

Afdeling SERH

1985-12-23

RAPPORT 85.127

Pr.nr. 505.0720

Onderwerp: Handleiding voor de GC-IR
combinatie
(Carlo Erba Fractovap 4160-
Bruker IFS-85).

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd, afdeling SERH, bibliotheek (2x),
projektleider, projektbeheer, circulatie.

Projekt: Ontwikkeling en toepasbaarheid van spectroscopische analyse-
methoden.

Onderwerp: Handleiding voor de Carbo Erba - Bruker GC-IR combinatie.

Doel:

Het beschrijven van de mogelijkheden en de hantering van on-line GC-IR.

Samenvatting:

Naast de handleiding van het werken met de Bruker IFS 85 FTIR spectrofotometer is aanvullende informatie gewenst over het gebruik en onderhoud van de GC-interface met bijbehorende detector. Dit verslag is gebaseerd op onze ervaring met het werken met GC-IR.

Aan de hand van het testmengsel wordt systematisch aangegeven hoe IR-spectra tot stand komen.

Conclusie:

Onderzoek met de GC-IR on-line techniek blijkt goed mogelijk. De kwaliteit van het infraroodspectrum is uiteraard afhankelijk van de hoeveelheid van de te onderzoeken component, die door de kolom gaat. Voor een goed IR-spectrum is vooralsnog 400 ng van de te onderzoeken component nodig.

Verantwoordelijk: dr W.G. de Ruig

Samensteller: J.M. Weseman

Projektleider: J.M. Weseman



Inhoud

1. Inleiding
2. Samenstelling
 - 2.1 Gaschromatograaf
 - 2.2 "Light-pipe"
 - 2.3 MCT detector/FID detector
3. Schema gaschromatograaf met "light-pipe", MCT- en FID-detector
4. Onderhoud en gebruik van de "light-pipe" en MCT-detector
 - 4.1 "Light-pipe"
 - 4.2 MCT-detector
5. GC-IR software
 - 5.1 Parameterlijst GC-IR
 - 5.2 "Window-setting"
 - 5.3 GC-run
 - 5.4 Overzicht van de blokken met opgeslagen scans
 - 5.5 Het maken van "single-beam" spectra
 - 5.6 Het maken van "double-beam" transmissiespectra
 - 5.7 Het maken van absorptiespectra
 - 5.8 Library-search
6. Onderzoek testmengsel Chrompack VI 6606
 - 6.1 Samenstelling
 - 6.2 Conditie gaschromatografie
 - 6.3 Conditie "light-pipe"/transfertube
7. Resultaat chromatogram met MCT- en FID-detector
 - 7.1 Signaal MCT-detector
 - 7.2 Signaal FID-detector
8. Gekozen cursorwaarden c.q. retentietijden
 - 8.1 Opgeslagen interferogram
 - 8.2 Cursorwaarden, die corresponderen met de gecreëerde "single-beam" spectra
9. Infraroodspectra/Library-search
10. Opmerking ingestelde temperatuur van de "light-pipe"
11. Hoeveelheid van de component in de "light-pipe"
12. Conclusie
13. Literatuur
14. Lijst van betekenissen van de gebruikte afkortingen.

1. Inleiding

Infraroodspectra vormen voor te onderzoeken verbindingen een karakterisering met grote informatie inhoud.

Infraroodspectroscopie is daarom een aantrekkelijke techniek voor identificatie. Wel is het hierbij gewenst de stof zo zuiver mogelijk beschikbaar te hebben, gescheiden van andere componenten. Een zeer goede scheidingstechniek is gaschromatografie.

Door de grote gevoeligheidswinst van de moderne Fouriertransformatie infraroodspectrofotometers en de moderne snelle computers is het met deze apparatuur mogelijk per tijdseenheid een groot aantal spectra op te nemen zodat een on-line koppeling GC-FTIR mogelijk is.

Het RIKILT beschikt over een Bruker IFS-85 FTIR, gekoppeld via een GC-interface met een Carbo Erba gaschromatograaf (type Fractovap 4160 met temperatuurprogrammering).

In dit rapport wordt van de voorhanden zijnde apparatuur de hoedanigheden, onderhoud, gebruik en gegevensverwerking besproken. Dit geschiedt mede aan de hand van een testmengsel.

2. Samenstelling apparatuur

(zie ook verslag 85.83).

Om infraroodspectra op te kunnen nemen van componenten, die van een gaschromatografische kolom komen, hebben we naast de standaard IFS-85 apparatuur nog nodig een gaschromatograaf en een GC-interface. In de interface bevinden zich de "light-pipe" en de MCT-detector.

2.1 Gaschromatograaf

Voor het onderzoek met GC wordt split-injectie toegepast. Hiermee komt slechts een gedeelte van de geïnjecteerde hoeveelheid mengsel op de kolom afhankelijk van de ingestelde splitverhouding. Voor GC-IR onderzoek van componenten in oplossing, is deze ongeveer 1:1 dat wil zeggen dat van de geïnjecteerde hoeveelheid mengsel de helft op de kolom komt. Slechts voor het onderzoek van oplosmiddelen is een grotere splitverhouding gewenst (b.v. 1:20, waarbij dan 1 deel over de kolom gaat). Omdat de meetcel (light-pipe) een grotere inwendige diameter heeft dan de capillaire kolom moet extra gas (make-up) worden ingeleid. Dit gebeurt vanaf de on-column injector van de gaschromatograaf, via een capillair en komt vlak bij het KBr venster de "light-pipe" in (zie afbeelding).

2.2 "Light-pipe"

De meetcel of "light-pipe" is 20 cm lang en heeft een inwendige diameter van 2 mm en is via een transfertube gekoppeld met de GC-kolom. Zowel de "light-pipe" als de transfertube kunnen via temperatuurregelaars op een gewenste temperatuur gebracht worden.

De binnenzijde van de glazen "light-pipe" is met goud gecoat.

2.3 MCT-detector/FID-detector

De Mercury-Cadmium-Tellurium (MCT) detector wordt tijdens gebruik met vloeibare stikstof gekoeld. Met behulp van een trechttertje worden heel voorzichtig kleine hoeveelheden vloeibare stikstof in de detector geschonken. Nadat een soort kookvertraging is opgetreden kan de detector helemaal worden gevuld met vloeibare stikstof. Het infraroodsignaal wordt gevolgd via het beeldscherm FPK-mode, waarbij het interferogram is te zien met de bijbehorende energiewaarde.

De Flame-Ionization-Detector (FID) in de gaschromatograaf wordt thans geschakeld achter de "light-pipe", waardoor het signaal niet optimaal is (de toevoeging van make-up gas heeft een negatieve uitwerking op het FID-signaal). In de toekomst kan een splitter ingebouwd worden waardoor al voor de "light-pipe" een klein gedeelte van de te onderzoeken gasstroom rechtstreeks naar de FID-detector wordt geleid.

3. Schema gaschromatograaf met "light-pipe" MCT- en FID-detector

In figuur 1 is schematisch de opstelling weergegeven voor GC-IR koppeling.

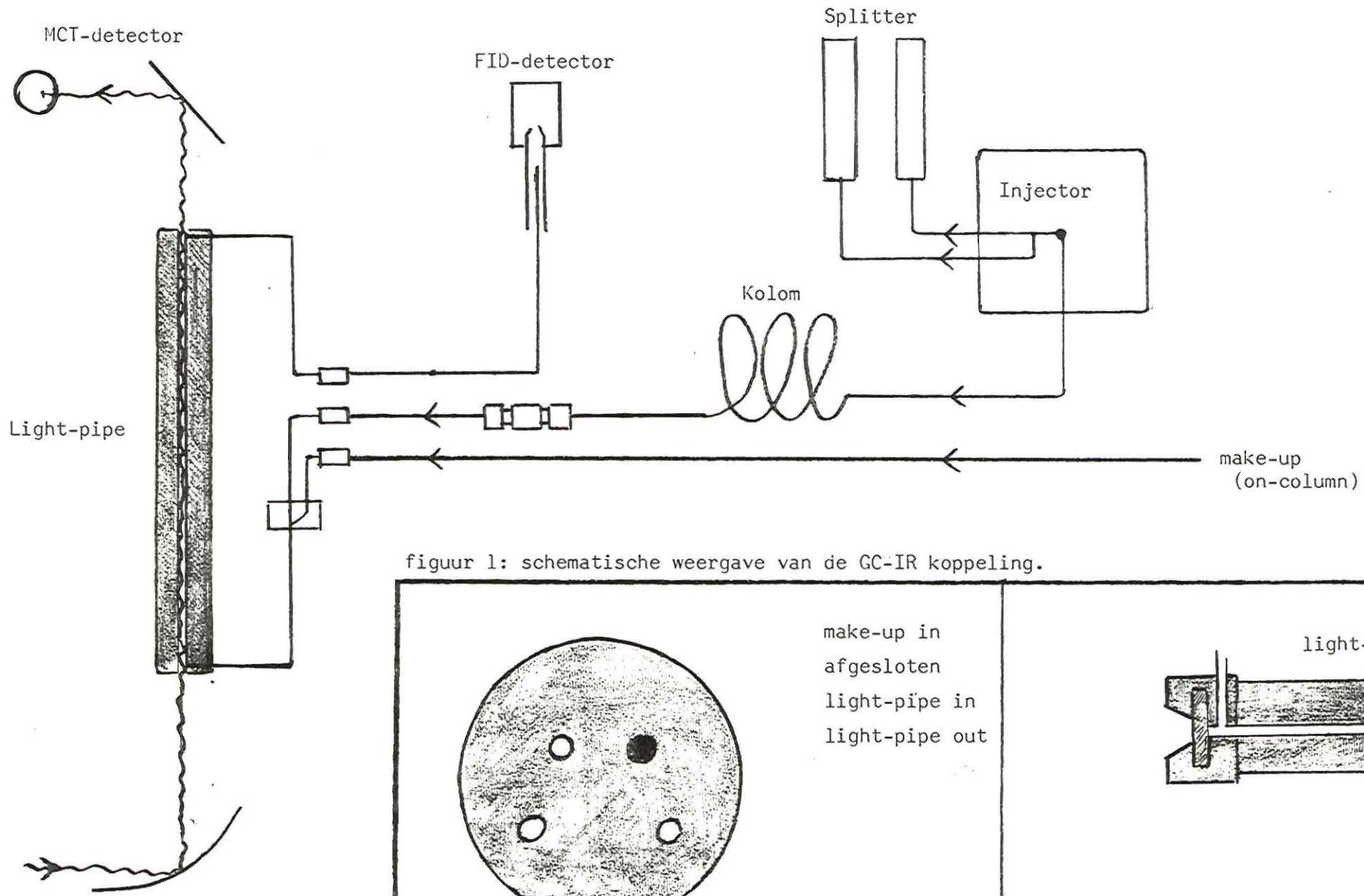
In figuur 2b is de aansluiting weergegeven van de capillaire kolom met de "light-pipe".

4. Onderhoud en gebruik van de "light-pipe" en MCT-detector

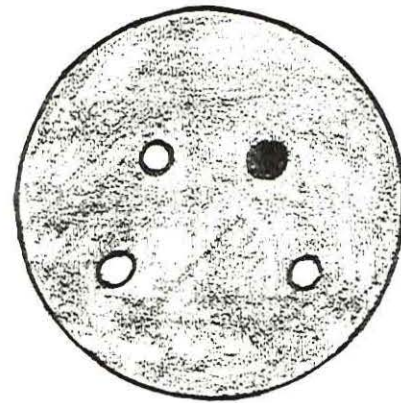
4.1 "Light-pipe"

De "standby" temperatuur van de "light-pipe" en de transfertube is 80°C die van de GC-kolom 70°C. Om condensatie te voorkomen moet de temperatuur van de "light-pipe" altijd hoger zijn dan die van de kolom.

Tijdens de analyse moet de temperatuur van de "light-pipe" 10°C hoger ingesteld worden dan die van de GC-kolom. Dit gebeurt met stappen van 40°C.

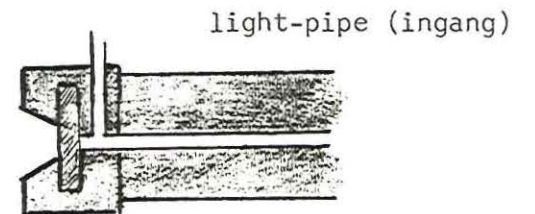


figuur 1: schematische weergave van de GC-IR koppeling.



figuur 2a: dwarsdoorsnede "transfertube"

make-up in
afgesloten
light-pipe in
light-pipe out



figuur 2b: aansluiting kolom en light-pipe.

Pas als de nieuw ingestelde temperatuur is bereikt (te zien aan de controle-schakelaar op het front-paneel van de interface) wordt hoger ingesteld.

