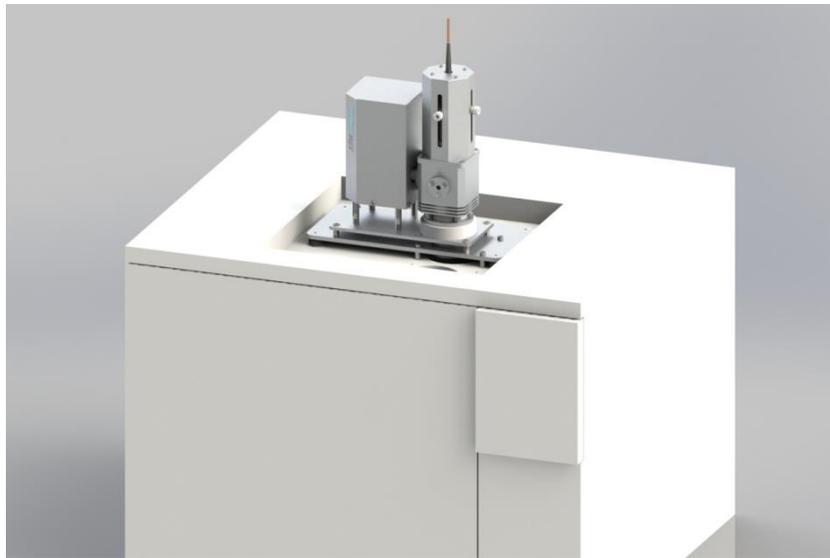




EPED GC-Detektor

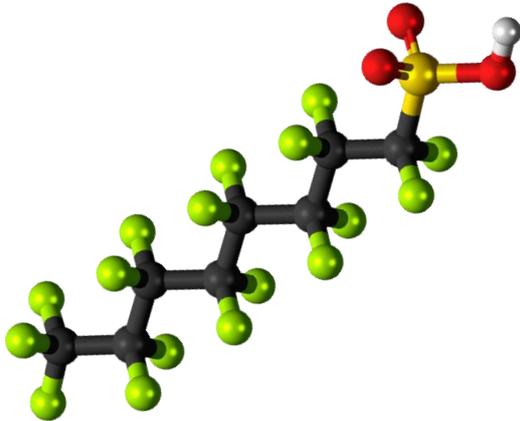
Spurenanalytik von Halogen- und Schwefelverbindungen



Analysieren Sie Halogen- und Schwefelverbindungen mit dem elementspezifischen GC-Detektor EPED

Der Echelle Plasma Emission Detektor (EPED) ist ein elementspezifischer Detektor, der zur selektiven Analyse von Schwefel- und Halogenverbindungen entwickelt wurde. Im Vergleich zum ebenfalls elementspezifischen AED (Atomemissions-Detektor) ist er jedoch robuster und die Nachweisgrenzen liegen um den Faktor 5 - 10 niedriger. Der Vorteil des EPED gegenüber einem massenspektrometrischen Detektor liegt im äquimolaren Response des Echelle-Spektrometers, so dass man für die Kalibrierung keinen Primärstandard benötigt und mit einem Standard pro Element einfach und mit geringem Aufwand quantifizieren kann. Einsatzgebiete sind die zur Zeit ganz aktuelle PFAS- Analytik (per- und polyfluorierte Alkylsubstanzen), die Analytik von Chlorparaffinen, bromierten Flammschutzmitteln sowie schwefelhaltigen Pestiziden, der Schwefelgehalt von Benzin und Diesel, und vieles mehr.

Analytik von PFAS und Chlorparaffinen



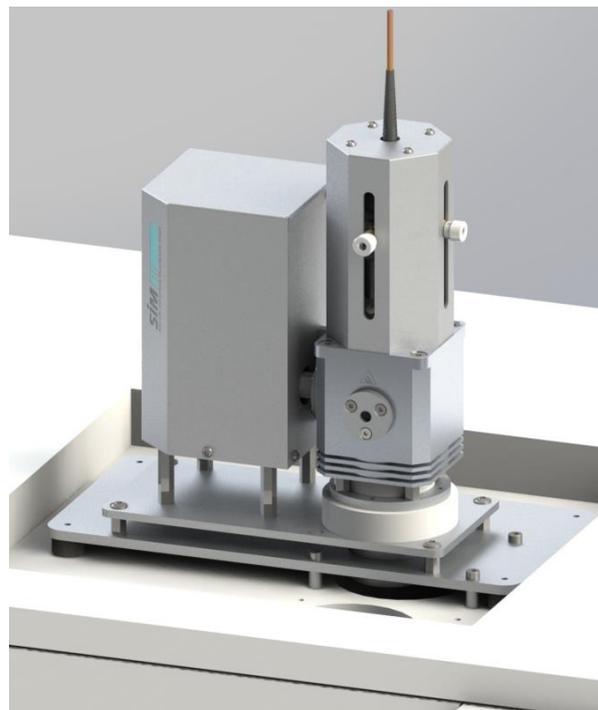
Perfluorooctanesulfonic-acid-3D-balls, Jynto, C0
via Wikimedia Commons

