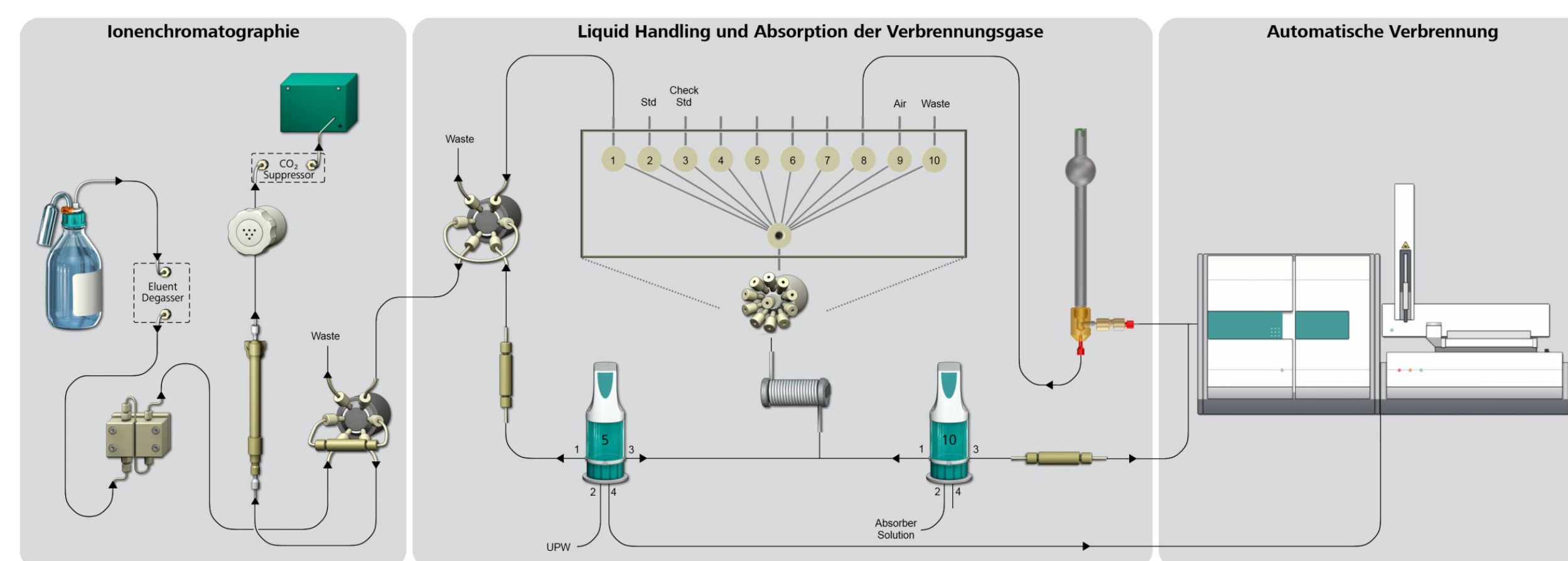


Fazit

Das vorgestellte Combustion-IC-System erlaubt den vollautomatischen Nachweis organischer Halogen- und Schwefelverbindungen in sämtlichen brennbaren Proben. Nach der vollständigen Pyrolyse der Probenmatrix werden die halogen- und schwefelhaltigen Verbrennungsprodukte in einer oxidierenden Absorptionslösung aufgefangen und in der nachfolgenden IC-Trennung als Halogenide und Sulfat bestimmt. Die hervorragenden Nachweisgrenzen im unteren ppm-Bereich, die nahezu quantitativen Wiederfindungsraten und der durch die teilweise synchron verlaufende Pyrolyse und Trennung garantierte hohe Probendurchsatz, machen die Combustion IC zur unverzichtbaren Methode in der Qualitätskontrolle. Jenseits der vorgestellten Analysen von Kunststoffen und fossilen Brennstoffen eignet sich die Combustion IC auch für Proben aus dem Pharma-, Kraftwerks-, Umwelt- und Lebensmittelbereich.

Das Prinzip: Perfektes Liquid Handling

Zunächst werden die Proben in der Ofeneinheit unter Argonatmosphäre aufgeschlossen und anschliessend mit Sauerstoff verbrannt. Dabei werden kontinuierlich geringe Wassermengen zudosiert, um zum einen Ablagerungen oder Glaskorrosion im Pyrolyseofen zu minimieren und zum anderen die Verbrennungsgase in die Absorptionslösung zu leiten. Um das SO₂ zu Sulfat zu oxidieren, enthält die Absorptionslösung H₂O₂. Da dieses die Chromatographie stört, wird es durch Inline-Matrixeliminierung entfernt.