De maximaal instelbare temperatuur bedraagt 300°C of de maximum temperatuur voor de gebruikte kolom als die hoger is. Een probleem bij hoge temperatuur vormt de kolom-bleeding, waardoor het capillair dat zich in de transfertube bevindt kan vastkleven aan de wand. De GC-kolom is via een apart stukje capillair verbonden met de "light-pipe", zodat vervanging van de kolom niet zo ingewikkeld is. Men zij echter bijzonder voorzichtig met het capillair, dat uit de transfertube steekt. Breuk kan veel ellende veroorzaken, omdat het oude capillair uit de transfertube verwijderd moet worden, waarna een nieuwe ingebracht moet worden. Op dit moment is hier nog geen ervaring mee opgedaan, maar via aanwijzingen tijdens de installatie van de GC-interface is gebleken dat dit vervangen van een capillair gedaan kan worden door eerst de oude op te meten, een merkstreepje aan te brengen op de nieuwe en deze in FPK-mode zover de transfertube in te schuiven tot deze in de energiebundel terecht komt. Kom vooral niet aan de justerspiegels, omdat justeren een zeer tijdrovende bezigheid is. De energiebundel moet recht door de "light-pipe", dus niet via reflectie via de wand.

4.2 MCT-detector

Van tijd tot tijd moet de detector geëvaporeerd worden, omdat waterdamp binnen gedrongen kan zijn. Evaporeren nodig wanneer in het "single-beam" spectrum in het gebied tussen 4000 en 3000 cm^{-1} een duidelijke "verzakking" aanwezig is. Er wordt geadviseerd eens in de 2 à 3 maanden te evaporeren (zie hiervoor de handleiding van Bruker, bijlage 1 het speciaal daarvoor ontworpen hulpstuk). Voor het evaporeren is een vacuumpomp nodig die een bereik heeft tot 10^{-5} Torr.

5. GC-IR software

In het manual van de IFS-85 staat duidelijk weergegeven welke software-procedures gevolgd moeten worden (versie 10/85 hoofdstuk 6). Allereerst is daar de parameterlijst, waarin de benodigde parameters al zijn ingesteld. Deze wordt opgeroepen met RUP UDP=GCIR .

5.1 Parameterlijst GC-IR

```

RUP UDP=GCIR#   R1      LAP#
ENTER 3 LETTER COMMAND NAME , 'ALL', OR '?' =ALL
AFA=^FLS       AFB=^FLR       AFC=DIFF       AFN=FL         APF=TR
APT=3           ASE=YS       APL=1         BAD=3600.0    BLT=1
BMS=6           BPA=0.0         BPC=1.0      BPD=1.0      BSK=0.0
BST=600.0      CNA=-           CON=1.0      CSU=CM       DLY=40
DTC=FI         FLP=PPPP       FLR=JWSMTR01 FLS=JWSMTR04 ENT=1024
GSB=1          HFQ=6000.0     HPF=7        IFN=SM       LAB=YS
LFN=TXTFILE    LFQ=0.0        LGQ=YS       LPF=0        LPK=50
LWN=15800.0    NFL=NEWFILE    NLV=0.001    NSR=4        NSS=4
OFL=RIK4       OPF=4          PIF=128      PLF=TR       POP=DP
PPN=10         PPS=90        PPT=TD       PTS=1024     RCH=FT
RES=8          RGN=-1        RNR=0        SCA=1.0      SCB=1.0
SCC=1.0        SCH=FT        SFM=-        SGN=-1       SMF=0
SNM=-          SNR=4         SPZ=NO       SRC=MI       SSP=-1
SVI=NO         TGD=1         SCP=0.7      UDP=GCIR     UDX=UDX
VEL=15         WTN=10        XAU=WN       XAX=YS       XEP=600.0
XSL=-30.0     XSP=4000.0    XST=3.0     YHT=3.0     YAN=0.0
YMX=1.5       YSL=15.0     YST=3.0     YTC=6       ZFF=2
RLP=2         PCT=0.0125    DFO=0.025   RSS=6       RSL=0
TMP=1000.0    BND=500.0     COR=NO       PGM=MAKECMD  PIO=0
GS0=30        GSP=30        GSS=20      GST=20       BIR=S
LID=UB        LIF=S         COL=2        I01=0       I02=0
I03=0         EXT=*         CHN=????6    DFU=D2      NFU=D2
WDS=0.0       WDE=0.0       MOT=         REL=0       DET=0
PHZ=NL
R1
    
```

Door SBS te geven worden de parameters uit de parameterset geaktiveerd. Zo is de parameterinstelling voor SCH, FT hetgeen betekent dat na het SBS commando de spiegel in "front" positie komt. De energiebundel van de global wordt dan naar de GC-interface geleid.

De scannersnelheid is hoger (VEL=15 in plaats van 7). Ook worden een aantal scans tijdens de run bij elkaar gevoegd (NSS=4), hetgeen betekent dat van iedere 4 scans 1 nieuwe scan wordt gemaakt.

Met de parameter GST een drempelwaarde ingesteld waarboven automatisch de scans worden opgeslagen.

5.2 "Window-setting"

Tijdens de GC-run wordt het totale infraroodsignaal van de MCT-detector tegen de tijd geregistreerd (Gram-Schmidt). Na een run kan dit gereconstrueerde chromatogram op het beeldscherm zichtbaar gemaakt worden. In het algemeen is er een grote overeenkomst met het chromatogram, afkomstig van de FID-detector.

Naast de "algemene" Gram-Schmidt kunnen we ook "windows" (vensters) instellen van de gebieden waarin we een infrarood-band in het infraroodspectrum verwachten (b.v. C-H rek gebied, of C=O). Deze windows worden ingesteld met het commando GCT.

5.3 GC-run

Voordat we de GC-run maken, moet eerst SBS gegeven worden. De file-naam in FLS is belangrijk en moet een combinatie hebben van 4 karakters b.v. AABB. Tijdens de run, verwezenlijkt met MGC, worden de eventuele interferogrammen opgeslagen onder de naam AABBIGRM. Het geheugen dat voor een GC-run nodig is, is vaak enorm (tot 20 MByte), vandaar dat gezorgd moet worden voor voldoende ruimte op de schijf (D₁).

Het Gram-Schmidt chromatogram heeft de naam AABBTROO en van de eventueel ingestelde "windows" AABBTRO1 t/m AABBTRO4. Door de computer worden op het scherm aanwijzingen gegeven hoe scans opgeslagen kunnen worden. Naast het infraroodspectrum dat in real-time (met toets g) kunnen we ook een overzicht krijgen van de Gram-Schmidt van de ingestelde "windows". De GC-run wordt afgebroken met Ctrl Q1.

Het is niet mogelijk tijdens deze GC-run andere werkzaamheden met de computer uit te voeren.

5.4 Overzicht van de blokken met opgeslagen scans

Met GCL krijgen we een overzicht van de retentietijden waarbij of waartussen interferogrammen zijn opgeslagen. Deze gegevens moeten bekend zijn om met het hierna volgende commando "single-beam" spectra te kunnen maken.

5.5 Het maken van "single-beam" spectra

Met GCL en de daarbij behorende parameter AFA=AABBTROO, FLS=AABBOO, XSP=0 en XEP=einde GC-run, komt het Gram-Schmidt chromatogram op het beeldscherm.

Met cursor en CTRL P geven we de begin- en eindwaarden aan van de retentiewaarden aan waartussen de interferogram-blokken (die elk bestaan uit 4 scans) bij elkaar gevoegd moeten worden. Let vooral op de waarden, verkregen met GCL; wanneer cursorwaarden gegeven worden waarbij geen scans zijn opgeslagen komt de computer in moeilijkheden.

Let op het feit dat voor het samenvoegen van interferogrammen twee cursorwaarden nodig zijn, vooral bij het onderzoek van veel componenten in de GC-run is dit lastig en vereist enige concentratie.

Een piek in het chromatogram wordt hierbij aan beide zijden met de cursor gemerkt met CTRLP. Een blanco, die bij deze component hoort wordt gekozen vlak voor of vlak na de piek.

In de parameter FLS (in dit voorbeeld AABBOO) worden de files benoemd die worden gemaakt. Van iedere set interferogrammen tussen twee ingestelde cursorwaarden wordt automatisch, wanneer via het CTRL Q1 het programma is verlaten, het "single-beam" spectrum gemaakt. Het eerste "single-beam" spectrum heeft de naam AABBO1.

5.6 Het maken van "double-beam" transmissie spectra

Uit het "single-beam" spectrum van een piek en het "single-beam" spectrum van de hierbij gekozen blanco-referentie moet nu een "double-beam" spectrum gemaakt worden. Dit geschiedt als volgt:

b.v. referentie = AABBO1

component = AABBO2

PLT PLF=TR POP=AABB22 FLS=AABBO2 FLR=AABBO1 XSP=4000 XEP=600 .

Het heet de naar die aangegeven is onder POP in dit geval AABB22

"double-beam" spectrum van de component. Zo kan verder gewerkt worden tot alle gewenste "double-beam" spectra gevormd zijn.

5.7 Het maken van absorptiespectra

Een "double-beam" absorptiespectrum wordt uit een "double-beam" transmissiespectrum verkregen met ART AFN=LG AFA=AABB22 POP=AABB42 . Hierbij is AABB22 het transmissiespectrum en AABB42 het gevormde absorptiespectrum.

Transmissiespectra zijn voor de IR-spectroscopist meer vertrouwd, doch voor library-search (5.8) zijn absorptiespectra nodig.

5.8 Library-search

De verkregen absorptiespectra worden eerst voorzien van een piektabel met het commando PPO. Hierbij moet een PPS-parameterwaarde gekozen worden (peak-pick sensitivity).

Van PPS is afhankelijk welke pieken er gelabeld worden. Een te grote waarde (b.v. 100) zal ook de ruis labelen. Een te lage waarde zal de zwakke banden niet labelen. Wanneer weinig of geen ruis in het spectrum aanwezig is wordt PPS=95 gebruikt.

Voor bovengenoemd absorptiespectrum AABB42 wordt de piektabel als volgt gemaakt:

PPO PPT=AO PPS=96 APA=AABB42 . Wanneer de piektabel gemaakt is kunnen we in de dampspectrumbibliotheek zoeken naar de spectrum dat met het monsterspectrum overeenkomt volgens SRM AFA=AABB42 BIR=5 LIF=S LID=UE waarin SRM het commando is, en UE de bibliotheek met de dampspectra. De computer komt met een library-search report, waarin een hit quality is opgenomen. De waarde (hit quality) zegt iets over de kwaliteit waarmee het spectrum overeenkomt met het spectrum uit de bibliotheek.

6. Voorbeeld van het verloop van de procedures

6.1 Samenstelling

Er is gebruik gemaakt van het Chrompack testmengsel VI 6606. Dit mengsel bevat de volgende verbindingen:

octanol

undecaan

2,6 dimethylfenol

octaanzure methylester

2,6 dimethylaniline

naftaleen

n-dodecaan

n-tridecaan

decaanzure methylester.

6.2 Conditie gaschromatograaf

Kolom: Durabond type DB-1; lengte 30 m; inw. \varnothing 0,315 mm; filmdikte 1 μ m.

Temperatuurprogrammering: 80°C --> 2,5°C/min --> 140°C gedurende 20 min.

Flow: 2 ml/min 0,75 kg/cm².

Split: 8 ml/min.

Septum spoelen: 1 ml/min.

Geinjecteerde hoeveelheid: 0,2 μ l testmengsel 1% (2 μ g van elke component per 0,2 μ l).

6.3 Conditie "light-pipe"/transfertube

Make-up: 2 ml/min.

Temperatuur "light-pipe": 150°C.

Temperatuur transfertube: 150°C.

7. Resultaat chromatogram met MCT- en FID-detector

7.1 Signaal MCT-detector (Gram-Schmidt) (figuur 7.1).

7.2 Signaal FID-detector (att 32, recorder 5 mV, papiersnelheid 30 cm/h) (figuur 7.2).

8. Gekozen cursorwaarden c.q. retentietijden

8.1 Opgeslagen interferogramblokken.

R1 GCL FLS=AABBIGRAM

GC-BLOCK ORGANISATION TABLE

SAVED BLOCKS (MIN) SCAN NUMBERS					
<u>GC-BLOCK</u>	<u>START</u>	<u>END</u>	<u>FIRST</u>	<u>LAST</u>	<u>NUMBER OF SCANS</u>
1	0.28	10.189999	1	997	997
2	10.949997	20.019997	998	1909	912
3	23.419998	23.639999	1919	1932	23
4	24.879997	27.209999	1933	2167	235

8.2 Cursorwaarden die corresponderen met de gecreëerde "single-beam"-spectra.

```

R1      GCS AFA=AABBTROO FLS=AABBOO XSP=0 XEP=26      Absorptiespectrum
                                                (single-beam)      (double-beam)
CURSOR: X=11.6973      Y=0.5376
CURSOR: X=12.0955      Y=0.8569  \ AABBO1=blanco
CURSOR: X=12.0955      Y=0.8569  /
CURSOR: X=12.6829      Y=0.8338  \ AABBO2      AABBO42
CURSOR: X=13.1607      Y=0.7395  /
CURSOR: X=13.5589      Y=0.7071  \ AABBO3=blanco

