adsorptionsgleichungen von Freundlich oder Langmuir quantitativ erfasst werden kann. Die Substanz kann in gasförmiger oder gelöster Form vorliegen, je nachdem ob es sich bei der mobilen Phase um eine Flüssigkeit oder ein Gas handelt.

Bei der **Verteilungschromatographie** (oder auch Absorptionschromatographie) handelt es sich bei der stationären Phase nicht um einen Feststoff, sondern um eine Flüssigkeit, die sich in den Poren eines festen Trägermaterials befindet. Mobile und stationäre Phase sind untereinander nicht mischbar.

Die Trennung erfolgt aufgrund der unterschiedlichen Löslichkeiten der einzelnen Komponenten in den beiden Lösungsmitteln, auch die Dampfdrücke der Komponenten spielen eine Rolle. Die Verteilung zwischen den Phasen wird durch den Nernst'schen Verteilungskoeffizienten beschrieben:

$$K_x = \frac{C_{\text{stat}}}{C_{\text{mobil}}}$$

C_{stat} = Konzentration des Stoffes x in der stationären Phase

C_{mobil} = Konzentration des Stoffes x in der stationären Phase

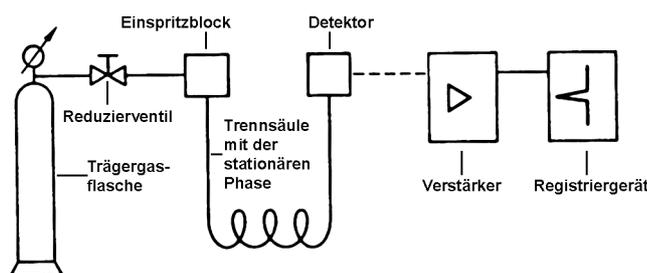
K_x = Verteilungskoeffizient des Stoffes x

Je größer K ist, desto mehr Substanzmenge befindet sich in der stationären Phase. Man sieht, dass sich Stoffe mit ähnlichen Werten für K nur schlecht trennen lassen.

Die einzelnen Chromatographiemethoden werden allerdings nicht anhand des physikalisch – chemischen Vorgangs, sondern anhand ihrer Technik unterschieden. Die Tabelle gibt einen Überblick über die einzelnen Verfahren. Die Art gibt an, ob es sich um eine Adsorptionschromatographie (AC) oder eine Absorbtions- bzw. Verteilungschromatographie (VC) handelt.

Bezeichnung	Stationäre Phase	Mobile Phase	Bewegungsursache	Art
Säulen-C. (SC) Adsorption	Festes Adsorbens	Flüssigkeit	Schwerefeld	AC
Säulen-C. (SC) Verteilung	Flüssigkeit auf Träger	Flüssigkeit	Schwerefeld	VC
Dünnschicht-C. (DC)	Dünne Schicht aus Kieselgel, Aluminiumoxid oder Cellulose mit oder ohne Flüssigkeit	Flüssigkeit	Absteigend: Schwerefeld Aufsteigend: Kapillarkraft	AC + VC
Papier-C. (PC)	Flüssigkeit auf Papier	Flüssigkeit	Absteigend: Schwerefeld Aufsteigend: Kapillarkraft	VC
Gas-C. (GC) Adsorption	Festes Adsorbens	Gas	Druckgradient	AC
Gas-C. (GC) Verteilung	Flüssigkeit mit oder ohne Träger	Gas	Druckgradient	VC
Papier Elektrophorese	Papier	Flüssigkeit	Elektrisches Feld	AC

Bei der Gaschromatographie (GC) besteht die stationäre Phase aus einem Feststoff oder einer Flüssigkeit und die mobile Phase aus einem Gas. Beide Phasen dürfen nicht miteinander und nicht mit der

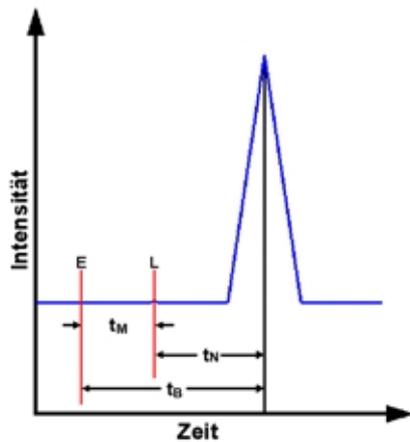


Probensubstanz reagieren.

Das Trägergas strömt aus einer Vorratsflasche über ein Reduzierventil durch die Trennsäule, einem Metall- oder Glasrohr, das die stationäre Phase enthält, und erreicht schließlich den Detektor. Vor der Trennsäule

wird die Analysensubstanz eingespritzt und in den gasförmigen Zustand überführt.

Aufgrund der oben genannten Wechselwirkungen wird die Substanz in der Trennsäule in ihre Komponenten aufgetrennt. Die einzelnen Komponenten werden vom Detektor qualitativ und quantitativ in Form eines sogenannten „Peaks“ erfasst.



Vor der Probe leitet man ein inertes Gas durch die Säule um die Zeit, die das Gas für das Durchlaufen der Säule benötigt (Totzeit = t_M), zu messen. Die Zeit zwischen Einspritzen der Probe zum Zeitpunkt E und Auftreten des ersten Peaks wird Bruttoretentionzeit t_B genannt. Die Verweildauer der Substanz in der Säule nennt man Nettoretentionszeit oder stationäre Zeit t_N .

