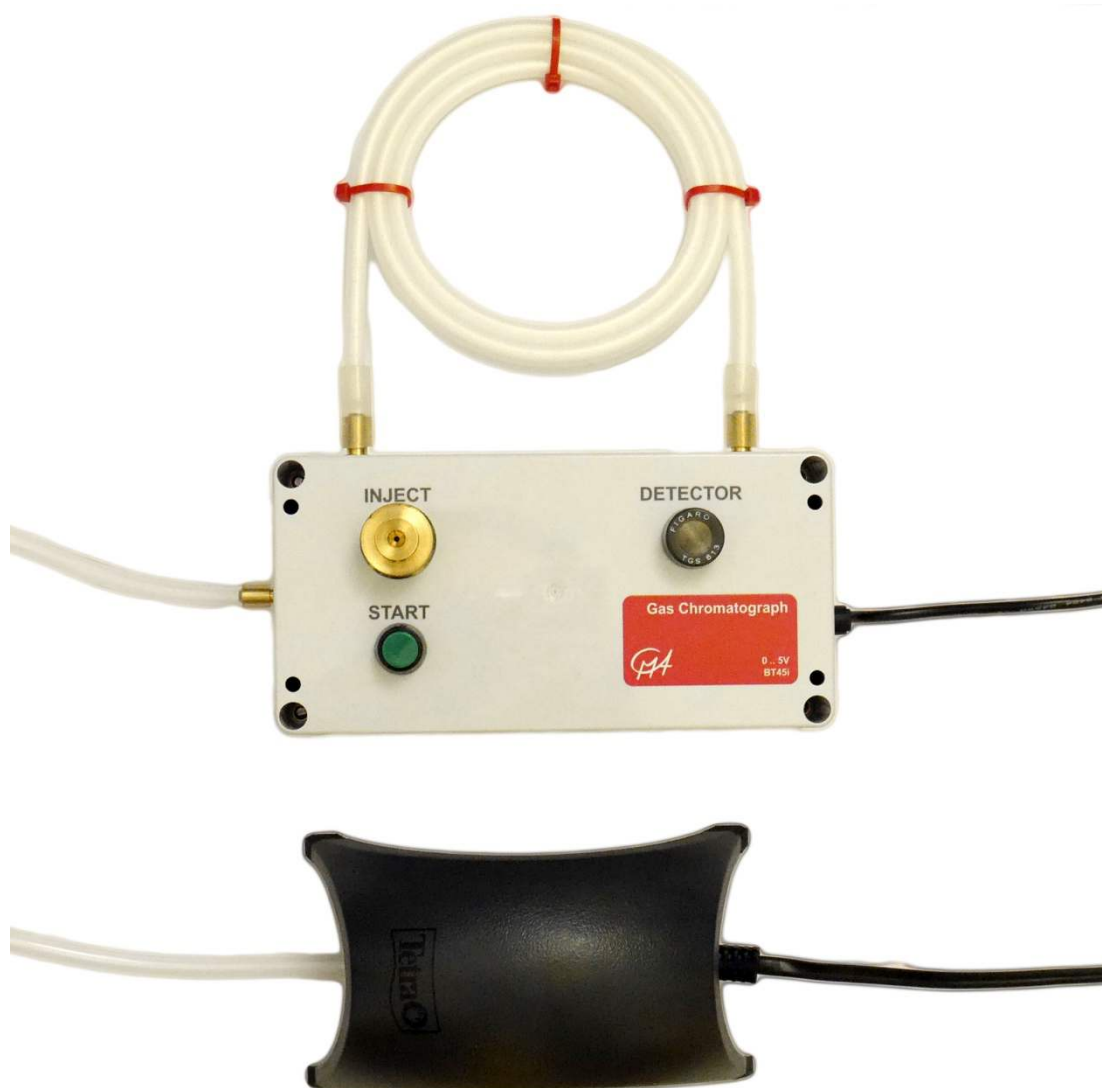

GASCHROMATOGRAAF BT45i

GEBRUIKERSHANDLEIDING



CENTRUM VOOR MICROCOMPUTER APPLICATIES

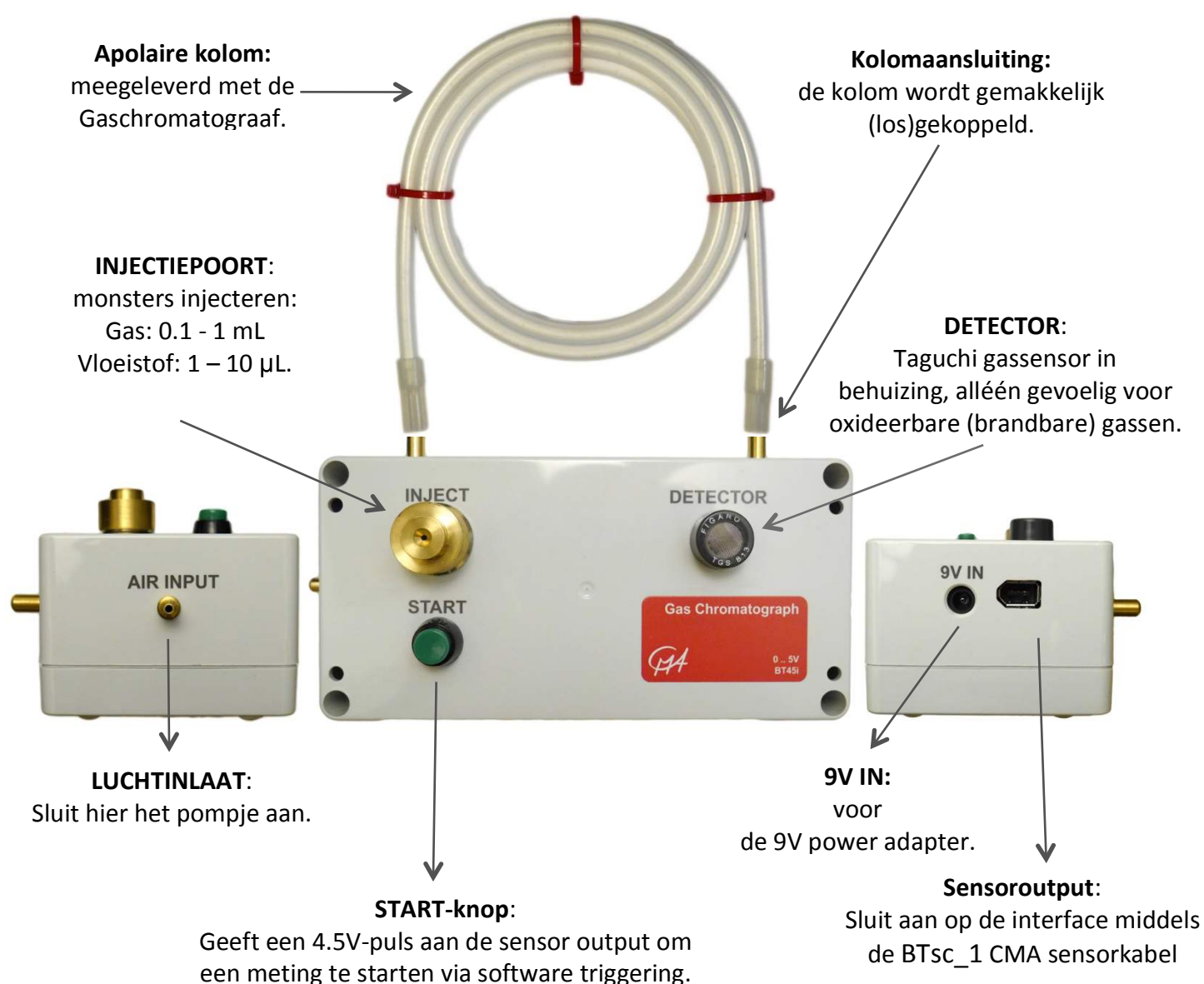
cma-science.nl

Korte beschrijving

De Gaschromatograaf BT45i (hierna GC) is een low budget ontwerp voor educatief gebruik. Hij is ontworpen om mengsels van gasen of vluchtige vloeistoffen te scheiden en onderscheiden aan de hand van hun specifieke doorstroomtijden. De GC functioneert bij kamertemperatuur; er is dus geen langdurige opwarming nodig.

De CMA GC BT45i wordt geleverd met:

- apolaire kolom,
- lucht pomp,
- 9V power adapter,
- 3 injectiespuiten (1 mL volume) met 3 korte naalden (0.5 × 16 mm),
- twee reserve septa (een derde septum is reeds geplaatst onder de injectie-opening),
- 40-cm PVC slang,
- wegwerpaansteker.



De GC BT45i wordt rechtstreeks verbonden met de analoge BT ingangen van de CMA interfaces. De benodigde sensor kabel van BT naar IEEE1394 (Artikelnummer BTsc_1) wordt **niet** meegeleverd en is verkrijgbaar in onze webwinkel.