Die Steuerung des Probenaufschlusses im Combustion Module erfolgt automatisch. Das im Pyrolyseofen bei der Verbrennung erzeugte Licht wird mittels Lichtleiter zu einem optischen Sensor geleitet, der die Lichtintensität misst. Als Regelgrösse steuert diese den Vorschub des Probenschiffchens in den Ofen und optimiert so den Verbrennungsprozess. Dies ermöglicht eine rasche und quantitative Verbrennung ohne Russbildung. Dank dieser automatisierten Steuerung des Probenaufschlusses entfallen aufwändige Methodenentwicklungen.

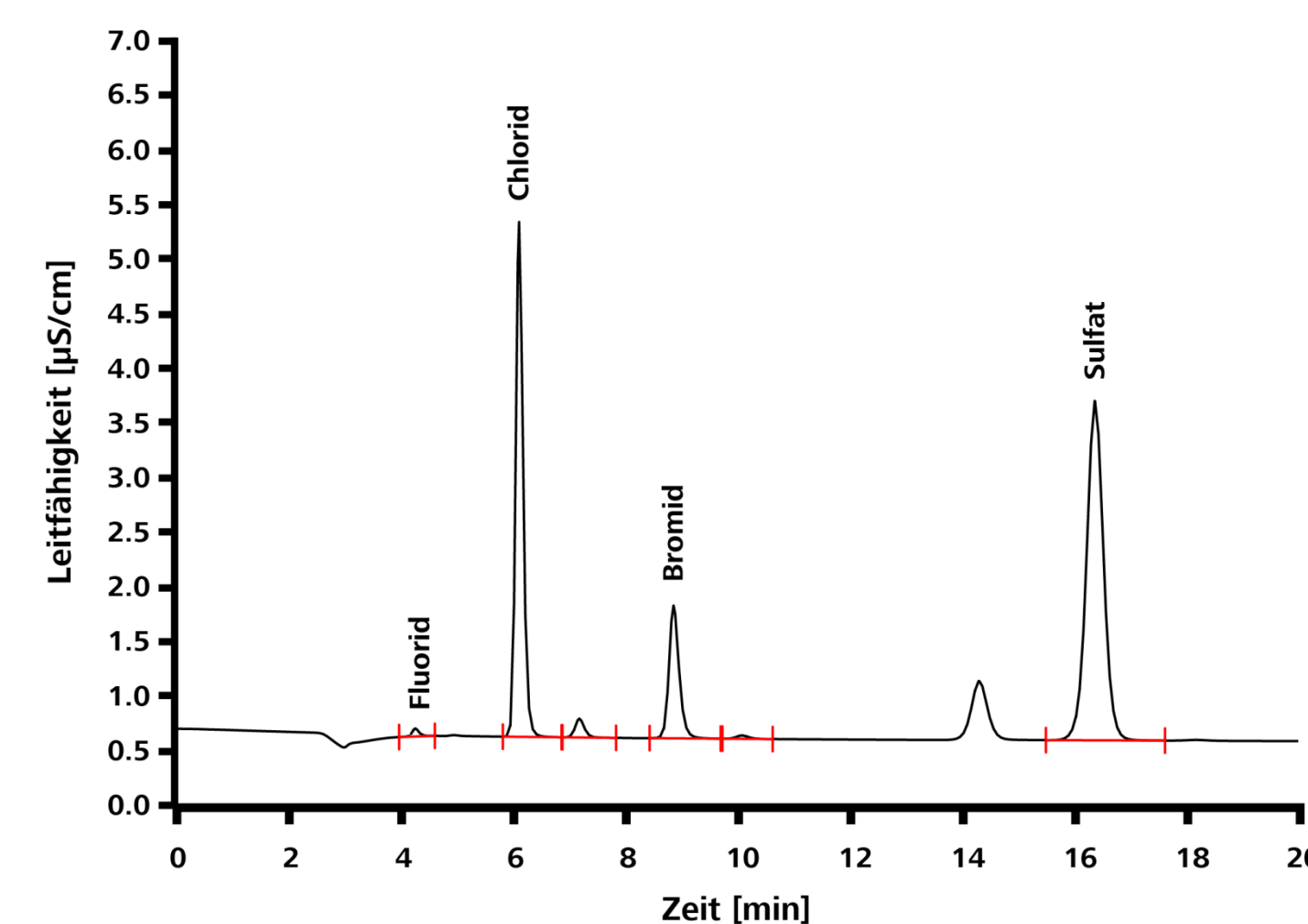
Polymerstandard ERM®-EC680k

Zur Überprüfung der Präzision und Richtigkeit des Combustion-IC-Systems dient ein zertifizierter Polymerstandard ERM®-EC680k (Institute for Reference Materials and Measurements, Geel, Belgien). Dabei handelt es sich um ein Polyethylengranulat niedriger Dichte, das mit bekannten Chlor-, Brom- und Schwefelmengen angereichert ist. Die Wiederfindungsraten belegen die sehr gute Präzision und Genauigkeit der Methode.

Säule: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
Säulentemperatur: 30 °C
Eluent: 3.2 mmol Na₂CO₃
 1.0 mmol/L NaHCO₃
Fluss: 0.7 mL/min

ERM®-EC680k*	Zertifizierter Gehalt [mg/kg]	Combustion IC*	Gehalt [mg/kg]	RSD [%]	Wiederfindung [%]
Chlor	102.2 ± 3.0		104.7	1.3	102.4
Brom	96 ± 4		97.1	1.8	101.2
Schwefel	76 ± 4		75.2	3.6	99.0

*Polyethylen-Standard vom Institute for Reference Materials, *Mittelwert aus drei Messungen



