



Gemeinsam können wir die Effizienz der Gaschromatografie auf sichere Weise verbessern

Die Heliumvorräte schwinden und die Preise steigen

aerospace
climate control
electromechanical
filtration
fluid & gas handling
hydraulics
pneumatics
process control
sealing & shielding



Die Heliumvorräte schwinden und die Preise steigen

Helium wird knapp und die weltweite Nachfrage übertrifft aktuelle Produktionsmengen. Dieser globale Mangel bedeutet, dass nicht nur die Preise durch die Decke gehen, sondern dass auch eine Rationierung stattfindet, um sicherzustellen, dass Bereiche wie das Gesundheitswesen Vorrang haben.

Glücklicherweise gibt es eine Alternative, die Ihnen Geld sparen und Sie vor zukünftigen Störungen infolge von Heliumknappheit schützen kann.

Die neue Generation der internen Wasserstoffgeneratoren von Parker domnick hunter bietet eine sichere, kostengünstige und nahezu unbegrenzte Versorgung mit Trägergas für die Gaschromatografie.

Zeit für Veränderung

Praktische Alternativen zur Verwendung von Helium müssen implementiert werden, bevor die Kosten zu hoch werden und Vorräte ausgehen.

Der globale Heliummangel und seine Bedeutung für Ihre Branche

Die Welt steht vor einem kritischen Heliummangel und es ist keine Lösung bekannt. Obwohl Helium nach Wasserstoff das zweithäufigste Element im Universum ist, ist es schwer zu finden oder in praktischen Mengen zu lagern. Die meisten Lieferungen werden aus unterirdischen Gasreserven entnommen und die meisten Lager befinden sich in einem bestimmten Gebiet in den USA.

Faktoren, die den Mangel begünstigen, sind die sinkenden natürlichen Heliumressourcen, die geplanten und ungeplanten Schließungen von Heliumraffinerien in den USA und Algerien, neue Heliumanwendungen und die steigende globale Nachfrage aus Ländern wie China. Darüber hinaus werden die USA infolge des „Helium Privatisation Act“, eines Gesetzes aus dem Jahr 1996, ihre Heliumreserven bis 2015 an private Raffinerien verkaufen.



Wie wirkt sich dies auf Ihre Branche aus?

In erster Linie steigt aufgrund der schwindenden Heliumvorräte dessen Preis stetig und irreversibel.

Der Nachschub wird auch durch Rationierung gestört. Zum Beispiel wird die Verfügbarkeit für weniger wichtige Anwendungen wie Gaschromatografie bereits rationiert, da anderen Branchen wie dem Gesundheitswesen Priorität eingeräumt wird.

Helium hat den geringsten Siede- und Schmelzpunkt aller chemischen Elemente und flüssiges Helium ist die einzige Flüssigkeit, die durch die Senkung ihrer Temperatur nicht verfestigt werden kann. Es sind diese Eigenschaften, die Helium in der Kryotechnik und zahlreichen anderen Branchen so unersetzlich machen.

Wenn man über Partyballons hinausdenkt, ist Helium für die Steuerung von Luft-Luft-Raketen, für Computerchips, Lichtwellenleiter und medizinische Laser, Raketentriebwerktests, Lichtbogenschweißen und zahlreiche weitere zivile und militärische Anwendungen von ungeheurer Bedeutung. Damit ist klar, wie groß die Nachfrage nach dieser begrenzten Ressource ist.

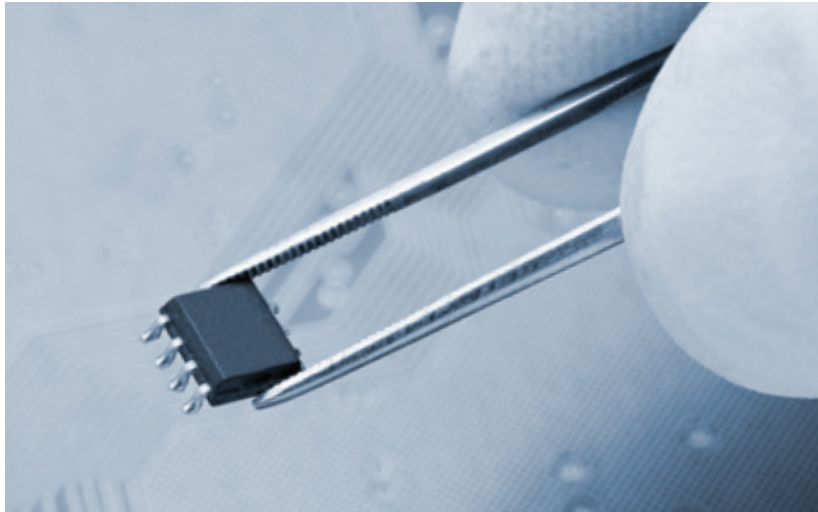
Leider liegt die Gaschromatografie in der Prioritätenliste weit hinten, da kritische Anwendungen wie MRT-Scanner im Krankenhaus wichtiger sind.

Rationierung

Helium wird rationiert und Anwendungen wie Gaschromatografie müssen gegenüber Sektoren wie dem Gesundheitswesen zurückstehen.



Helium kommt in zahlreichen Branchen und Anwendungen zum Einsatz.



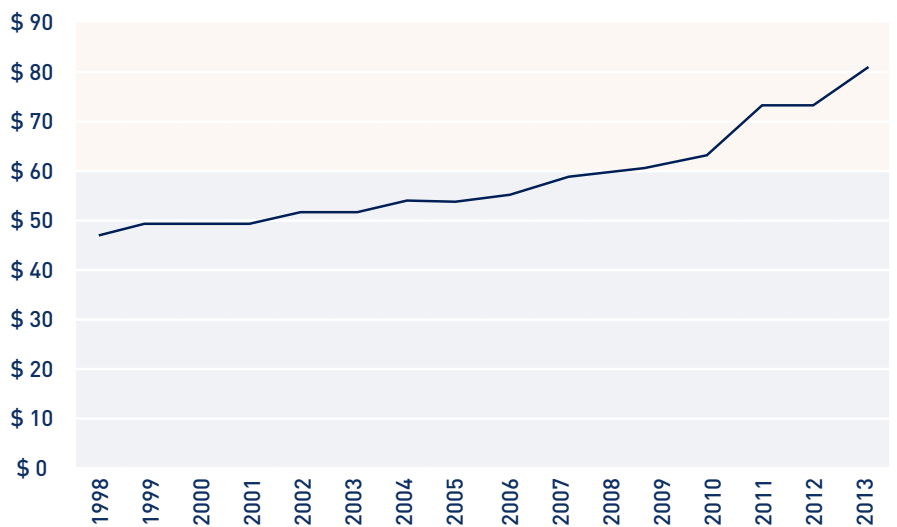
Steigende Kosten

Der aktuelle Preis für Rohhelium pro 1.000 Kubikfuß (Mcf) beträgt etwa 84 \$. 2012 betrug er 75 \$ und im Jahr 2000 49 \$ pro Mcf. Das Bureau of Land Management (BLM) in den USA schätzt den Preis für Rohhelium auf dem offenen Markt für Jahr 2015 auf 95 \$/mcf.

Es ist bemerkenswert, dass eine typische Standardheliumflasche in Europa (für ein Analyzelabor, das GC-Helium benötigt) derzeit ca. 450 € kostet (ohne Vermietung und Lieferung). Die Preiserhöhungen werden also erheblich sein.

Durch die Rationierung wird es zudem schwieriger, regelmäßige Nachschublieferungen sicherzustellen, wodurch Durchsatz und Effizienz des Labors sinken.

Tabelle: Offener Marktpreis für Rohhelium gemäß Bureau of Land Management (BLM)





Was sind mögliche Alternativen?

Die heute am häufigsten verwendeten Gase für die Gaschromatografie sind Stickstoff, Wasserstoff und Helium.

Zwar hat jedes Gas einzigartige Vorteile, es gibt jedoch auch Nachteile – Stickstoff zeigt z. B. die beste Effizienz, aber nur in einem niedrigen und schmalen Bereich der Lineargeschwindigkeit. Er ist daher ein sehr langsames Trägergas und keinesfalls die beste Wahl für die temperaturprogrammierte Verwendung.

Helium ist bezüglich Analyse und Effizienz ein Kompromiss zwischen Stickstoff und Wasserstoff, wird jedoch, wie wir gesehen haben, aufgrund steigender Kosten und sinkender Verfügbarkeit immer unattraktiver.

Wasserstoff dagegen bietet die schnellste Analyse über einen breiten Bereich der Lineargeschwindigkeit und ist die praktischste Alternative zu Helium.

Hier können wir die Vorteile von Wasserstoff gegenüber Helium sehen und vergleichen.



Praktische Alternativen

Wasserstoff ist die kostengünstige und praktische Alternative zu Helium für Labore.