```

CURSOR: X=13.5589	Y=0.7071	AABBØ4	AABB44
CURSOR: X=13.9571	Y=1.6653		
CURSOR: X=14.0866	Y=0.9802	AABBØ5=blanco	
CURSOR: X=14.3255	Y=1.1859		
CURSOR: X=14.3255	Y=1.1859	AABBØ6	AABB46
CURSOR: X=14.6142	Y=11.8315		
CURSOR: X=14.7237	Y=4.6385	AABBØ7	AABB47
CURSOR: X=14.9925	Y=2.2759		
CURSOR: X=15.9482	Y=1.3578	AABBØ8=blanco	
CURSOR: X=16.2966	Y=0.7955		
CURSOR: X=16.2966	Y=0.7955	AABBØ9	AABB49
CURSOR: X=16.7446	Y=1.0825		
CURSOR: X=17.3817	Y=1.0116	AABB10=blanco	
CURSOR: X=17.7799	Y=1.7070		
CURSOR: X=17.7799	Y=1.7070	AABB11	AABB411
CURSOR: X=18.1781	Y=0.9722		
CURSOR: X=18.9845	Y=0.8338	AABB12=blanco	
CURSOR: X=19.3230	Y=1.2686		
CURSOR: X=19.3230	Y=1.2686	AABB13	AABB413
CURSOR: X=19.8008	Y=1.0000		
CURSOR: X=24.114	Y=0.8431	niet aanwezig	
CURSOR: X=24.5594	Y=2.1722		
CURSOR: X=24.5594	Y=2.1722	AABB14	
CURSOR: X=24.9377	Y=2.7485		
CURSOR: X=24.9377	Y=2.7485	AABB15	AABB415
CURSOR: X=25.4155	Y=1.8519		

R1 GCS AFA=AABBTROO FLS=AABB15 XSP=27 XEP=28

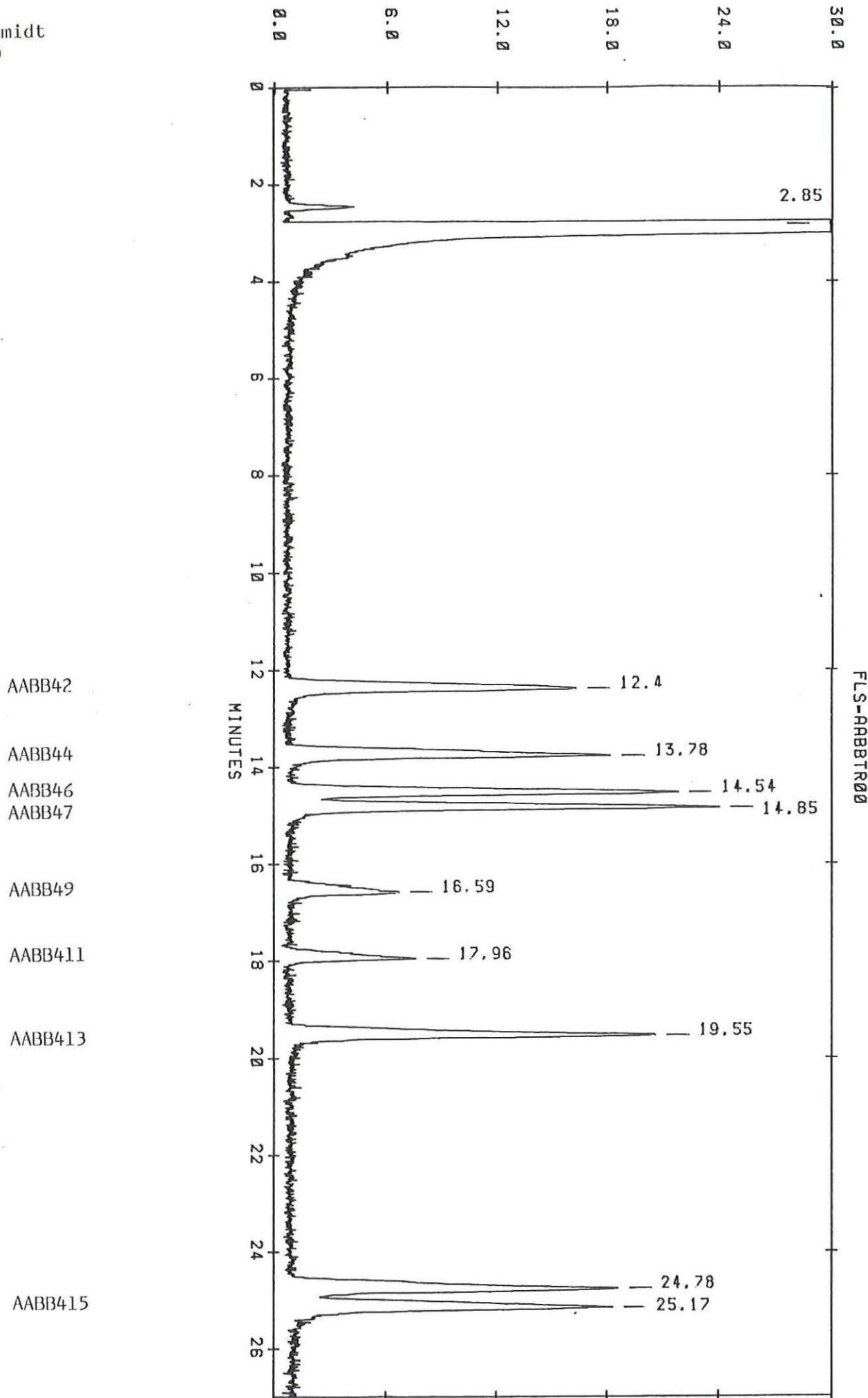
CURSOR: X=25.4852	Y=1.3110	AABB16=blanco
CURSOR: X=26.0825	Y=1.3434	

READY WITH LAST FILE:

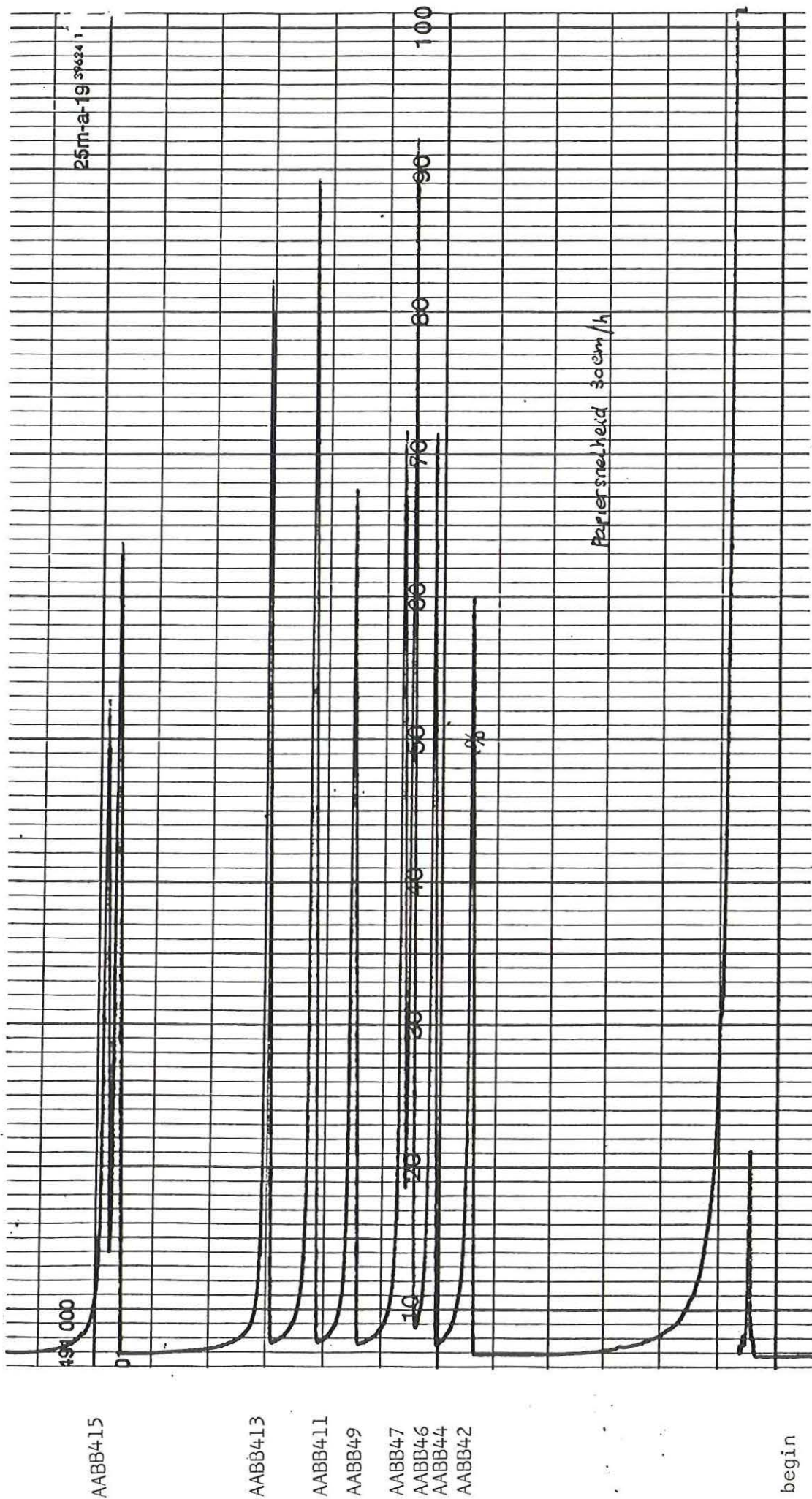
AABB16.DATA

N.B. AABB16 (blanco) is gemaakt omdat gebleken was dat een eerder aangegeven blanco tussen 24.114 en 24.5594 niet gemaakt was. Hier-tussen waren geen interferogrammen opgeslagen (zie 8.1).

7.1 Gram-Schmidt
AABBTR00



7.2 Signaal FID-detector (na de "light-pipe")



9. Infraroodspectra/Library search

In de dampspectra bibliotheek (UE) is nagegaan welke spectra het best overeenkomen met de via GC-IR verkregen absorptiespectra uit het mengsel VI van Chrompack.

File-naam	Retentie-tijd -	Gevonden	Volgens Chrompack
AABB42	12,4	hogere alcohol	octanol
AABB44	13,78	2,6 dimethylfenol	2,6 dimethylfenol
AABB46	14,54	hogere alkaan (C ₁₀ , C ₁₃ , C ₁₂)	undecaan C ₁₀
AABB47	14,85	methylester van vetzuur	methylester octaanzuur C ₈
AABB49	16,59	2,6 dimethylaniline	2,6 dimethylaniline
AABB411	17,96	naftaleen	naftaleen
AABB413	19,55	hoger alkaan (C ₁₀ , C ₁₂ , C ₁₃ , C ₁₄)	n-dodecaan C ₁₂
AABB415	25,17	methylester van vetzuur	methylester decaanzuur C ₁₀

Van de component met retentietijd 24,78- is geen spectrum gemaakt.

NB. In het search-report staan de diverse hit qualiteiten vermeld. Bij de alkanen en methylesters van vetzuren blijkt onderling te weinig verschil aanwezig in de eerste 3 tot 7 hits. Slechts wanneer een duidelijk verschil aanwezig is tussen de eerste en tweede hit zou verondersteld kunnen worden dat het monsterspectrum overeenkomt met dat betreffende spectrum uit de bibliotheek. Ook dan nog moet bekeken worden of het resultaat inderdaad klopt.

10. Opmerking, ingestelde temperatuur van de "light-pipe"

Bij het onderzoek van het testmengsel is voor de scheiding een temperatuurgradiënt toegepast. Hierdoor moest de temperatuur van de "light-pipe" 10°C hoger zijn dan de maximum ingestelde temperatuur van de kolom.

Uit ervaring is gebleken dat de temperatuur van de "light-pipe" ook te hoog kan zijn voor de te onderzoeken componenten. Bij te hoge temperatuur zal ontleding of deformatie van het molecuul kunnen plaatsvinden.

Dit was bij een later uitgevoerde proef, waarbij een molecuul met een OH-groep onderzocht moest worden duidelijk te merken. Bij te hoge temperatuur bleek de OH-band niet meer zichtbaar in het spectrum.

11. Hoeveelheid van de component in de "light-pipe"

De hoeveelheid van de component die tijdens de GC-run in de "light-pipe" aanwezig was, is op de volgende wijze berekend.

Concentratie component in het mengsel: 1%

1% = 1 g/100 ml ofwel 1 mg/100 μ l

0,2 μ l bevat 2,0 μ g

split = 2:9

Dus in de "light-pipe" $\frac{2}{11} \times 2 \mu\text{g} = 0,364 \text{ ng}$ van de component

12. Conclusie

Het verkrijgen van infraroodspectra met behulp van on-line GC-IR blijkt goed mogelijk.

Hoewel de hoeveelheid van $\pm 400 \text{ ng}$ per component wat aan de hoge kant lijkt is een lagere detectiegrens mogelijk. Het infraroodspectrum zal er echter wel door beïnvloed worden. Er zal meer ruis in het spectrum verschijnen wanneer minder van de te onderzoeken component aanwezig is.

