

H53-Analytik

Hochdurchsatz mit Intuvo 9000

Application Note

Umwelt



KURZFASSUNG

In dieser Application Note wird die Hochdurchsatz-Analytik von H53-Proben zur Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index mit dem Intuvo 9000 GC-System von Agilent Technologies demonstriert. Da die Laufzeit der H53-Messung nur ca. 2 Minuten beträgt, bietet dieses System gegenüber Standardlaufzeiten von 20-30 Minuten auf herkömmlichen GC-Systemen signifikante Zeitersparnis.

EINFÜHRUNG

Grundlage der durchgeführten Messungen ist die DIN EN ISO 9377-2:2000, welche aufgrund der Herkunft (DEV53) auch als H53-Analytik bezeichnet wird. Dieses Verfahren dient zur Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index und trägt den Untertitel „Teil.2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie (H53)“.

Ziel dieser Application Note ist die Demonstration des neuen Agilent Intuvo 9000 zur Hochdurchsatz-Analytik von H53-Proben. Die Standardlaufzeit der H53-Applikation liegt je nach GC-System und Methodenparametern zwischen 20-30 Minuten. Durch die Verwendung des Intuvo 9000 können sehr hohe Aufheizraten die Laufzeit enorm verkürzen. Die vorgestellte Methode punktet mit einer Analysezeit von ca. 2 Minuten. Zusammen mit der folgenden Abkühlphase liegt die Run-to-Run-Time bei ca. 8 Minuten.

Beim Intuvo 9000 handelt es sich um eine komplett neue Generation an GC-Systemen, die durch innovative Technologien die Gaschromatographie komplett neu definiert.

Hierzu zählen:

- direkte Heizung, kürzere Zykluszeiten – planares Säulendesign
- schnelle, zuverlässige Säulenwechsel – Click-and-Run-Verbindungen
- kein Abschneiden von Säulen mehr – Intuvo Guard Chip-Technologie
- Systeminformationen sofort verfügbar – intuitiver Touchscreen
- mehr Platz im Labor – halbe Standfläche im Vergleich zu normalen Benchtop GC's

EXPERIMENTELLER TEIL

Chemikalien, Standardsubstanzen und Proben

- MKW STDs von 0,025 – 5,0 mg/ml
- Alkan20 (C₁₀ bis C₄₀)
- diverse Realproben

Instrument

- Intuvo 9000 S/SL FID
- ALS

Software

- OpenLab CDS 2.1

Methodenparameter

Parameter	
Agilent Intuvo 9000	
Säule	Intuvo DB1-HT
Säulenfluss (const.)	7 ml/min
Trärgas	Helium
Injektor	Splitless, 350 °C
Temperaturprogramm Ofen	40 °C für 0,25 min, 250 °C/min auf 370 °C, 1min
Detektor FID	350 °C
Intuvo Guard Chip	350 °C
Intuvo Bus Temp.	350 °C
ALS	
Spritze	10 µl
Inj. Vol.	1 µl

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Nach Abschnitt 9.7.1 der H53-Norm wird anhand eines Alkan-Standards im Bereich von C₁₀ bis C₄₀ eine diskriminierungsfreie Injektion sowie eine optimale Trennung gezeigt (siehe **Abbildung 1**). Hierzu wird der relative Response (Peakfläche) zwischen N-Tetracontan (C₄₀H₈₂) und N-Eicosan (C₂₀H₄₂) ermittelt. Die Vorgabe für den RF-Wert von > 0,8 wird hierbei eingehalten (siehe **Tabelle 1**).

