

Automatisierte Gasmaus-Analytik

Autosampler der besonderen Art



Andreas Koblitz bestückt das GERSTEL-PES

Zu Besuch im Zentrallabor der INEOS Köln GmbH, einem der führenden Hersteller petrochemischer Produkte und erdölbasierter Spezialchemikalien. Rund 30 bis 40 Gasmäuse finden jeden Tag den Weg in die Hände der Analytiker. Dabei handelt es sich meistens um Proben, deren Analyse selten lange warten kann, da das Messergebnis entscheidend ist, ob ein Produkt weiterverarbeitet oder an den Kunden ausgeliefert werden kann.

Die Analyse der in den Gasmäusen gesammelten Proben erfolgt mittels der Gaschromatographie, die Probenaufgabe in der Regel manuell. „Ein aufwändiges Prozedere“, beklagt Andreas Koblitz, bei INEOS Teamleiter der Sonderanalytik, und beschreibt kurz die kritische Phase der Probenaufgabe: Über einen Kunststoffschlauch wird die Gasmäuse mit der Probenschleife des GC verbunden. Um den flüchtigen Inhalt möglichst frei von Verschleppungen analysieren zu können, wird zunächst die Probenschleife des GC-Systems evakuiert und anschließend durch langsames Öffnen des Gasmaushahns mit Probe geflutet. „Bereits bei diesem, offensichtlich trivialen Prozedere, treten die größten Schwierigkeiten auf“, bilanziert der Teamleiter.

Hintergrund: Die Menge der aufgegebenen Probe ist direkt proportional zum Druck; je nach dem, ob nur die Spurenverunreinigungen oder das gesamte Spektrum der enthaltenen flüchtigen Komponenten analysiert werden soll, wird ein Druck von 80 Millibar oder darüber eingestellt. Diesen vergleichsweise niedrigen Wert von Hand einzustellen, erfordert Erfahrung und ein wenig Fingerspitzengefühl, betont Andreas Koblitz. Newcomer im Job brauche schon mal fünf, sechs Versuche, bis es klappt, und selbst erfahrenen Anwendern gelinge die Analyse häufig erst im zweiten Anlauf. „Das ist schon eine regelrechte Geduldprobe“, weis der Teamleiter.

Von Effizienz kann da also keine Rede sein. Wie sich herausgestellt hat, erweist sich das unterschiedliche Öffnen des Gasmaushahns obendrein als Schwachpunkt,

erklärt Koblitz, weil vor allem mehr Leichtals Hochsieder in die Probenschleife übertreten, was das Ergebnis noch verfälschen kann. Seit Einführung des PressureEquilibrationSystem (PES) jedoch, das nach Anregung von Andreas Koblitz bei GERSTEL entwickelt und zur Marktreife geführt wurde, verläuft die Analyse des Gasmausinhalts ohne diese Schwierigkeiten: vollständig automatisiert, sicher und mit stets reproduzierbaren Ergebnissen; die Zahl möglicher Fehlerquellen wurde auf einem Minimum reduziert, der Arbeitsablauf erleichtert und vereinfacht.

„Das GERSTEL-PES basiert auf einer ausgeklügelten Ventilschaltung und Elektronik, die in den GERSTEL-Controller 505 integriert wurde, und ermöglicht die automatisierte Analyse von bislang vier Gasmäusen“, erklärt Dirk Bremer, der Leiter der Entwicklungsabteilung bei GERSTEL. Gesteuert wird das PES von einer Software, die GERSTEL eigens entwickelt hat und die – im Fall von INEOS – vollständig in die Varian-Galaxie-Software integriert wurde; bei dem angeschlossenen GC handelt es sich um das Modell CP 3800 von Varian (das PES kann an alle handelsüblichen GCs angeschlossen werden). „Die Gasmäuse werden über einen Kunststoffschlauch mit dem System verbunden (im Test befinden sich derzeit auch spezielle, in der HPLC gebräuchliche Peek-Kapillaren), der Anwender stellt am Rechner seine individuell erforderlichen Analysenparameter ein und alles weitere, übernimmt die Steuerungssoftware“, freut sich Dirk Bremer.

Im Fall der INEOS werden die PES-Systeme vor dem Start der Analyse softwaregesteuert dreimal mit Probe gespült. Dabei wird jedesmal das gesamte Injektionssystem evakuiert und mit Probe gefüllt. Danach wird das System erneut evakuiert und die Probenschleife softwaregesteuert mit Probe gefüllt. Dabei wird die Probenschleife nicht wie bisher einfach geflutet, sondern mit einem präzisen Druckgradienten von 150mbar/min auf den zur Analyse benötigten Aufgabedruck gebracht.



Der Inhalt von bis zu 40 solcher Gasmäuse (Foto: Klaus Hofmann GmbH) wird täglich im GC-Labor von INEOS analysiert



Arbeiten bei der Entwicklung des PES eng zusammen: GERSTEL-Entwicklungsleiter Dirk Bremer (li.) und bei INEOS für analytische Spezialitäten zuständige Teamleiter Andreas Koblitz

Dieser Aufgabedruck ist als Injektionsmenge in der Analysenmethode hinterlegt und kann bei Bedarf vor der Injektion verändert werden. Während der Analyse wird das PES-System mehrfach (methodenabhängig) mit Helium gespült, um einerseits eine Verschleppung in die nächste Probe zu verhindern, andererseits das System für die Analyse vorzubereiten.

Seit sie das GERSTEL-PES im Einsatz hätten, sagt der Teamleiter von INEOS, gestalte sich die Analyse der Gasmäuse effizient, sicher und reproduzierbar. „Wir sind in der Lage, Druckgradienten einzustellen und unterschiedliche Gasproben hintereinander weg zu vermessen und mit qualitativ hochwertigen und sicheren Resultaten aufzuwarten. Besser geht's nicht.“