13. Literatuur

13.1 Bruker "IFS Benutzer-Handbuch" versie 10/85.

13.2 Rapport 85.83: Handleiding voor de IFS-85 van Bruker.

14. Lijst met betekenissen van de gebruikte afkortingen

AFA = filenaam, die voor wiskundige functies worden gebruikt

AFN = wiskundige bewerking

ART = door dit commando wordt de wiskundige bewerking uitgevoerd

FID = Flame Ionization Detector

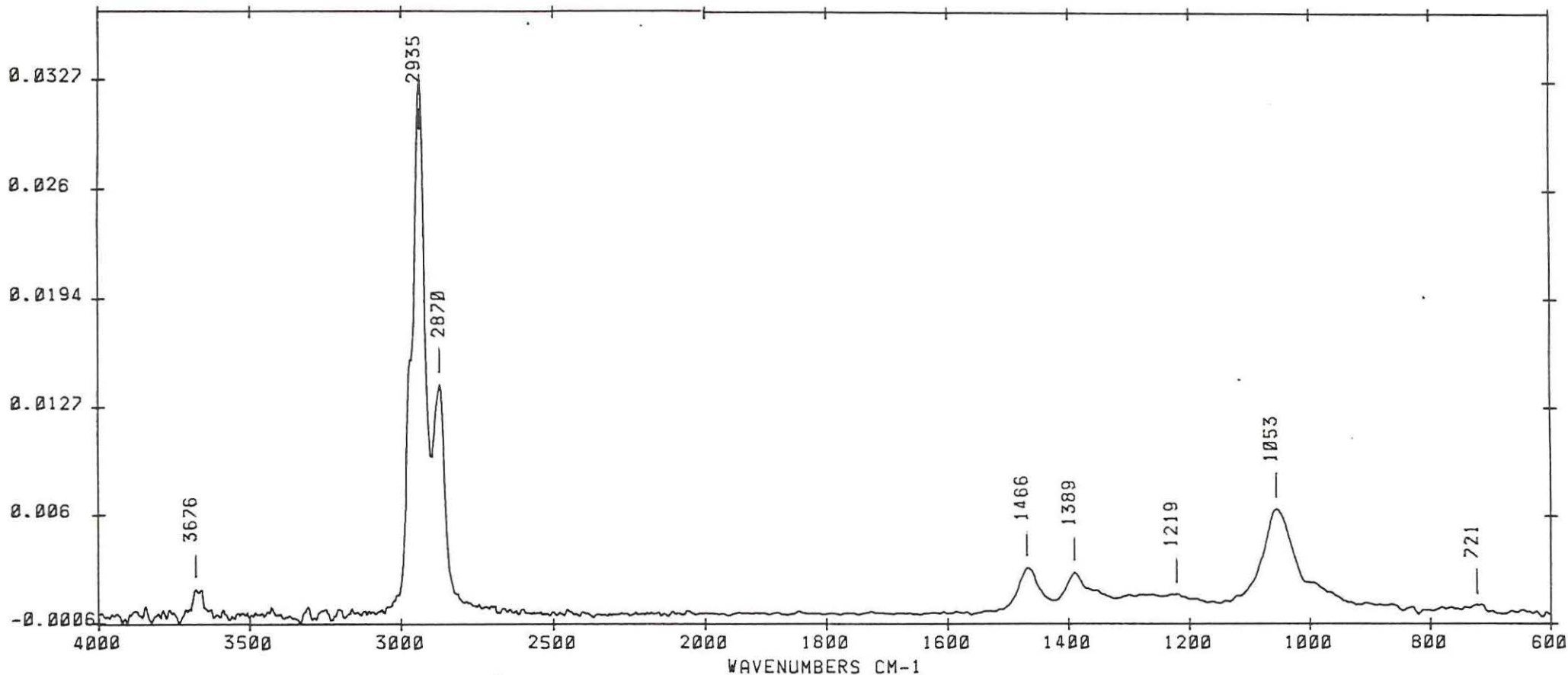
FLR = filenaam van de referentie

FLS = filenaam van het monster

FT = frontpositie (spiegel)

FT = Fourier-Transformatie
IR = infrarood
GC-IR = combinatie gaschromatografie met infraroodspectrometrie
GLC = list block organisation table
GCS = GC-commando voor interactieve bewerking op het beeldscherm
GST = Gram-Schmidt-Trigger; waarde voor het automatisch opslaan van
GC-pieken
LG = logaritme: $-\log (SCA * AFA)$ SCA = factor
LID = code voor de bibliotheek
LIF = functie voor de bibliotheek
MCT = mercury-cadmium-tellurium (detector)
MGC = GC-meting
PLT = plotten
POP = hieronder is de naam van het nieuwe spectrum aangegeven of
plotten op het scherm of plotten met de plotter.
PPO = commando om een piektabel te maken
PPS = peak-pick-sensitivity, instelwaarde waarmee de piektabel wordt
gemaakt
RUP = commando om een parameterset op te roepen
SBS = commando om een scan door SCH uit te voeren en de sterkte van
het IR-signaal en de plaats relatief tot witlicht vast te
stellen
SKM = commando om een bibliotheek te doorzoeken
UDP = naam van de parameterset
VEL = snelheid van de beweegbare spiegel
XEP = eindpunt op de x-as
XSP = beginpunt op de x-as

FLS=AABB42



OPNAMETECHNIEK: -

RSN-0

OPMERKINGEN:

NSS=240
RES=8

FLS=
FLR=

DATE 23/10/85
TIME 14:47:15

ANALIST: *ju*

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 12.4 minuten.

R1 PPO AFA=AABB42#
 PEAK TABLE FILE : AABB42
 9 PEAKS.
 SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	644.189	0.78	8
2	721.338	1.68	31
3	1053.076	19.83	54
4	1218.945	3.63	66
5	1388.672	7.78	39
6	1465.820	8.67	35
7	2869.922	43.46	39
8	2935.498	100.0	46
9	3676.123	4.69	46

R1 SRM AFA=AABB42#

B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T

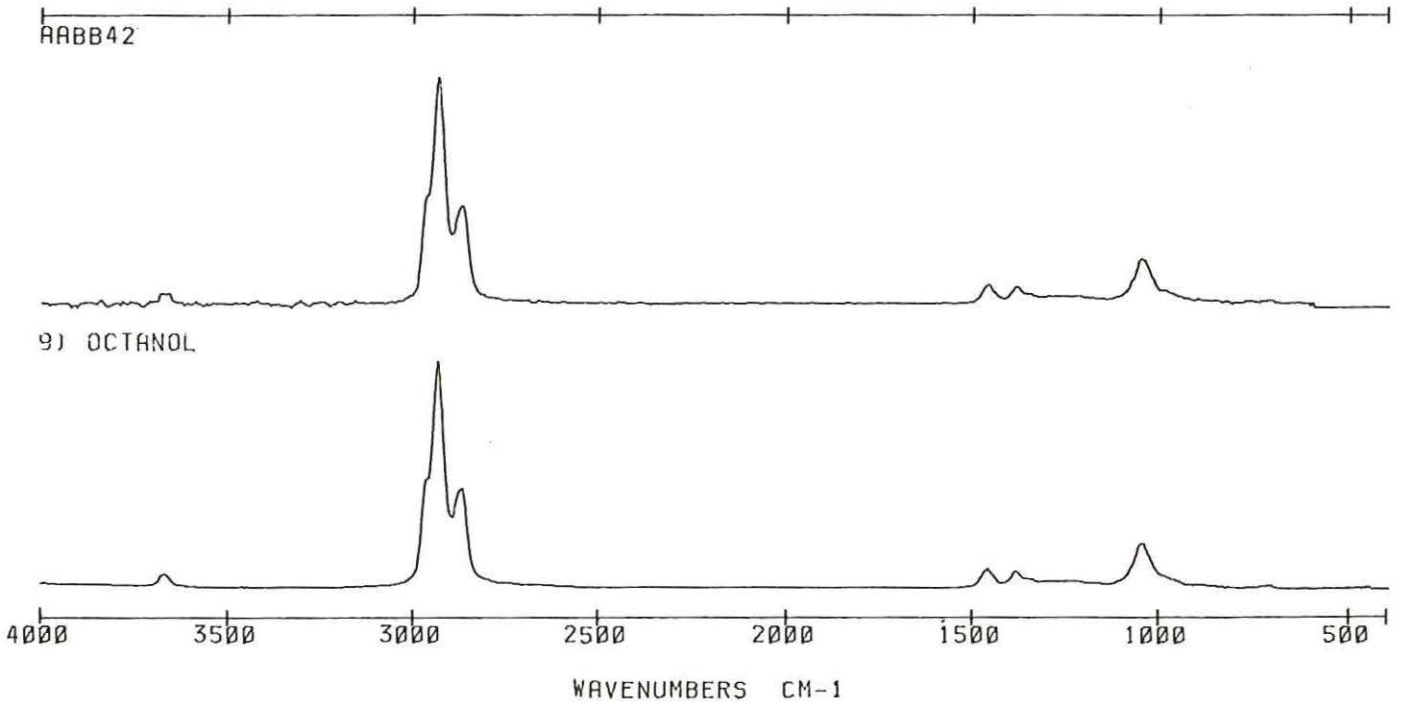
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB42

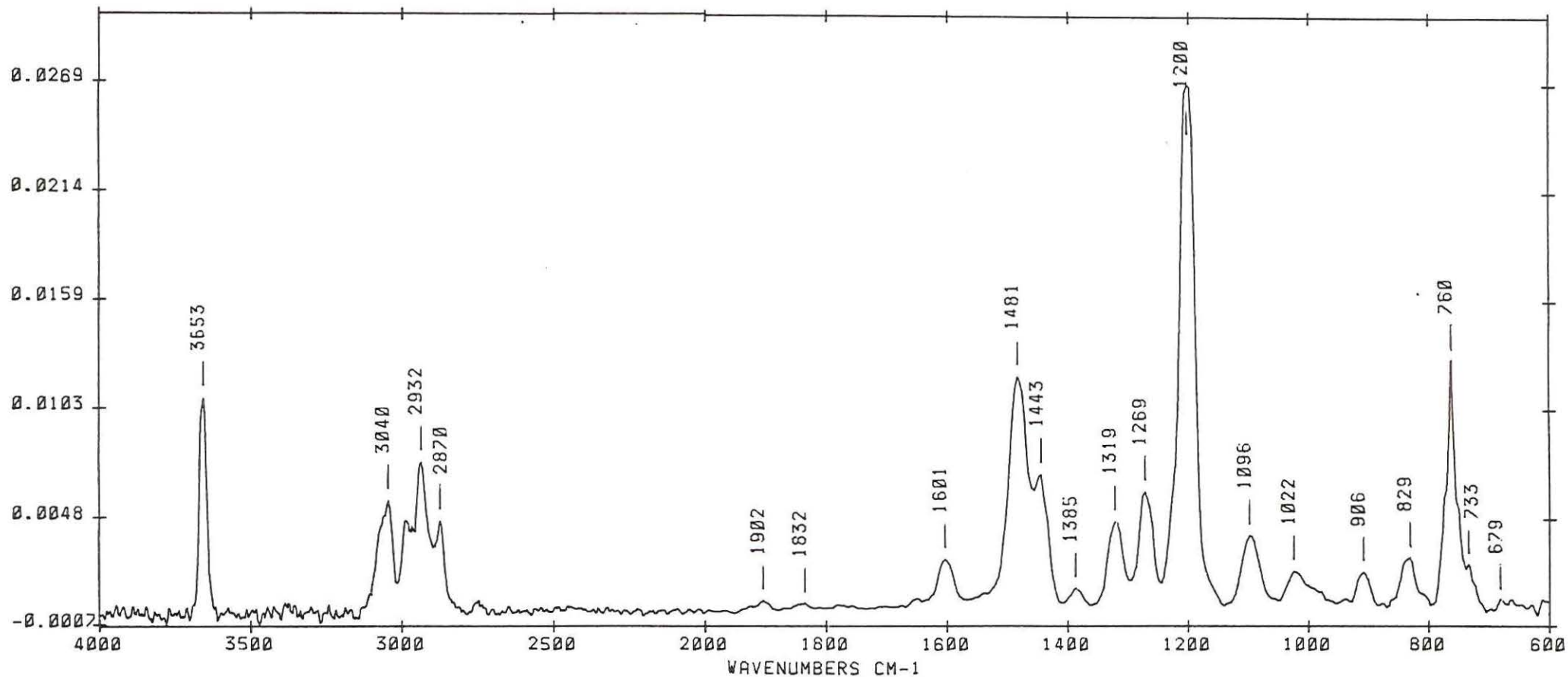
USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE

NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	652	1881	UNDECANOL
2)	572	215	PENTANOL, 2-METHYL-,
3)	542	847	ISOCTYLALCOHOL
4)	538	466	PENTANEDIOL
5)	536	1375	TRIDECANOL
6)	520	412	HEXANOL
7)	518	486	OCTADECENE-1,12-DIOL
8)	508	377	PENTANOL
9)	492	4	OCTANOL
10)	488	459	DECANOL

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 ONT#





OPNAMETECHNIEK: -

RSN-0
 NSS=164
 RES=8
 DATE 23/10/85
 TIME 14:47:15

OPMERKINGEN:
 FLS=
 FLR=
 ANALIST: *ju*

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 13,78 minuten.