Wasserstoff

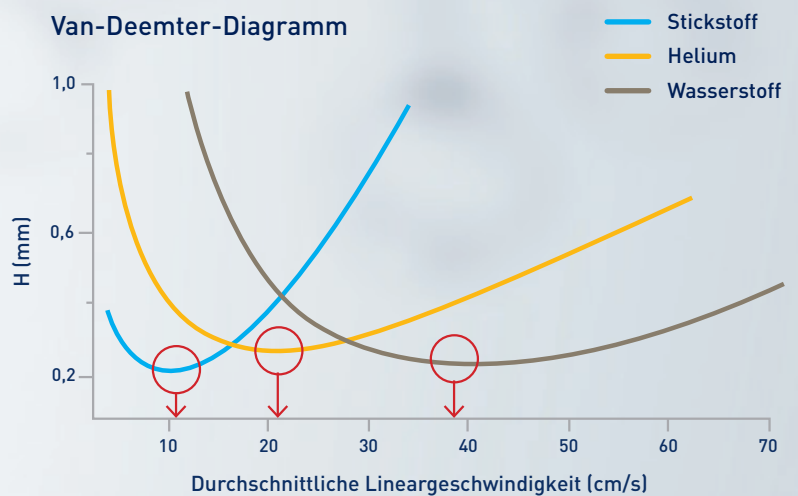
Wasserstoff ist das leichteste Element auf der Erde und kann einfach und kostengünstig hergestellt werden.

Die Leistung von Wasserstoff bei höheren Trägergasgeschwindigkeiten bietet deutliche Vorteile für Labore: Geringere Durchlaufzeiten bedeuten gesteigerten Durchsatz ohne Kompromisse bei der Probenqualität. Die Van-Deemter-Kurven, die die relative Trägereffizienz von Stickstoff, Wasserstoff und Helium darstellen, zeigen, dass Helium und Wasserstoff sich bei mittleren Gasgeschwindigkeiten ähnlich verhalten und dass Wasserstoff dem Helium bei hohen Geschwindigkeiten überlegen ist.

Darüber hinaus ermöglicht Wasserstoff häufig die Verwendung einer niedrigeren Ofentemperatur bei der Abscheidung, wodurch die Lebensdauer der Säule steigt.

Seit den 50er Jahren hat seine Reaktionsträgheit Helium allerdings zum Trägergas erster Wahl für die meisten Gaschromatografieanwendungen (GC) gemacht. Dies ist hauptsächlich auf Sicherheitsbedenken bezüglich der Verwendung von Wasserstoff zurückzuführen, wenngleich alle GC-FID-Geräte mit Wasserstoff (in der Regel aus Gasflaschen) als Brenngas für den FID (Flammenionisationsdetektor) arbeiten.

Wasserstoff kann in den meisten GC- und GC/MS-Anwendungen als effektiver Ersatz für Helium verwendet werden. Er ist vielseitig einsetzbar, bietet gute Effizienz und Abscheidungen laufen in der Regel schneller ab als mit Helium als Trägergas.





Keine Kompromisse bei der Sicherheit mit Wasserstoff

Die meisten Bedenken gegenüber Wasserstoff betreffen die Entflammbarkeit. Wenn Wasserstoff in der Luft 4 bis 75 Vol.-% erreicht, brennt das Gas; Explosionsgefahr besteht jedoch nur zwischen 18 % und 59 %. Allerdings ist zu beachten, dass Wasserstoff weniger viskos ist als Helium und daher leichter entweicht. Wenn also nicht gerade eine große Menge plötzlich in die Umgebung freigesetzt wird, ist die Gefahr, die LEL (untere Explosionsgrenze) zu erreichen, sehr gering. Wasserstoff steigt außerdem doppelt so schnell auf wie Helium, mit einer Geschwindigkeit von 20 m/s (45 mph). In einem Labor mit regelmäßigem Luftdurchsatz wäre die Explosionsgrenze sehr schwer zu erreichen.

GC-Gerätehersteller empfehlen schon seit Jahren Wasserstoff als Trägergas und es gibt mehrere Schutzvorrichtungen, um zu gewährleisten, dass alle Geräte sicher sind.

Mehrere Schutzvorrichtungen

Zahlreiche Sicherheitsmaßnahmen gewährleisten, dass von der Verwendung von Wasserstoff als Trägergas im Labor keine Gefahr ausgeht.

Sind GC- und GC/MS-Systeme bei der Verwendung mit Wasserstoff als Trägergas sicher?

Eine häufige Befürchtung bei der Überlegung, Wasserstoff als Trägergas zu verwenden, ist die Explosionsgefahr bei einem Leck im GC-Ofen.

Die meisten modernen GC-Öfen (hergestellt in den letzten 10 Jahren) nutzen PPC (pneumatische Druckregelung) oder EPC (elektronische Druckregelung), um den Gasdurchfluss zu steuern. (Bei älteren Geräten wird in der Regel ein Druckregler mit Verflüssigungsdruckregelung vor dem Einspritzanschluss verwendet.) PPC und EPCs dienen zur Begrenzung des gesamten Durchflusses in das Gerät und versetzen den GC in vielen Fällen in den Standby-Modus – der Gasstrom wird abgestellt und alle beheizten Zonen werden abgekühlt, wenn fallender Druck in nachgeschalteten Elementen auf ein Leck hinweist.



Es ist möglich, Durchflussregler oder Begrenzer in die Trägergas-Versorgungsleitung einzufügen, um die maximale Durchflussgeschwindigkeit in den GC zu begrenzen. Wenn ein Leck im Ofen auftritt, wird der Durchfluss auf das für die Gaschromatografie erforderliche Niveau beschränkt.

Andere Sicherheitsmaßnahmen umfassen die Verwendung von automatischen Dichtheitsprüfungen, die bei vielen GCs mit PPC oder EPC zur Verfügung stehen. Der Gesamtdurchfluss in den GC-Einspritzer wird am Anfang jeder Analyse gemessen und verwendet, um eine effektive Leckdurchflussrate zu berechnen. Wenn diese den eingegebenen Wert überschreitet, wird der GC heruntergefahren – d. h. der Gasstrom wird abgeschaltet und alle beheizten Zonen werden abgekühlt.

Wenn wir den ungünstigsten Fall betrachten, in dem eine Säule bricht und 20 ml Wasserstoff pro Minute direkt in den Ofen fließen, wären in einem Ofen mit einer typischen 14-Liter-Kapazität

2,5 Liter erforderlich, um die LEL (untere Explosionsgrenze) zu erreichen. Es würde über zwei Stunden dauern, bis die Explosionsgrenze erreicht ist. Die meisten Analysen sind kürzer als dieser Zeitraum, sodass der Ofeninhalt jedes Mal gespült würde, wenn der Ofen abgekühlt wird. Darüber hinaus haben moderne GC-Geräte federbelastete, explosions sichere Ofentüren.

Im Zuge der Heliumkrise war eine enorme Zunahme bei Online-Artikeln und -Dokumenten (sowie vielen Webinaren) von Seiten der Gerätehersteller zu verzeichnen, die sehr detailreich die praktischen und sicherheitsrelevanten Überlegungen beim Wechsel zu Wasserstoff als Trägergas behandelten. Die neuesten Instrumente, deren Markteinführung bevorsteht, z. B. das Agilent 5977A GC/MS und das Bruker Scion, wurden speziell auf die Verwendung von Wasserstoff ausgelegt. Umwandlungssoftware zum Methodenwechsel von Helium zu Wasserstoff wird ebenfalls standardmäßig mitgeliefert.

Es gibt auch andere Methoden zum Schutz gegen Leckagen, bei denen Wasserstoffsensoren verwendet werden. Diese sind in den Ofen integriert und warnen den Benutzer im Fall eines Lecks über LED-Leuchten und akustische Signale. Wenn durch das Leck die Konzentration auf 25 % der LEL steigt, wechselt das Trägergas automatisch auf Inertgas. Ähnliche Sensoren können auch die Werte im Laborraum überwachen.



Vorteile interner Gasgeneratoren

Wie wir gesehen haben, sind die Vorteile der Verwendung von Wasserstoff als GC-Trägergas erwiesen. Wasserstoff bildet die kostengünstige Option ohne Probleme bei aktueller und zukünftiger Versorgung. Weitere Vorteile sind die schnellere Analyse, höhere Auflösung und längere Lebensdauer der Säule.

Hier sehen Sie die Vorteile interner Wasserstoffgeneratoren und warum sie sicherer und praktischer sind. Diese Option ist auch bei weitem billiger als Wasserstoffflaschen und verursacht nur einen Bruchteil der Kosten für Heliumflaschen.

Klare Vorteile

Die Verwendung interner Gasgeneratoren ist die intelligente, kostengünstige und komfortable Lösung ohne Kompromisse bei der Sicherheit.

Maximale Sicherheit

Ein interner Generator ist wesentlich sicherer als Gasflaschen, da nur eine kleine Menge des erzeugten Gases bei niedrigem Druck zu jedem Zeitpunkt vorhanden ist und das Gas direkt zum Instrument geleitet wird. Wenn ein Leck auftritt, gelangt nur eine kleine Menge Gas in das Labor. Im Gegensatz dazu bestehen ernsthafte Gefahren, wenn Gas aus einer Hochdruckgasflasche zugeführt wird.

Die Sicherheit kann durch versehentliche Entlüftung beeinträchtigt werden, bei Transport und Installation der schweren Gasflaschen kann es zu schweren Verletzungen oder Schäden kommen und eine undichte Wasserstoffflasche kann eine Explosion verursachen.

Erhöhter Komfort

Ein interner Gasgenerator kann rund um die Uhr Gas liefern, ohne dass hierfür ein Benutzereingriff erforderlich wäre (abgesehen von der jährlichen routinemäßigen Wartung). Wenn Gasflaschen zum Einsatz kommen, muss der Benutzer die Gasstände überwachen und für die gewünschten Analysen anpassen – außerdem ist eine qualifizierte Person vonnöten, um leere Gasflaschen auszutauschen. Da die Gasflaschen aus Sicherheitsgründen in der Regel außerhalb gelagert werden, kann dies umständlich und zeitraubend sein.