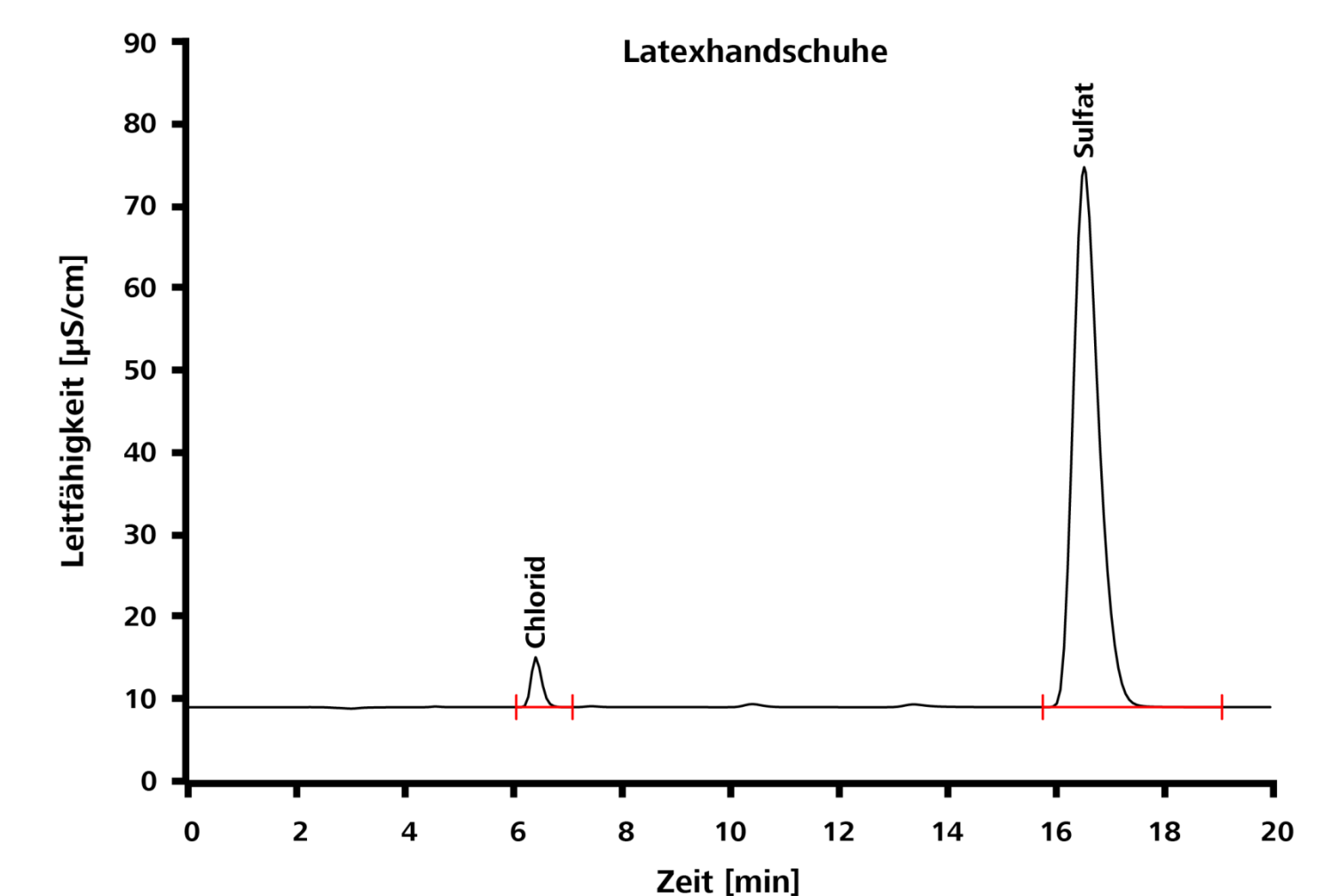
Handschuhe in Reinraumumgebungen

Handschuhe werden in Reinraumumgebungen eingesetzt, um ionische Verunreinigungen aus dem Handschweiss zurückzuhalten. Im Bereich des Wasser-Dampf-Kreislaufs von Kraftwerken sowie des Primärkreislaufs von Druckwasserreaktoren dürfen nur halogen- und schwefelfreie Materialien verwendet werden, damit keine korrosiven Halogenide oder Sulfate eingetragen werden. Der Halogen- und Schwefelgehalt ist ein wichtiger Parameter, um die geeignetsten Materialien für Reinraumumgebungen auszuwählen.

Säule: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
Säulentemperatur: 30 °C
Eluent: 3.2 mmol Na₂CO₃
 1.0 mmol/L NaHCO₃
Fluss: 0.7 mL/min

		Handschuhe	
		Latex	Vinyl
Chlor	Gehalt* [ppm]	638.8	35.9
	RSD [%]	4.4	3.3
Schwefel	Gehalt* [ppm]	7263.6	363.2
	RSD [%]	4.7	2.4

*Mittelwert aus drei Messungen



Standards

Standards für die Combustion Ion Chromatography	
ASTM D 7359-08	Standard Test Method for Total Fluorine, Chlorine and Sulfur in Aromatic Hydrocarbons and Their Mixtures by oxidative Pyrohydrolytic Combustion followed by Ion Chromatography Detection (Combustion Ion Chromatography-CIC)
UOP991-11	Chloride, Fluoride, and Bromide in Liquid Organics by Combustion Ion Chromatography (CIC)
ASTM D 5987-96	Standard Test Method for Total Fluorine in Coal and Coke by Pyrohydrolytic Extraction
DIN EN 62321-3-2	Screening of total bromine in electric and electronic products by Combustion Ion Chromatography
DIN 51727	Testing of solid fuels – Determination of chlorine content