R1

PPO AFA=AABB44#

PEAK TABLE FILE : AABB44

20 PEAKS,

SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1 R1	759.912	48.0	12
2	1199.658	100.0	27
3	1269.092	22.95	31
4	1319.238	17.36	31
5	1442.676	26.29	31
6	1481.250	44.80	35
7	2869.922	17.37	31
8	2931.641	28.45	46
9	3039.648	21.22	85
10	3652.979	40.40	31

R1 SRM AFA=AABB44#

B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T

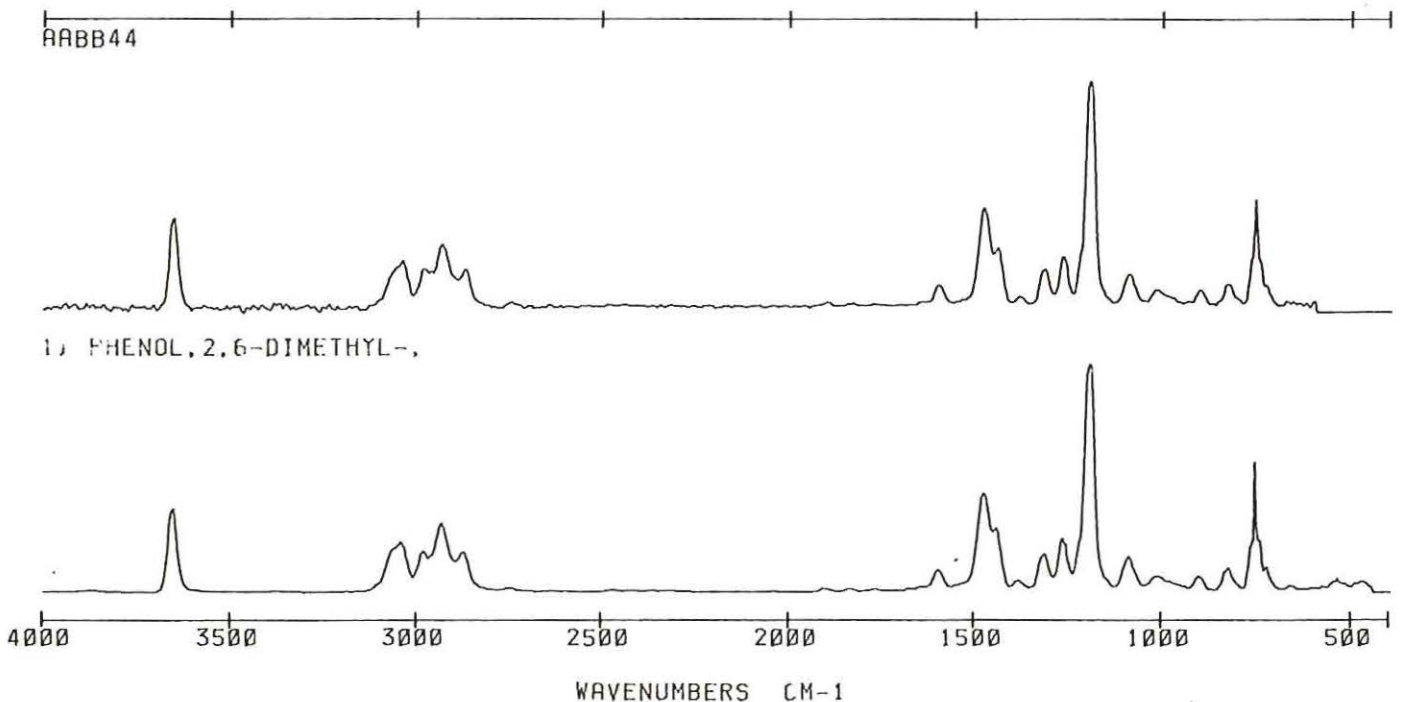
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB44

USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE

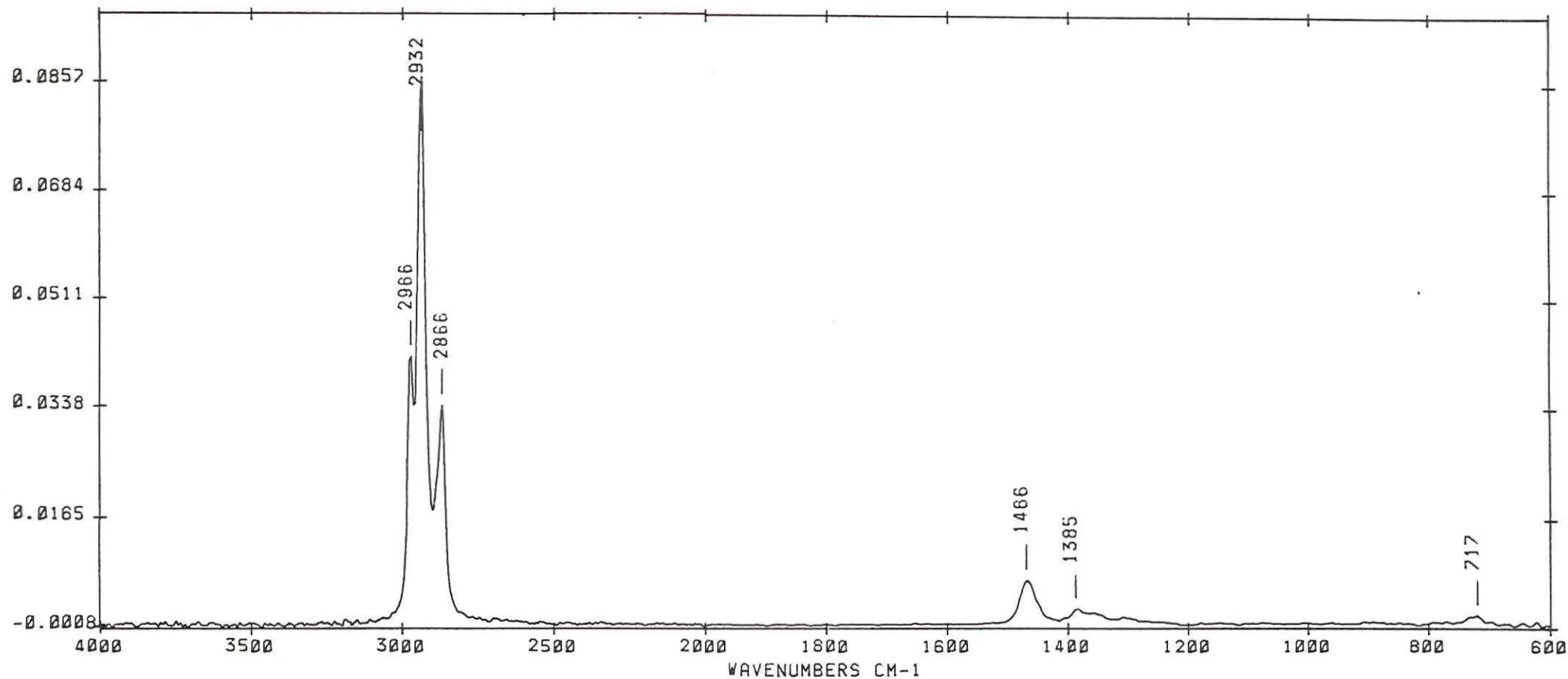
NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	616	1077	PHENOL, 2,6-DIMETHYL-,
2)	420	988	XYLENE, 2-FLUORO-,
3)	326	82	CRESOL, 6-ALLYL-,
4)	216	1983	PHENOL, P-/PENTYLOXY/-,
5)	202	1750	SULFIDE, PHENETHYLPHENYL,
6)	176	1626	TOLUIDINE, N,N-DIETHYL-,
7)	168	114	CRESOL, 6-TERT-BUTYL-,
8)	160	1829	ACETICACID, M-HYDROXYPHENYLESTER
9)	156	61	TOLUENETHIOL
10)	146	818	BENZENE, BROMO-,

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 OFF#



FLS=AABB46



OPNAMETECHNIEK: -

RSN=0

OPMERKINGEN:

NSS=120

RES=8

FLS=

FLR=

DATE 23/10/85

TIME 14:47:15

ANALIST: *ji*

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 14.54 minuten.

R1 PPO AFA=AABB46#
 PEAK TABLE FILE : AABB46
 6 PEAKS,
 SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	717.480	1.58	39
2	1384.814	2.74	54
3	1465.820	8.9	27
4	2866.064	40.3	31
5	2931.641	100.0	31
6	2966.357	49.10	27

R1 SRM AFA=AABB46#

B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T

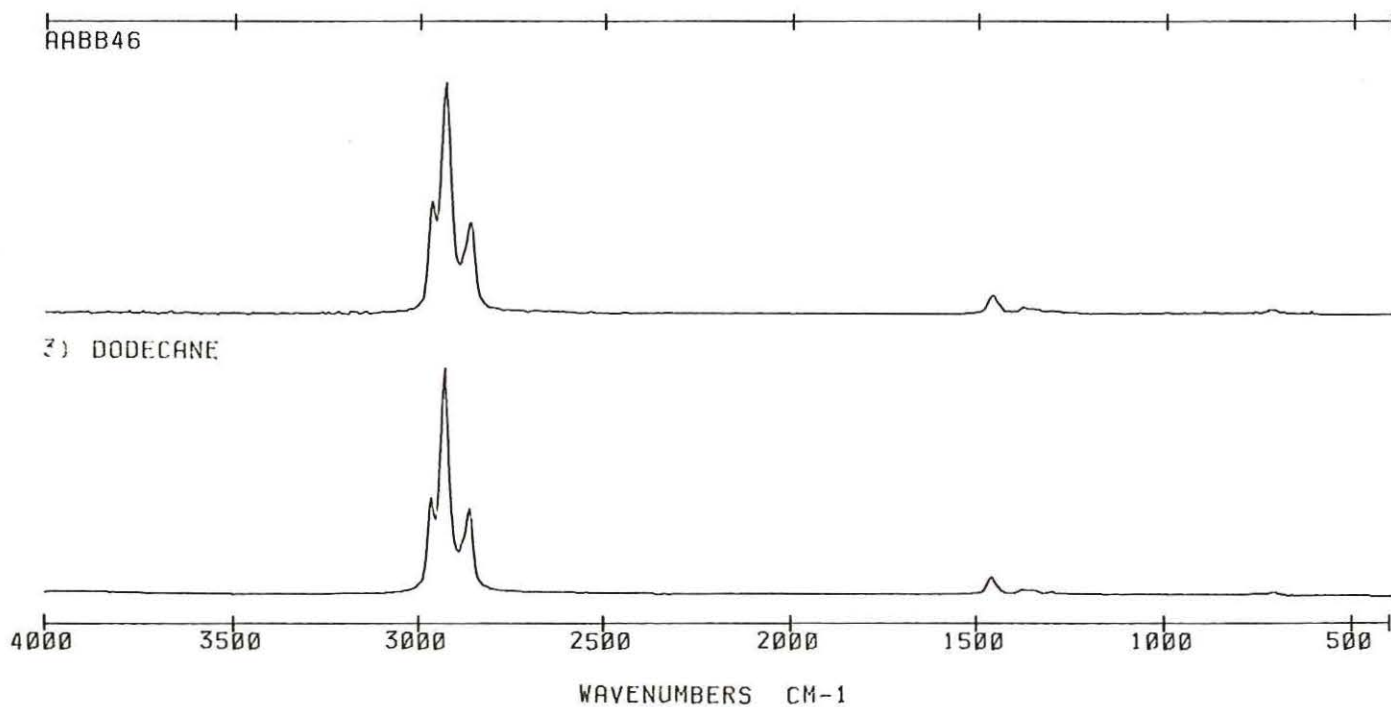
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB46

USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE

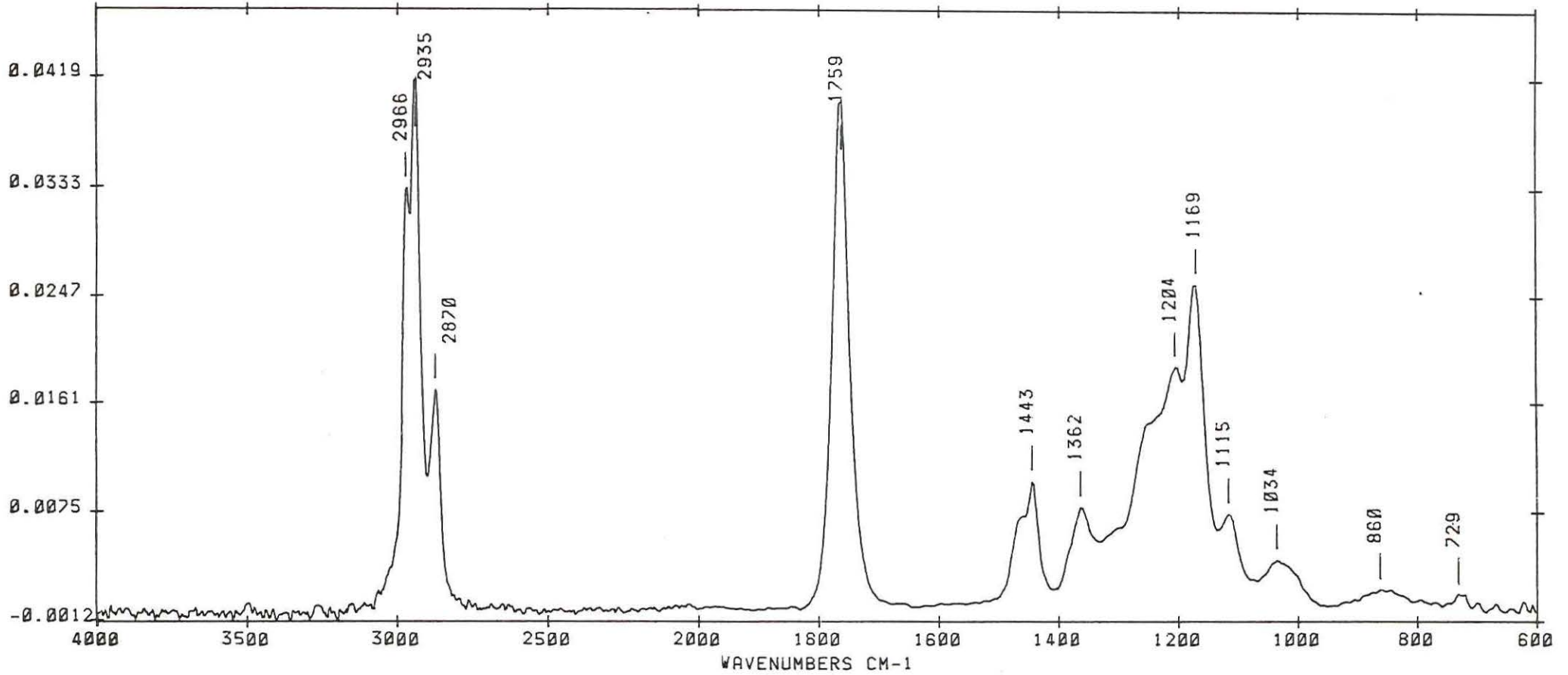
NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	978	415	DECANE
2)	970	84	TRIDECANE
3)	962	432	DODECANE
4)	952	889	TETRADECANE
5)	942	895	OCTANE
6)	928	887	NONANE
7)	918	434	HEXDECANE
8)	860	467	PENTADECANE
9)	798	1148	OCTADECANE
10)	754	470	HEXADECANE