Voorzichtig:

- Het werken met de GC impliceert werken met brandbare stoffen. Houdt u zich aan de algemene veiligheidsvoorschriften voor het werken met brandbare gassen en vloeistoffen.
- Draag gezichtsbescherming. Bescherm armen en handen middels een labjas met lange mouwen en handschoenen.
- Bij vloeistofmonsters: injecteer nooit meer dan 10 µL vloeistof. Teveel vloeistof kan de kolom permanent beschadigen.
- Plaats de beschermhuls van de injectienaald direct na gebruik terug over de naald.

Overzicht van GC onderdelen

De GC bestaat uit een aantal elementen.

1. Draaggas

Een luchtpomp levert het draaggas. Het draaggas is dus lucht. De pomp wordt verbonden met de inlaat via de meegeleverde plastic slang. Intern is deze inlaat doorverbonden naar de injectiekamer, die zich onder de injectie-opening bevindt.

2. Monsters injecteren

Een monster wordt geïnjecteerd via de injectiepoort. Bij gebruik van de metalen injectienaald, steek de naald in de injectiepoort en doorboor hiermee het septum (de niet-zichtbare schijf van siliconenrubber, aanwezig onder de injectiepoort). De injectiespuit moet dan vlot geleegd worden op hetzelfde moment dat de meting in Coach wordt gestart; gebruik van Triggering is aanbevolen. Laat de naald in het septum.

Gasmonsters injecteren

Veel gasbronnen kunnen het beste zonder naald worden opgezogen. Herplaats dan de naald; druk de naald van de gevulde injectiespuit loodrecht in het gaatje aan de bovenkant van de injectiepoort en druk de spuit in één keer leeg. Het meest geschikte sample volume is afhankelijk van de samenstelling van het gasmonster en het type kolom. Men bepaalt dit experimenteel. Een goed startpunt is 0,2 mL (voor aanstekergas in combinatie met de apolaire kolom).

Vloeistofmonsters injecteren

Het injecteren van vloeistoffen kan alleen met een microliterspuit. Een standaard microliterspuit heeft een naaldlengte van 50 mm. Deze mag niet meer dan 16 mm diep in de injectiepoort worden gestoken, om schade te voorkomen aan de interne injectiekamer en aan de naald.

Injecteer alleen zeer vluchtige vloeistoffen, zo zuiver mogelijk. Door de injectie van vloeistoffen bestaat de kans op vervuiling van de injectie-poort door niet-vluchtige componenten. De injectiepoort moet dan regelmatig worden gereinigd met ethanol.

Gebruik van de microliterspuit

- Wees heel voorzichtig met een microliterspuit. Een kromme naald of een kromme zuiger maakt de spuit onbruikbaar. Gebruik maximaal $\varnothing 0.5 \times 16$ mm naald.
- Bevestig de naald op de spuit door hem samen met het beschermkapje erop te duwen. Verwijder het beschermkapje slechts kort tevoren: dit kan door tegelijkertijd te draaien en te trekken.

Het injectiesepalum

Het injectiesepalum bestaat uit een siliconenrubber schijfje ($\varnothing 12 \times 2\text{mm}$). Het septum heeft een levensduur van 50-100 injecties. Als het septum vaak gebruikt is kan het gaan lekken. Dit is te merken aan drukverlies (langere retentietijden) en lagere pieken door het weglekken van het monster. Men kan het septum zelf vervangen door de meegeleverde reserves. Schroef de dop los, vervang het septum, en schroef handmatig de dop terug.

3. Kolom

De kolom bestaat uit een opgerolde plastic slang gevuld met kleine korrels. Het geïnjecteerde monster stroomt door deze kolom samen met het dragergas. In de kolom zullen de componenten van het monster voortdurend condenseren op de korrels, zodat ze niet meer bewegen en daarna weer verdampen zodat ze verder gevoerd worden. Stoffen met een laag kookpunt die gemakkelijker verdampen zullen relatief sneller door de kolom gaan. De totale tijd die een stof nodig heeft om door de kolom te gaan is de retentietijd. Het uiteinde van de kolom is intern gekoppeld aan een uitstroomopening via de gasdetector.

De meest gebruikte kolom, een apolaire, is meegeleverd met de GC BT45i.

Een polaire kolom en een korte (snelle) apolaire kolom zijn niet meegeleverd, maar kunnen apart aangeschaft worden.