Verringerung der Kosten

Einer der Hauptvorteile interner Gasgeneratoren ist der hohe wirtschaftliche Nutzen im Vergleich zu Gasflaschen. Die Betriebskosten sind sehr gering, da das Gas aus Wasser gewonnen wird und die Wartungskosten nur ein paar hundert Euro pro Jahr für den regelmäßigen Austausch des Filters betragen.

Im Vergleich dazu überschreiten die Kosten für Gasflaschen den Kaufpreis der Einheit, da Faktoren wie z. B. Transport, Installation, Rückgabe gebrauchter Zylinder und Zeit zur Ausbalancierung des Systems berücksichtigt werden müssen.

Präzise Kostenvergleiche für einen bestimmten Benutzer richten sich nach einer Vielzahl von lokalen Parametern und der verwendeten Gasmenge. Sicher ist jedoch, dass die Kosteneinsparungen bedeutend sein werden.

Hier sehen Sie eine Vergleichstabelle der jährlichen Kosten für interne Wasserstoffgeneratoren bzw. für Gasflaschen.

Jährliche Kosten: Interne Erzeugung im Vergleich zu Hochdruckgasflaschen

	Interner Generator (€)	Wasserstoffflaschen (€)	Heliumflaschen (€)
Wartung	600	0	0
Gasflaschen	0	2.340	26.000
Gasflaschenanmietung	0	252	252
Arbeit (Wechsel der Gasflaschen)	0	781	781
Auftragsabwicklung	23	270	270
Transport	38	2.792	2.792
Bearbeitung von Rechnungen	8	90	90
Bestandskontrolle	0	54	54
Gesamt	668	6.581	36.820



Warum sind Wasserstoffgeneratoren von Parker domnick hunter eine intelligente Wahl?

Wir haben die Vorteile der Verwendung von Wasserstoff als GC-Trägergas gesehen – unter anderem geringere Kosten, schnellere Analyse, höhere Auflösung und längere Lebensdauer der Säule – und erörtert, warum die Verwendung von Helium oder Gasflaschen teuer ist und Nachschubprobleme mit sich bringen kann. Jedoch verstehen wir, dass die Sicherheitsbedenken enorm sind. Deshalb ist der H-MD-Wasserstoffgenerator von Parker domnick hunter die offensichtlich beste Wahl.

Installation und Betrieb sind einfach, der Wartungsaufwand ist minimal. Gefährliche Wasserstoffflaschen sind nicht erforderlich und die Kosten und Unannehmlichkeiten durch das Austauschen und Lagern von Gasflaschen entfallen.

Der H-MD-Wasserstoffgenerator von Parker domnick hunter bietet intelligente Steuerung und Sicherheitsalarme gegen diese Risiken, während gleichzeitig eine optimale Leistung des GC-Instruments ermöglicht wird und die Kosten für Gas gesenkt werden. Mit einer zweijährigen Standardgarantie auf die Zelle und minimalen Wartungskosten ist dies die billigere und sicherere Alternative.

Die Parker-Lösung

Gasgeneratoren von Parker senken die Preise für Wasserstoffgas, eliminieren den Bedarf an gefährlichen Gasflaschen und verringern Wartungszeiten.



Wasserstoffgeneratoren

Die Generatoren des Typs H-MD für ultrahochreinen Wasserstoff von Parker domnick hunter stellen die optimale Kombination aus sicherem Betrieb, Zuverlässigkeit, Leistung und niedrigen Gesamtbetriebskosten dar.

Durch Einsatz der bewährten PEM-Zellentechnologie wird Wasserstoff nach Bedarf bei niedrigem Druck und mit minimalem gespeichertem Volumen aus entionisiertem Wasser und Strom erzeugt. Die innovative Steuerungssoftware sorgt für unerreichte Betriebssicherheit und Zuverlässigkeit.

Die H-MD-Generatoren liefern eine ideale Versorgung mit GC- und GC/MS-Trägergas zusätzlich zu allen bekannten Verbrennungsdetektoren, die heute gewöhnlich in Labor-Arbeitsabläufen eingesetzt werden. Vier Modelle arbeiten mit den Durchflussraten 160 ml/min, 250 ml/min, 500 ml/min und 1100 ml/min.

Wasserstoffgeneratoren sind mit Remote-Networking-Software erhältlich. Mit Remote Networking können bis zu 27 Wasserstoffgeneratoren von einem zentralen PC aus aktiv gesteuert werden, wodurch echte Kaskadenfunktionen erleichtert werden.

Produktmerkmale:

- Keine gefährlichen Wasserstoffflaschen am Arbeitsplatz erforderlich
- Einfache Installation und einfacher Betrieb
- Kompakt, zuverlässig und minimaler Wartungsaufwand
- Gleichmäßige Versorgung mit zu 99,99995 % reinem Wasserstoff (bis zu 1.100 ml/min und 6,9 bar)
- 2 Jahre Standardgarantie auf die Zelle
- Optionale automatische Wasserzufuhr und Fähigkeit
- zum Anschluss an Fernnetzwerke



Parker domnick hunter H-MD



Produktauswahl

Model	Flow Rate	Purity*	Water Consumption (24/7, full flow)	Delivery Pressure		Optional Auto Water Fill (AWF)
	ml/min	%	L/week	bar g	psi g	
20H-MD	160	>99.99995	1.69	0.69-6.89	10-100	YES
40H-MD	250	>99.99995	2.41	0.69-6.89	10-100	YES
60H-MD	500	>99.99995	4.82	0.69-6.89	10-100	YES
110H-MD	1100	>99.99995	10.60	0.69-6.89	10-100	Standard

*With respect to oxygen

Note: For auto water fill option add suffix AWF ie 20H-MD-AWF

Technische Daten

Ambient Temperature Range	5 - 40°C 41 - 104°F
Water Supply Pressure*	0.1 bar g 1.45 psi g
Water Supply Flow Rate*	1 L/min
Water Quality	Deionised. ASTM II, >1MΩ, <1µs, filtered to <100µm
Supply Voltage Range	90V - 264V 50/60Hz
Port Connections	Hydrogen Outlet Water Drain Water Fill*
	1/8" Compression Fitting Quick Release Push in Fitting Quick Release Push in Fitting

*With optional AWF

Gewichte und Abmessungen

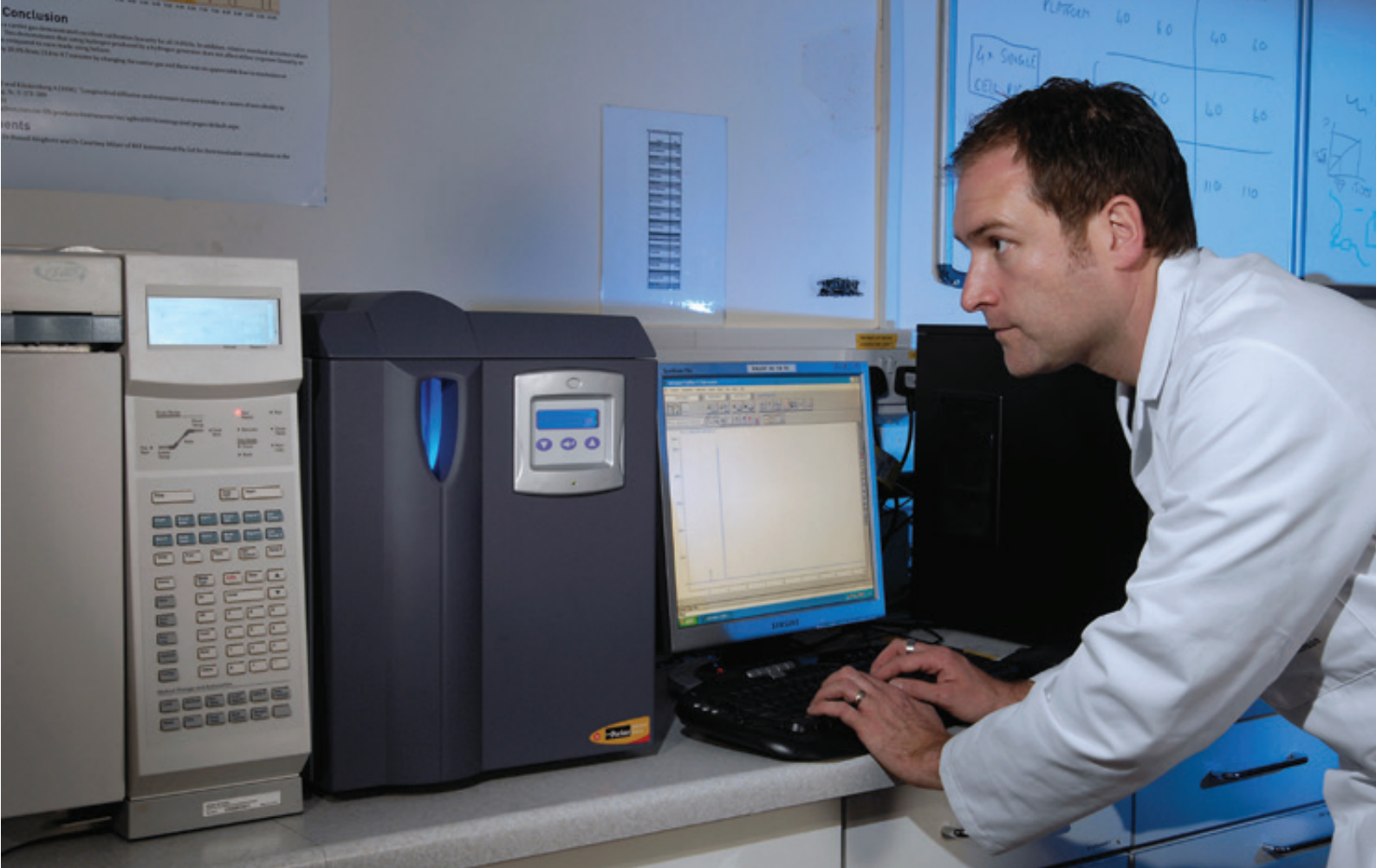
Model	Height (H)		Width (W)		Depth (D)		Weight (Empty)		Weight (Full of Water)	
	mm	in	mm	in	mm	in	kg	lb	kg	lb
20H-MD	456	17.9	342	13.5	470	18.5	20.5	45.2	25	55.1
40H-MD	456	17.9	342	13.5	470	18.5	20.5	45.2	25	55.1
60H-MD	456	17.9	342	13.5	470	18.5	20.5	45.2	25	55.1
110H-MD	456	17.9	342	13.5	470	18.5	23.6	51.8	28	61.7