Insbesondere bei den PFAS und Chlorparaffinen, die zu den persistenten organischen Schadstoffen zählen und deshalb EU-weit reguliert sind, handelt es sich um sehr komplexe Stoffgemische mit einer Vielzahl von Kongeneren und Isomeren. Der EPED mit dem äquimolaren Response bietet sich hier insbesondere auch für Screenings an, da die quantitative Bestimmung möglich ist, ohne dass für jede Einzelsubstanz ein Referenzstandard benötigt wird. Die selektive quantitative Erfassung einzelner F- und Cl-Spezies aber auch einer nicht vollständig chromatographisch getrennten Mischung wird so über den Fluor- bzw. Chlorgehalt realisiert.

Prinzip und Detektoraufbau

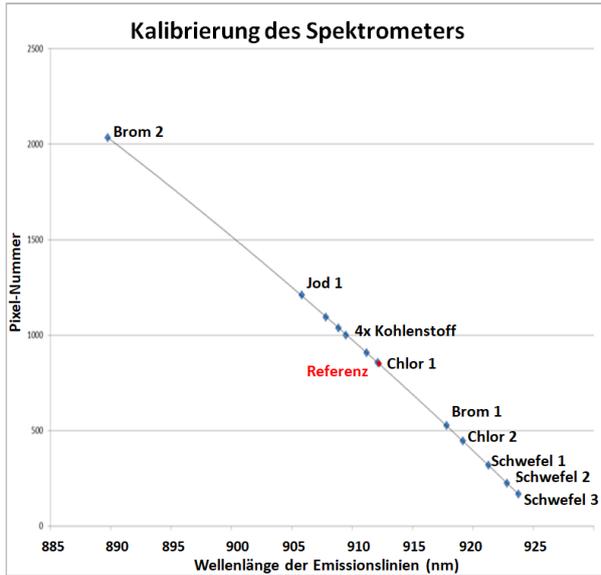
Das Funktionsprinzip des Detektors basiert auf der Atomisierung der in ein Helium-Plasma eingeleiteten Moleküle.

Die spektralen Daten werden mit einem hochauflösenden Echelle-Spektrometer elementspezifisch ausgewertet: Der Detektor ist auf dem Gaschromatographen montiert, so dass die Analyten aus der GC-Säule direkt in die Plasmazelle gelangen und Adsorptionseffekte weitgehend ausgeschlossen werden. In der Plasmazelle wird durch anliegende Elektroden ein gepulstes Hochfrequenz-Mikroplasma aufrechterhalten. Hier werden die Analyten atomisiert und zur Lichtemission angeregt. Das emittierte Licht wird über einen Lichtwellenleiter in das Echelle-Spektrometer geleitet. Die Wellenlänge der abgegebenen Energie ist elementspezifisch und direkt proportional zur Konzentration, so dass die Peakflächen im Chromatogramm zur Quantifizierung genutzt werden können. Die Auswertung ist in die Agilent OpenLAB-Software integriert.