Es ergibt sich also folgender Zusammenhang:

$$t_B = t_M + t_N$$

Der zum Zeitpunkt L auftretende sehr kleine Peak wird von einer Probesubstanz hervorgerufen, die keine Wechselwirkung mit der stationären Phase eingeht und daher genau nach der Totzeit die Säule durchläuft. Dies kann entweder eine spezielle Anzeigersubstanz oder auch einfach Luft sein.

Zur Charakterisierung einer Trennsäule dienen die theoretische Trennstufenzahl N und die Bodenhöhe **HETP** (Height Equivalent of a Theoretical Plate). Die Trennstufenzahl gibt die Häufigkeit des Stoffaustausches zwischen den beiden Phasen an:

$$N = 5.54 \cdot \left(\frac{t_B}{b_{1/2}} \right)^2$$

t_B = Gesamtretentionszeit in Minuten

$b_{1/2}$ = Breite des Peaks auf seiner halben Höhe (Halbwertsbreite)

Ordnet man jeder Trennstufe ein Längenstück der Säule zu, ergibt sich die Bodenhöhe HETP:

$$\text{HETP} = \frac{\text{Länge der Säule}}{\text{Trennstufenzahl } N}$$

Ein anderer Weg, die Lage des Gleichgewichtes zu beschreiben, führt über die **Van-Deemter-Gleichung**. Sie lautet:

$$H = A + \frac{B}{v} + C \cdot v$$

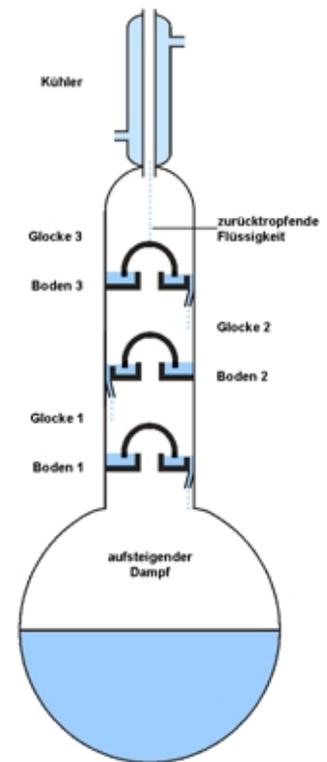
H : theoretische Trennstufenhöhe

A : Peakdispersion durch den Mehrwegeeffekt

v : Lineare Strömungsgeschwindigkeit der mobilen Phase

Rektifikation

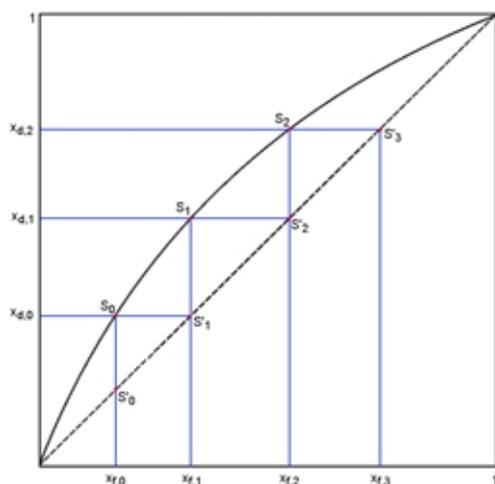
Die Rektifikation dient zur Trennung von Flüssigkeitsgemischen. Bei der Destillation eines binären Systems wird die flüchtigere Komponente im Dampf angereichert, welcher kondensiert wird. Nun kann das Destillat erneut verdampft werden, wobei die leichter flüchtige Komponente noch stärker angereichert wird. Die Anreicherung durch mehrfaches Verdampfen wird Rektifikation genannt. Die Abbildung zeigt eine Rektifizierkolonne mit drei Glockenböden. Insgesamt werden hier vier Einzeldestillationen durchgeführt (drei in der Kolonne, eine im Kolben). Der aufsteigende Dampf kondensiert an der darüber liegenden Glocke und ein Teil des Kondensats läuft dem aufsteigenden Dampf als Rücklauf entgegen. Dadurch wird erreicht, dass sich auf jedem Boden ein stationärer Zustand zwischen Flüssigkeit und Dampf einstellt.



Fließt das gesamte Destillat vom Kühler zurück in die Kolonne, so spricht man von einer Kolonne mit totalem Rücklauf. Da die Trennleistung mit der Anzahl der Glockenböden zunimmt, bewertet man die Kolonnen nach der theoretischen Bodenzahl. Sie ist definiert als Anzahl der Einzeldestillationen, durch welche die gleiche Trennleistung erbracht werden würde. Im stationären Zustand, also nach Einstellung des Gleichgewichtes, steigt an jedem Boden i pro Zeiteinheit genau so viel Dampf hoch, wie Flüssigkeit vom nächsten Boden $i+1$ zurückläuft. Es gilt für die Molenbrüche im Dampf und in der Flüssigkeit auf jedem Boden i :

$$x_{f,i} = x_{d,i-1}$$

Die theoretische Bodenzahl einer Kolonne erhält man, indem man die Molenbrüche der flüchtigeren Substanz am Boden und am Kühler in ein Gleichgewichtsdiagramm einträgt und eine Treppenkurve einzeichnet. Die Bodenzahl ist um eins kleiner als die Anzahl der Stufen, da der Kolben bereits den ersten „Boden“ darstellt.



