

CHEMISCHE REINHEITSANALYSE

Technologie-Vorteil: Agilent Intuvo 9000 GC mit FID



Einführung

Monocyclische aromatische Kohlenwasserstoffe sind wichtige Gebrauchskemikalien zur Herstellung von Polymeren. Das ASTM Komitee D16 gibt Spezifikationen für die Reinheit einer ganzen Reihe dieser chemischen Stoffe vor. Die ASTM D7405-Methode unterstützt diese Spezifikationen, indem zur Messung der chemischen Gesamtreinheit und des Gehalts an wichtigen Verunreinigungen die Gaschromatographie verwendet wird. Diese Analysen werden häufig auf Herstellerseite von Technikern ohne spezielle Qualifikation in der analytischen Chemie durchgeführt. Zur Vereinfachung der Technik bei gleichzeitiger Wahrung der Präzision eliminiert die D7504-Methode die Probenvorbereitung und die Gerätekalibrierung durch Verwendung von ECN (Effective Carbon Number)-Responses. Damit diese Technik effektiv ist, müssen Probenkomponenten mit einem Gewichtsanteil von 10^{-4} bis 99,5 % in ein und demselben Lauf nachgewiesen werden.

Der Agilent Intuvo 9000 GC ist speziell für die schnelle und einfache Routineanalyse der chemischen Reinheit ausgelegt

- Aufgrund des Säulendesigns mit Schnellkupplung sind keine Fachkenntnisse bei der Säuleninstallation erforderlich.
- Ein Flammenionisationsdetektor mit automatischer Bereichserkennung kann die Peak-Response über einen großen Konzentrationsbereich hinweg ohne Überladung quantitativ messen.
- Der geringe Platz- und Ressourcenbedarf ist ideal für Hersteller-Labore.
- Einfache, intuitive Touchscreen-Bedienoberfläche.

Weitere Informationen finden Sie unter:

www.agilent.com/chem/intuvo



Agilent Technologies

Methodik

GC-Gerätebedingungen

Parameter	Wert
Einlass	100:1 Split, 270 °C
Injektionsvolumen	0,5 µl
Säule	Agilent HP-Innowax, 60 m × 0,32 mm, 0,5 µm (Best.-Nr. 19091N-216-INT)
Konstanter Säulenfluss	2,1 ml/Min. Helium
Säulentemperatur	60 °C für 10 Minuten 5 °C/Min. bis 150 °C, 10 Minuten halten
Detektor	Flammenionisation, 300 °C

Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 1 zeigt 10 aufeinander folgende Injektionen einer gemischten Xylol-Probe. In ein und derselben Injektion kann der Agilent Intuvo 9000 GC Flammenionisationsdetektor (FID) die vier dominanten Peaks aromatischer C8-Verbindungen sowie die kleineren Verunreinigungen quantifizieren. Tabelle 1 zeigt die quantitativen Ergebnisse. Bei allen in dieser Probe festgestellten Komponenten wurden die im Labor vorhandenen Präzisionsvorgaben eingehalten.

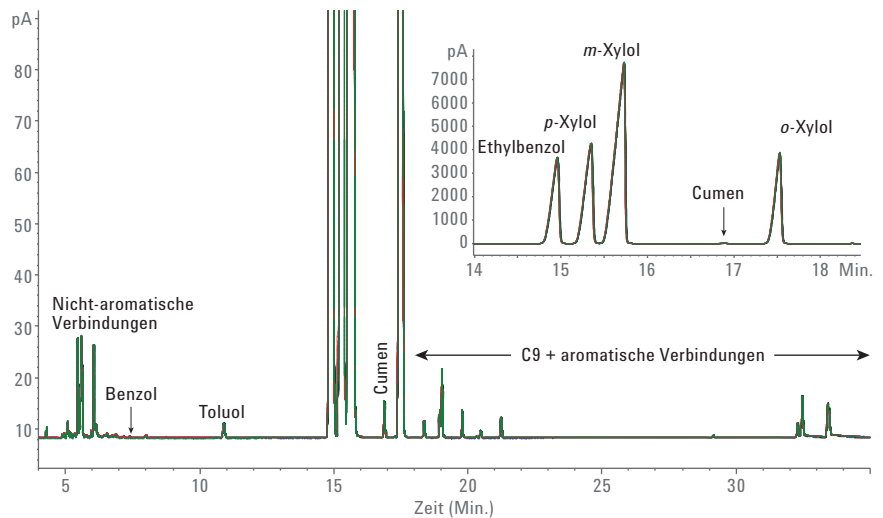


Abbildung 1. Überlagerung von 10 Analysen eines Xylol-Gemischs. Der FID mit automatisierter Bereichserkennung weist kleine und große Peaks in ein und demselben Lauf quantitativ nach.

Tabelle 1: Ergebnisse von 10 D7504-Analysen eines Xylol-Gemischs.

Durchlauf	Nicht-aromatische Verbindungen, Gew.-%	Toluol, Gew.-%	Ethylbenzol, Gew.-%	<i>p</i> -Xylol, Gew.-%	<i>m</i> -Xylol, Gew.-%	Cumen, Gew.-%	<i>o</i> -Xylol, Gew.-%	C9 + aromatische Verbindungen, Gew.-%
1	0,1982	0,0101	16,84	21,05	46,43	0,0221	15,29	0,1667
2	0,1991	0,0100	16,83	21,05	46,43	0,0219	15,30	0,1662
3	0,1986	0,0100	16,84	21,05	46,43	0,0218	15,29	0,1646
4	0,1994	0,0100	16,83	21,05	46,43	0,0219	15,30	0,1595
5	0,1984	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1623
6	0,1993	0,0101	16,84	21,04	46,43	0,0219	15,31	0,1651
7	0,2008	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1632
8	0,1998	0,0101	16,84	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1566
9	0,2005	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1624
10	0,2005	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,31	0,1633
Mittel	0,1995	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1630
SD	0,00092	0,00005	0,004	0,004	0,003	0,00007	0,006	0,00307
ASTM SD	0,00700	0,01400	0,007	0,029	0,021	0,00003	0,010	0,00100

Es wurde auch eine hochreine Toluolprobe analysiert, um den weiten automatisierten Response-Bereich des Intuvo 9000 FID zu demonstrieren (Abbildung 2). Es ist zu beachten, dass der Detektor Peaks von 0,16 pA bis 13 500 pA erkennen kann. Dies entspricht einer Konzentrationsdifferenz von 18 ppm bis 99,97 Gew.-%.

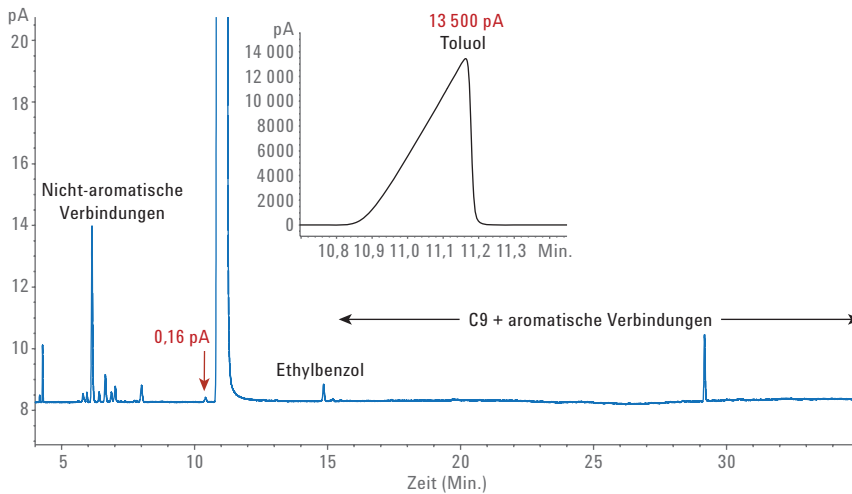


Abbildung 2: D7504-Analyse von gereinigtem Toluol. Sehr große Komponenten (99,97 %) und sehr kleine Komponenten (18 ppm) wurden in ein und demselben Lauf gemessen.

Schlussfolgerung

Die chemische Industrie hat die Notwendigkeit von einfachen, anwenderfreundlichen Methoden für die GC-Routineanalyse monocyclischer Aromaten erkannt. Ein wesentlicher Fortschritt war diesbezüglich die Entwicklung der ASTM-Methode D7504, bei der die ECN-Response verwendet wird, um die Notwendigkeit der Probenvorbereitung und Kalibrierung durch einen Experten zu eliminieren. Zur Unterstützung dieses Trends hin zu einfacheren GC-Methoden ist der Agilent Intuvo 9000 GC mit einer Technologie ausgestattet, die eine Installation der Säule per Schnellkupplung ermöglicht, sodass Bediener unabhängig vom Grad ihrer Erfahrung die GC-Säulen schnell und korrekt wechseln können. Dank des FID mit automatisierter Bereichserkennung lassen sich überdies ECN-Response-Methoden einfach und effektiv implementieren, sodass Analyseergebnisse mit hoher Präzision erhalten werden.

Literatur

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org

www.agilent.com
Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2016
Gedruckt in den USA, 01. August 2016
5991-7220DEE



Agilent Technologies