

Vom herkömmlichen GC/MS-System zum multifunktionalen Gaschromatographen - am Beispiel der EC-Erdölchemie GmbH

# Die optimale Gaschromatographie



In Zusammenarbeit mit der **LaborPraxis**

Zu den Aufgaben der Standorttechnik Analytik (ST-AN), so lautet seit Mai 2001 der Name des Zentrallabors der EC-Erdölchemie GmbH in Köln-Worringen, zählt unter anderem die Qualitätskontrolle eines wichtigen Rohstoffs der Petrochemie: Naphtha, ein Erdölschnitt, der Kohlenwasserstoffverbindungen im Siedebereich zwischen 30 °C und 240 °C enthält. Aus Naphtha fertigt die EC mehr als 50 Produkte, darunter Acrylnitril, Glykole wie Propylen- und Ethylenglykole, Aromaten wie Benzol und Toluol sowie andere für die Chemie relevante Zwischenprodukte und Lösungsmittel.

## Der Wunschzettel

Die ST-AN hat klare Vorstellungen von einem leistungsfähigen GC-System: Über einen einzigen Probengeber und ohne umfangreiche Umbauten sollen feste, flüssige und gasförmige Proben aufgegeben und analysiert werden können. Das System soll über unterschiedliche Detektoren sowie verschiedene Säulen im direkten Zugriff verfügen, leicht zu bedienen und für Dauerbelastungen ausgelegt sein, spricht: Einsatz rund um die Uhr, 365 Tage im Jahr. „Kurz gesagt: Wir haben die eierlegende Wollmilchsau gesucht“, sagt Andreas Koblitz von der ST-AN.

Offline-Naphtha-Analytik  
Deutliche Zeit- und Arbeitersparnis  
durch parallelgeschaltete FID und MSD.

## Rückblick

Die Naphtha-Analytik wurde auf einem Gaschromatographen mit massenselektivem Detektor (MSD) entwickelt. Wegen des weitsiedenden Bereichs der Probenmatrix kam ein GERSTEL-Kaltaufgabensystem als Split/Splitlos-Injektor zum Einsatz. Da mit massenselektiver Detektion keine Normierungsauswertung möglich ist, wurde ein GRAPHPACK-Eluatstromteiler von GERSTEL eingebaut, um parallel zum MSD einen Flammenionisationsdetektor (FID) anschließen und die Messung verifizieren zu können. „Die mit dem MSD ermittelten Daten werden heute über einen internen Standard ausgewertet, die Daten vom FID in Form einer Normierung“, erklärt Andreas Koblitz.

## Der nächste Schritt

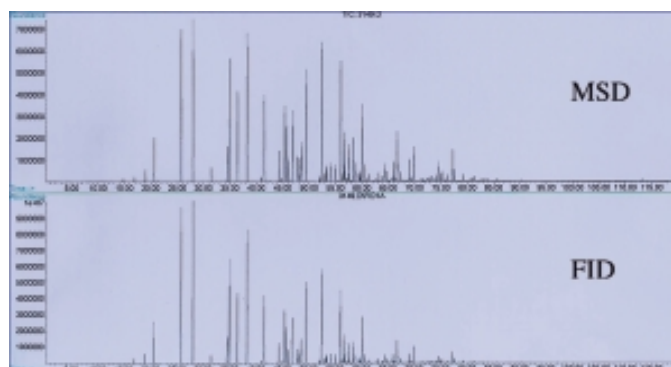
Die Erneuerung eines vorhandenen GC/MSD 5970 von Hewlett Packard mit einem Agilent Technologies GC 6890 plus mit Autosampler stand bevor. „Um das System ersetzen zu können“, sagt Koblitz, „mussten wir das zur Naphtha-Analytik verwen-