4. Detectie

Het detectiesysteem van de GC is gebaseerd op de Taguchi gassensor TGS813. De gassensor bevindt zich op een voet buiten de behuizing van de GC en kan gemakkelijk worden uitgenomen. De gassensor kan op twee manieren in de voet worden geplaatst; door de symmetrische pinbezetting zijn beide manieren juist. Het ventilatierooster van de gassensor mag niet worden afgedekt tijdens gebruik. Het actieve element van de gassensor is een halfgeleider voorzien van tin-dioxide (SnO_2). De sensor is alléén gevoelig voor oxideerbare (brandbare) gassen zoals waterstof, alkanen, alkenen, alcoholen, etc. Deze gassen en dampen worden geoxideerd door de zuurstof op de sensor; contact met de-oxiderende gassen genereert ladingdragers, waardoor de geleidbaarheid van de halfgeleider toeneemt; dit uit zich met een voorschakelweerstand tot een spanning die gemeten wordt door de Coach interface.

5. De START-knop

Precies op het moment van injecteren moet de meting worden gestart. De START-knop maakt het mogelijk de meting op afstand te starten via de Coach software; de juiste trigger-voorwaarde moet zijn ingesteld. De startknop genereert een voltage van ca. 4,5 volt op de sensoruitgang.

Metten met de GC sensor via de Coach software

1. Installeren van de GC.

- Sluit de kolom aan op de beide connectors bovenop de GC.
- Sluit de pomp met PVC slang aan op de luchtinlaat van de GC, links.
- Geef de pomp stroom.
- Geef de GC stroom via de 9V adapter en de ronde plug/connector in de GC.

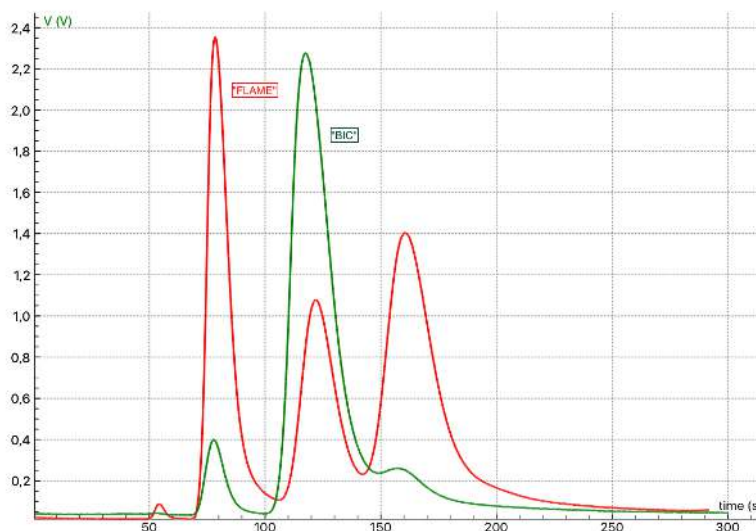
- De GC is nu klaar voor gebruik. De GC kan plat op tafel worden gebruikt om gemakkelijker te injecteren, maar kan ook verticaal geplaatst worden voor betere zichtbaarheid vanuit het klaslokaal.
2. Voorbereiden meting in de Coach software.
- Verbind de GC met een Coach interface. Gebruik een analoge ingang en de sensor kabel (niet meegeleverd).
 - De GC heeft een EEPROM geheugen chip met informatie over de sensor: deze informatie wordt standaard gebruikt en Coach meet spanningen tussen 0 en 5 Volt. De sensor wordt automatisch herkend door Coach en de actuele meetwaarden worden op het computerscherm getoond op het icoon binnen de interface. Indien de GC niet automatisch wordt herkend moet men de sensor handmatig selecteren uit de Coach Sensorbibliotheek. Een Voltmeter 0-5 V volstaat ook.
 - De GC sensor produceert een minimale output van ongeveer 0,15 V wanneer er niets gedetecteerd wordt. Deze mag men in mindering brengen: klik met de rechtermuisknop op het icoon van de sensor: **Instellen op > Nul**.
 - Om de START-knop te kunnen benutten moeten overeenkomstige triggervoorwaarden zijn ingesteld: Kies **Inschakelen** en **Triggerwaarde** 4 Volt en de richting: **op** (of **neer** als men dat prettiger vindt).
 - Stel de gewenste meetduur in afhankelijk van het te onderzoeken mengsel (bij aanstekergas is 350 seconden voldoende). Een meetfrequentie van 5 of 10 per seconde volstaat.
3. Uitvoeren van de meting.
- Vul de injectiespuit met het monster (zie details onder '2. Monsters injecteren').
 - Druk op de START-knop in Coach. Indien correct ingesteld, zal Coach wachten met meten tot de Triggervoorwaarde is bereikt; daarna zal de meting automatisch gaan lopen, dus na het indrukken van de START-knop op de GC.
 - Injecteer het monster en druk gelijktijdig op de START-knop. Het best worden beide handelingen verricht door dezelfde persoon.
 - Bepaal de retentietijden vanuit je chromatogram.