Vorbeugende Wartung

Preventative Maintenance Kit	Part Number	Change Frequency
6 Month Kit	604971500	6 Months
24 Month Kit	604970720	24 Months

Optionales Zubehör

Description	Part Number	Required for
Remote Networking User Software	604971530	Allows cascading of two generators or more
Remote User Expansion Module	604971540	Each additional generator (604971530 required)
Installation kit	IK7532	Suitable for all hydrogen generators



Wechsel von Helium zu Wasserstoff als Trägergas in der Gaschromatografie

Diese Anleitung führt Sie durch die notwendigen Schritte zum Wechsel von Helium zu Wasserstoff als Trägergas für die Gaschromatografie. Die Verwendung von Wasserstoff aus einem internen Generator führt zu erheblichen Vorteilen bei Kosten, Sicherheit und Komfort im Labor.

Die Reihenfolge der Schritte ist wichtig für den erfolgreichen Wechsel zu Wasserstoff. Folgen Sie der Anleitung sorgfältig, damit Sie von einem schnellen und einfachen Wechsel zu Wasserstoff als Trägergas profitieren.

Ein einfaches Verfahren

Der Wechsel von Helium zu Wasserstoff kann schnell und einfach sein.



Schritt 1

Überprüfung und Dokumentation aller vorhandenen Betriebsdaten

1. Prüfung auf Lecks im System – Lecks können die Bestimmung der tatsächlichen Durchflüsse während Ihrer Analyse beeinträchtigen.
2. Messen und notieren Sie die bestehende Totvolumenzeit und berechnen Sie die lineare Gasrate (LGR).
3. Messen und notieren Sie den Septumdurchfluss bei anfänglicher Betriebstemperatur.
4. Messen und notieren Sie die Spülgasdurchflussrate.
5. Messen und notieren Sie den Vent-Durchfluss bei anfänglicher Betriebstemperatur.
6. Messen und notieren Sie die Durchflussrate des Brenngases (Wasserstoff).
7. Messen und notieren Sie die Luftdurchflussrate.
8. Dokumentieren Sie alle Durchflussänderungen, die während des Durchlaufs auftreten.
9. Dokumentieren Sie alle verwendeten Temperaturprogrammraten.
10. Zeichnen Sie ein gutes Beispielchromatogramm zum Vergleich mit einem nach dem Wechsel aufgezeichneten Chromatogramm auf.

Schritt 2

Führen Sie alle routinemäßigen Wartungsaufgaben durch, bevor Sie zu Wasserstoff wechseln.

1. Wechseln der Reiniger – Fügen Sie Reiniger nach Bedarf zu Leitungen hinzu, um eine Reinheit von mindestens 99,9999 % zu erhalten.
2. Wechseln der Septen – Verwenden Sie ein funktionsfähiges Septum mit geringen Entlüftungsanforderungen.
3. Wechseln Sie die Auskleidungen/Einlagen und Dichtungen von Einspritzanschlüssen. Reinigen Sie sie nach Bedarf und vermeiden Sie Verunreinigungen mit Ölen. Reinigen Sie die Teile vor dem Einbau mit Aceton.



Vorsicht: Aceton ist entzündlich und kann Gesundheitsprobleme verursachen. Vermeiden Sie offene Flammen im Labor.

4. Reinigen Sie den Detektor, die Detektoreinsätze und die Düsen.

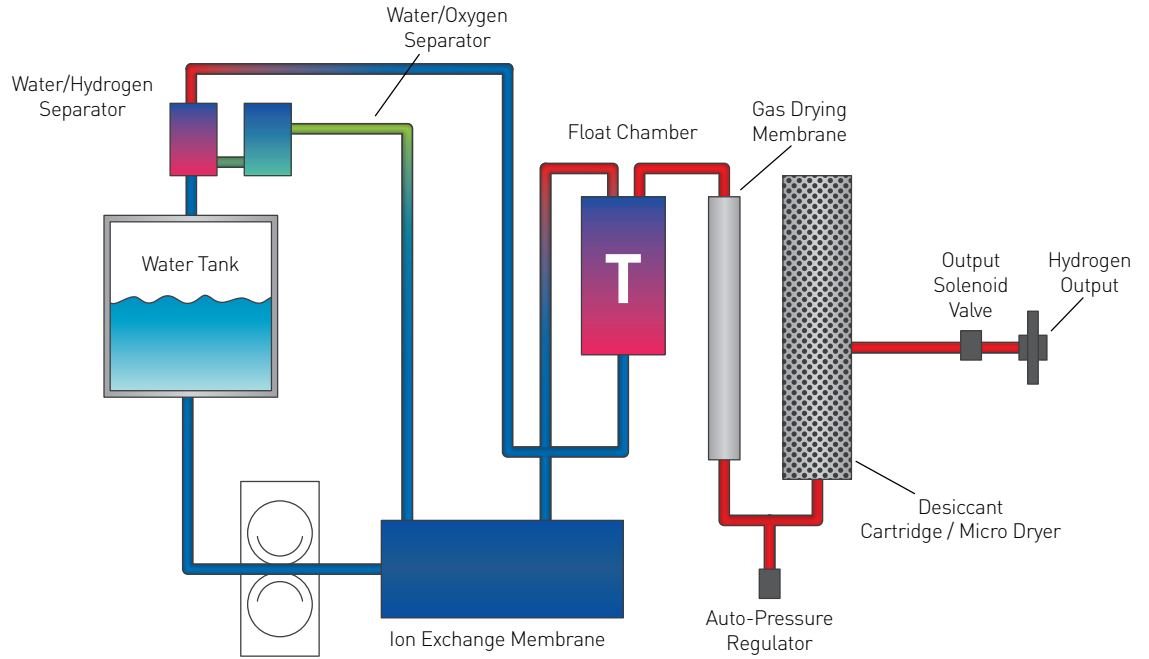
Schritt 3

Installation neuer Leitungen und Reiniger

1. Trägergasleitungen – Lassen Sie den Druck ab und lüften Sie die Wasserstoffleitung. Trennen Sie anschließend die Brenngasleitung (Wasserstoff) und fügen Sie ein T-Stück ein. Führen Sie eine Leitung vom anderen Anschluss des T-Stücks zum Trägergas-Eingangsanschluss hinter dem GC.
2. Fügen Sie dieser Leitung Reiniger hinzu, wenn die Reinheit des Gases nicht mindestens 99,9999 % beträgt. Verwenden Sie Kohlenwasserstoff, Sauerstoff und Entfeuchter oder einen Kombireiniger, um die erforderliche Reinheit zu erhalten.
Hinweis: Fügen Sie Reiniger hinzu, die den Prozentsatz der Reinigerverwendung anzeigen, damit Sie wissen, wann Sie den Reiniger austauschen müssen.
3. Fügen Sie eine neue Spülgasleitung hinzu, vorzugsweise für den Einsatz mit Stickstoff.

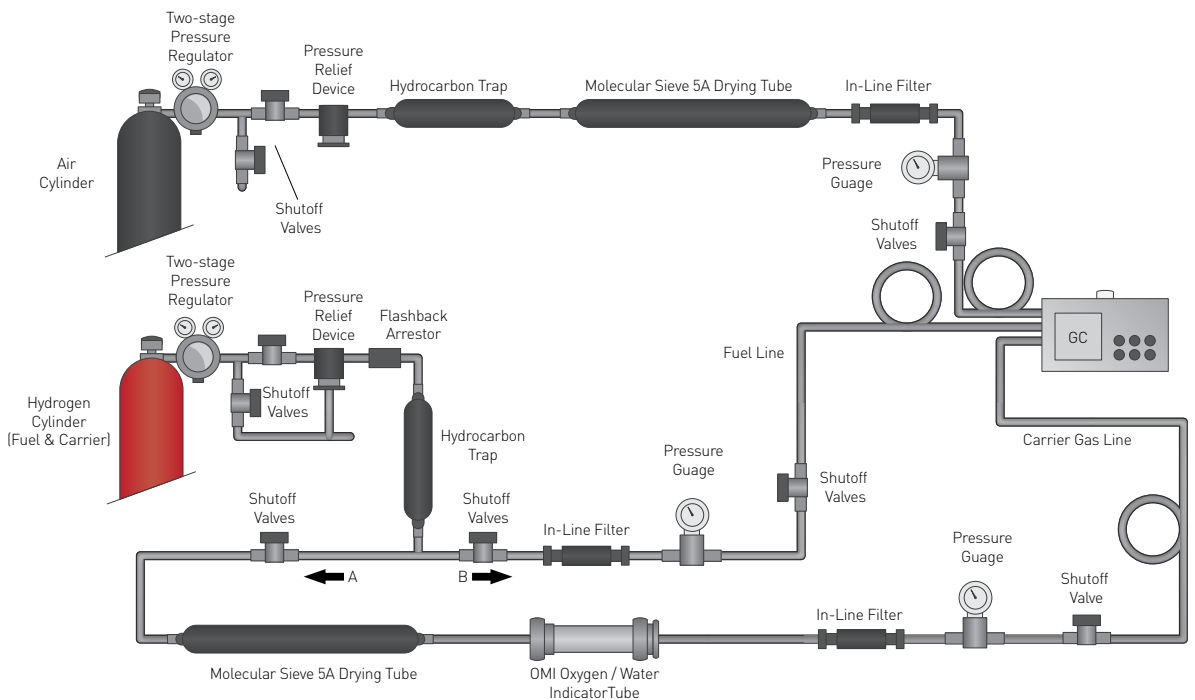
Funktionsweise des Generators

Abbildung 1: Wasserstofftechnologie



Optimalkonfiguration für Einzel-GC-System

Abbildung 2: Ideale Konfiguration für Einzel-GC-System: Wasserstoff als Träger- und Brenngas