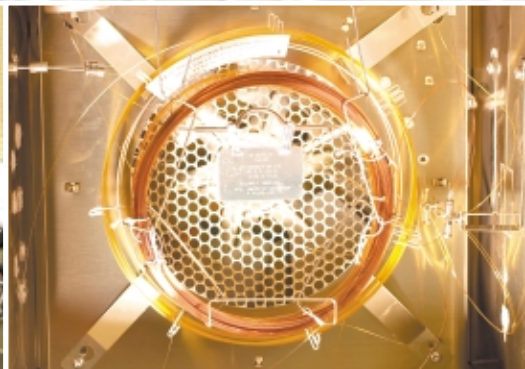
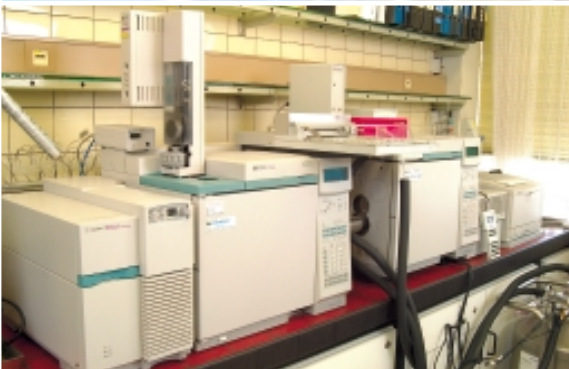
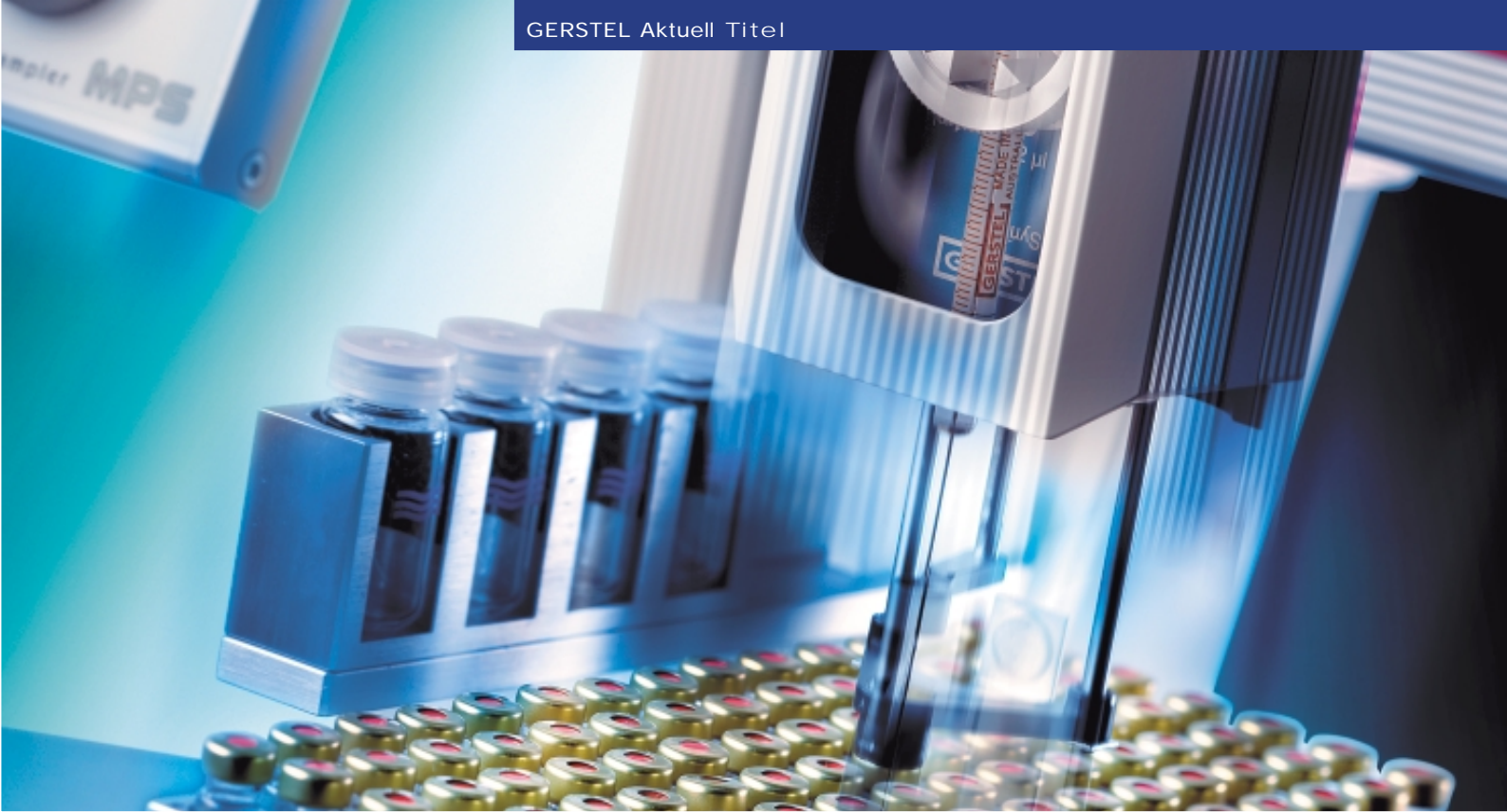


GERSTEL-GRAPHPACK-Dual-Column-Interface



GERSTEL-GRAPHPACK-Eluatstromteiler





### GERSTEL-MCS-System

Zwei separate Analysewege mit jeweils Split/Splitlos und FID sowie MSD zur Paralleldetektion.