Die Bodenzahl ist um eins kleiner als die Anzahl der Stufen, da der Kolben bereits den ersten „Boden“ darstellt.

Die Indizes im Diagramm bezeichnen die Einzeldestillationen, 0 steht für diejenige im Kolben, es folgen die Glockenböden (in diesem Beispiel 2 Stück), und mit dem Index 3 der Kühler. S bezeichnet das Stoffmengenverhältnis.

Je weiter die Gleichgewichtskurve von der 45°-Linie entfernt ist, desto leichter ist das Gemisch zu trennen. Schneidet die Kurve die Winkelhalbierende, so liegt ein Azeotrop vor, das nicht destillativ getrennt werden kann. Am Schnittpunkt gilt dann $x_f = x_d$.

Wird ein Teil des Kondensats der Kolonne entnommen, spricht man von Rektifikation mit teilweisem Rücklauf. Hierbei steigt in einer bestimmten Zeit t mehr Dampf in der Kolonne auf als Flüssigkeit zurückläuft. Die Flüssigkeit verarmt also an der leichter flüchtigen Komponente. Für den sich neu einstellenden stationären Zustand gilt nun im Gegensatz zur Kolonne mit vollständigem Rücklauf:

$$x_{f,i} < x_{d,i-1}$$

Die Trennleistung wird durch die Destillatentnahme verringert, da die Konzentration der flüchtigeren Komponente am Kolonnenende geringer ist. Die Dampfmenge ist gleich der Summe der rücklaufenden Flüssigkeitsmenge und der entnommenen Menge:

$$n_D = n_F + n_E$$

n_D = in der Zeit t im Kolben erzeugte Dampfmenge im stationären Zustand

n_F = vom Kolonnenkopf zurücktropfende Flüssigkeitsmenge

n_E = am Kolonnenkopf entnommene Destillatmenge

Weil im stationären Zustand genauso viel Flüssigkeit an jedem Boden verdampft wie im Destillationskolben und genauso viel zurückläuft wie am Kolonnenkopf, gilt für die Mengen der flüchtigeren Komponente:

$$x_{d,i-1} \cdot n_D = x_{f,i} \cdot n_F + x_E \cdot n_E$$

x_E = Stoffmengenverhältnis der flüchtigeren Komponente am Kolonnenkopf

Um eine Aussage über die Beziehung zwischen rückgeflossenem Destillat und entnommenem machen zu können, führt man das Rücklaufverhältnis v ein:

$$v = \frac{n_F}{n_E}$$

mit $v = \infty$ bei totalem Rücklauf und $v = 0$ ohne Rücklauf. Mit $n_F = n_D - n_E$ erhält man:

$$n_D = (v+1) \cdot n_E$$

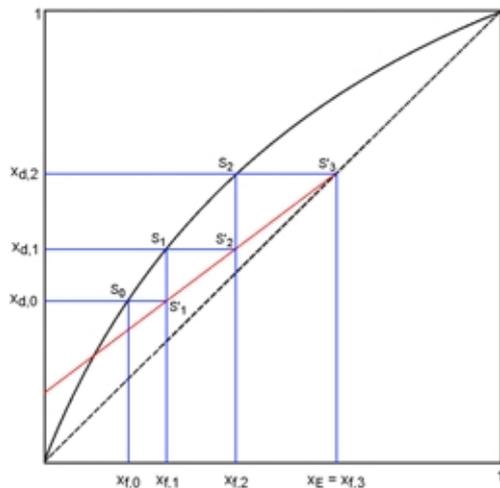
Da $n_F = v \cdot n_E$ folgt nun

$$x_{d,i-1} \cdot n_D = x_{f,i} \cdot (v \cdot n_E) + x_E \cdot n_E$$

$$x_{d,i-1} \cdot n_D = (x_{f,i} \cdot v + x_E) \cdot n_E$$

In dieser Gleichung eliminiert man nun n_D mit $n_D = (v+1) \cdot n_E$ und erhält:

$$x_{d,i-1} = \left(\frac{v}{v+1} \right) \cdot x_{f,i} + \frac{x_E}{v+1}$$



Es handelt sich hierbei um die Gleichung der sogenannten Arbeitsgerade einer Kolonne. Sie wird, wie in der Abbildung erkennbar, in das Gleichgewichtsdiagramm eingezeichnet. Steigung und Achsenabschnitt erhält man aus dem Rücklaufverhältnis und dem Stoffmengenverhältnis der leichter flüchtigen Komponente am Kolonnenkopf. Die theoretische Bodenanzahl wird nun wie oben beschrieben jedoch mit der Arbeitsgerade anstelle der 45°-Gerade durchgeführt. Je kleiner der Achsenabschnitt der Arbeitsgerade ist, desto näher liegt die Bodenanzahl an der Mindestbodenanzahl.