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 OFF#



FLS=AABB47



OPNAMETECHNIEK: -

RSN=0

OPMERKINGEN:

NSS=112

RES=8

FLS=

FLR=

DATE 23/10/85

TIME 14:47:15

ANALIST: *[Signature]*

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 14.85 minuten

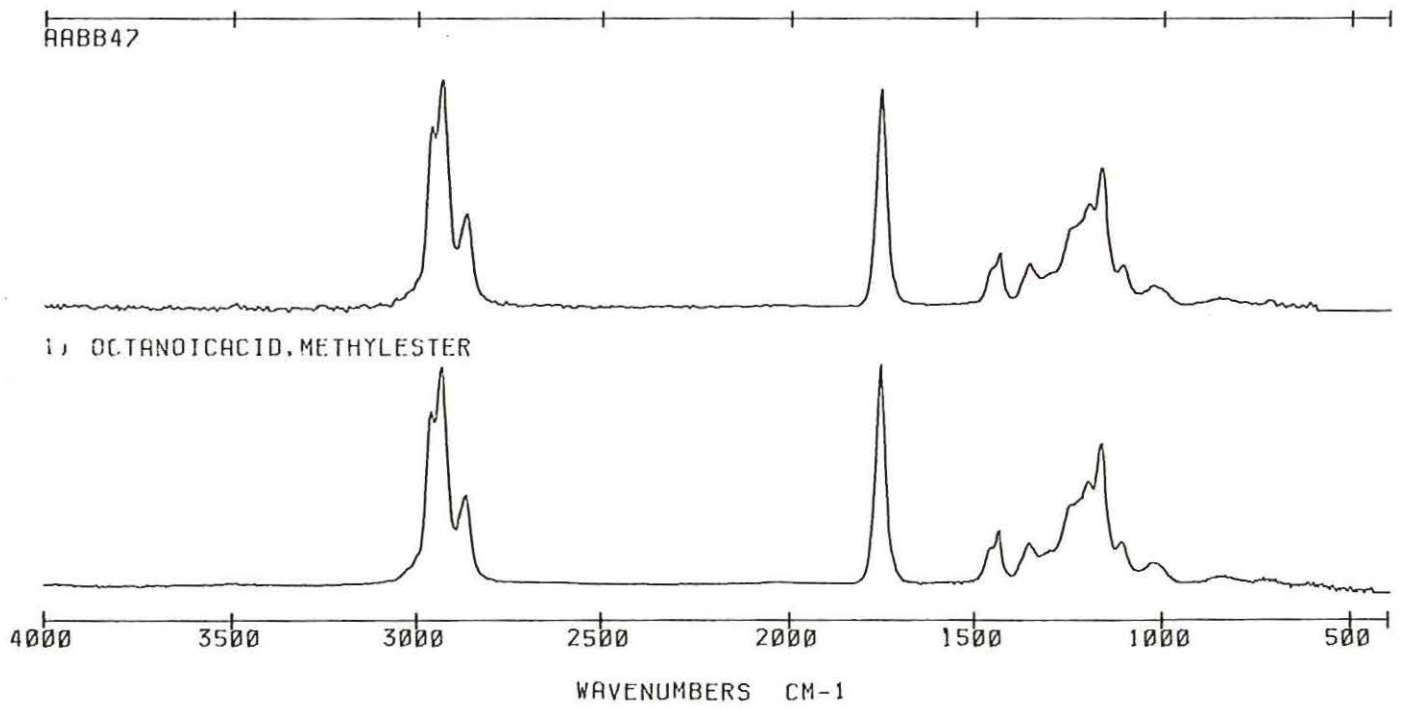
R1 PPO AFA=AABB47#
PEAK TABLE FILE : AABB47
12 PEAKS,
SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	1033.789	8.78	66
2	1114.795	17.50	39
3	1168.799	61.38	27
4	1203.516	45.30	154
5	1361.670	18.81	46
6	1442.676	23.66	42
7	1758.984	95.98	27
8	2869.922	41.5	39
9	2935.498	100.0	39
10	2966.357	79.48	73

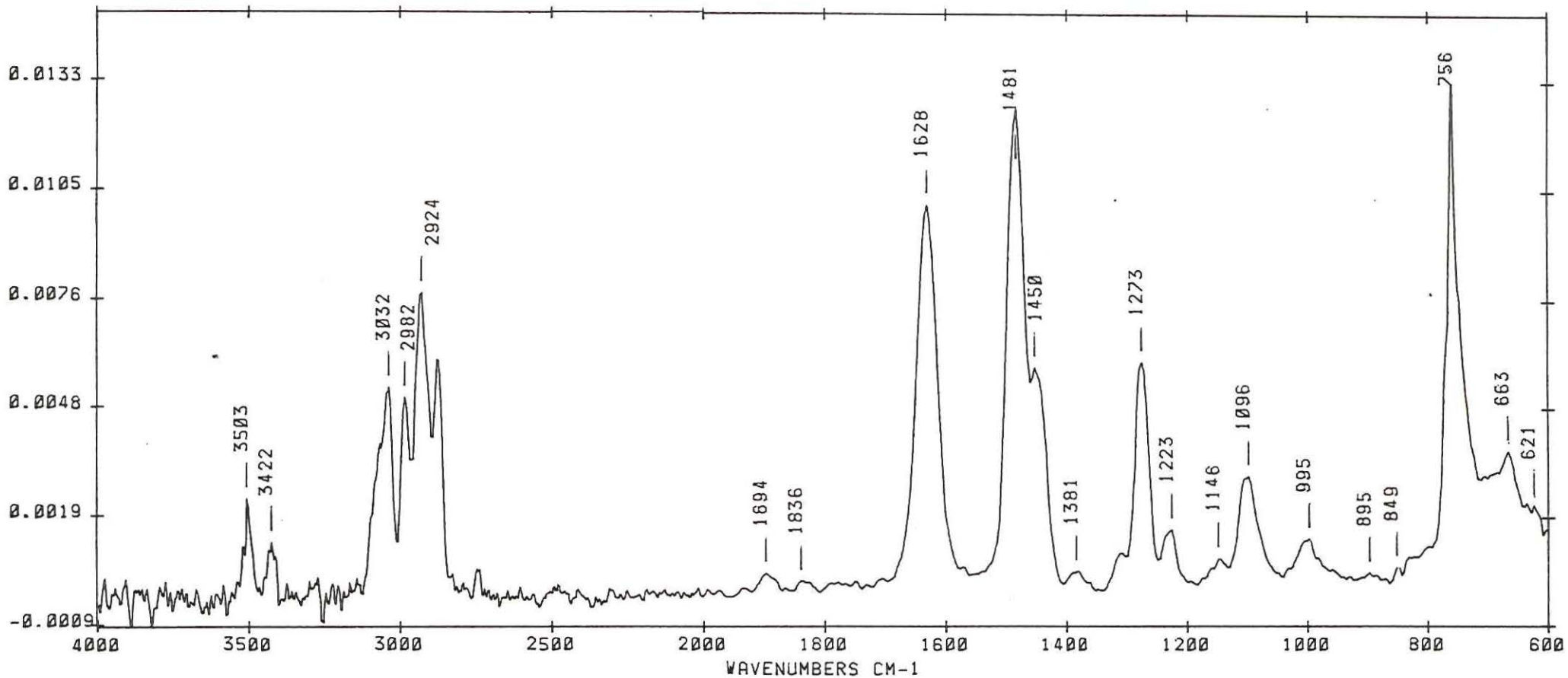
R1 SRM AFA=AABB47#
B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB47
USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE
NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	862	1556	OCTANOICACID, METHYLESTER
2)	856	1794	HEPTANOICACID, METHYLESTER
3)	834	1787	NONANOICACID, METHYLESTER
4)	574	1629	LAURICACID, METHYLESTER
5)	546	1555	HEXANOICACID, METHYLESTER
6)	546	1619	TRIDECANOICACID, ETHYLESTER
7)	540	276	DECANOICACID, ETHYLESTER
8)	534	1624	HENDECANOICACID, ETHYLESTER
9)	512	1220	MYRISTICACID, PENTYLESTER
10)	476	658	SUCCINICACID, DIMETHYLESTER

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 OFF#



FLS=AABB49



OPNAMETECHNIEK: -

RSN-0

OPMERKINGEN:

NSS=184

RES=8

FLS=

FLR=

DATE 23/10/85

TIME 14:47:15

ANALIST:

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 16.59 minuten

R1
 PPO AFA=AABB49#
 PEAK TABLE FILE : AABB49
 23 PEAKS,
 SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	663.477	27.45	42
2	756.055	100.0	15
3	1272.949	45.20	23
4	1450.391	44.5	46
5	1481.250	94.67	35
6	1627.832	75.97	39
7	2873.779	45.71	39
8	2923.926	58.68	58
9	2981.787	38.7	31
10	3031.934	40.1	100

R1 SRM AFA=AABB49#

B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T

SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB49

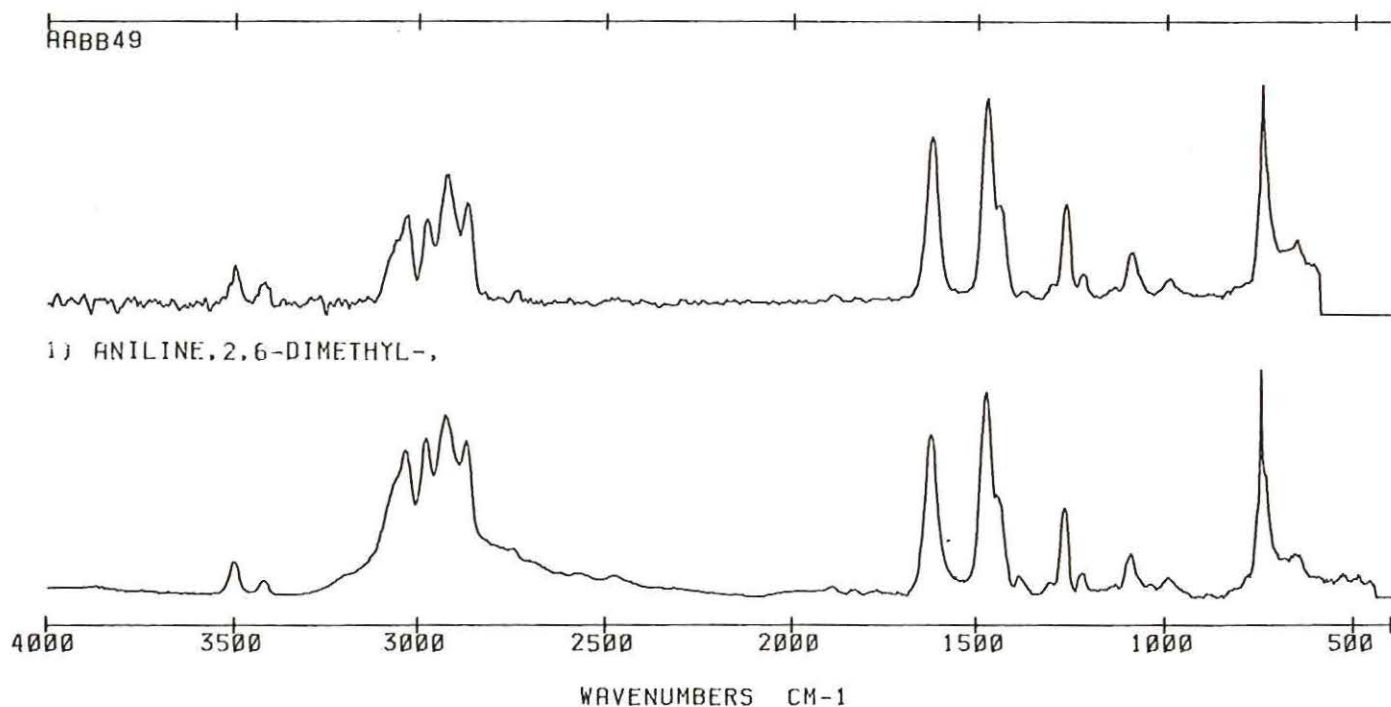
USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE

NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

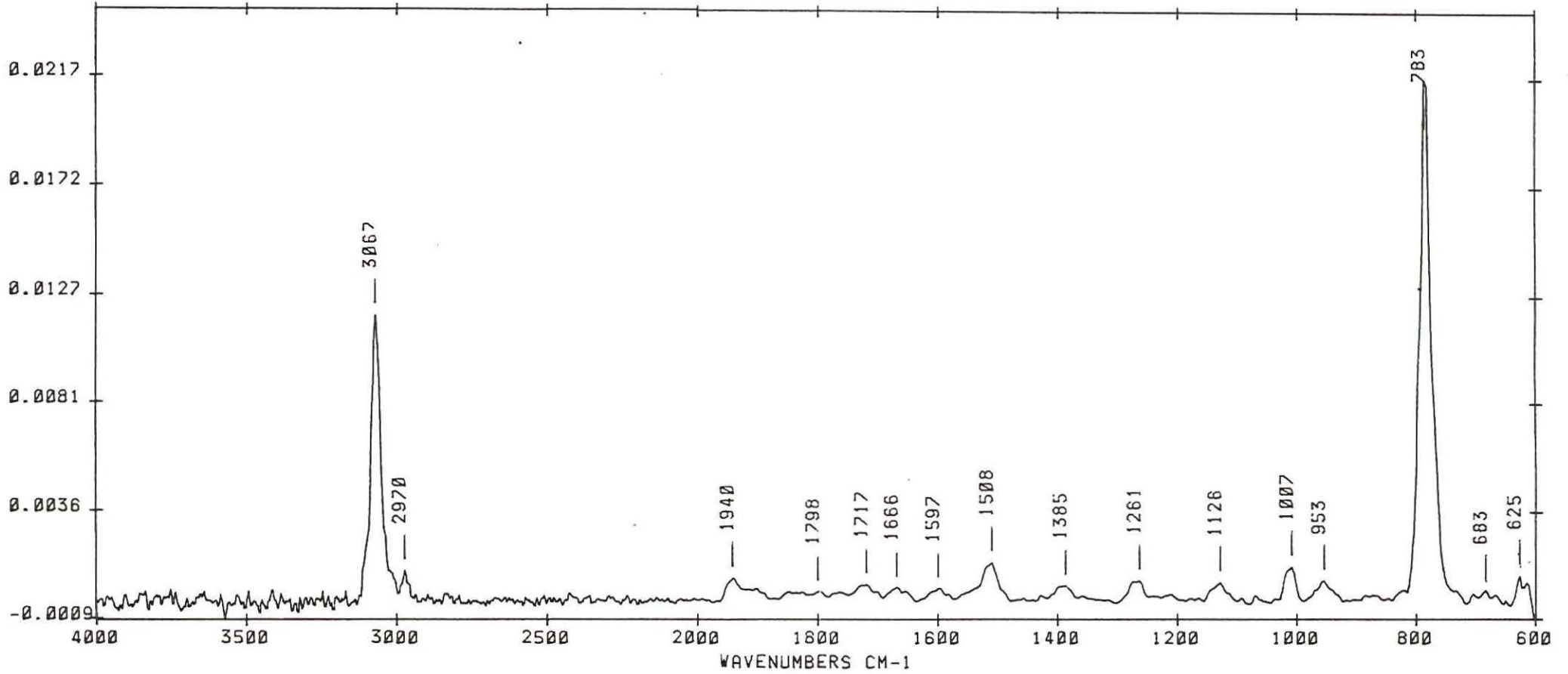
1)	426	1888	ANILINE, 2,6-DIMETHYL-,
2)	344	141	TOLUIDINE, 6-CHLORO-,
3)	320	272	TOLUIDINE, 6-ETHYL-,
4)	210	856	DICYCLOPENTADIENE
5)	196	991	CYCLOHEXADIENE, 1-METHYL-,
6)	186	1706	BENZENE, IODO-,
7)	182	815	ANILINE, M-CHLORO-,
8)	180	559	ANILINE, O-CHLORO-,
9)	156	1085	NAPHTHYLAMINE
10)	146	95	TOLUIDINE, 3-CHLORO-,

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1

OFF#



FLS=AABB411



OPNAMETECHNIEK: -

RSN=0

OPMERKINGEN:

NSS=164

RES=8

FLS=

FLR=

DATE 23/10/85

TIME 14:47:15

ANALIST:

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie van 17.96 minuten

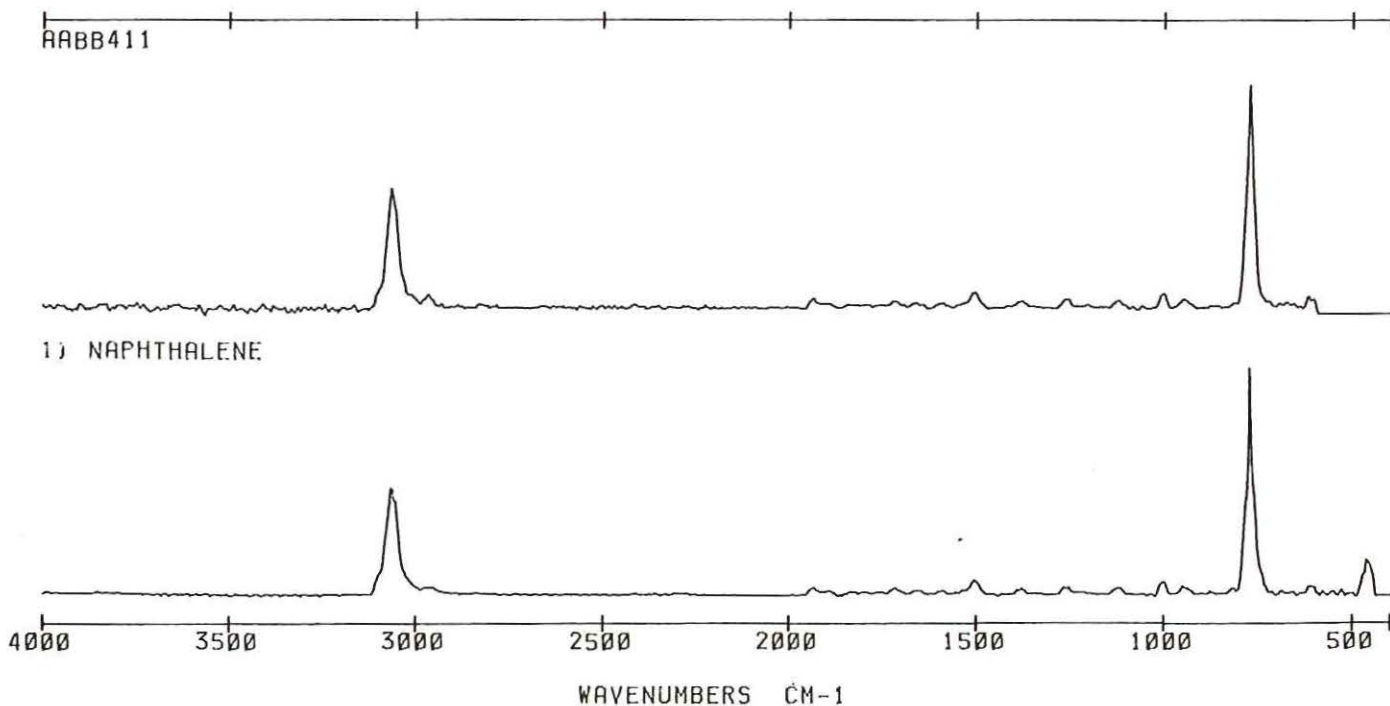
R1
PPO AFA=AABB411#
PEAK TABLE FILE : AABB411
16 PEAKS,
SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	624.902	4.26	8
2	783.057	100.0	15
3	952.783	3.26	23
4	1006.787	5.94	31
5	1126.367	2.86	15
6	1261.377	3.24	23
7	1508.252	6.68	31
8	1940.283	3.71	23
9	2970.215	5.9	23
10	3066.650	54.47	31

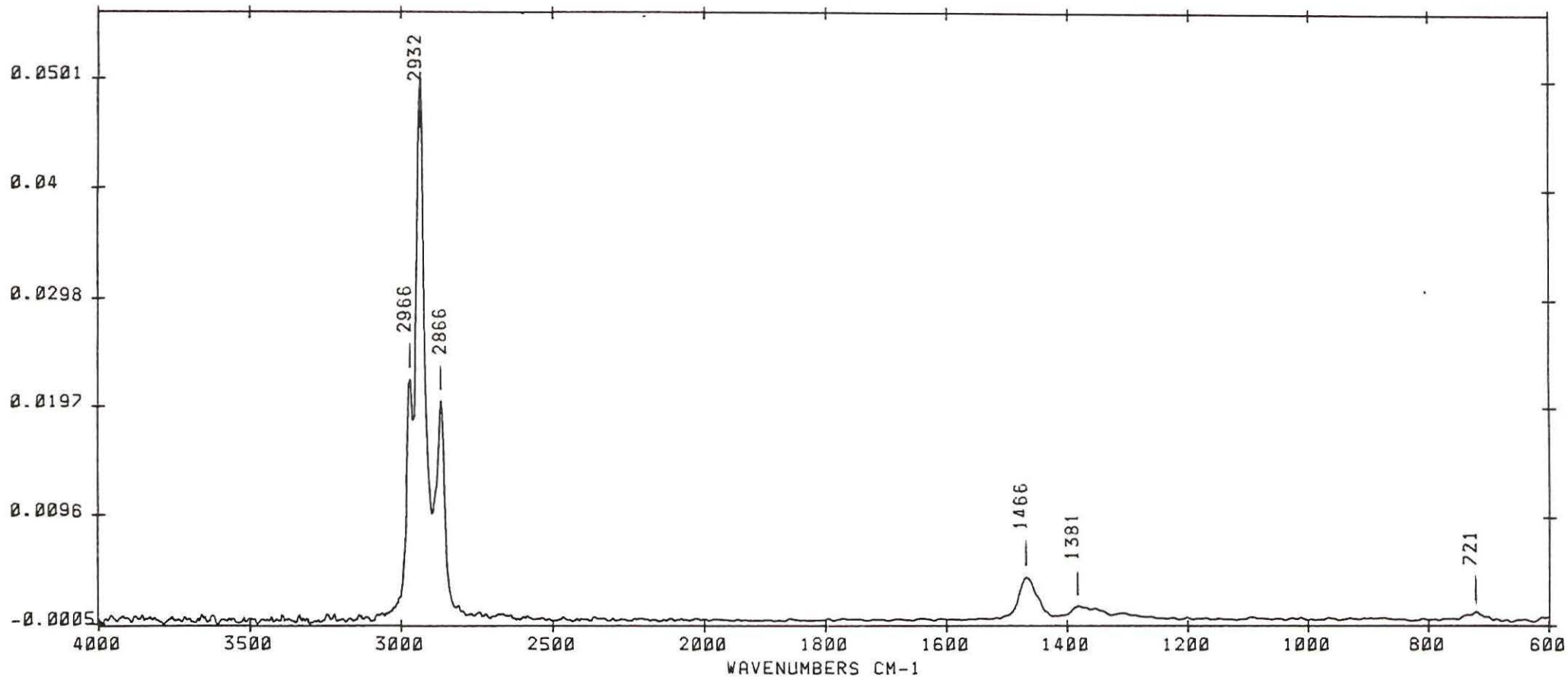
R1 SRM AFA=AABB411#
BIRSY - SYSTEM SEARCH REPORT
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB411
USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE
NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	364	1357	NAPHTHALENE
2)	110	175	NAPHTHALENE, 1-ETHYL-,
3)	62	1922	SILANE, TRIETHOXYETHYL-,
4)	26	950	QUINALDINE
5)	14	1033	NAPHTHALENE, 1-CHLORO-,
6)	12	941	BENZOICACID, 2, 4-DIMETHOXY-, METHYLESTER
7)	10	557	BENZENE
8)	0	785	ACETICACID, PHENYL-, GERANYLESTER
9)	0	1628	NAPHTHALENE, 1-BROMO-,
10)	0	26	BENZENE, METHYL-,

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 OFF#



FLS-AABB413



OPNAMETECHNIEK: -

RSN-0

OPMERKINGEN:

NSS=196

RES=8

FLS=

FLR=

DATE 23/10/85

TIME 14:47:15

ANALIST:

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 19.55 minuten

46

7B

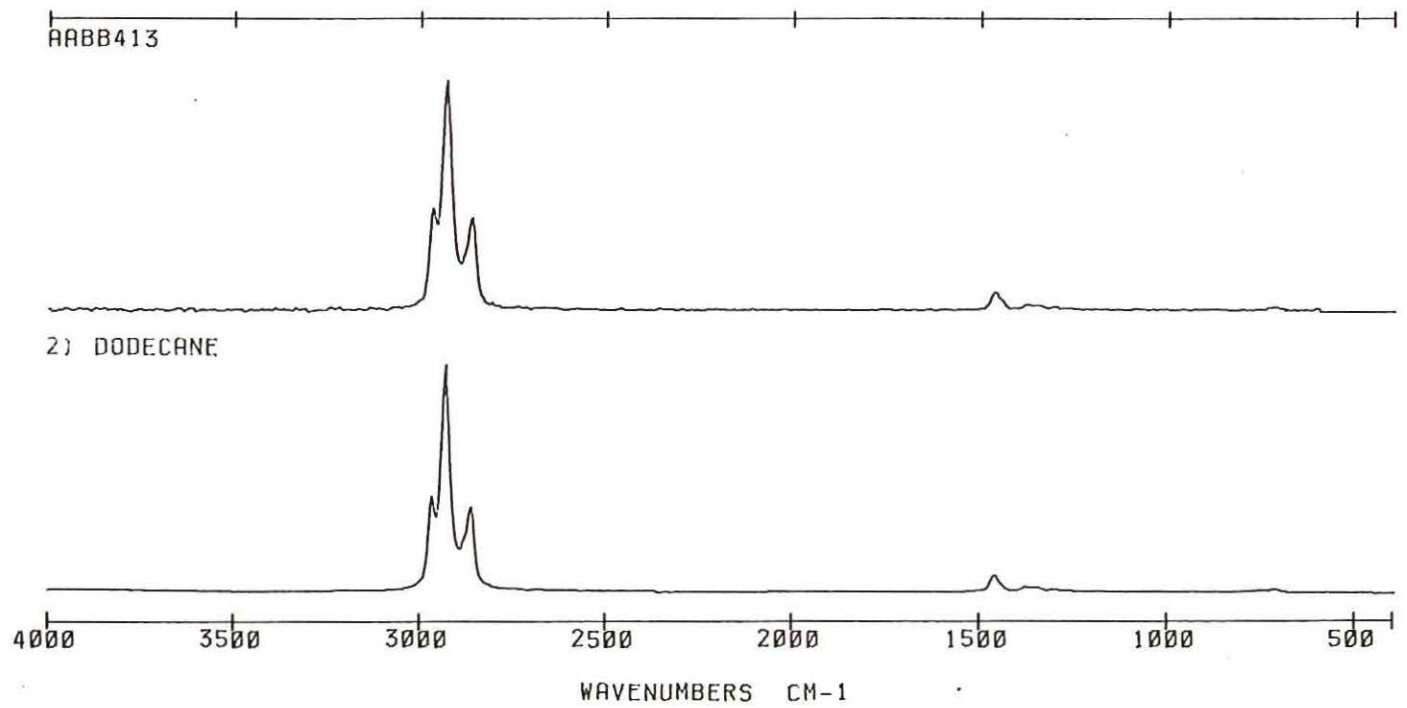
R1
PPO AFA=AABB413#
PEAK TABLE FILE : AABB413
6 PEAKS,
SENSITIVITY: 95

NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	721.338	1.57	39
2	1380.957	2.49	62
3	1465.820	7.94	35
4	2866.064	40.59	31
5	2931.641	100.0	31
6	2966.357	44.81	23

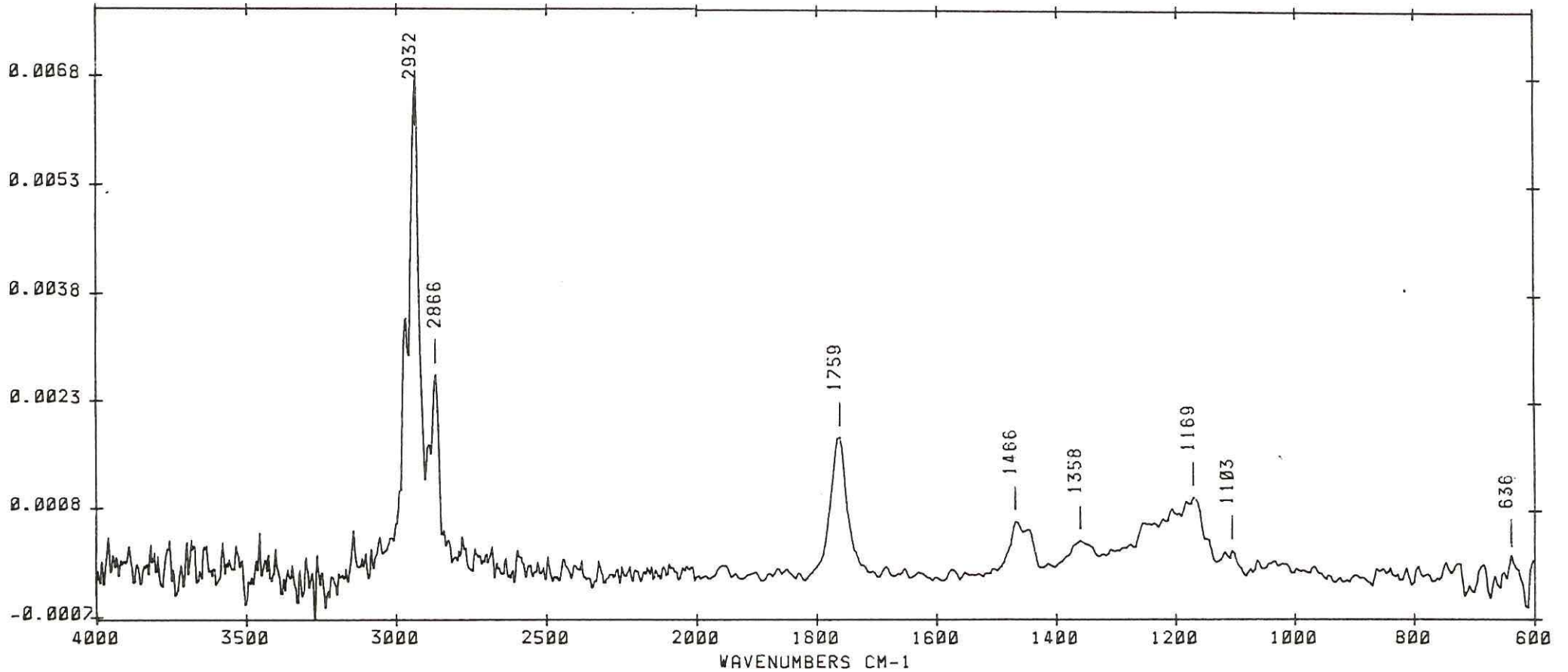
R1 SRM AFA=AABB413#
B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB413
USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE
NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	942	415	DECANE
2)	940	432	DODECANE
3)	936	84	TRIDECANE
4)	930	889	TETRADECANE
5)	912	434	HENDECANE
6)	902	887	NONANE
7)	890	895	OCTANE
8)	888	467	PENTADECANE
9)	842	1148	OCTADECANE
10)	792	470	HEXADECANE

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 OFF#



FLS-AABB415



OPNAMETECHNIEK: -

RSN=0

NSS=196

RES=8

DATE 23/10/85

TIME 14:47:15

OPMERKINGEN:

FLS=

FLR=

ANALIST:

Infraroodabsorptiespectrum van GC-fractie met retentie 25.17 minuten

R1 PPO AFA=AABB415#
PEAK TABLE FILE : AABB415
9 PEAKS,
SENSITIVITY: 95

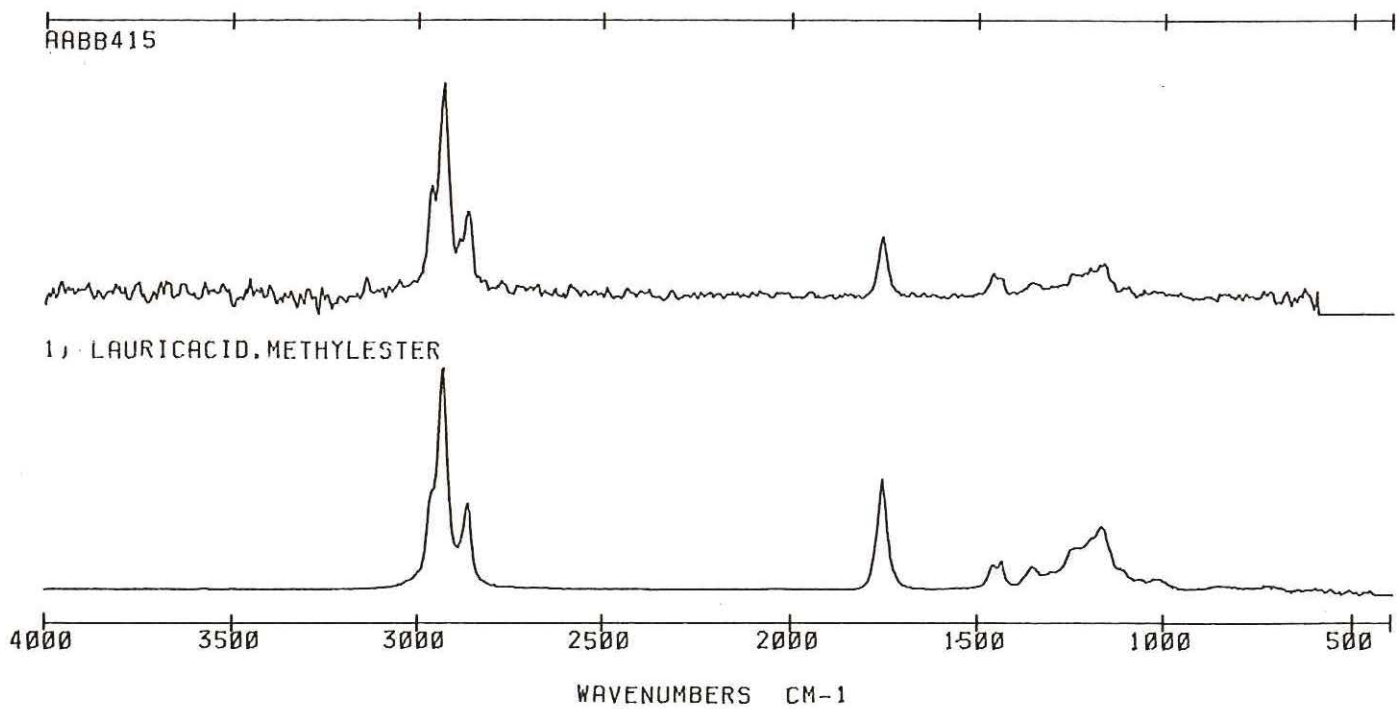
NO.	WAVE-NO.	REL. INTENSITY	WIDTH CM-1
1	636.475	3.31	8
2	1060.791	2.32	8
3	1103.223	4.3	15
4	1168.799	14.99	85
5	1357.812	6.19	50
6	1465.820	10.2	42
7	1758.984	27.30	27
8	2866.064	40.5	31
9	2931.641	100.0	46

R1 SRM AFA=AABB415#

B I R S Y - S Y S T E M S E A R C H R E P O R T
SEARCH IS PERFORMED ON FILE : AABB415
USER OWN LIBRARY, IDENTIFIER : UE
NO. HIT QUALITY ENTRY NO COMPOUND NAME

1)	666	1629	LAURICACID, METHYLESTER
2)	666	1828	AZELAICACID, DIMETHYLESTER
3)	654	960	MYRISTICACID, METHYLESTER
4)	646	664	ACETICACID, NONYLESTER
5)	632	1619	TRIDECANOICACID, ETHYLESTER
6)	626	1612	PENTADECANOICACID, ETHYLESTER
7)	624	1532	HENDECANOICACID, METHYLESTER
8)	614	1505	MYRISTYLALCOHOL
9)	612	590	ACETICACID, OCTYLESTER
10)	608	945	MYRISTICACID, ETHYLESTER

TYPE 'SPACE' FOR DISPLAY OR 'RETURN' FOR EXIT R1 OFF#



1. Pumpstutzen an Vakuumapparatur (Feinvakuum mit $p < 10^{-5}$ Torr) anschließen.
2. Pumpstutzen mit zurückgezogenem Ventilschaft und bei gelöster Mutter vorsichtig auf den Evakuierstutzen stecken, so daß sich der O-Ring nicht verklemmt. Mutter anziehen.
3. Abpumpstutzen und Zuführungen evakuieren.
4. Ventilschaft hineindrücken bis Anschlag. Dann etwa 2-3 Umdrehungen in das Ventil des MCT Detectors drehen (nicht bis Anschlag, da sonst beim Abnehmen des Pumpstutzens Belüftungsgefahr besteht.)
5. Ventilschaft zurückziehen und Detektordewar evakuieren ($p < 10^{-5}$ T).
6. Nach dem Evakuieren Ventilschaft wieder in den Ventilsitz des Dewars drücken. Unter leichtem Andruck des Ventilschaftes Vakuumpumpe abhängen und belüften.
7. Vorsicht und unter leichtem Andruck Ventilschaft aus dem Ventil herausdrehen bis das Gewinde des Ventilschaftes frei liegt (hörbares Geräusch).
8. Mutter aufschrauben und Stutzen abnehmen.