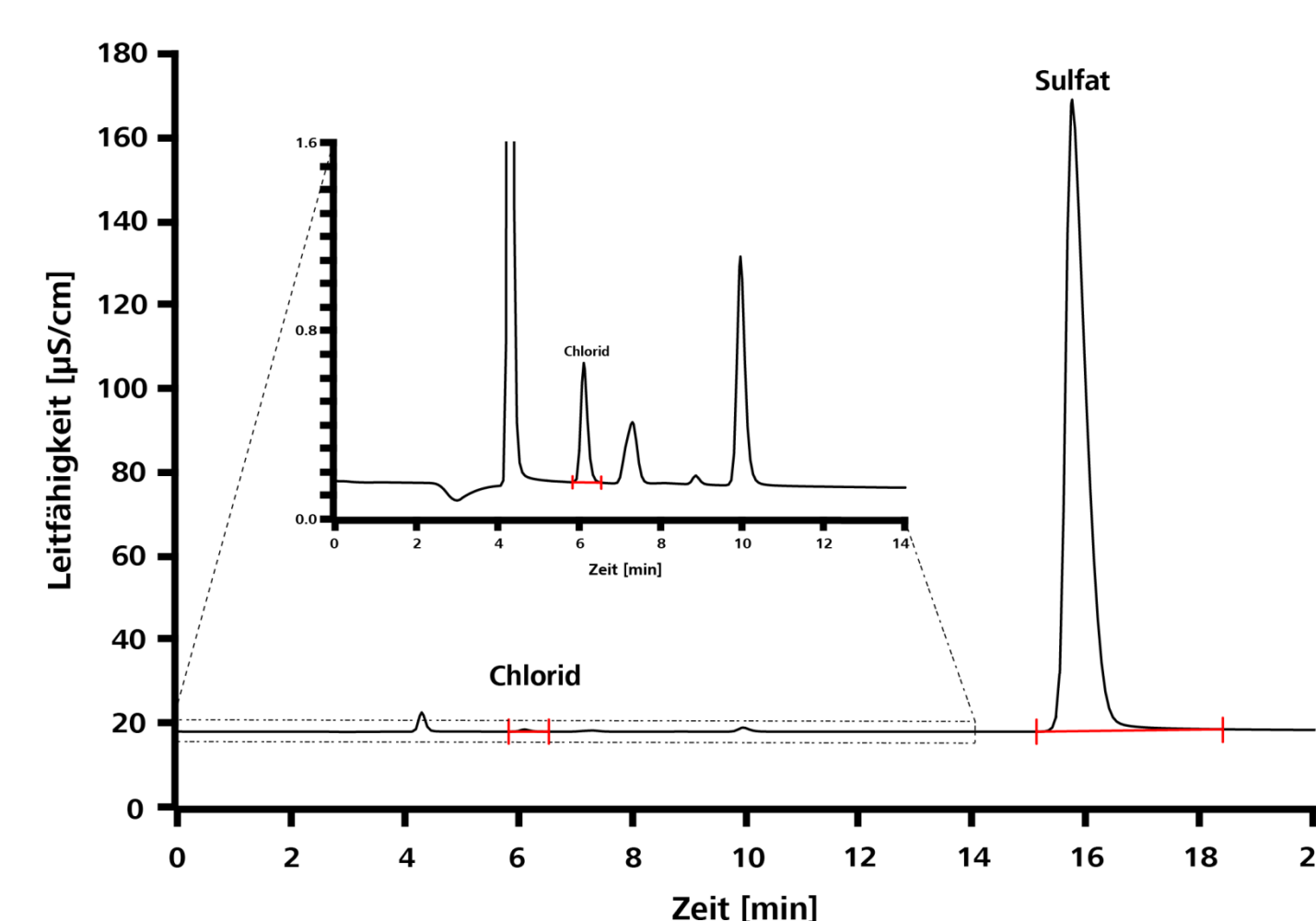
Geräte

- 930 Compact IC Flex
- 920 Absorber Module
- Combustion Module (Analytik Jena)
- Autosampler MMS 5000 mit Probenrack

Kohlereferenzmaterial NIST 2682b

Beim Verbrennen schwefelhaltiger fossiler Brennstoffe entsteht Schwefeldioxid (SO₂). Dieses reagiert mit Wasser und Sauerstoff zu Schwefelsäure und schädigt als "saurer Regen" die Umwelt. Mittels Combustion Ion Chromatography kann der Schwefel- und Halogengehalt zuverlässig bestimmt werden. Im untersuchten Kohlereferenzmaterial NIST 2682b betrugen die Wiederfindungsraten für Sulfat 96.8%, für Chlor 103.4%.

Säule: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
Säulentemperatur: 30 °C
Eluent: 3.2 mmol Na₂CO₃
 1.0 mmol/L NaHCO₃
Fluss: 0.7 mL/min



Weitere Applikationen

Der Schwefel- und Halogengehalt (absorbable/total organic halogens, AOX/TOX, selbst AOF) lässt sich mittels Combustion IC auch bequem in folgenden Produkten bestimmen:

- Umweltrelevante Stoffe (Öl, Plastikmüll, Aktivkohle)
- Elektronikbauteile (Leiterplatten, Kunstharz, Kabel, Isoliermaterial)
- Brennstoffe (Benzin, Kerosin, Roh- und Heizöl, Kohle)
- Kunststoffe (Polymere wie Polyethylen und Polypropylen)
- Farben (Pigmente, Lacke)
- Pharmazeutische Produkte (Rohsubstanzen, Zwischen- und Endprodukte)
- Lebensmittel (Speiseöle, Gewürze, Duft- und Geschmacksstoffe)

Das 920 Absorber Module eignet sich neben der Combustion IC auch für die direkte Absorption von Gasverbindungen aus der Luft. Somit ist es auch ein semikontinuierlicher Online-Probengeber zur Überwachung von Prozessabgasen oder Umgebungsluft.