

Hochselektive GC-Detektion

Bestimmung von Halogen- und Schwefelverbindungen



► Dipl. Phys. Ing. FH Erwin Strigl,
IMT Innovative Messtechnik

Die Gaschromatographie hat sich zur unverzichtbaren Analyse­methode in der Labor- und Prozessanalytik etabliert. Durch die Weiter- und Neuentwicklung von gaschromatographischen Detektoren wird eine ständige Verbesserung der analytischen Performance – besonders auf den Gebieten der Umweltanalytik, der Lebensmittelanalytik und der Petrochemie – erreicht. Das Prinzip und die Leistungsfähigkeit des speziell für die Spurenanalytik der Elemente Chlor, Brom, Fluor, Jod und Schwefel entwickelten Plasma-Emissionsdetektors werden nachfolgend vorgestellt.



Funktionsprinzip

Das Funktionsprinzip des Echelle Plasma Emission Detektors EPED basiert auf der Atomisierung der in ein kapazitiv gekoppeltes Helium Plasma eingeleiteten Moleküle mit simultaner Erfassung der emittierten Atomlinien durch ein hochauflösendes Echelle Spektrometer.

Das Helium Plasma hat eine relativ zu den zu bestimmenden Elementen hohe Ionisierungsenergie von 21 eV und enthält neben Atomen

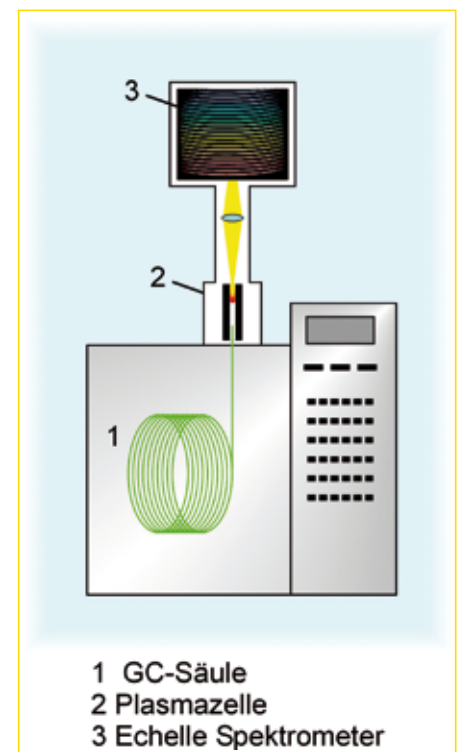


Abb. 1: Gesamtaufbau des EPED

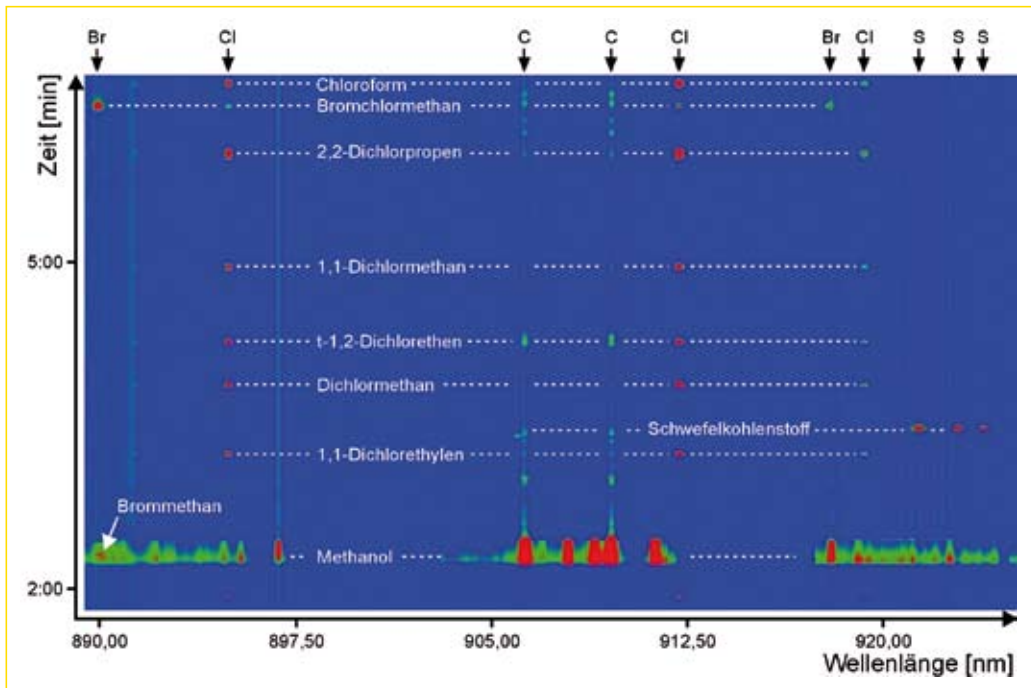


Abb. 2: Spektrumausschnitt

auch Ionen und Elektronen. Durch die sehr hohen Anregungstemperaturen von ca. 8000K werden alle von der GC-Säule eluierenden Moleküle im Plasma atomisiert und zur atomspezifischen Emission angeregt, wodurch die qualitative Analyse ermöglicht wird. Die quantitative Messung der Elementkonzentration basiert auf der Proportionalität der Strahlungsintensität und der Aufstellung einer Kalibrierkurve.

Detektoraufbau

Zur optimalen Kopplung zwischen GC-Säule und Detektor wird der

EPED auf den GC montiert und die GC-Säule direkt in die aus einem Quarzglasrohr bestehende Plasmazelle eingebracht. In der Plasmazelle, die einen Innendurchmesser von 0,7 mm aufweist, wird durch außen anliegende Elektroden ein gepulstes Hf-Mikroplasma aufrechterhalten. Die in axialer Richtung emittierte Strahlung des Plasmas wird durch ein Echelle-Spektrometer mit hochauflösender CCD Kamera erfasst. Um einen langzeitstabilen Betrieb zu erreichen, werden zum Helium Plasmagas geringste Mengen der Gase Sauerstoff und Wasserstoff zugemischt. Der Betrieb

des EPED erfolgt bei Atmosphärendruck, wobei die Kühlung durch einen Lüfter erfolgt.

Simultane Multielementanalyse

Während des GC-Runs erfolgt die Aufzeichnung aller Element-Spektraldaten durch die 2D CCD Kamera des Echellespektrometers und eine gleichzeitige Ausgabe von bis zu vier Elementkanälen auf 16 bit Analogausgängen. Soll eine Messung mit bestmöglicher Nachweisgrenze erfolgen, so können bis zu 5 Wellenlängen eines Elements addiert wer-

den, wodurch sich ein bestmögliches Signal-Rauschverhältnis ergibt. Die Erfassung eines großen Messbereichs wird durch die Anwahl einer unempfindlichen Elementwellenlänge erreicht. Neben der Ausgabe der Analogkanäle können auch verschiedene Datenformate, z.B. cdf, an ein Labordatensystem übertragen werden. Da jedes Atom bei verschiedenen Wellenlängen emittiert, ergibt sich ein charakteristischer Atom-Fingerprint und somit ein sehr hohes Vertrauensniveau bei der Identifizierung.

Abbildung 2 zeigt die Darstellung eines Bereichs der aufgezeichneten Wellenlängen während eines GC-Runs und typische Wellenlängenspektren. Es wird ersichtlich, dass auch eine Identifizierung von Molekülen erfolgen kann.

Leistungsdaten

Der Einsatzbereich des EPED erstreckt sich neben der quantitativen Element-Analytik auch auf das Screening in komplizierten Matrices. Durch den kompakten Gesamtaufbau und die direkte Einleitung der GC-Säule in die heiße Plasmazelle werden Adsorptionseffekte weitgehend ausgeschlossen, woraus u.a. eine sehr gute Linearität aller Elemente über einen weiten Konzentrationsbereich resultiert.

Die Abbildungen 4 und 5 zeigen typische Chromatogramme bzw. Element-Emissionslinien.

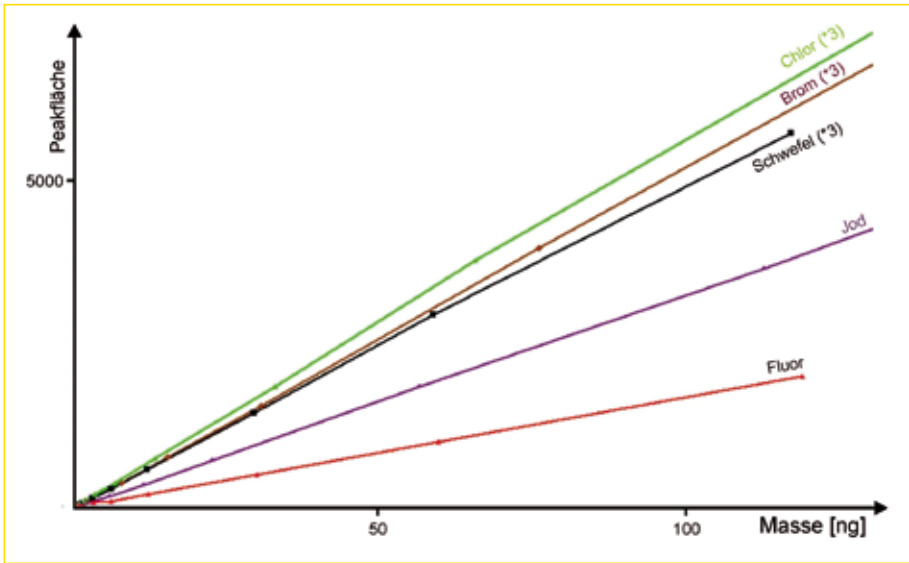


Abb. 3: Linearität aller Elemente

Bedingungen:

Säule: ZB 624, 30 m, 0,32 mm, 1,8 µm, 120 kPa
 Helium
 Temperaturprogramm: 40°C/6 min > 20°C/
 min > 260°C/13 min
 EPED: 100 µm, 4 Hz, 50 ms

