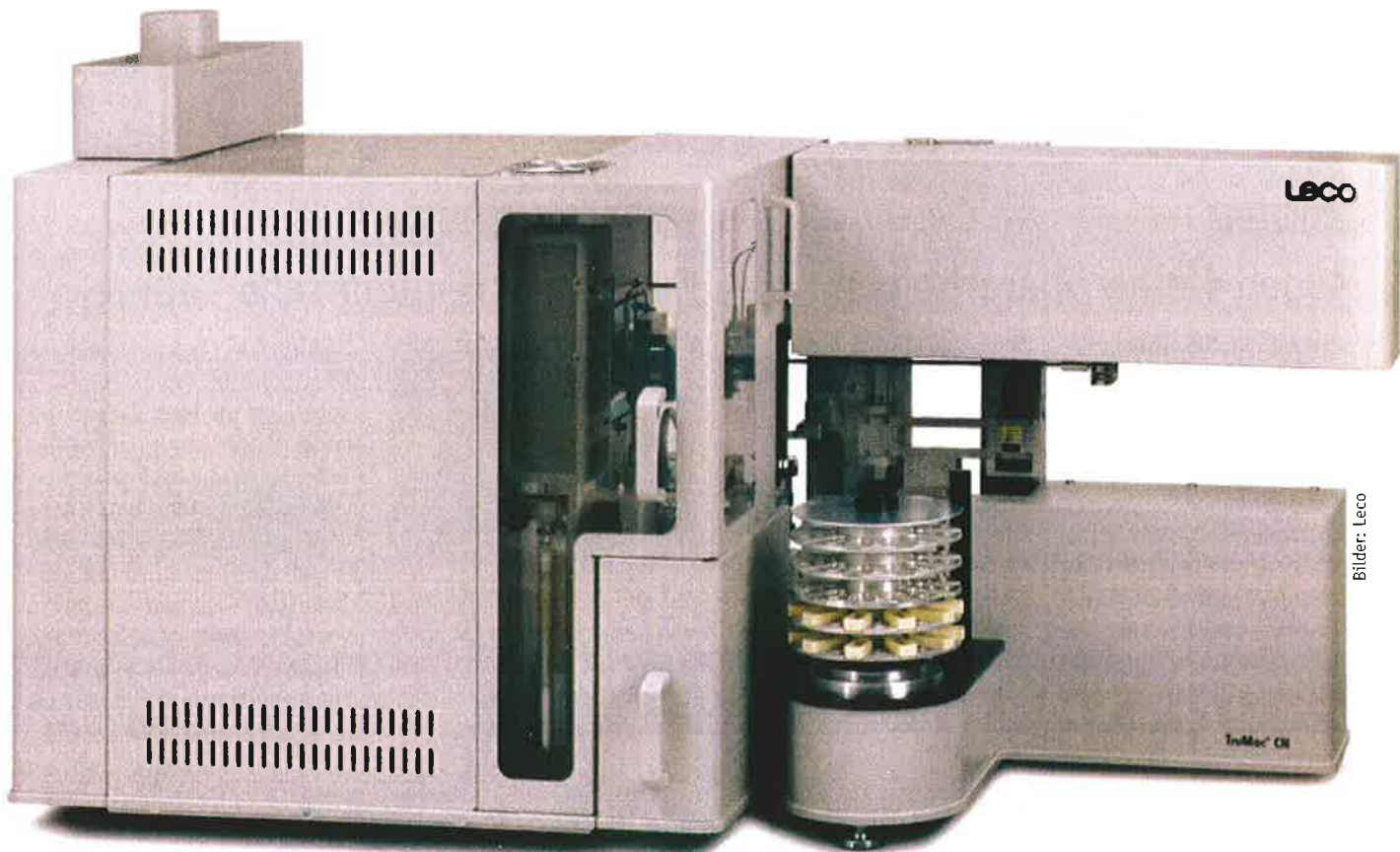


Schnell zu den Elementen

Neuer Elementaranalysator meistert auch große Einwaagen

Die Elementaranalyse gehört zu den verbrennungsanalytischen Messmethoden. Konstruktionsbedingt benötigen Elementaranalysatoren daher eine große Menge Verbrennungsgase – gerade für große Einwaagen. Ein neuer Elementaranalysator optimiert die Verarbeitung großer Probemengen.

MICHAEL JAKOB*



Bilder: Leco

1 Der Makro-Elementaranalysator TruMac CN für Einwaagen bis zu 5 g.

Die Bestimmung der „organischen“ Elemente Kohlenstoff, Wasserstoff, Stickstoff, Sauerstoff und Schwefel „CHNOS“ ist seit den 20er Jahren ein fester Bestandteil der analytisch chemischen Technologie. Ausgehend von einer Standardanwendung der organischen Elementaranalyse entwickelten sich seitdem eine Vielzahl spezieller Analysengeräte von Mikro-CHNS-Analysatoren mit Einwaagen

von 1 bis 2 mg über zusätzliche Sauerstoffbestimmungsgeräte bis hin zu TOC/TIC-Analysatoren.

Bis in die 80er Jahre erstreckten sich die Anwendungen weitgehend auf die Mikroelementaranalyse im Milligrammbereich. Zur Analyse größerer Probemengen wurden weiterhin nasschemische Methoden wie Kjeldahl (zur N-Bestimmung) oder diverse chemische Kohlenstoffbestimmungsmethoden (z.B. Scheibler) angewendet. Durch verschiedene technische Entwicklungen haben sich seitdem unterschiedliche Gerätetypen entwickelt, die

eine Analyse von Proben im Bereich von 1g und mehr ermöglichen.

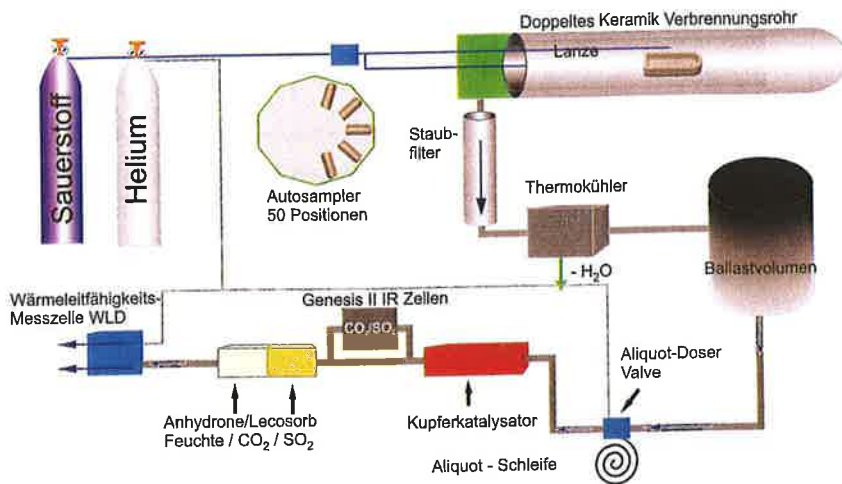
Systeme für hohe Einwaagen bis fünf Gramm

Seit Sommer 2011 steht mit dem TruMac CN von Leco ein neuartiges Analysengerät zur Verfügung, welches schnelle, simultane CN-Analysen (sowie als TruMac CNS auch CNS-Analysen) auch mit hohen Einwaagen von bis zu 5 g ermöglicht.

Alle organischen Elementaranalysatoren arbeiten als Verbrennungssysteme, in

* M. JAKOB:

Leco Instrumente, 41199 Mönchengladbach,
Tel. +49 (0) 21 66 / 6 87 - 3 00



2 Das Gasflussschema des Leco-Elementaranalysators.

denen die zu bestimmenden Elemente in die Form ihrer stabilen Oxide CO_2 , SO_2 , bzw. elementaren Stickstoff N_2 durch Verbrennung mit Sauerstoff überführt werden. Die Analysenprinzipien der verschiedenen Gerätetypen unterscheiden sich darin, wie diese Oxide im Gasstrom detektiert werden. Generell gibt es auf dem Markt drei unterschiedliche Gerätetypen: Zwei davon arbeiten mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD), um alle Analyten (CO_2 , SO_2 , N_2) zeitlich getrennt hintereinander zu bestimmen. Zur Auftrennung wird entweder eine GC-Trennsäule eingesetzt oder verschiedene Gasfallen, in denen die einzelnen Komponenten zunächst gebunden werden und anschließend eine nach der anderen durch Aufheizen freigesetzt und detektiert werden (Trap&Purge-Technik). Stickstoff wird dabei als erstes direkt nach der Verbrennung durch die WLD-Zelle geleitet und detektiert.

Beim dritten Analysenprinzip werden die Analysengase zunächst in einem Gassammelzylinder (Ballastvolumen) aufgefangen und aus diesem wird ein kleiner Teil (das sog. Aliquot) entnommen und

über zwei Infrarotzellen (zur CO_2 - und SO_2 -Detektion) geleitet, während Stickstoff wie bei den anderen Verfahren über eine WLD-Zelle bestimmt wird. Betrachtet man die speziellen Gegebenheiten in der Makroelementaranalyse mit der Verbrennung von einigen Gramm Probensubstanz und den dabei entstehenden relativ großen Gasmengen, haben sich nur zwei Verfahren durchgesetzt: die Trap&Purge-Technik und das Ballast-Aliquot-Verfahren, auf dem Makro-Markt.

Der Leco Trumac CN(S) arbeitet nach dem Ballast-Aliquot-Verfahren. Die Verbrennung findet dabei in wieder verwertbaren Keramikscheffchen statt. Dabei können sowohl feste als auch flüssige Proben analysiert werden.

Üblicherweise werden die Scheffchen im Autosampler (50 Positionen) platziert und analysiert. Die Scheffchen werden dabei in einem horizontalen Hochtemperatur-Verbrennungssofen eingeführt. Zur Verbesserung der Verbrennung besteht dieser aus einem doppelwandigen Verbrennungsrohr, das eine längere Verweilzeit der Gase in der heißen Zone gewährleistet.

Als Verbrennungsgas wird ausschließlich Sauerstoff eingesetzt, um eine komplette Verbrennung zu gewährleisten. Probleme die richtige Sauerstoffmenge (die ggf. in einem Trägergasstrom zu dosieren wäre) zu ermitteln, entfallen dabei komplett. Eine Diskussion über eine vollständige Verbrennung erübrigt sich bei der organischen Matrix und den üblichen Betriebstemperaturen von 1000-1300 °C ebenso. Zur Schwefelbestimmung sind üblicherweise höhere Betriebstemperaturen notwendig um schwer zersetzbare

Petite Fleur - der kleine Tango
NEU: Für extern offene Anwendungen!



Der kleinste Unistat® für Labor, Technikum und Produktion

Hochdynamische Temperiersysteme der Unistat®-Reihe geben Ihnen die Sicherheit, dass temperaturabhängige Prozesse genau so ablaufen, wie Sie das wollen – mit dem ‚Petite Fleur‘ gibt es die volle Profifunktionalität jetzt auch für Anwendungen mit geringerem Leistungsbedarf.

- Arbeitstemperaturen von -40°C bis +200°C
- Höchste Dynamik für schnelle Temperaturwechsel
- Hochgenaue, intelligente Temperaturregelung
- Kürzeste Aufheiz- und Abkühlzeiten
- Hohe Kälteleistungen bis 480 Watt
- Beleuchtetes Schauglas zur Füllstandsanzeige
- Ungewöhnlich klein in den Abmessungen
- Leistungsstarke Umwälzpumpe mit 33 l/min
- Farbiges TFT-Display zeigt alle Prozessparameter

Weitere Informationen finden Sie im Internet unter www.huber-online.com oder im aktuellen Katalog, kostenlos erhältlich unter Telefon 0781 9603-0.

huber
high precision thermoregulation

LABOR
PRAXIS

PRINT: In LABORPRAXIS 1/2-2011 ab Seite 60 geht es um die Gesamtkohlenstoffanalyse in Wasserproben.

ONLINE: Weitere Informationen zur Elementaranalyse unter InfoClick 2736952 auf laborpraxis.de.

EVENTS: Vom 30.11. bis 02.12.2011 findet bei Leco ein Trumac-Seminar statt, weitere Infos unter Tel. +49 (0) 21 66 / 6 87 - 0.

Schwefelspezies (z.B. CaSO_4 , das häufig in Bodenproben vorkommt) zu analysieren bzw. auch im ppm-Bereich Schwefel bestimmen zu können. Das Gerät kann daher bei einer Verbrennungstemperatur bis zu 1500 °C betrieben werden.

Nach einer Staubentfernung wird die in der Probe enthaltene Feuchte bzw. das durch die Verbrennung entstehende Wasser mithilfe eines Thermokühlers entfernt. Dieser arbeitet mit einem Wirkungsgrad von über 98% und gewährleistet – selbst bei wässrigen Proben – eine vollständige Feuchteentfernung.

Analysezeiten von vier bis fünf Minuten

Wie auf dem Gasflussschema in Abbildung 2 zu sehen ist, werden die Gase komplett im Ballastvolumen gesammelt. Die Verbrennung ist abgeschlossen, wenn das Ballastvolumen gefüllt ist. Die anschließende Detektion ist vollständig von allen Unwägbarkeiten der Verbrennung getrennt.