Da das Rücklaufverhältnis jedoch nicht mit dem theoretisch eingestellten übereinstimmt, da Ungenauigkeiten des Rücklaufteilers und Kondensation an der Glockenwand den Rückfluss verfälschen, muss ein effektives Rücklaufverhältnis v_{eff} bestimmt werden. Für den im Versuch verwendeten Messbereich von 1:1 bis 10:1 ist dies $v + 9$, der Ordinatenabschnitt der Arbeitsgerade lautet also:

$$\text{Ordinatenabschnitt} = \frac{x_E}{(v + 9) + 1} = \frac{x_E}{v_{eff} + 1}$$

Über die Größe des Partialdruckes einer Komponente in einer Lösung lässt sich bei **idealen Mischungen** mit Hilfe des **Raoult'schen Gesetzes** eine quantitative Aussage machen:

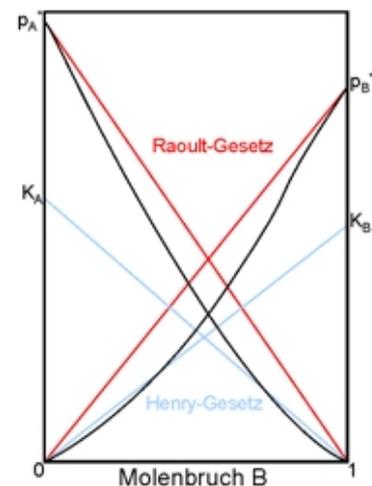
$$p_A = p_A^* \cdot x_A \quad (* = \text{reiner Stoff, } p = \text{Partialdruck})$$

Es ist ersichtlich, dass der Partialdruck einer Komponente immer kleiner ist als der Dampfdruck der reinen Substanz, da der Molenbruch kleiner als 1 ist.

Geht man über zu **realen Mischungen**, so gilt das Raoult'sche Gesetz nur für große Verdünnungen, z. B. für das Lösungsmittel, in dem eine kleine Menge einer Substanz gelöst ist. Für kleine Verdünnungen, also z. B. für den gelösten Stoff im Lösungsmittel, gilt das **Henry'sche Gesetz**:

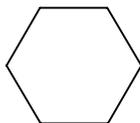
$$p_B = K_B \cdot x_B \quad (K_B = \text{Henry'sche Konstante})$$

Je nach Grad der Verdünnung (sehr groß oder sehr klein) eignet sich das Raoult'sche oder das Henry'sche Gesetz besser zur Berechnung des Partialdruckes.



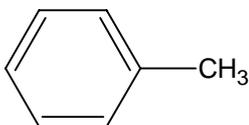
Sicherheit

Cyclohexan



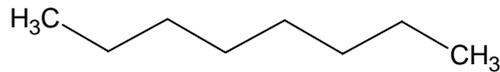
R 11	Leichtentzündlich
R 38	Reizt die Haut
R 50/53	Sehr giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben
R 65	Gesundheitsschädlich: Kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen
R 67	Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
S 16	Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen
S 33	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen
S 60	Dieser Stoff und sein Behälter sind als gefährlicher Abfall zu entsorgen
S 61	Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen/Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen
S 62	Bei Verschlucken kein Erbrechen herbeiführen. Sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder dieses Etikett vorzeigen
F	Leichtentzündlich
Xn	Gesundheitsschädlich
N	Umweltgefährlich

Toluol



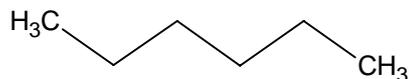
R 11	Leichtentzündlich
R 20	Gesundheitsschädlich beim Einatmen
S 16	Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen
S 25	Berührung mit den Augen vermeiden
S 29	Nicht in die Kanalisation gelangen lassen
S 33	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen
F	Leichtentzündlich
Xn	Gesundheitsschädlich

n-Octan



R 11	Leichtentzündlich
R 38	Reizt die Haut
R 50/53	Sehr giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben
R 65	Gesundheitsschädlich: Kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen
R 67	Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
S 9	Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren
S 16	Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen
S 29	Nicht in die Kanalisation gelangen lassen
S 33	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen
S 60	Dieser Stoff und sein Behälter sind als gefährlicher Abfall zu entsorgen
S 61	Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen/Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen
S 62	Bei Verschlucken kein Erbrechen herbeiführen. Sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder dieses Etikett vorzeigen
F	Leichtentzündlich
Xn	Gesundheitsschädlich
N	Umweltgefährlich

n-Hexan



R 11	Leichtentzündlich
R 38	Reizt die Haut
R 48/20	Gesundheitsschädlich: Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen
R 51/53	Giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben
R 62	Kann möglicherweise die Fortpflanzungsfähigkeit beeinträchtigen
R 65	Gesundheitsschädlich: Kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen
R 67	Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

S 9	Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren
S 16	Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen
S 29	Nicht in die Kanalisation gelangen lassen
S 33	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen
S 36/37	Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzkleidung tragen
S 61	Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen/Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen
S 62	Bei Verschlucken kein Erbrechen herbeiführen. Sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder dieses Etikett vorzeigen
F	Leichtentzündlich
Xn	Gesundheitsschädlich
N	Umweltgefährlich

Durchführung

Gaschromatographie

Es werden jeweils 3 µl eines Gemisches aus n-Hexan und n-Octan bei 94°C und 121°C chromatographiert. Als stationäre Phase wird eine APL-Trennsäule eingesetzt.