Schritt 4

Für Durchfluss von Wasserstoff und Stickstoff sorgen (Spülgas)

Trägergas

1. Schalten Sie den Gasstrom ein und sorgen Sie für Säulendurchfluss bei ausgeschaltetem Ofen. Bei einigen computergesteuerten Systemen kann es erforderlich sein, den Trägergaszustrom auf Wasserstoff einzustellen, damit das System basierend auf der Dichte von Wasserstoff den Durchfluss richtig anpasst.
2. Schalten Sie nach einer Stunde Durchfluss den Ofen, den Einspritzanschluss sowie den Detektor ein. (Alle Leitungen und Reiniger müssen vor der Einstellung von Temperaturen in den verschiedenen Zonen des GC gespült werden. Das Spülen der Leitungen und Reiniger dauert recht lange.)
Hinweis: Wenn die Zeit es zulässt, empfiehlt sich eine Spülung des Systems über Nacht.
3. Stellen Sie einen Split-Vent-Durchfluss her und messen Sie den Septum-Vent-Durchfluss.
4. Bringen Sie Säule und Ofen auf Betriebstemperatur und messen Sie erneut den Säulendurchfluss.

Detektordurchfluss

1. Stellen Sie den richtigen Durchfluss von Wasserstoff zum Detektor her (dazu gehören alle Wasserstoffquellen, die zum Detektor führen).
2. Stellen Sie den richtigen Spülgasstrom her.
3. Stellen Sie den korrekten Luftstrom her.

Systemeinstellungen

1. Starten Sie den Detektor und schalten Sie sämtliche benötigte Detektorelektronik ein. Geben Sie dem System eine Stunde zur Stabilisierung.
Hinweis: Eine längere Aufwärmzeit (z. B. über Nacht) kann zu einer stabileren Reaktion führen.
2. Überprüfen Sie das System noch einmal, um sicherzustellen, dass alle Betriebsdaten und Temperaturen korrekt sind.
3. Spritzen Sie das Totvolumen ein, messen Sie die Totvolumenzeit mit Methan und berechnen Sie die lineare Gasrate (LGR). Korrigieren Sie die LGR nach Bedarf.

Erster Durchlauf

- Spritzen Sie die Probe ein und vergleichen Sie den Durchlauf mit dem vorangegangenen Heliumdurchlauf.
- Beschleunigen Sie unter Umständen den Durchlauf, indem Sie die LGR verdoppeln, wenn Ihr Ziel nicht darin liegt, lediglich die Analysedauer und Abscheidung mit Helium nachzubilden.

Kalibrierung

- Wiederherstellung der Peakidentifizierung – Es sollte keine Änderungen geben, außer Sie verwenden stark polare Säulen.
- Wenn der Durchlauf wunschgemäß abgelaufen ist, fahren Sie mit der Durchführung Ihrer Kalibrierungsstandards fort.

Durchfluss = $n r^2 l / t m$

Wobei: $n = 3,1416$

r = Radius der Säule in cm (Umrechnung von mm)

l = Länge der Säule in cm (Umrechnung von m)

TR = Rückhaltezeit eines festgehaltenen Peaks, in der Regel Methan

Wobei: $LGR = l / t m = l / \mu$

Vereinfacht: Durchfluss = $n r^2 \mu$ (wichtig: als Einheit cm verwenden)

Schritt 5

Wechsel von Gasflaschen zu Gasgeneratoren

1. Führen Sie die Tischmontage der Gasgeneratoren gemäß den Anweisungen in den Installationshandbüchern durch.
2. Verkürzen Sie die Leitungslängen so weit wie möglich. (siehe Abbildung 3)
3. Verwenden Sie qualitativ hochwertige Kupfer- oder Edelstahl-GC-Rohre oder reinigen Sie neue Leitungen mit Lösungsmitteln und backen Sie sie unter Stickstoffstrom trocken.
4. Fügen Sie bei Bedarf Gasreiniger hinzu. Verschiedene Marken und Modelle von Gasgeneratoren bieten verschiedene Reinheitsgrade von Wasserstoff. Sie benötigen Reiniger, wenn das gelieferte Gas nicht mindestens eine Reinheit von 99,9999 % aufweist.
5. Eine Möglichkeit besteht in der Verwendung von Stickstoffgeneratoren und Generatoren für hochwertige Luft (um Gasflaschen überflüssig zu machen) sowie von Hochdruckgasen im Labor. Eine schematische Darstellung für ein typisches System mit einem internen Generator ist in Abbildung 4 dargestellt.

Abbildung 3: Standardkonfiguration für Einzel-GC-System: Gasbereitstellung aus Gasflaschen