Besondere Vorteile:

- Simultane Aufzeichnung aller Elemente bei hoher Selektivität
- Hochauflösendes Echellespektrometer, ohne bewegte Komponenten

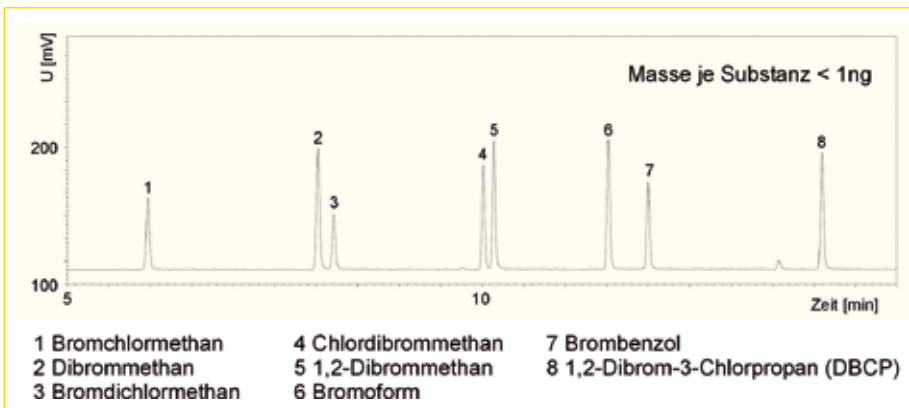


Abb. 4: Chromatogramm Brom

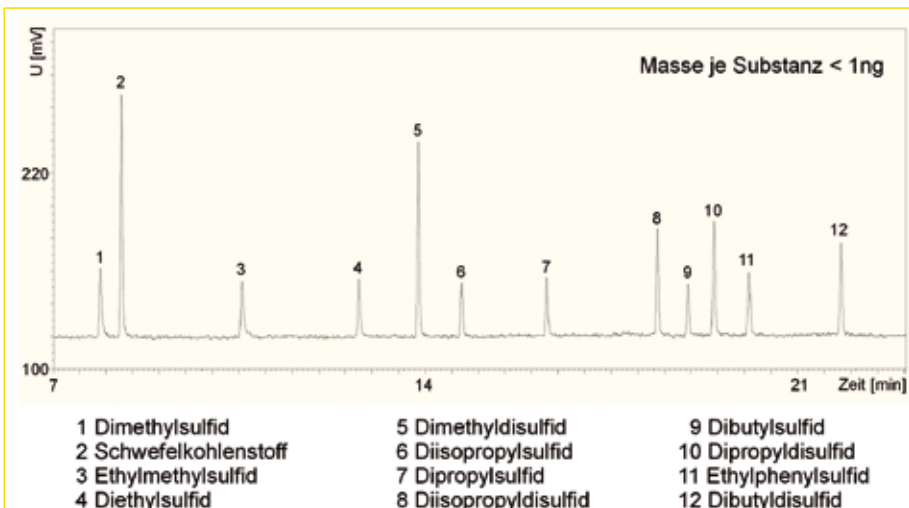


Abb. 5: Chromatogramm Schwefel

- Empfindlichkeit < 10 pg/s
- Dynamik 3–4 Dekaden
- Querempfindlichkeit zu Kohlenstoff < 1:20 000
- Problemloser Plasmabetrieb bei Atmosphärendruck, Luftkühlung
- Intuitive und zeitsparende Bedienung
- Einfache Montage auf jeden GC-Typ
- Lange Standzeit der Quarz-Plasmazelle

Fazit

Der Echelle Plasma Emission Detektor EPED stellt ein Bindeglied zwischen der hochauflösenden Atom-Emissionsspektroskopie und der Gaschromatographie dar. Durch die simultane Detektion der Elemente und die Gesamt-Performance eignet sich der äußerst robuste Detektor auch aufgrund der einfachen Bedienung und Wartung für den Einsatz in der Routineanalytik und der Forschung.

Literatur

[1] Broekaert J. und Jakubowski N.: Atomspektrometrie – die Methodenvielfalt hat ihre Berechtigung, GIT-Fachzeitschrift, 77–78 (2/2008)

[2] Florek S.; Haisch C.; Okruss M.; Becker-Ross H.; A new versatile echelle spectrometer relevant to laser induced plasma applications; Spectrochimica Acta, Part B: Atomic Spectroscopy 56B(6), 1027-1034 (2001)

[3] Marcus K. und Broekaert J.: Glow Discharge Plasmas in Analytical Spectroscopy, Wiley, (2003)

[4] Platzer B.: Development of a Plasma Discharge and an Emission Spectrometer for Element-Selective Detection in Gas Chromatography, Dissertation TU Graz, (1993)

► KONTAKT

Dipl. Phys. Ing. FH Erwin Strigl
 IMT Innovative Messtechnik GmbH
 Moosbach
 Tel.: 09656-1752
 Fax: 09656-1760
 estrigl@imgmbh.de
 www.imgmbh.de