### Spitzentechnik

GERSTEL-GRAPHPACK-Technik für multifunktionale Gaschromatographen.

### Leichte Handhabe

Detlef Bergemann (links) von GERSTEL beschreibt Andreas Koblitz den MPS 2.

de System um einen Split/Splitlos-Injektor erweitern, bei dem der Probengeberturm des Altsystems wieder zum Einsatz kommen konnte.“ Dazu war es nötig, den MSD über zwei Säulen anzusteuern, was mit dem GERSTEL-GRAPHPACK-Dual-Column-Interface (DCI) gelang. „Aus der Erfahrung der Naphtha-Analytik wussten wir, dass es besser ist, einen MSD und einen FID parallel zu betreiben“, sagt der Techniker. Hierzu war der Einbau eines weiteren GRAPHPACK-Eluatstromteilers und einer weiteren FID-Einheit erforderlich. „Die Konfiguration des Gesamtsystems gestaltete sich damit zwar komplizierter, jedoch ließen sich alle Applikationen des alten Systems auf das Naphtha-System übertragen“, sagt Andreas Koblitz und Detlef Bergemann, Vertriebsbeauftragter von GERSTEL, ergänzt: „Jetzt besteht die Möglichkeit, über zwei separate Analysewege (mit jeweils Split/Splitlos und FID) einen MSD zur Paralleldetektion zu nutzen.“

### Ziel erreicht

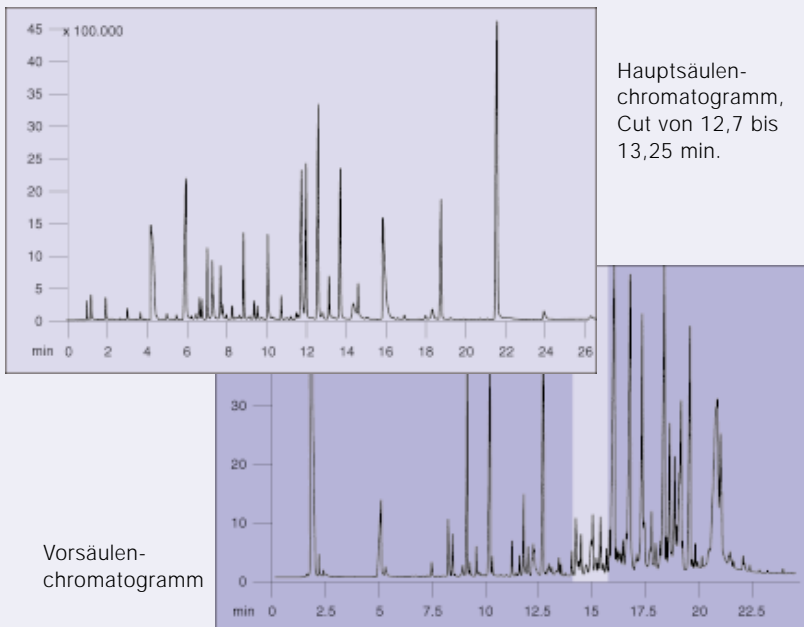
Das neue System gestattet die Bearbeitung aller flüssigen organischen Proben; sie machen das Haupt-

geschäft des EC-Labors aus. Zudem stieg die Zahl wässriger Proben, in denen Spuren von organischen Verunreinigungen sowie flüchtige organische Substanzen nachgewiesen werden mussten. Das veränderte Aufgabenprofil bedingte eine zusätzliche Erweiterung der vorhandenen Technik. „Wir brauchten einen Probengeber, der sowohl Flüssiginjektionen als auch Headspace-Injektionen zuließ“, sagt Koblitz. Die Lösung sah schließlich folgendermaßen aus: Das System wurde mit dem GERSTEL-MultiPurposeSampler MPS 2 ausgestattet und ein halbes Jahr lang in der Naphtha-Analytik getestet. Koblitz: „Wir können heute alle flüssigen Proben untersuchen. Gasproben geben wir von Hand auf, feste Proben werden mittels Headspace bearbeitet.“

### Noch eine Erweiterung

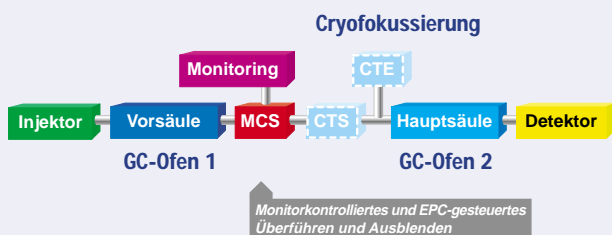
Ein weiteres GC-System zur Säulenschaltung sollte ausgebaut werden: ein MultiColumnSwitching-System (MCS) von GERSTEL, bestehend aus zwei über ein beheizbares Interface miteinander verbundenen Agilent Technologies 6890 Gaschromatographen, die über eine Cryofokussierung innerhalb des Interfaces





Hauptsäulen-  
chromatogramm,  
Cut von 12,7 bis  
13,25 min.