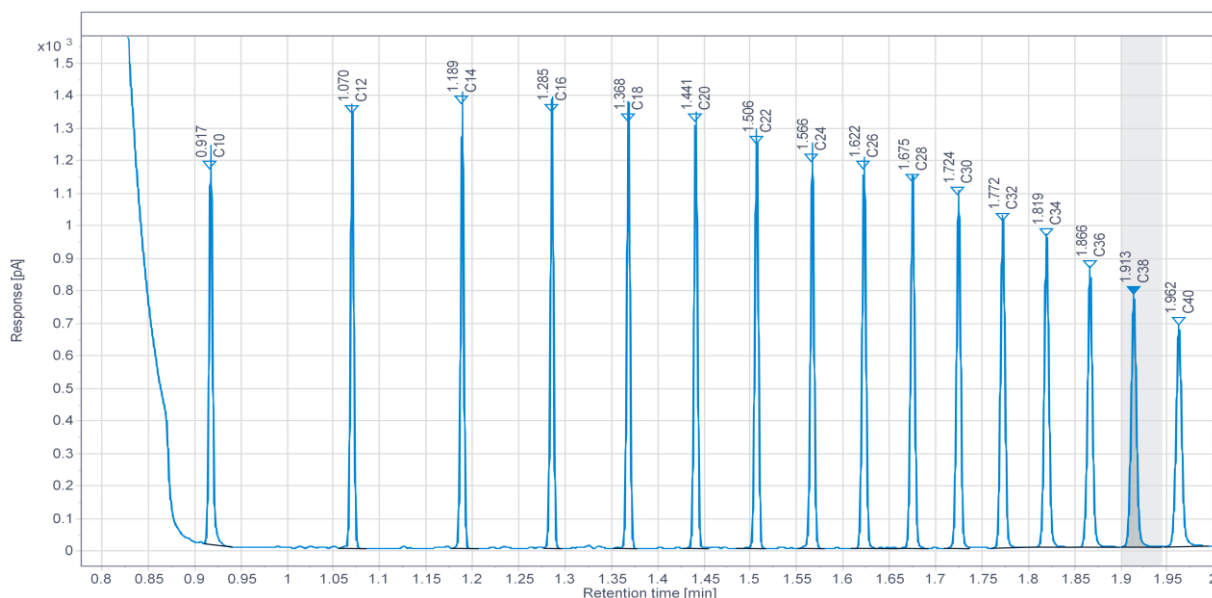
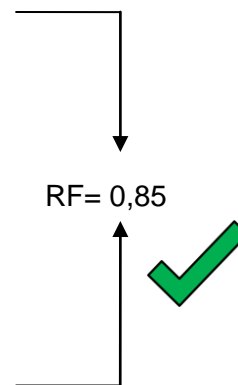


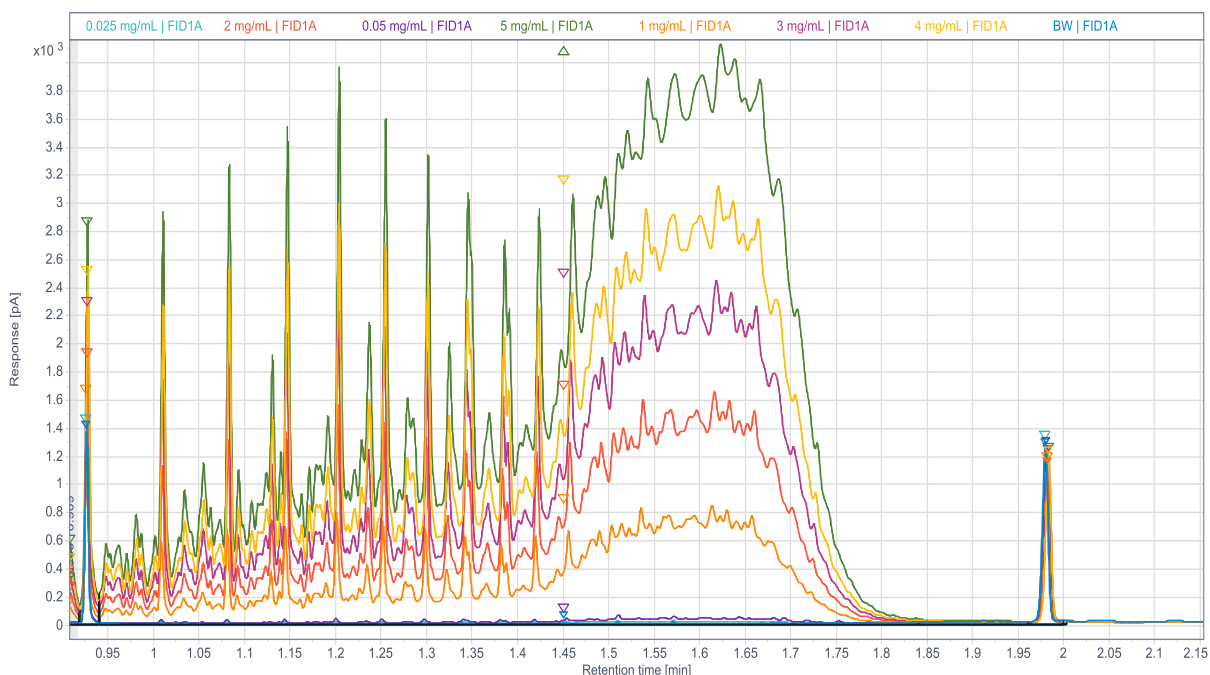
Abbildung 1 Alkan Mix C₁₀ – C₄₀

Tabelle 1 Auswertung Alkan Mix C₁₀ – C₄₀ mit RF-Wert (C₄₀/C₂₀)