APL ist ein Gemisch aus überwiegend hochmolekularen aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen. Es ist bis zu einer Temperatur von 300°C beständig und eignet sich vorwiegend zur Trennung unpolarer Stoffe, wie z.B. Alkanen, Alkenen, Ethern, Halogenalkanen und höheren Estern. Die Länge der im Versuch eingesetzten APL-Säule beträgt 110 cm.

Als Trägergas wird Helium verwendet, das mit etwa 1.5 bar und einem Volumen von 20-30 ml pro Minute durch die Trennsäule geleitet wird. Diese Parameter werden mit dem Druckventil und einer Stoppuhr eingestellt.

Rektifikation

Es wird ein Gemisch aus Cyclohexan und Toluol hergestellt. Vor der eigentlichen Rektifikation muss eine Eichgerade erstellt werden, indem der Molenbruch gegen den Brechungsindex der Lösung aufgetragen wird.

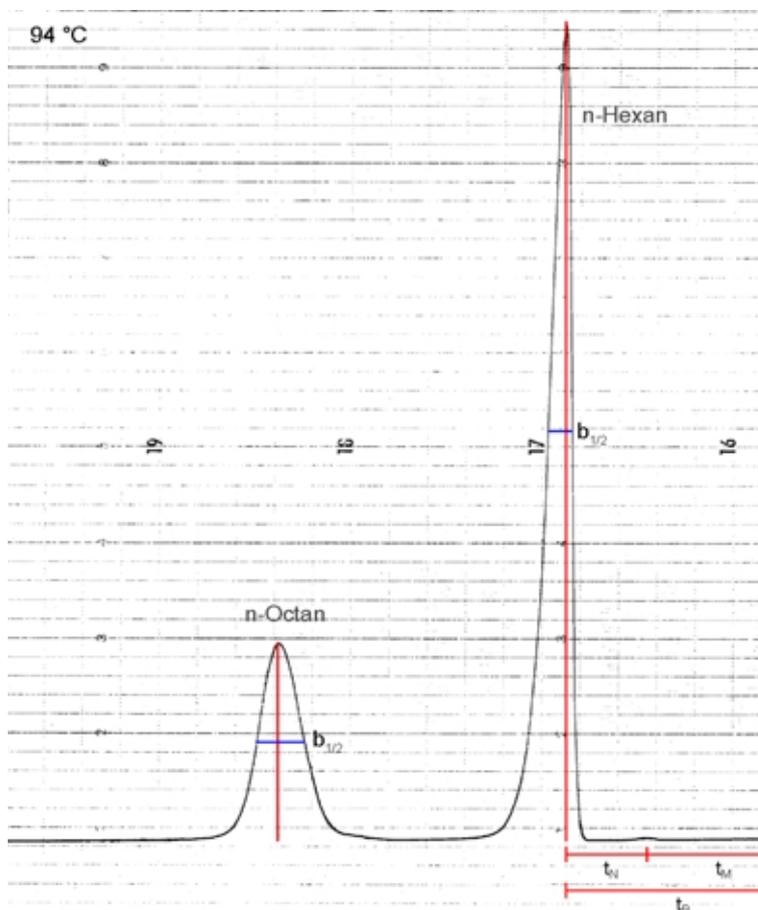
Zu Beginn der Rektifikation wird am Sumpf-Kontaktthermometer im Heizpilz der Anlage die Siedetemperatur eingestellt. Das Kolonnen-Kontaktthermometer am oberen Ende der Säule wird 10°C über dem Siedepunkt der leichter flüchtigen Komponente eingestellt. Die Kolonne wird mit totalem Rücklauf betrieben.

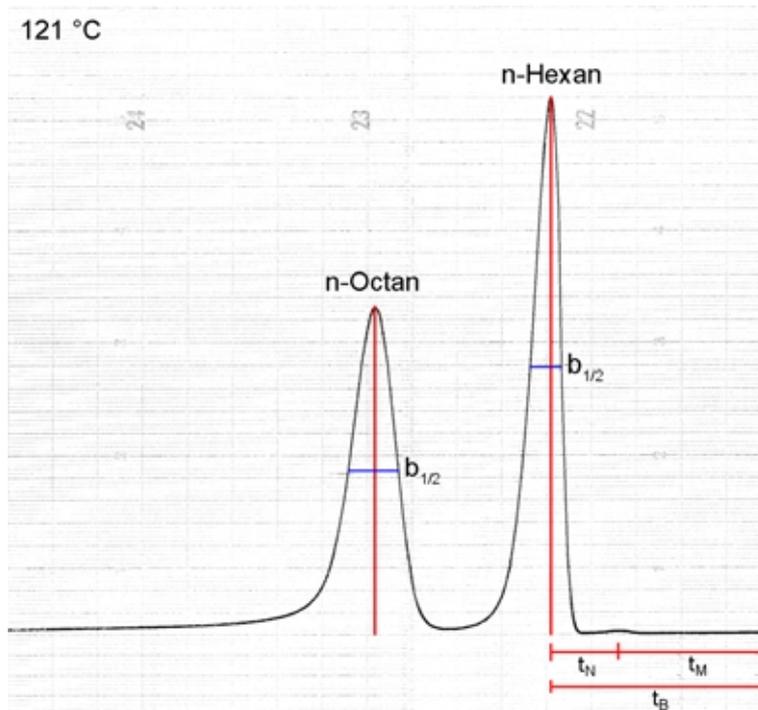
Nach etwa 30 Minuten ist das Gleichgewicht erreicht. Es werden mit einer Spritze aus der Blase und der Destillatentnahme Proben entnommen und über den Brechungsindex die Molenbrüche x_B und x_E bestimmt.

Nun werden weitere Rektifikationen mit endlichen Rücklaufverhältnissen durchgeführt. Der Reihe nach werden 4 verschiedene Verhältnisse eingestellt und jeweils nach einer halben Stunde und dem Erreichen des stationären Zustandes die Zusammensetzung des Blaseninhaltes x_B und des Destillats x_E über den Brechungsindex bestimmt.

Messergebnisse

Gaschromatographie





Bei der Trennung eines n-Hexan und n-Octan-Gemisches wurden die folgenden Bruttoretentionszeiten t_B und Halbwertsbreiten $t_{1/2}$ gemessen. Die Strömungsgeschwindigkeit des Heliums betrug $23.5 \frac{ml}{min}$.

T	n-Octan		n-Hexan	
	t_B in s	$b_{1/2}$ in s	t_B in s	$b_{1/2}$ in s
94	64.8	7.2	153.6	14.4
121	58.8	8.4	104.4	13.8

Rektifikation

Es wurden in fünf Durchgängen die Brechungsindizes der Blase n_B und der Destillatentnahme n_E bestimmt.

Rücklaufverhältnis	1 : 1	2 : 1	5 : 1	9 : 1
n_B	1.471	1.476	1.474	1.480
n_E	1.441	1.432	1.428	1.428

Auswertung**Gaschromatographie**

Aus den gemessenen Werten wird nach

$$N = 5.54 \cdot \left(\frac{t_B}{b_{1/2}} \right)^2 \quad \text{und} \quad \text{HETP} = \frac{\text{Länge der Säule}}{\text{Trennstufenzahl } N}$$

die Trennstufenzahl N und die Bodenhöhe HETP berechnet. Die Länge der Trennsäule betrug 1.1 Meter. Die Trennstufenzahl wurde auf den nächst höheren ganzen Wert gerundet.

T	n-Octan				n-Hexan			
	t _B	b _{1/2}	N	HETP	t _B	b _{1/2}	N	HETP
°C	s	s		mm	s	s		mm
94	64.8	7.2	449	2.450	153.6	14.4	631	1.743
121	58.8	8.4	272	4.044	104.4	13.8	318	3.459

Rektifikation

Zur Erstellung einer Eichgeraden wurden die Brechungsindices der Reinsubstanzen Cyclohexan und Toluol bestimmt.

$$n_D^{20}(\text{Cyclohexan}) = 1.426$$

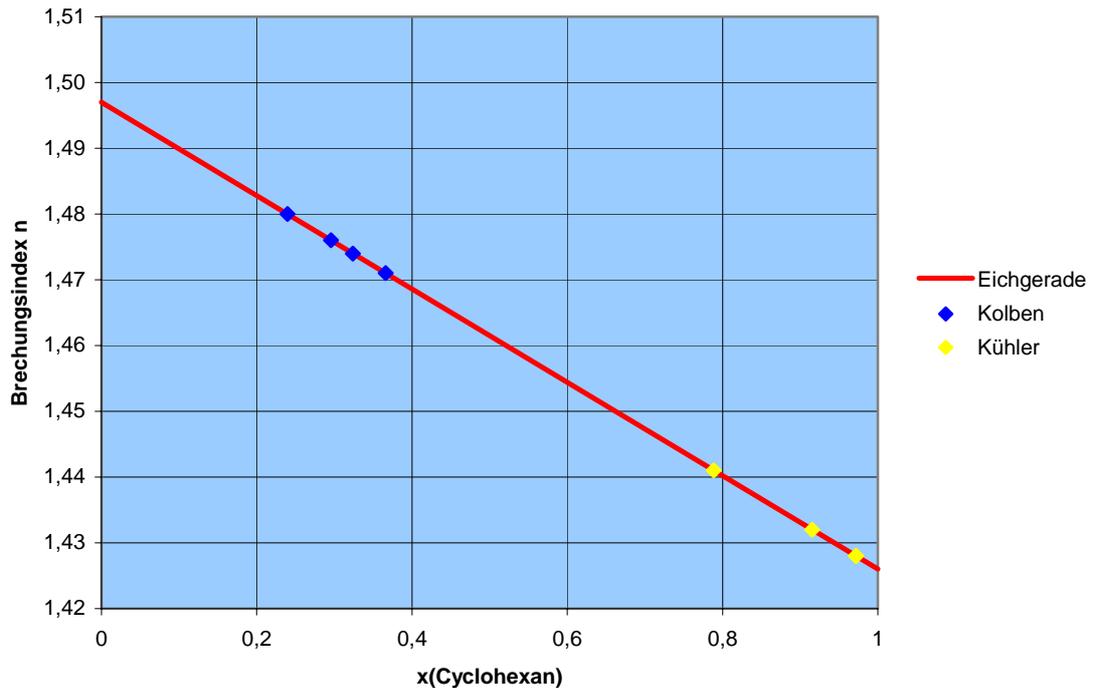
$$n_D^{20}(\text{Toluol}) = 1.497$$

Die Gleichung der Eichgeraden lautet

$$y = 1.497 - 0.071 \cdot x$$

Durch Umformung der Geradengleichung nach x können aus den gemessenen Brechungsindices der entnommenen Proben die Molenbrüche der Bestandteile berechnet werden:

$$x = -\frac{y - 1.497}{0.071}$$



Dabei wurden folgende Werte erhalten:

Rücklaufverhältnis	1 : 1	2 : 1	5 : 1	9 : 1
n_B	1.471	1.476	1.474	1.480
$x_B(\text{Cyclohexan})$	0.37	0.30	0.32	0.24
n_E	1.441	1.432	1.428	1.428
$x_E(\text{Cyclohexan})$	0.79	0.92	0.97	0.97

Zur Ermittlung der theoretischen Bodenzahl werden die erhaltenen Werte für die Molenbrüche von Cyclohexan in das Gleichgewichtsdiagramm der binären Mischung eingetragen. Da die Destillationskolonne mit teilweisem Rücklauf betrieben wird, muss eine Arbeitsgerade anstatt der 45°-Linie verwendet werden. Der Ordinatenabschnitt y_0 lautet unter Berücksichtigung des effektiven Rücklaufverhältnisses

$$\text{Ordinatenabschnitt } y_0 = \frac{x_E}{(v+9)+1} = \frac{x_E}{v_{\text{eff}}+1}$$

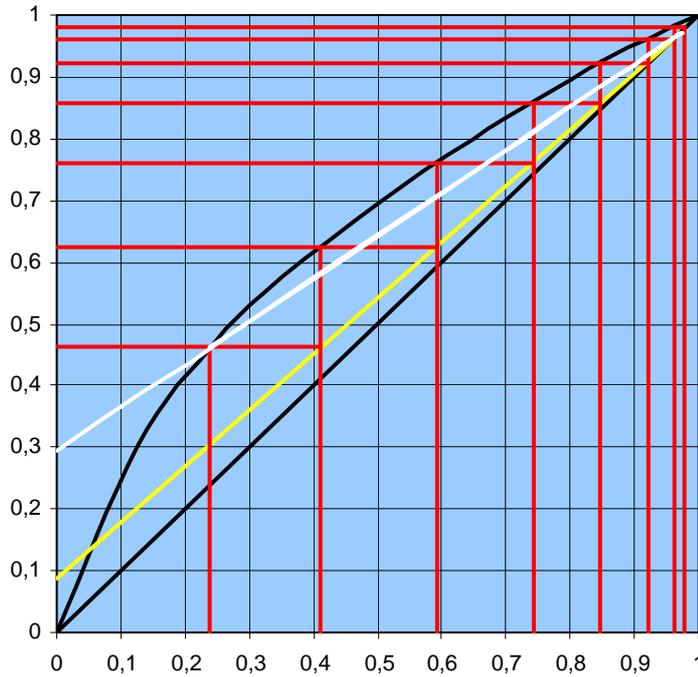
Aus den Punkten $(0 | y_0)$ und $(x_E | x_E)$ kann nun die Arbeitsgerade erstellt werden.

Die Anzahl der theoretischen Böden ist um 1 geringer als die Anzahl der zwischen Gleichgewichtslinie und Arbeitsgerade eingezeichneten Stufen, da der Kolben bereits einen „Boden“ darstellt.

Für die Berechnung des Mindestrücklaufverhältnisses bei unendlicher Bodenzahl muss das effektive Rücklaufverhältnis nicht beachtet werden und es folgt:

$$v = \frac{x_E}{y_0} - 1$$

Rücklaufverhältnis 9 : 1



Es ergeben sich 7 Stufen



Theoretische Bodenzahl 6

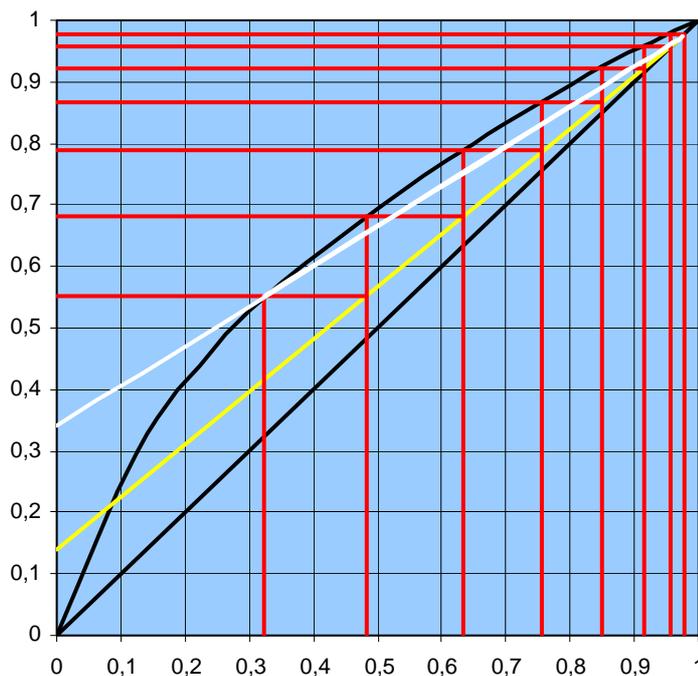
$$x_E = 0.972$$

$$y_0 = 0.295$$



Mindestrücklaufverhältnis
bei unendlicher Bodenzahl:
 $v_{\min} = 2.295 : 1$

Rücklaufverhältnis 5 : 1



Es ergeben sich 7 Stufen



Theoretische Bodenzahl 6

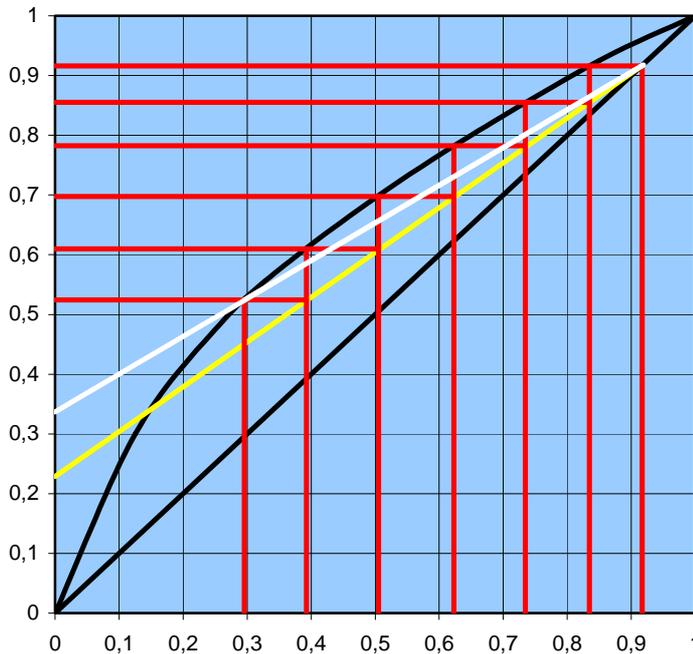
$$x_E = 0.972$$

$$y_0 = 0.342$$



Mindestrücklaufverhältnis
bei unendlicher Bodenzahl:
 $v_{\min} = 1.842 : 1$

Rücklaufverhältnis 2 : 1



Es ergeben sich 6 Stufen



Theoretische Bodenzahl 5

$$x_E = 0.915$$

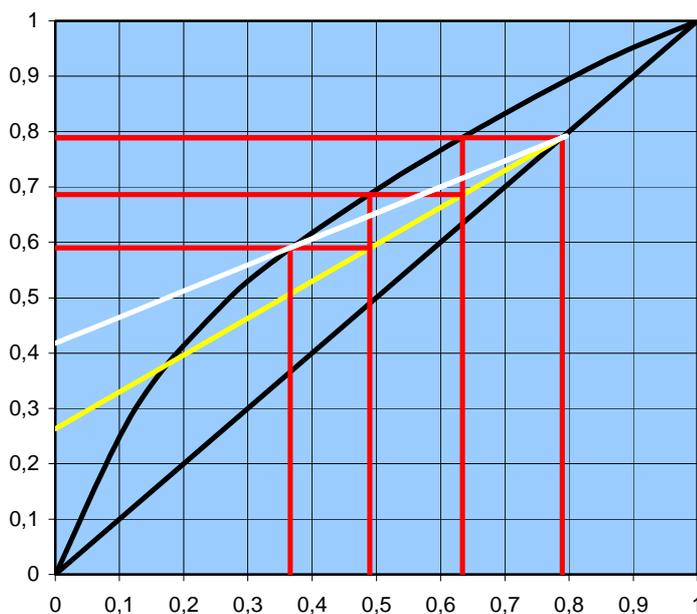
$$y_0 = 0.337$$



Mindestrücklaufverhältnis
bei unendlicher Bodenzahl:

$$v_{\min} = 1.715 : 1$$

Rücklaufverhältnis 1 : 1



Es ergeben sich 3 Stufen



Theoretische Bodenzahl 2

$$x_E = 0.789$$

$$y_0 = 0.418$$



Mindestrücklaufverhältnis
bei unendlicher Bodenzahl:

$$v_{\min} = 0.888 : 1$$

Fehlerbetrachtung

Bei der Gaschromatographie fallen vor allem die Ungenauigkeiten bei der grafischen Auswertung ins Gewicht, bei der sehr kleine Ablesefehler das Ergebnis schon um mehrere Prozent verändern. Außerdem konnte keine absolute Einhaltung der äußeren Bedingungen garantiert werden. Dazu zählen vor allem die Strömungsgeschwindigkeit des Heliums und die Temperatur, deren Schwankungen Detektorfehler verursachen.

Bei der Rektifikation ziehen Schwankungen der äußeren Temperatur noch stärkere Abweichungen nach sich. Hinzu kommen noch Ablesefehler bei der Bestimmung der Brechungsindices. Dadurch sind die gemessenen Molenbrüche mit Fehlern behaftet.

Gesamtdiskussion

Die Ergebnisse der Gaschromatographie waren bei geringem Arbeits- und Zeitaufwand durchaus befriedigend. Die Rektifikation liefert – wenn auch mit großem apparativen Aufwand – gute Trennungsergebnisse.

Dieses Protokoll wurde selbstständig erstellt.