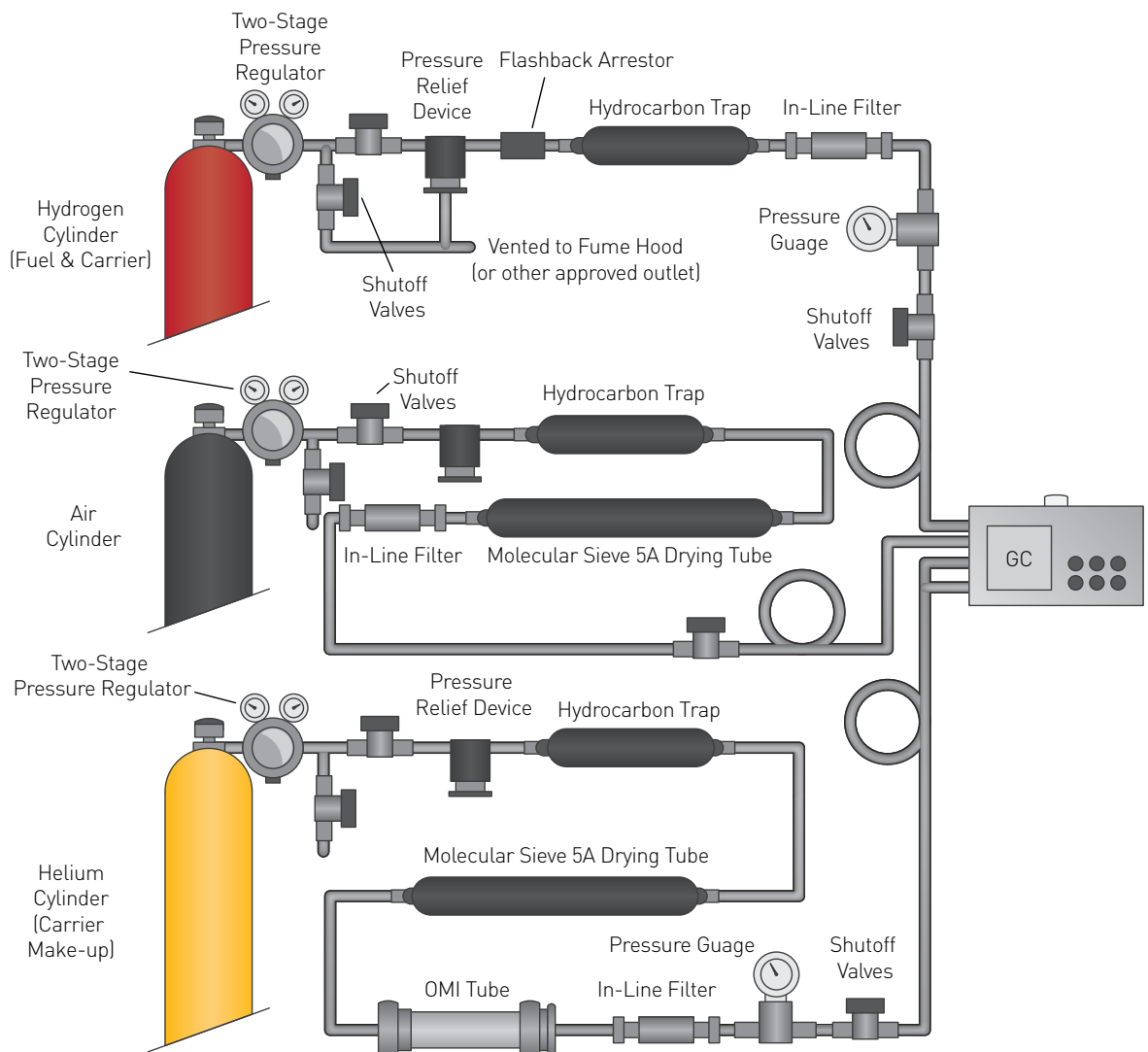
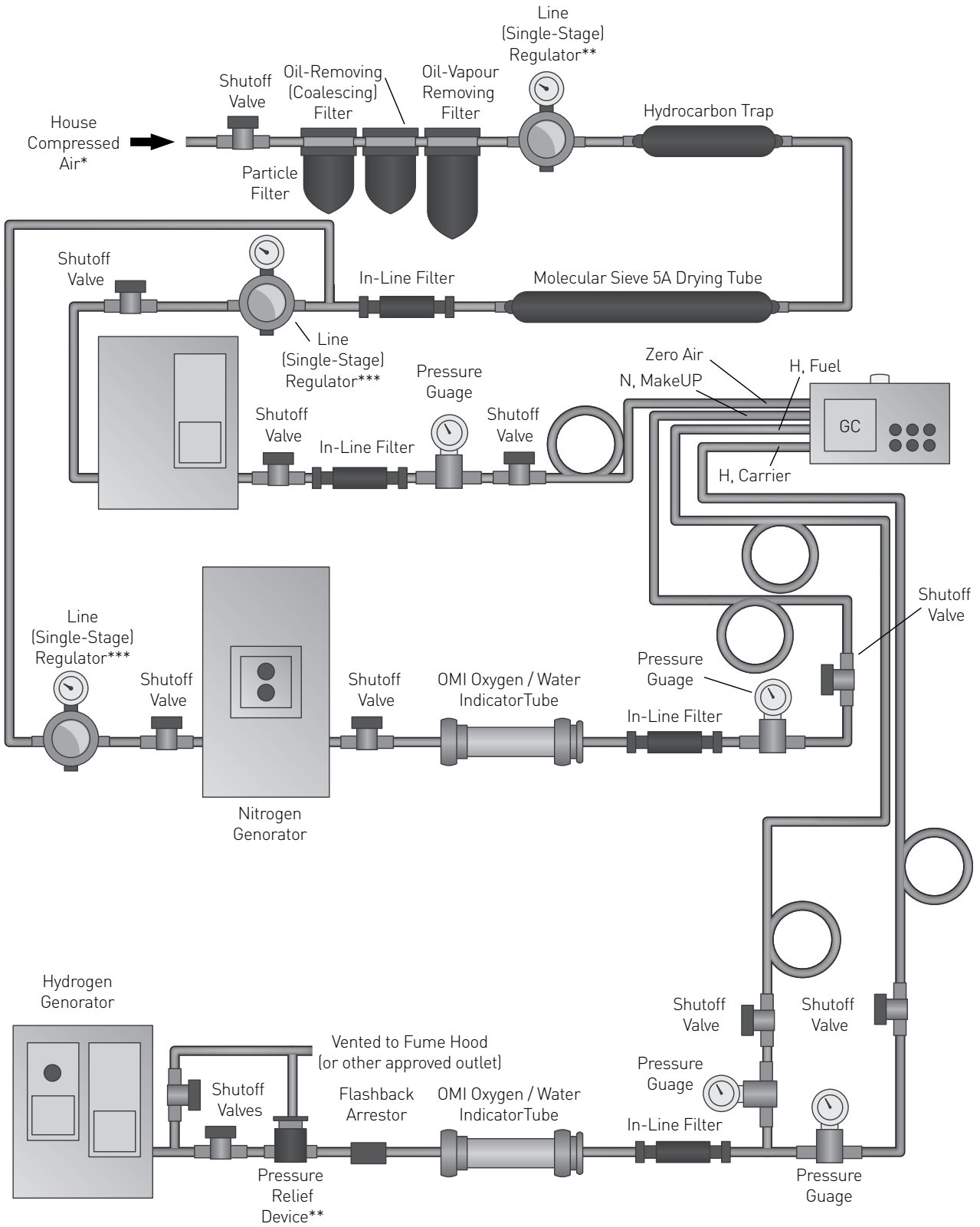




Abbildung 4: Ideale Konfigurationen für Einzel-GC-System: System für alle Generatoren



* Replace an oil-sealed compressor with an oilless unit to eliminate the need for the particle filter, oil-removing / coalescing filter, and oil vapour-removing filter.

** Not needed if the hydrogen generator has a built in relief device.

*** Consult generator manual for correct inject pressure.

Die Abbildungen 5 bis 7 zeigen die Gleichwertigkeit von Helium und Wasserstoff in typischen Abscheidungen.

Abbildung 5:

Equity 1 isotherm, 50 cm/s,
Trärgas Helium

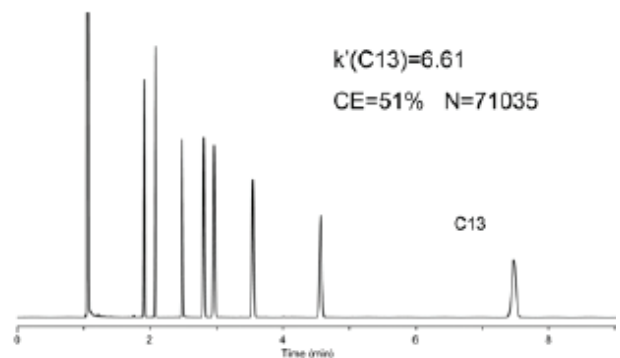


Abbildung 6:

Bakterielle Säuremethylester
25 cm/s, LGR Equity

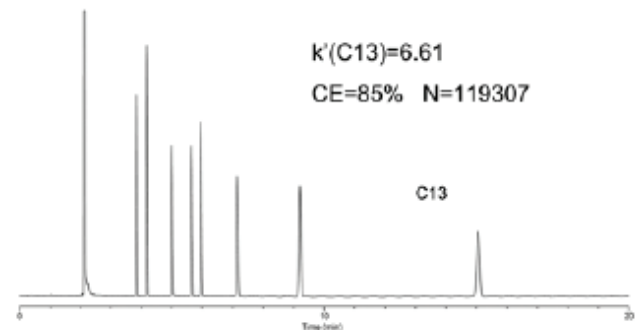
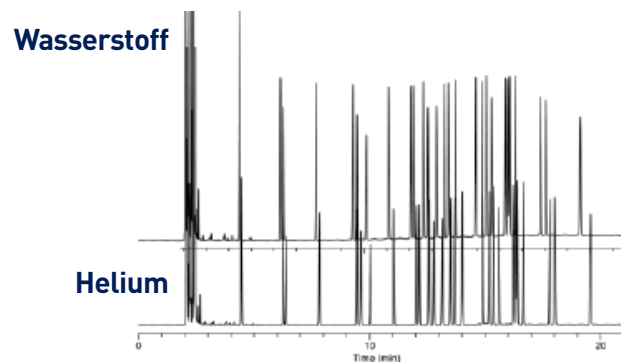


Abbildung 7:

Equity 1 isotherm, 25 cm/s,
Trärgas Helium





Analyse von 12 Phenolen mit EPA-Zulassung durch GC/MS mit Wasserstoff als Trägergas

Einleitung

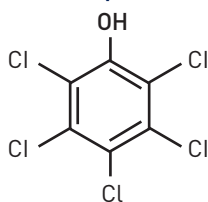
Wasserstoff ist aufgrund seiner überlegenen Qualitäten bezüglich Analysegeschwindigkeit und kurzer Ansprechzeit für viele GC-Anwendungen das Trägergas der Wahl. Sein Einsatz bei GC/MS-Anwendungen wurde jedoch aufgrund von Sicherheitsbedenken, hohem Hintergrundsrauschen und potenziellen Reaktionen in der Ionenquelle bislang vermieden.

Moderne Technologie hat diese Bedenken zu einem gewissen Grad ausgeräumt, doch routinemäßige Analysen mit Wasserstoff als Trägergas für GC/MS-Anwendungen sind ungewöhnlich, und das volle Potenzial wurde noch nicht ausgeschöpft. Angesichts der weiter steigenden Heliumpreise gibt es keinen Grund, warum Wasserstoff – Sicherheitsvorkehrungen vorausgesetzt – nicht als eine praktikable Alternative betrachtet werden sollte.

Parker domnick hunter stellt verschiedene Wasserstoffgeneratoren her, die ultrahochreines Wasserstoffgas zur Verfügung stellen. Sicherheitsbedenken, die mit Hochdruckzylindern in Zusammenhang stehen, entfallen bei der Verwendung von Wasserstoffgeneratoren. Diese Generatoren optimieren die analytische Leistung und verkürzen Durchlaufzeiten.

Phenole, deren häufigster Vertreter Phenol (C₆H₅OH) ist, sind eine Gruppe von Verbindungen, in denen eine Hydroxygruppe (-OH) an einen Benzolring gebunden ist. Die Umweltbehörde EPA (Environmental Protection Agency) hat 12 dieser Verbindungen als trinkwassergefährdend eingestuft, weil sie schädliche Auswirkungen auf die Gesundheit der Menschen haben können.

Pentachlorphenol



Analytische Betrachtungen

Phenolanalysen können mit verschiedenen Methoden durchgeführt werden, z. B. GC-FID und HPLC. Die Analysemethode der Wahl ist jedoch GC/MS. Diese besitzt nicht nur überlegene Nachweisgrenzen, sie kann im Gegensatz zu anderen Analysemethoden außerdem das Vorhandensein von Phenolverbindungen bestätigen.