#	Name	RT (min)	Höhe	Fläche
1	C10	0,917	1148,141	322,912
2	C12	1,07	1329,915	331,323
3	C14	1,189	1358,742	332,223
4	C16	1,285	1335,291	334,698
5	C18	1,368	1306,249	338,606
6	C20	1,441	1303,974	341,7
7	C22	1,506	1236,435	340,773
8	C24	1,566	1184,042	342,072
9	C26	1,622	1159,585	344,574
10	C28	1,675	1119,192	340,118
11	C30	1,724	1080,058	337,827
12	C32	1,772	998,037	333,64
13	C34	1,819	951,105	336,646
14	C36	1,866	852,478	319,051
15	C38	1,913	770,672	309,836
16	C40	1,962	673,808	290,047



Zur Kalibrierung wurden Standards eines 1:1 Diesel/Schmierölgemisches im Bereich zwischen 0,025 und 5,0 mg/ml verwendet. Als Integrationsmarker der MKW dienen das Ende des C₁₀ und der Anfang des C₄₀ Peaks. In **Abbildung 2** sind alle Chromatogramme des Kalibrierstandards von 0,025 – 5,0 mg/ml inklusive Blindwert dargestellt. Eine Vergrößerung der Chromatogramme im Bereich von 0,025 – 0,05 mg/ml inklusive Blindwert ist in **Abbildung 3** gezeigt.


Abbildung 2: Overlay der Kalibrierstandards von 0,025 – 5,0 mg/ml, inklusive Blindwert

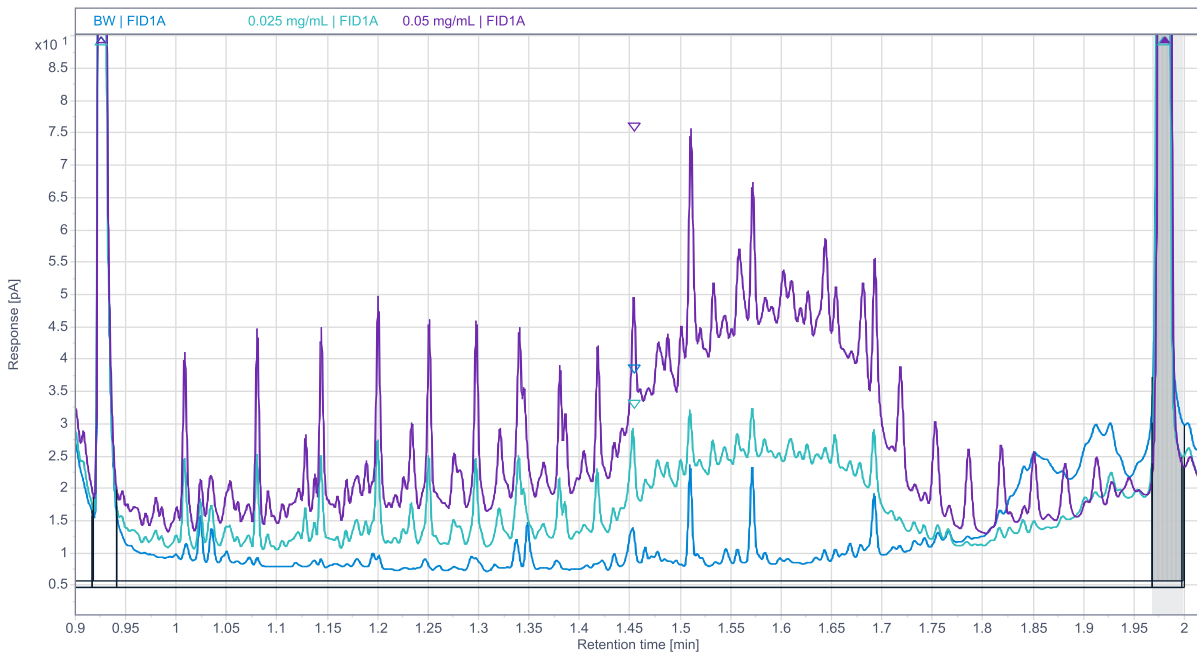


Abbildung 3: Vergrößerung Overlay Blindwert – 0,025 mg/ml und 0,05 mg/ml Standard

Die Bezugsfunktion mit Prognose-Intervall ist in **Abbildung 4** dargestellt. Bestimmtheitsmaß (R^2) sowie die Verfahrensstandardabweichung (V_{x_0}) sind der Beschriftung zu entnehmen.