Aus diesem Ballastvolumen wird schließlich ein aliquoter Anteil (z.B. 10 cm³) entnommen, der mit Heliumträgergas durch das weitere System geführt wird. Dadurch kann mit hohen Einwaagen und großen Gasmengen bei minimalen Chemikalienverbrauch und Wartungsaufwand gearbeitet werden. 100 g Kupfer reichen so für 600 bis 2000 Analysen und sind in nur 3 min mit dem Schnellwechselreduktionsofen getauscht.

Die im Gasstrom befindlichen Komponenten (neben He-Trägergas überschüssiger Sauerstoff, CO_2 , SO_2 und ein nicht definiertes N_2/NO_x -Verhältnis) werden durch zwei selektive Infrarotzellen zur C- und S-Bestimmung und schließlich über heißes Kupfer im Kat-Ofen geleitet. Durch das Kupfer werden die Stickoxide reduziert und überschüssiger Sauerstoff als Kupferoxid gebunden. Durch das in der Elementaranalyse übliche NaOH auf der Trägersubstanz Lecosorb wird restliches

Tabelle 1: Probenauswahl mit typischen Messwerten

Probenbezeichnung	Einwaage in g	Analysenzeit in min	C in %	N in %
Koffein	~ 0,2	5	49,32 ± 0,07	28,88 ± 0,043
Bodenprobe 1	~ 0,5	5	1,281 ± 0,004	0,1159 ± 0,00039
Bodenprobe 2	~ 0,5	5	7,893 ± 0,008	0,673 ± 0,0013
Fleischproben	~ 2	5	Nicht relevant	4,142 ± 0,021
Bier	~ 2	5-6	Nicht relevant	0,0549 ± 0,0005
Proteinlösung	~ 1	5-6	Nicht relevant	0,756 ± 0,0018
Stärke	~ 2	5	Nicht relevant	0,285 ± 0,0015



3 Verbrennungsschiffchen zur Aufnahme von festen oder flüssigen Proben.

CO_2 und SO_2 abgebunden, sodass nur noch Helium und N_2 im Trägergas vorhanden ist. Der Stickstoff wird schließlich mit einer WLD-Zelle gemessen.

Letztendlich kann eine extrem niedrige Standardabweichung (s. Tab. 1), bei hoher Nachweisstärke, minimalen Analysenkosten und kurzen Analysezeiten von 4-5 min erzielt werden.

Das Analysensystem wird mit einer CFR-21-Part-11-kompatiblen Software von einem handelsüblichen Windows-XP- oder Windows-7-PC betrieben. Verschiedene Geräteüberwachungsfunktionen, ein interaktives Gasflussschema sowie zahlreiche Diagnosefunktionen stehen zur Ver-

fügung. Um eventuelle Gaslecks im System schnell und leicht auffinden zu können, wurde ein segmentierbarer Lecktest entwickelt, der nicht nur das Gesamtsystem sondern zahlreiche separate Bereiche des Systems auf Undichtigkeiten überprüft und meldet.

Typische Anwendungen des Systems sind z.B. CNS-Analysen in Bodenproben, N-Bestimmung in Lebens- oder Futtermitteln, NS-Analysen von Düngemitteln oder CNS-Analysen von Chemie oder Umweltproben sowie Produktionskontrollen.

Geringer Wartungsaufwand und hoher Probendurchsatz

Mit dem Leco Trumac CN(S) steht ein neues Messsystem zur schnellen und sicheren Bestimmung der Parameter Kohlenstoff, Stickstoff und ab Sommer 2011 auch Schwefel im Einwaagenbereich bis zu 5 g zur Verfügung. Ein minimaler Wartungsaufwand und ein hoher Probendurchsatz machen das System ideal sowohl für Labore mit einem hohen Probendurchsatz, als auch für die gelegentliche Analyse von inhomogenen Proben. ■

LP-TIPP ■ Elementanalyse mit großen Proben

Man unterscheidet in der Laboranalytik zwischen Mikro-Elementaranalysatoren (0,01 – 10 mg) und Makro-Elementaranalysatoren (bis zu ca. 5 g). Um bei der Makroanalyse nicht zuviel Verbrennungsgas verwenden zu müssen, hat sich die automatisierte Weiteranalyse einer Teilprobe (Aliquot) bewährt. Dies führt zu geringem Chemikalienverbrauch und kürzeren Analysezeiten. Außerdem verringert sich der Wartungsaufwand der Systeme.