Vorsäulen-  
chromatogramm



### Chromatographische Isolierung

Sichere Identifizierung einzelner Naphtha-Komponenten mit einem MCS-System

verfügen. Anfangs wurde das MCS-System zu Forschungszwecken eingesetzt sowie zum Spurennachweis von Sauerstoffverbindungen in Produktströmen. Es war ausgestattet mit einem automatischen Probengeber von Hewlett Packard mit 100er Proben tray. Überdies verfügte es über ein GERSTEL-KaltAufgabeSystem KAS 4, einen FID (Monitor-Detektor) im ersten sowie einen MSD HP 5973 am zweiten Gaschromatographen. Schließlich änderte sich das Anforderungsprofil:

### Die Herausforderung

„Eines Tages standen wir vor der Aufgabe, flüchtige Substanzen in Kunststoffen oder kunststoffummantelten Systemen nachzuweisen“, schildert Koblitz. Folglich bedurfte es einer technischen Erweiterung, mit der sich die Proben ausgasen ließen. Hier griff der Techniker zum GERSTEL-ThermoDesorptionSystem TDS 2, mit dem die qualitative Bestimmung flüchtiger Substanzen gelang. Der Einsatz des TDS lohnte sich für die ST-AN in mehrfacher Hinsicht: In Verbindung mit der Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) beziehungsweise dem GERSTEL-Twister, ein für das TDS 2 entwickeltes Extraktionsverfahren für wässrige Medien, identifizierte das EC-Labor auch AOX-verursachende Komponenten in stark salzhaltigen Medien. „In kürzester Zeit wurden weitere Einsatzmöglichkeiten für den Twister gefunden, so dass wir es für sinnvoll erachteten, das System mit



### GERSTEL im Gespräch

mit Andreas Koblitz (1.v.r.) und Dr. Heinrich-Josef Bruker (2.v.r.), Leiter der ST-AN.

einem GERSTEL-ThermoDesorptionSystem TDS A aufzurüsten und zu automatisieren.“

### Der Erfolg

Wie sich herausstellte, ließ sich das erweiterte MCS-System insbesondere zum Nachweis von geringsten Verunreinigungen in polaren Matrices (mit Hilfe des Twisters) einsetzen, zur Untersuchung fester Stoffe durch Direkteinwaage in TDS-Röhrchen sowie von flüssigen Komponenten mittels „Purge and Trap“-Technik, wobei das TDS-Röhrchen mit einem Adsorbens wie Tenax gefüllt wurden. Die anschließende Thermo-desorption der TDS-Röhrchen zeigte, dass sich das TDS bestens zur Analyse geringer Konzentrationen eignet.

### Zu guter Letzt

Mit dem GERSTEL-MCS standen der EC im Grunde zwei Gaschromatographen zur Verfügung. Der linke GC am MSD wurde bislang ausschließlich als Ofenraum zur Trennung der Hauptkomponenten genutzt. Um auch diesen GC als eigenständiges System nutzen zu können, wurde er ebenfalls aufgerüstet. Einmal mit einem Agilent Technologies Probengeber mit 8er Positionsturret und einem GRAPHPACK-Dual-Column-Interface von GERSTEL, um die zweite Säule am MSD anschließen zu können. Weiterhin mit einem FID, was gleichzeitig den Einbau eines GERSTEL-Eluatstromteilers erforderte, damit die MS-Daten und FID-Daten parallel verarbeitet werden können.

„Mit diesem System können wir feste, flüssige und gasförmige Stoffe analysieren. Es dient uns außerdem als Ersatzgerät, wenn das System zur Naphtha-Analyse gewartet wird“, erklärt Andreas Koblitz und ergänzt: „Obwohl wir einigen Systemen mit Erfolg zu neuem Glanz verholfen haben – die eierlegende Wollmilchsau haben wir nicht gefunden. Es gibt sie nicht.“



### Der Mann hat gut lachen

Andreas Koblitz von der ST-AN nutzt das GERSTEL-TDS A.