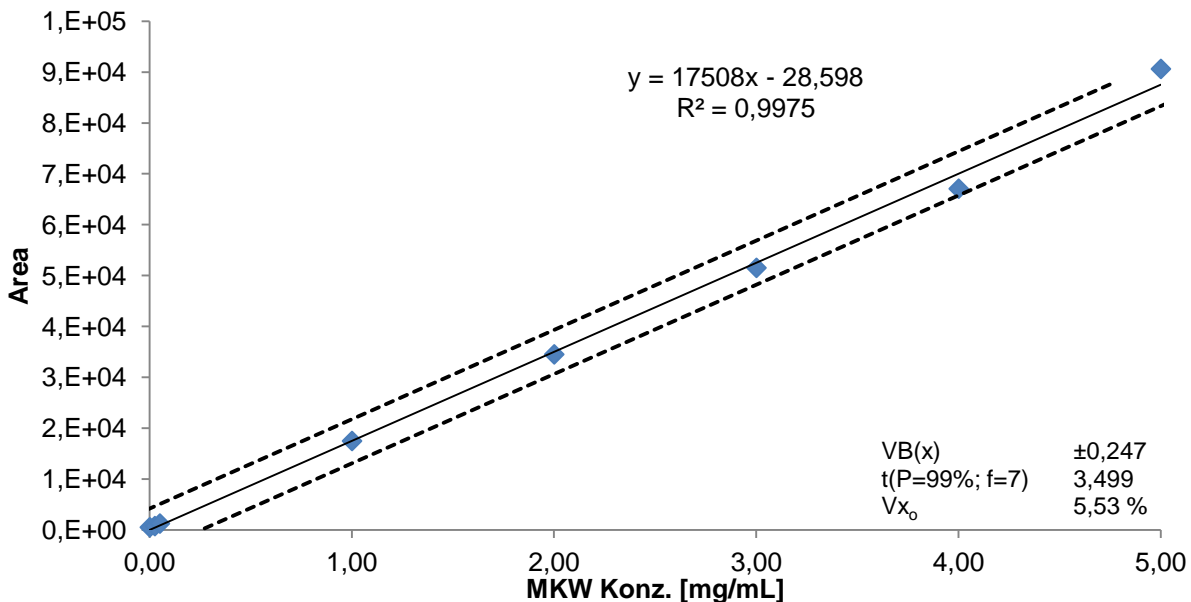


Abbildung 4: MKW-Kalibrierung von 0,025 mg/ml – 5,0 mg/ml

Als Proben dienen ein reiner Diesel- und Schmierölstandard mit einer Konzentration von 1,0 mg/ml (**Abbildung 5**), Referenzgemisch-Standards mit 0,5 und 1,0 mg/ml sowie zwei reale Bodenproben. Die Ergebnisse sind in **Tabelle 2** aufgeführt. Als Referenzsystem wurde ein Trace GC Ultra UFM von Thermo Scientific herangezogen. Die mit dem Trace-GC ermittelten Konzentrationen wurden als SOLL-Wert verwendet. Jede Probe wurde dreifach injiziert.