De onderstaande tabel toont een voorbeeld van retentietijden met de apolaire kolom. De retentietijden wisselen bij elke combinatie van kolom, pomp, en hangen af van temperatuur. Noteer de eigen gevonden waarden in de lege kolommen.

Stof	Retentie tijd (s)			
waterstof	44.5			
methaan	46.4			
etheen	50.0			
ethaan	52.5			
propeen	65.6			
propaan	68.5			
methylpropaan	95.1			
1-buteen	105			
n-butaan	119			
2,2-dimethylpropaan	138			

2-methylbutaan	207			
1-penteen	219			
methylnethanoaat	223			
n-pentaa	257			
2,2-dimethylbutaan	383			
ethylmethanoaat	440			
methylethanoaat	450			
2,3-dimethylbutaan	455			
2-methylpentaan	506			
3-methylpentaan	562			
1-hexeen	583			
n-hexaan	680			
ethylethanoaat	899			
benzeen	968			
2,2-dimethylpentaan	970			
2,3-dimethylpentaan	970			
3-ethylpentaan	1567			
n-heptaan	1900			
methylbenzeen	3080			
n-octaan	5470			

Nevenstaand diagram toont twee voorbeeld chromatogrammen van de aanstekers van merk "FLAME" en "BIC". In beide gevallen werd 0,2 mL gas geïnjecteerd. De gemeten retentietijden kunnen uitgelezen worden uit het chromatogram en vergeleken met de zelfgemaakte opzoektabel, om te zien welke componenten in het mengsel aanwezig zijn. Aan de piekhoogte kan men zien hoeveel stof aanwezig is (niet lineair).



Noot: Als de gaschromatograaf gedurende langere tijd niet gebruikt is, is het aan te bevelen om de gassensor 24 uur lang 'in te branden' voor gebruik. Hierbij hoeft de pomp of de meetcomputer niet te worden aangesloten. Alleen de netadapter aansluiten op de 9V ingang is voldoende. Dit inbranden verhoogt de reproduceerbaarheid en de gevoeligheid van de sensor.

Suggesties voor experimenten

De GC BT45i is zeer geschikt voor het demonstreren van de principes van gas chromatografie. Door de eenvoudige montage en werking bij kamertemperatuur is de voorbereiding snel. Een aantal suggesties:

- **Aanstekergas:** Gas uit een aansteker bevat propaan, methylpropaan en butaan.

Kleine hoeveelheden ethaan en pentaan worden ook vaak gemeten. Door het chromatogram van twee verschillende aansteker-merken te vergelijken kunnen zowel kwantitatieve als kwalitatieve aspecten van GC worden besproken.