Die Proben werden zunächst mithilfe der Festphasenextraktion extrahiert und dann, falls erforderlich, gereinigt. Das Extrakt wird konzentriert und dann durch GC/MS analysiert, entweder im SCAN-Modus oder häufiger im SIM-Modus (Single Ion Monitoring, Überwachung der einzelnen Ionen), um die Empfindlichkeit zu erhöhen und Hintergrundinterferenzen zu eliminieren. Dies ist insbesondere in komplexen Matrizen wichtig, bei denen störende Peaks zu fälschlicherweise positiven Ergebnissen führen können.

Bei typischen GC/MS-Analysen wird Helium verwendet, dessen Angebot schwankend ist und das aufgrund weiter schrumpfender Bestände oftmals nur zu hohen Preisen erhältlich ist. Darüber hinaus sind sperrige und schwere Hochdruckgasflaschen (bis zu 200 bar) erforderlich, die regelmäßig ausgetauscht werden müssen.

Ein Generator von Parker domnick hunter liefert Wasserstoffgas höchster Reinheit mit konstantem Durchfluss und Druck bei minimaler Menge an gespeichertem Gas, wodurch häufig bei Gasflaschen auftretende Gefahren eliminiert werden.

Experimentell

Die Analyse wurde mithilfe eines Shimadzu QP2010S GC/MS unter Verwendung des SIM-Modus und splitlosen Injektors durchgeführt (www.shimadzu.com).

Der Wasserstoff wurde von einem 110H-MD-Generator von Parker domnick hunter erzeugt (www.parker.com/dhfn).

Säule – J&W HP5-MS
Injektor – 260 °C
Schnittstelle – 280 °C
Ionenquelle – 250 °C
Durchflussrate – 1,5 ml/min (H₂)
Injektionsvolumen – 1 µl

Ofenprogramm:

40 °C (Haltezeit 1 Minute) bis
220 °C bei 12 °C/min bis 300 °C bei
30 °C/min (Haltezeit 0,10 Minuten)
Laufzeit – 18,77 Minuten

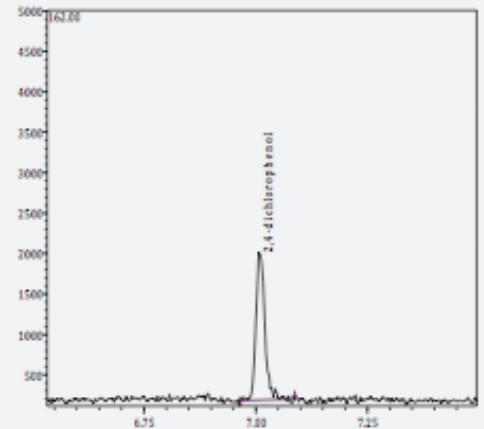
Prüfdauer – 0,30 Minuten
Steuermodus – Druck

Ergebnisse

8 Vergleichsproben wurden in Dichlormethan in einem Bereich von 0,1 bis 40 ng/µl vorbereitet. Hervorragende Kalibrierungskurven wurden erzielt, alle Verbindungen wiesen einen Kalibrierungskoeffizienten > 0,990 auf. Dazu gehörten 3 Ersatzvergleichsproben, um die Leistung der Methode zu überwachen.

In der Regel neigen einige Phenole, darunter 2-Methyl-4,6-dinitrophenol, 2,4,6-Tribromphenol und Pentachlorphenol, zu bemerkenswertem Tailing. Minimales Tailing wurde an beiden Enden des Kalibrierbereichs mit Wasserstoff als Trägergas beobachtet. Die Peak-Tailing-Faktoren für diese Verbindungen lagen innerhalb der zulässigen Grenzen.

0,1 ng/µl 2,4-Dichlorphenol



2,4-Dichlorphenol

Wie Sie anhand des Vergleichs der beiden Chromatogramme feststellen können, hat Wasserstoff gegenüber Helium bezüglich der chromatografischen Leistung mehrere Vorteile.

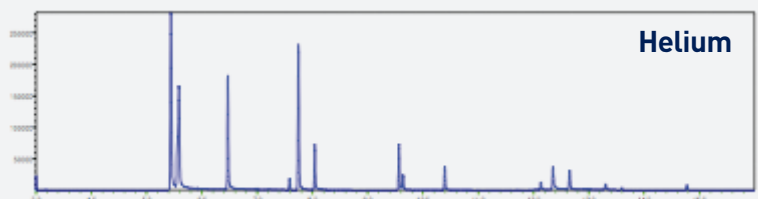
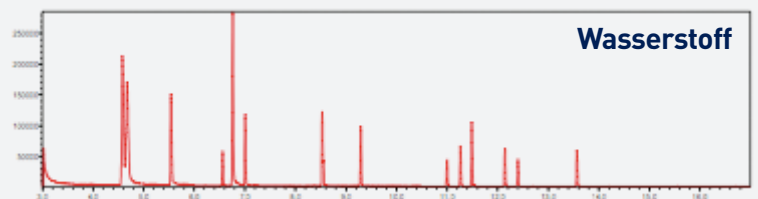
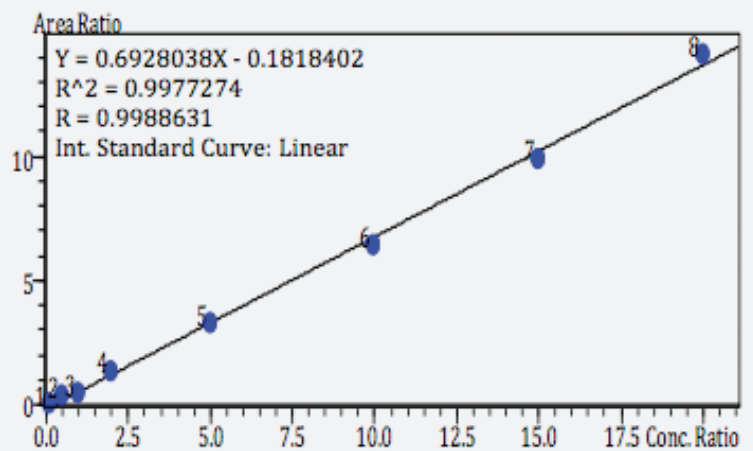
- **Kürzere Laufzeit – nur gut 1,5 Minuten**
- **Minimales Peak-Tailing spät eluierender Verbindungen**
- **Ähnliche Reaktion**

Fazit

Es gibt demnach keinen Grund, warum Wasserstoff aus einem 110H-MD-Generator nicht für die Analyse von Phenolen gemäß EPA-Vorgaben durch GC/MS verwendet werden sollte. Es hat sich gezeigt, dass er problemlos bis in den unteren Rand des Kalibrierbereichs nutzbar ist. Zudem verfügt er über eine ähnliche Reaktion wie Helium, hat aber den großen Vorteil einer kürzeren Laufzeit.

Neben den analytischen Vorteilen gilt es beim Vergleich von Wasserstoff und Helium auch Sicherheitsaspekte zu berücksichtigen. Die Menge an gespeichertem Gas in einem Generator ist sehr klein im Vergleich zu den schweren, sperrigen Hochdruckgasflaschen (bis zu 200 bar), in denen Helium bereitgestellt wird. Ein Pdh-Generator schaltet sich im Falle eines Lecks ab, sodass kein Risiko eines Erreichens der unteren Explosionsgrenze besteht.

Da der Preis für Helium immer weiter steigt und das Angebot schwankt, gibt es keinen Grund, warum ultrahochreiner Wasserstoff nicht als Trägergasalternative zu Helium in GC/MS-Anwendungen angesehen werden sollte.





Analyse von 19 polychlorierten Biphenylen mit EPA-Zulassung durch GC/MS mit Wasserstoff als Trägergas

Einleitung

Wasserstoff ist aufgrund seiner überlegenen Qualitäten bezüglich Analysegeschwindigkeit und kurzer Ansprechzeit für viele GC-Anwendungen das Trägergas der Wahl. Sein Einsatz bei GC/MS-Anwendungen wurde jedoch aufgrund von Sicherheitsbedenken, hohem Hintergrundrauschen und potenziellen Reaktionen in der Ionenquelle bislang vermieden.

Moderne Technologie hat diese Bedenken zu einem gewissen Grad ausgeräumt, doch routinemäßige Analysen mit Wasserstoff als Trägergas für GC/MS-Anwendungen sind ungewöhnlich und das volle Potenzial wurde noch nicht ausgeschöpft. Angesichts der weiter steigenden Heliumpreise gibt es keinen Grund, warum Wasserstoff – Sicherheitsvorkehrungen vorausgesetzt – nicht als eine praktikable Alternative betrachtet werden sollte.

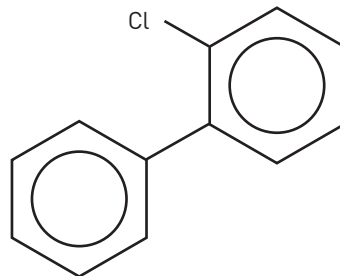
Parker domnick hunter stellt verschiedene Wasserstoffgeneratoren her, die ultrahochreines Wasserstoffgas zur Verfügung stellen. Sicherheitsbedenken, die mit Hochdruckzylindern in Zusammenhang stehen, entfallen bei der Verwendung von Wasserstoffgeneratoren. Diese Generatoren optimieren die analytische Leistung und verkürzen Durchlaufzeiten.