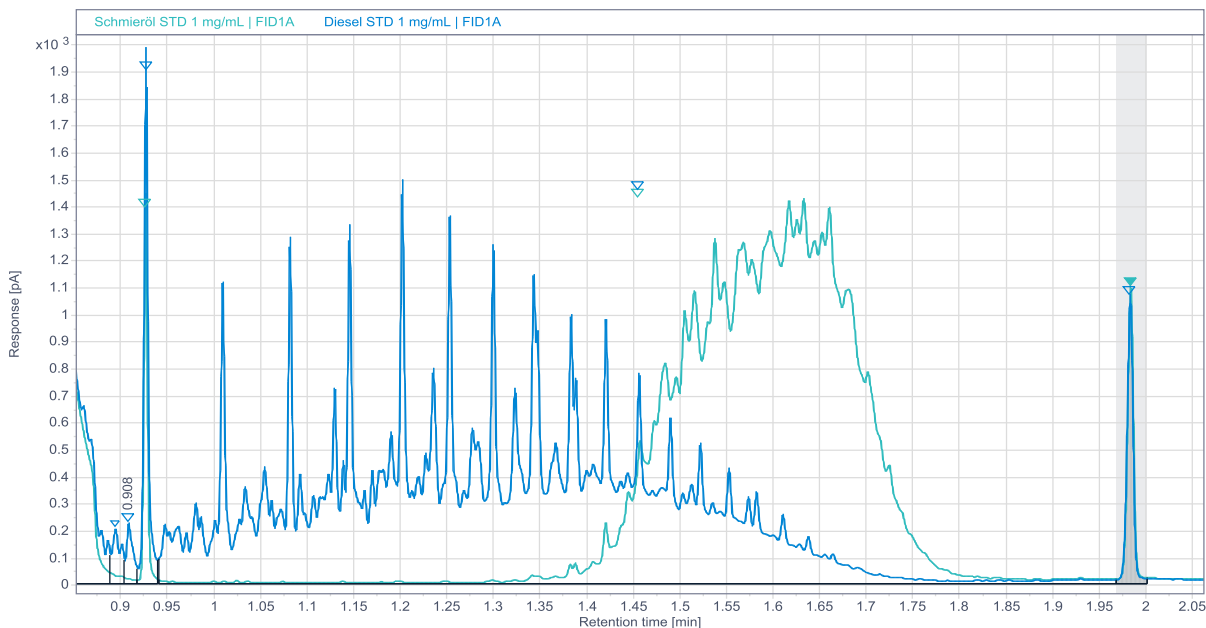


Abbildung 5: Overlay der Proben Schmieröl-STD 1 mg/ml (grün) und Diesel STD 1 mg/ml (blau)

Tabelle 2: Ergebnisse Probenmessungen

Probe	Inj.	Fläche	Konz. [mg/ml]	Mittelwert Konz. [mg/mL]	SD (Fläche)	RSD % (Fläche)	SOLL [mg/ml]	(IST/SOLL) %
Schmieröl-STD 1 mg/ml	1	17866,2	1,022					
	2	17883,5	1,023					
	3	17770,7	1,017	1,021	0,003	0,340	1,051	97,128
Diesel-STD 1 mg/ml	1	16091,4	0,921					
	2	16176,5	0,926					
	3	16136,0	0,923	0,923	0,002	0,264	0,977	94,521
Referenz 0,5 mg/ml	1	9087,9	0,521					
	2	9077,1	0,520					
	3	9053,2	0,519	0,520	0,001	0,195	0,529	98,242
Referenz 1,0 mg/ml	1	17561,6	1,005					
	2	17355,6	0,993					
	3	17560,9	1,005	1,001	0,007	0,678	1,020	98,110
P1	1	6659,1	0,382					
	2	6616,2	0,380					
	3	6658,1	0,382	0,381	0,001	0,367	0,382	99,901
P2 (unverd.)	1	Ausreißer						
	2	34557,3	1,975					
	3	34807,0	1,990	1,983	0,010	0,509	1,843	107,55

ZUSAMMENFASSUNG

Unter Betrachtung der durchgeführten Testmessungen ist der klare Zeitvorteil der Methode zu erkennen. So können im Vergleich zu einer 30-Minuten-Methode mit Standard Benchtop-GC (welche eine zusätzliche Abkühlzeit von mindestens 5 Minuten benötigt) statt einer bis zu vier Proben gemessen werden. Eine diskriminierungsfreie Injektion und eine optimale Trennung konnte anhand des Alkan-Mix (**Abbildung 1**) bestätigt werden. Die Linearität der Kalibrierung (**Abbildung 4**) über einen Konzentrationsbereich von 0,025 – 5,0 mg/ml ist unter den Methodenparametern gegeben. Im Vergleich zur Soll-Konzentration liegen die ermittelten MKW-Konzentrationen der Proben im Bereich von 94 und 107%.

REFERENZEN

1. DIN EN ISO 9377-2:2000; Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index; Teil 2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie, 07/2001

Informationen in diesem Dokument können sich ohne Vorankündigung ändern.

©SIM GmbH, 2017
Deutschland, Mai 2017