- **Aardgas:** De eerste piek in het chromatogram van aardgas is afkomstig van methaan. Door het kleine verschil in retentie tussen methaan en ethaan zal ethaan geen afzonderlijke piek krijgen. Wel zijn vaak propaan en butaan aan te tonen. Aardgas bestaat voor ongeveer 14% uit stikstof. De detector is echter niet gevoelig voor stikstof.
- **Ruwe aardolie:** In een vat ruwe aardolie zijn de lichtere fracties aanwezig in de olie, maar ook als damp boven de olie. Met de GC BT45i kan de damp boven de olie worden onderzocht. Bij olie van een andere vindplaats worden dezelfde gassen in een andere verhouding gevonden. Tijdens de destillatie van ruwe aardolie kunnen monsters worden genomen uit de condensator bij verschillende temperaturen.
- **Spiritus:** Onderzoek aan brandspiritus laat zien dat spiritus uit meer dan alleen ethanol en methanol bestaat. Voor onderzoek aan polaire stoffen zoals alcoholen is een polaire kolom nodig.
- **Biogas:** Gas uit een sloot of uit een (zelfgemaakte) biogasinstallatie kan worden onderzocht.
- **Waterstofgas:** Waterstofgas is ook gemakkelijk zuiver te verkrijgen (toestel van Hofmann of zuur + metaal). De retentietijd van waterstof is zeer klein. Hierdoor is waterstof zeer geschikt voor metingen aan de detector en voor het bepalen van de dode tijd (=retentietijd van een inerte component of van het dragergas).
- **Drijfgas uit een spuitbus:** Lange tijd zijn CFK's gebruikt als drijfgas. Deze zijn sinds 1989 verboden vanwege milieueffecten. Welke drijfgassen worden tegenwoordig gebruikt in een deodorant spuitbus?
- **Onderzoek aan de detector:** De gevoeligheid van de detector voor waterstof kan worden onderzocht. Hoeveel waterstof is nodig om aan de uitgang een nét waarneembaar signaal te krijgen?
- **Het ijken van de detector:** Als het signaal lineair zou zijn, is het oppervlak van een piek in het chromatogram een maat voor de hoeveelheid van een bepaald gas, en is de draaggasstroomsnelheid constant, dan zou de Y-as van het chromatogram theoretisch geijkt kunnen worden in mol.s^{-1} . Is dit in de praktijk ook zo? Is de ijking hetzelfde voor verschillende gassen?
- **Forensisch onderzoek:** Gebruik de GC om de bron van een onbekend benzinemonster te achterhalen. Vergelijk het chromatogram van het monster met de chromatogrammen van verschillende merken benzine (geen diesel). Een veel snellere variant is het vergelijken van een gasvormig monster met een aantal verschillende sigarettenaanstekers.
- **Methanol in witte wijn:** Witte wijn bevat vaak kleine hoeveelheden van het giftige methanol. Met een polaire kolom kan methanol worden gescheiden. Eerst moet de wijn worden gedestilleerd. Om te voorkomen dat niet-vluchtige bestanddelen de kolom vervuilen moet het destillaat worden geïnjecteerd; niet de wijn.

Bekijk de Leermiddelen-sectie op de CMA website (<https://cma-science.nl>) voor kant-en-klare lessen met de Gaschromatograaf BT45i.

Technische Specificaties

<i>Sensor type</i>	Analoog, genereert een signaal tussen 0 en 5 V
<i>Meetbereik</i>	0 .. 5 V
<i>Resolutie bij een 12- bits 5V AD converter</i>	1,25 mV
<i>Gasdetector</i>	TGS813 gassensor Optioneel kan de TGS822 sensor gebruikt worden, die gevoeliger is voor alcoholen-damp (www.figarosensor.com)
<i>Drager Gas</i>	Lucht
<i>Drager Gasdruk</i>	150 mbar
<i>Voeding GC</i>	9 V (externe 230V adapter meegeleverd)
<i>Stroombehoefte</i>	170 mA
<i>Startknop</i>	+4.5 V puls
<i>Werktemperatuur</i>	20°C - 50°C
<i>Apolaire kolom: Geschikt voor scheiden van apolaire gassen en vluchtige vloeistoffen</i>	Herkenbaar aan rode tie-wraps afmetingen: Ø 4 × 1500 mm stationaire fase: siliconenolie 15% support: chromosorb W 60 - 80
<i>Injectiesepium</i>	siliconen rubber schijf, Ø 12 × 2 mm (drie meegeleverd)
<i>Injectiespuit</i>	1 mL volume (drie meegeleverd)
<i>Injectienaald</i>	Ø 0.5 × 16 mm maximum (drie meegeleverd)
<i>PVC slang</i>	4 × 6 × 400 mm
<i>Sensor-interface connectorkabel</i>	BT naar IEEE1394 sensorkabel. Deze wordt <u>niet</u> standaard meegeleverd met de sensor.

Noot: Een polaire kolom en een korte (snelle) apolaire kolom zijn niet meegeleverd, maar kunnen apart aangeschaft worden..

Garantie:

De Gaschromatograaf BT45i is gegarandeerd vrij van materiaal- en constructiefouten gedurende 24 maanden na datum van aankoop mits deze onder normale laboratoriumomstandigheden wordt gebruikt. Deze garantie geldt niet als de sensor in een (lab)ongeluk beschadigd raakt of foutief is gebruikt.

N.b.: Dit product is alleen voor onderwijskundige doeleinden geschikt. Het is niet geschikt voor industriële, medische of commerciële doeleinden of onderzoek op hoog niveau.

Rev. 03/12/2019