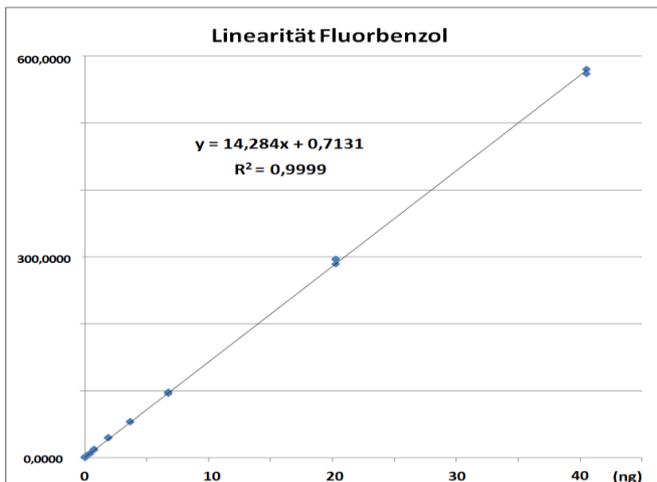


Plasmazelle mit Lichtwellenleiter auf GC

Kalibrierung und Sensitivität

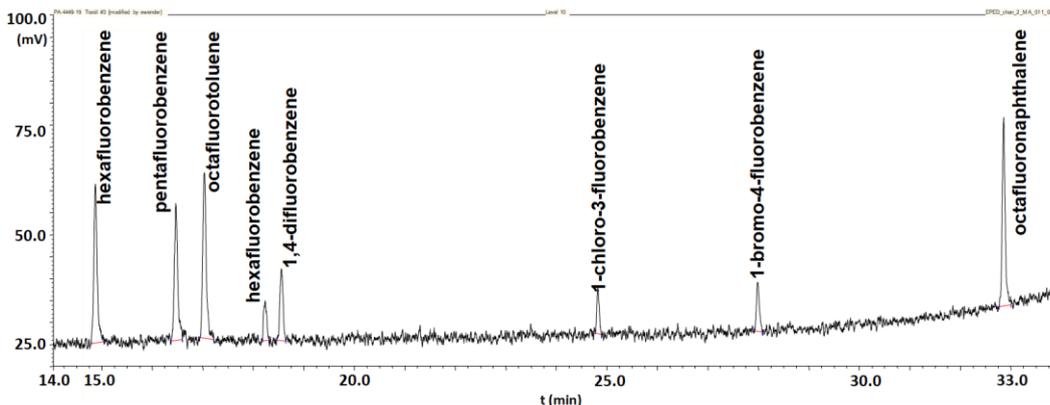


Das Echelle-Gitter ermöglicht die hohe spektrale Auflösung des emittierten Lichts. Mit der hochauflösenden CCD-Kamera werden die elementspezifischen Wellenlängen für Halogene und Schwefel erfasst. Zur Auswertung können bis zu drei Wellenlängen eines Elements addiert werden, um die Sensitivität zu erhöhen.



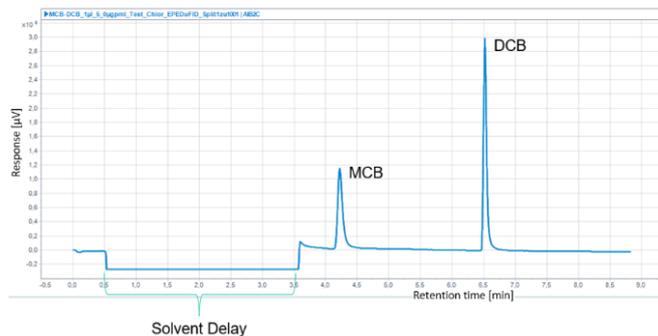
Der EPED benötigt aufgrund des Detektionsprinzips nicht für jeden Analyten einen eigenen Standard (Primärstandard), sondern kann mit einer Substanz pro Element kalibriert werden. Links ist die Kalibrierung für Fluorbenzol dargestellt, die für alle fluorhaltigen Analyten verwendet werden kann. Man erkennt die sehr gute Linearität über einen großen Konzentrationsbereich (im Allgemeinen über 3 - 4 Dekaden).

Kalibrierung Fluorbenzol (15 pg – 40 ng)



Trennung von 8 Fluorverbindungen mit Konzentrationen von 0,04 bis 0,214 ng

Langzeitstabilität



Trennung von Monochlorbenzol (MCB) und 1,2-Dichlorbenzol mit Ausblendung des Lösungsmittelpeaks (Solvent Delay)

Um eine stabile Messung zu gewährleisten, werden Wasserstoff und Sauerstoff in geringsten Mengen als Reaktionsgase verwendet.

Außerdem wird das He-Plasma während des Lösungsmittelpeaks ausgeschaltet (Solvent Delay), um Rußbildung zu vermeiden. Hierdurch konnten Langzeitstabilität und Empfindlichkeit des Detektors weiter verbessert werden.

Merkmale des EPED

- elementspezifischer GC-Detektor für Halogene und Schwefel
- linearer Bereich über 3-4 Dekaden
- hohe Sensitivität durch Lösungsmittelausblendung
- Auswertung integriert in Agilent OpenLAB-Software
- problemloser Plasmabetrieb bei Atmosphärendruck:
Plasmagas: Helium (15 – 75 ml/min), Reaktionsgase: O₂ und H₂
Spülgas: N₂
- lange Standzeit der Quarz-Plasmazelle
- robuster und wartungsarmer Detektor für Routineanalytik und Forschung
- Einsatzgebiete:
PFAS-Analytik (per- und polyfluorierte Alkylsubstanzen)
Chlorparaffine
bromierte Flammenschutzmittel
schwefelhaltige Pestizide
Schwefelgehalt in Kraftstoffen u.v.m.

Weitere Informationen: