



# Combustion Chromatographie ionique

Détermination rapide et fiable  
des halogènes et du soufre  
par pyrohydrolyse

**DES EXPERTS  
DE CONFIANCE**

 **Metrohm**

# Digestion par combustion et chromatographie ionique combinées en un seul système

Le couplage entre la combustion et la chromatographie ionique (CIC) étend la gamme de la chromatographie ionique à tous les types d'échantillons combustibles. L'accent est mis sur la détermination simultanée des différents halogènes et du soufre dans des matrices très diverses.

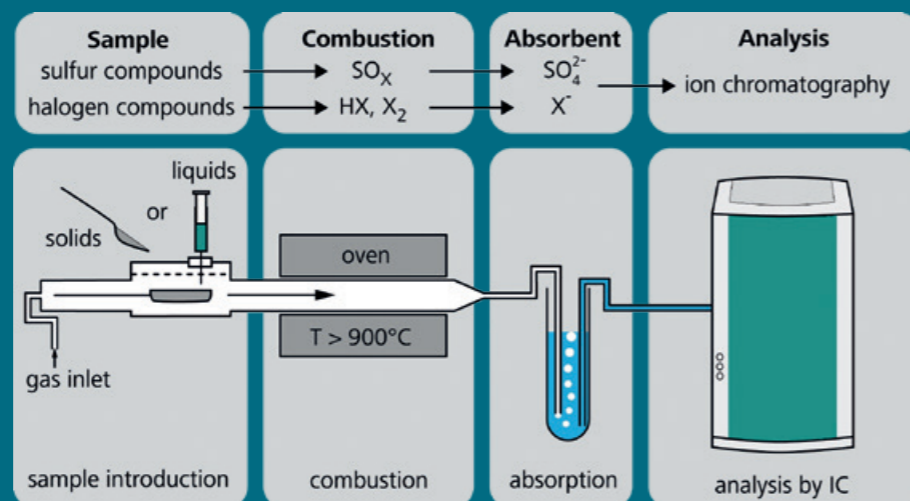
Le système Metrohm CIC, y compris la préparation des échantillons, est entièrement automatisé. Il permet ainsi d'augmenter le débit d'échantillons d'une part et la précision et l'exactitude des résultats d'autre part. Contrairement aux autres méthodes, cette technique couplée permet de faire la spéciation des différents halogènes.

## Comment fonctionne le couplage CIC ?

Avec la CIC, les échantillons sont pyrolysés avec de l'oxygène et de l'eau (pyrohydrolyse) dans une atmosphère d'argon. Les composés gazeux qui en résultent sont transférés dans le module d'absorption 920 où ils sont recueillis dans une solution d'absorption. Cette solution est injectée dans le système IC pour une analyse ultérieure.



La solution CIC de Metrohm combine un module de combustion d'Analytik Jena (AJ) avec un module d'absorption et un système IC de Metrohm. Dans le module de combustion, les matrices d'échantillons telles que les polymères ou l'essence sont digérées par combustion dans un tube spécial en verre de quartz.



## LES AVANTAGES DU COUPLAGE COMBUSTION-IC EN UN COUP D'ŒIL

- Extension de la gamme des CI à tous les types d'échantillons combustibles (solides, liquides, gazeux)
- Détermination simultanée du soufre et des halogènes
- Quantification de la concentration de chaque halogène
- Idéal pour vérifier les dernières normes analytiques concernant les produits sans halogène (RoHS, WEEE ...)
- Débit d'échantillons, précision et exactitude élevés
- Logiciel de chromatographie ionique MagIC Net pour le contrôle de l'ensemble des équipements et la gestion des données – toutes les informations dans un tableau d'échantillons ou un rapport
- Conformité aux normes FDA et GLP
- Etalonnage avec un seul étalon grâce à la technique intelligente d'injection de volume variable (MiPT) de Metrohm
- Préparation entièrement automatisée des échantillons solides et liquides avec un seul passeur d'échantillons modulaire
- Choix du tube de combustion en quartz ou en céramique en fonction de la matrice de l'échantillon
- Le capteur de flamme assure une durée de combustion optimale avec une méthode universelle utilisant le tube de combustion en quartz

## APPLICATIONS

Le couplage CIC est idéal pour les analyses de routine dans divers domaines, car il n'est pas nécessaire de connaître les détails de la nature de la matrice de l'échantillon ni de développer une méthode compliquée. Il est non seulement recommandé pour le contrôle de la qualité des matières premières, des produits intermédiaires et des produits finis, mais la méthode convient également pour un contrôle simple et précis de la conformité aux normes et réglementations dans le secteur de l'environnement (par exemple DIN EN 228, IEC 60502-1, RoHS, WEEE, ...).

### Exemples de domaines et de produits pour lesquels des analyses sont possibles avec le système CIC :

- substances importantes pour l'environnement (huile, déchets plastiques, verre, charbon actif, ...)
- composants électroniques (circuits imprimés, résine, câbles, isolation, ...)
- combustibles (essence, kérosène, pétrole brut, mazout, charbon, butane, propane, gaz naturel, catalyseurs, ...)
- matières plastiques (polymères tels que le polyéthylène, ...)
- colorants (pigments, peintures, ...)
- produits pharmaceutiques
- aliments (huiles, épices, arômes et parfums, ...)

## DIGESTION PAR COMBUSTION

Le système CIC de Metrohm se compose d'un module de combustion (four + ABD) d'Analytik Jena et d'une partie absorption et CI de Metrohm. Dans le module de combustion, la digestion de l'échantillon peut être contrôlée automatiquement\* : une fibre optique transfère la lumière émise pendant la combustion depuis le four à pyrolyse vers un capteur optique qui contrôle le déplacement de la nacelle échantillon dans le four. La durée de la combustion est optimisée de manière à ce que la combustion soit toujours complète (pas de formation de suie) et qu'il ne soit pas nécessaire de prévoir des temps d'attente comme tampon de sécurité. Différents échantillons et différentes quantités d'échantillons peuvent être soumis à une "méthode" universelle. Le système s'adapte automatiquement à la combustion de chaque nature d'échantillon.

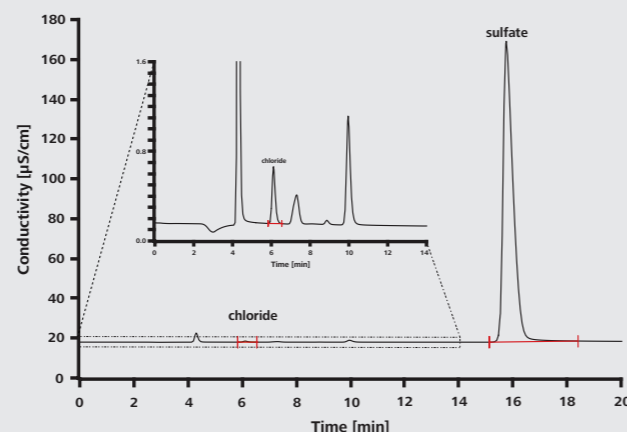
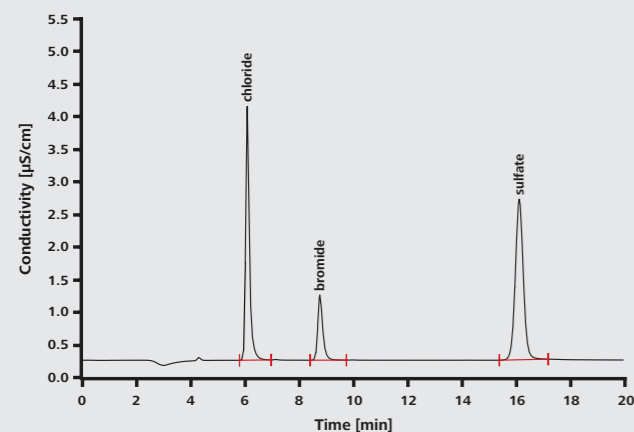
Si le tube de combustion en céramique est utilisé ou si des normes doivent être suivies pour définir la combustion pendant une durée spécifique à une température spécifique, l'entrée de l'échantillon dans le four peut également être programmée manuellement.

\* applicable en utilisant le tube de combustion en quartz



Un capteur de flamme mesure l'intensité de la lumière dans le module de combustion et contrôle automatiquement le déroulement de la combustion\*

\* applicable en utilisant le tube de combustion en quartz



Chromatogramme (gauche) : Détermination des halogènes et du soufre dans les granulés de polyéthylène certifiés ERM-EC681k : chlorure : 102,4%, bromure 95,4%, soufre 100,3%. Volume d'injection 20 µL

Chromatogramme (droite) : Détermination des halogènes et du soufre dans le matériau de référence du charbon NIST 2682b : chlorure : 103,4%, soufre 96,8%. Volume d'injection 100 µL

Conditions (les deux analyses) : Metrosep A Supp 5 - 150/4.0 ; éluant : 3,2 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1,0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>, 0,7 mL/min ; température de la colonne 30 °C ; température du four 1050 °C ; solution d'absorption : 100 mg/L H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

## LE COUPLAGE CIC PROPOSE PAR METROHM SE CONFORME AUX NORMES ET STANDARDS INTERNATIONAUX COMME PAR EXEMPLE ...

- **ASTM D7359-18** : Méthode d'essai normalisée pour le fluor, le chlore et le soufre totaux dans les hydrocarbures aromatiques et leurs mélanges par combustion pyrohydrolytique oxydante suivie d'une détection par chromatographie ionique (Combustion Ion Chromatography-CIC)
- **UOP991-19** : Chlorure, fluorure et bromure dans les substances organiques liquides par un système chromatographie ionique – combustion (CIC)
- **ASTM D8247** : Méthode d'essai standard pour la détermination du fluor total et du chlore total dans le charbon par combustion oxydative pyrohydrolytique suivie d'une détection par chromatographie ionique
- **ASTM D7994-17** : Méthode d'essai standard pour le fluor, le chlore et le soufre totaux dans le gaz de pétrole liquide (GPL) par combustion pyrohydrolytique oxydante suivie d'une détection par chromatographie ionique)

## AUTOMATISATION DU SYSTEME CIC

Le passeur d'échantillons MMS 5000 assure une introduction entièrement automatique des échantillons solides et liquides. Avec le kit approprié pour les échantillons liquides ou solides, ce passeur d'échantillons multi-matrices peut être converti en quelques minutes très facilement. Le système de combustion est tout de suite disponible pour la suite des essais.



# Fonctionnement fiable sous haute pression : Module GPL/GSS et module GPL

Le module GPL/GSS permet d'analyser à la fois les gaz liquéfiés (GPL) et les échantillons gazeux (GSS) – tels que le gaz naturel – à l'aide du couplage de la CI avec la combustion. Le module GPL, quant à lui, ne permet que l'analyse des gaz liquéfiés, qui peuvent toutefois être soumis à une pression primaire plus élevée. Le volume de dosage pour tous les types d'échantillons peut être modifié, ce qui permet l'étalonnage d'une large gamme de concentrations sans qu'il soit nécessaire d'utiliser un gaz étalon supplémentaire. En outre, les voies d'écoulement séparées pour le GPL et le GSS dans le module GPL/GSS éliminent tout risque de contamination.

MagiC Net contrôle les modules de gaz de manière entièrement automatiquement. Une vanne de dosage spéciale utilisant le refroidissement à effet Peltier est utilisée pour le dosage des gaz liquéfiés ce qui empêche l'échantillon d'être libéré prématurément. Après le processus d'échantillonnage, le gaz liquéfié est vaporisé dans une chambre chauffée. Cela permet d'amener à l'état gazeux même les composants qui sont moins facilement volatilisés. L'échantillon est entièrement transféré au système de combustion, un processus qui est également soutenu par un flux permanent de gaz porteur d'argon. Cela permet d'éviter les effets de mémoire.



2.136.0720 Module LPG/GSS pour l'analyse des gaz à l'état liquéfié et gazeux



2.136.0740 Module GPL pour l'analyse des GPL



## PARAMÈTRES CLÉS POUR L'ANALYSE DES GAZ À L'AIDE DU COUPLAGE CIC

	Module GPL/GSS		Module GPL
Pression du cylindre d'échantillonnage	Max. 18 bar (260 psi)	Max. 250 bar (3625 psi)	Max. 31 bar (450 psi)
Pression de la vanne d'échantillon	Déterminé par le cylindre d'échantillonnage	0.7–1.7 bar, généralement à 1 bar	Déterminé par le cylindre d'échantillonnage
Volume de l'échantillon	1-250 µL par pas de 1 µL	1-65 ml par pas de 250 µl	1-250 µL par pas de 1 µL
Tempé de la chambre de décompression	85 °C	–	85 °C



# Large éventail d'applications

## FONCTIONNEMENT SIMPLE

Une fois le tableau d'échantillons créé, le système couplé de Combustion IC fonctionne de manière entièrement automatique. Tous les paramètres sont contrôlés par le logiciel MagIC Net. Le système s'éteint automatiquement après une série de déterminations, ce qui permet d'économiser des coûts dans les cas où, par exemple, des gaz coûteux sont utilisés.

## TRÈS FLEXIBLE

Le passeur d'échantillons MMS 5000 rend le système très flexible. Le passeur d'échantillons peut être modifié en quelques minutes pour traiter des échantillons liquides au lieu d'échantillons solides, ce qui signifie qu'un seul passeur d'échantillons est nécessaire. En outre, il n'est pas nécessaire de modifier l'apport de gaz lorsqu'on passe d'un type d'échantillon à un autre, ce qui permet de gagner un temps précieux.

## FIABLE

Le système CIC est supérieur aux méthodes de digestion hors ligne, non seulement en terme de débit d'échantillons, mais aussi en terme de précision et de justesse des résultats. La validation du système est effectuée par le biais d'étalons de contrôle de l'étalonnage et de matériaux de référence pour les échantillons. Cela augmente également la fiabilité du système CIC.

## ÉTALONNAGE SIMPLE

Grâce à la technique intelligente d'injection de volumes variables (MiPT) de Metrohm, l'étalonnage peut être effectué rapidement, de manière fiable et – surtout – automatiquement, à l'aide d'un seul étalon multi-ions. Cela permet de gagner du temps et de réduire le risque d'erreur.

## TECHNOLOGIE DES CAPTEURS DE FLAMME\*

Qu'il s'agisse d'analyser des échantillons solides ou liquides, ou que la quantité d'échantillon varie, le capteur de flamme optimise le processus de combustion. Cela garantit une combustion rapide, complète et sans suie.

## PAS D'ÉTALON INTERNE NÉCESSAIRE

MagIC Net documente tous les liquides qui sont dosés dans la solution d'absorption. Il n'est donc pas nécessaire d'utiliser un étalon interne dans la solution d'absorption. Cela permet d'éviter tout effet de dilution indésirable ainsi que toute interférence entre l'étalon interne et les analytes dans le chromatogramme.

\* applicable en utilisant le tube de combustion en quartz



930 Compact IC Flex



920 Absorber Module



Module de combustion (four + ABD) avec passeur d'échantillons MMS 5000

# Manipulation parfaite des liquides – le module absorbeur 920

Dans le système Metrohm CIC, le module de combustion et le chromatographe ionique sont reliés par le module absorbeur 920. Le module absorbeur 920 veille à ce que les composés gazeux des substances à analyser soient mis en solution. La manipulation professionnelle des liquides comprend également l'apport d'eau pour la combustion, l'élimination matricielle du peroxyde d'hydrogène (agent oxydant) et les procédures de rinçage.

En outre, un seul étalon multi-ions peut être utilisé pour un étalonnage automatisé du système au moyen de la technique intelligente d'injection de volumes variables (MiPT) de Metrohm. Comme la technologie MiPT permet des volumes d'injection flexibles (4-200 µL), une large gamme de concentrations peut être couverte.

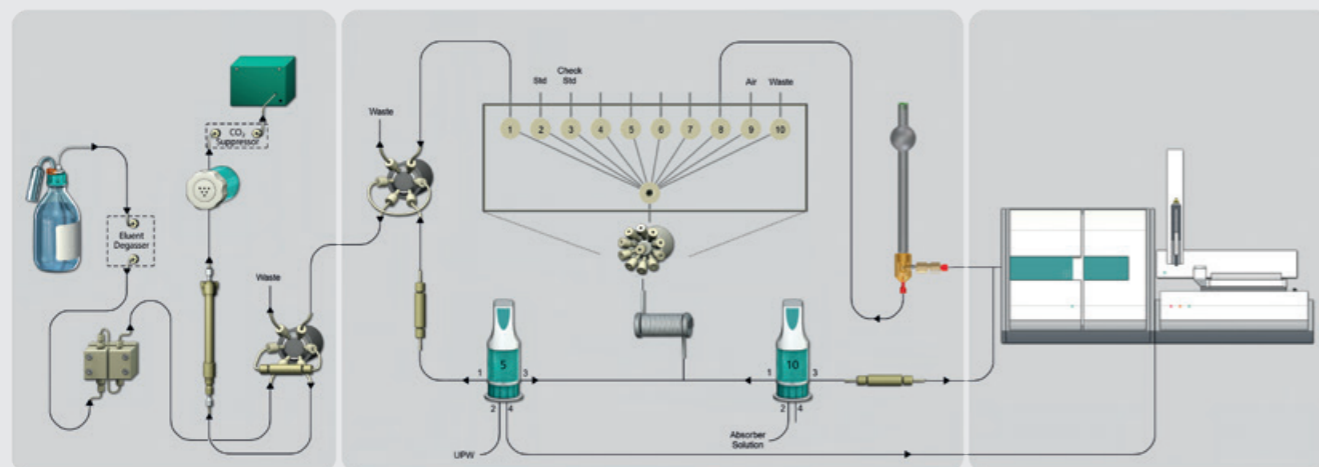
Les éléments suivants sont disponibles pour l'ensemble de la manipulation des liquides : une vanne à 10 ports, une vanne d'injection à 6 ports et deux Dosinos Metrohm 800 brevetés avec deux unités de dosage 807.

Le module absorbeur 920 peut également être utilisé comme échantillonneur en ligne pour l'absorption directe de composés gazeux (NH<sub>3</sub>, HNO<sub>2</sub>, HNO<sub>3</sub>, HCl, SO<sub>2</sub>) à partir de l'air. De cette manière, les acides volatils (acide chlorhydrique, acide sulfurique) peuvent être surveillés dans les gaz de combustion ou dans l'air ambiant sur les lieux de travail.

# Contrôle direct avec le logiciel MagIC Net

Le système CIC complet est contrôlé par MagIC Net, le logiciel éprouvé pour la chromatographie ionique. MagIC Net offre une grande flexibilité en ce qui concerne la configuration, l'agencement et la programmation des méthodes. Plusieurs fonctions de surveillance et de contrôle sont à la disposition de l'utilisateur. MagIC Net répond à toutes les exigences de la FDA et des BPL et est également disponible dans de nombreuses langues. Un système moderne de gestion des données et un puissant générateur de rapports complètent l'ensemble.

MagIC Net garantit une utilisation simple, robuste et fiable du système. L'utilisateur peut à tout moment garder une vue d'ensemble de toutes les quantités de liquide introduites dans la solution d'absorption. Par conséquent, il est possible de travailler sans étalon interne ou autres outils.



930 Compact IC Flex

920 Absorber Module

Combustion Module



## INFORMATIONS POUR LA COMMANDE

### Appareils

Metrohm commercialise le système complet, y compris l'installation, le service et la formation par le même fournisseur.

### Package Combustion IC

#### 2.930.9010 930 Combustion IC PP (AJ). Le package comprend :

2.930.2560	Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (Oven + ABD, AJ)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter for Vario for MSM
6.6059.4x1	MagIC Net 4.x Compact: 1 licence
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0

#### 2.930.9020 930 Combustion IC DR (AJ). Le package comprend :

2.930.2460	Compact IC Flex Oven/SeS/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (Oven + ABD, AJ)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter for Vario for MSM
6.6059.4x1	MagIC Net 4.x Compact: 1 licence
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0
2.800.0020	800 Dosino
6.1580.120	807 Dosing Unit 2 mL

2.136.0700 Combustion Module (Oven + ABD, AJ)

2.136.0710 Auto Boat Drive (AJ)

2.136.0720 LPG/GSS Module (AJ)

2.136.0730 Combustion Module (Oven + LPG/GSS, AJ)

2.136.0740 LPG Module (AJ)

2.136.0750 Combustion Oven (AJ)

6.7304.030 Oven coupling for LPG/GSS (AJ)

### Passeurs d'échantillons

2.136.0800 MMS 5000 Autosampler (AJ)

6.7302.000 Kit for solid samples for MMS 5000, 35 positions

6.7303.000 Kit for liquid samples for MMS 5000, 112 positions

### Accessoires

6.7301.300 Ceramic combustion tube CIC AJ, complete

6.5865.600 Initial inst. kit, ceramic combustion tube AJ