Polychlorierte Biphenyle (PCBs) sind eine Gruppe von künstlichen Verbindungen (von denen es insgesamt 209 gibt), bestehend aus 2-10-Chloratomen an einem Biphenylring. PCBs sind eine Gruppe von Kongeneren; Mischungen verschiedener PCBs sind unter dem Markennamen Aroclor geläufig.

PCBs wurden in zahlreichen Branchen, vor allem in der Elektrik, sehr häufig eingesetzt, da sie gute Isolatoren darstellen, chemisch stabil

sind und einen hohen Siedepunkt aufweisen. Mittlerweile sind sie verboten, können jedoch immer noch in verschiedenen Produkten und Materialien vorkommen, die vor dem Verbot hergestellt wurden. Sie zersetzen sich sehr langsam und sind nicht wasserlöslich. Daher sind sie von zentraler Bedeutung für die EPA, die in Methode 8082 19 wichtige PCBs aufführt.

Analytische Betrachtungen



Die PCB-Erkennung erfolgt normalerweise durch einen GC-ECD (Electron Capture Detector = Elektroneneinfangdetektor) oder GC-ELCD (Electrolytic Conductivity Detector = elektrolytischer Leitfähigkeitsdetektor), die beide für die Erkennung chlorierter Verbindungen ausgelegt sind. Beide Techniken sind äußerst hilfreich, nutzen für die Identifizierung jedoch nur die Rückhaltezeit und können dadurch Probleme durch fälschlicherweise positive Ergebnisse verursachen. Diese Probleme werden durch die Verwendung eines GC/MS-Systems eliminiert, da dieses im Gegensatz zu anderen Detektoren den Verdacht auf Vorhandensein von PCBs in einer Matrix bestätigen kann

Bei typischen GC/MS-Analysen wird Helium verwendet, dessen Angebot schwankend ist und das aufgrund weiter schrumpfender Bestände oftmals nur zu hohen Preisen erhältlich ist. Darüber hinaus sind sperrige und schwere Hochdruckgasflaschen (bis zu 200 bar) erforderlich, die regelmäßig ausgetauscht werden müssen.

Ein Generator von Parker domnick hunter liefert Wasserstoffgas höchster Reinheit mit konstantem Durchfluss und Druck bei minimaler Menge an gespeichertem Gas, wodurch häufig bei Gasflaschen auftretende Gefahren eliminiert werden.

Experimentell

Die Analyse wurde mithilfe eines Shimadzu QP2010S GC/MS unter Verwendung des SIM-Modus und splitlosen Injektors durchgeführt (www.shimadzu.com).

Der Wasserstoff wurde von einem 110H-MD-Generator von Parker domnick hunter erzeugt (www.parker.com/dhfn).

Säule – Restek Rtx-5 20 m x 0,18 mm x 0,20 µm
Injektor – 226°C

Schnittstelle – 280 °C

Ionenquelle – 250 °C

Durchflussrate – 0,65 ml/min (H₂)

Injektionsvolumen – 1 µl

Lineargeschwindigkeit – 54,1 cm/s

Ofenprogramm:

80° C bis 270° C bei 7,5 °C pro Minute

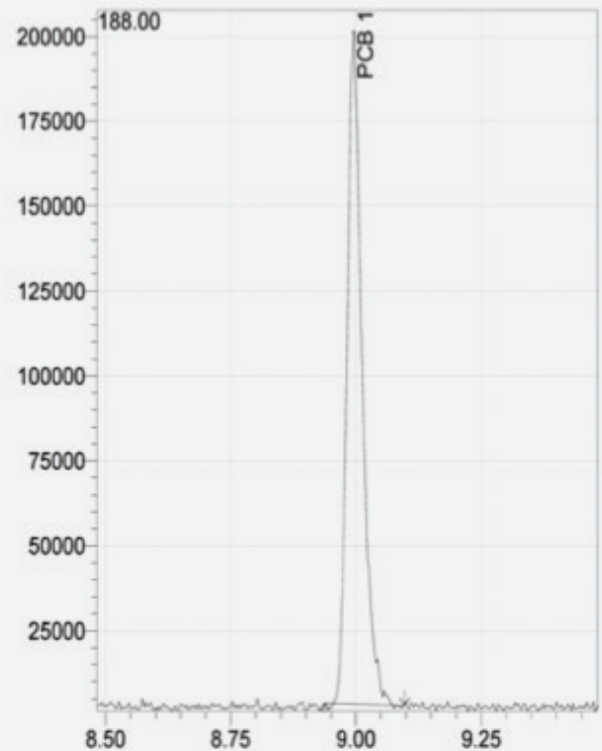
(Haltezeit 5,0 Minuten)

Laufzeit – 30,33 Minuten

Prüfdauer – 0,75 Minuten

Steuermodus – Lineargeschwindigkeit

0,1 ng/µl PCB 1



Ergebnisse

5 Vergleichsproben wurden in Hexan in einem Bereich von 0,2 bis 1 ng/µl vorbereitet. Hervorragende Kalibrierungskurven wurden mit 2 internen Vergleichsproben erzielt, alle Verbindungen wiesen einen Kalibrierungskoeffizienten > 0,990 auf. 7 Wiederholungen wurden bei 0,1 ng/µl zum Überwachen der Leistung durchgeführt. Hervorragende Reproduzierbarkeit wurde beobachtet, mit allen Signal-Rausch-Verhältnissen < 10.

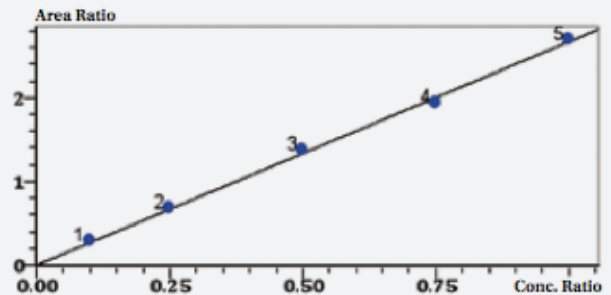
Fazit

Es gibt demnach keinen Grund, warum Wasserstoff aus einem 110H-MD-Generator nicht für die Analyse von PCBs gemäß EPA-Vorgaben durch GC/MS verwendet werden sollte. Niveaus von 0,1 ng/µl sind im SIM-Modus problemlos erreichbar, die Kalibrierungskurven zeigen sich vergleichbar mit denen von Helium. Im Durchschnitt kann durch den Einsatz von Wasserstoff außerdem eine Zeitersparnis von 3 Minuten erreicht werden.

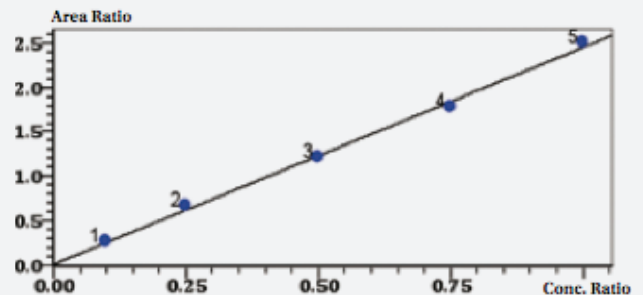
Neben den analytischen Vorteilen gilt es beim Vergleich von Wasserstoff und Helium auch Sicherheitsaspekte zu berücksichtigen. Die Menge an gespeichertem Gas in einem Generator ist sehr klein im Vergleich zu den schweren, sperrigen Hochdruckgasflaschen (bis zu 200 bar), in denen Helium bereitgestellt wird. Ein Pdh-Generator schaltet sich im Falle eines Lecks ab, sodass kein Risiko eines Erreichens der unteren Explosionsgrenze besteht.

Da der Preis für Helium immer weiter steigt und das Angebot schwankt, gibt es keinen Grund, warum ultrahochreiner Wasserstoff nicht als Trägergasalternative zu Helium in GC/MS-Anwendungen angesehen werden sollte.

PCB 101 Kalibrierungskurve – Helium



PCB 101 Kalibrierungskurve – Wasserstoff





Die Analyse von 16 EPA PAHs mithilfe von GC/MS-Systemen unter Verwendung von Wasserstoff als Trägergas.

Einleitung

Wasserstoff wird für zahlreiche Anwendungen als Trägergas ausgewählt, da verkürzte Analysezeiten (im Vergleich zu Stickstoff und Helium) ohne verringerte Auflösung garantiert sind. In der Tat wird die Auflösung normalerweise optimiert. Die Verwendung von Wasserstoff als GC/MS-Trägergas wurde jedoch lange vermieden. Reaktionen in der Ionenquelle, fehlendes Förderverhalten und laute Hintergrundgeräusche wurden als Gründe genannt, warum Wasserstoff nicht als Trägergas verwendet wird. Durch die moderne Technik konnten einige dieser Bedenken zerstreut werden, jedoch wird Helium immer noch für zahlreiche etablierte Verfahren verwendet. Erzeugter Wasserstoff ist eine analytisch bessere, kostengünstige und sichere Lösung im Vergleich zu Helium aus Flaschen.

Eine der gängigsten analytischen Untersuchungen, die in vielen Umweltlaboren durchgeführt werden, ist die Analyse von polynuklearen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAHs). PAHs sind eine Gruppe von Verbindungen, die aus mehr als einem Benzolring bestehen und in fossilen Brennstoffen, Teer und verschiedenen Ölen vorhanden sind. Sie werden auch durch die unvollständige Verbrennung von kohlenstoffhaltigen Verbindungen wie beispielsweise Holz, Kohle und Diesel gebildet, um nur einige wenige zu nennen.

Die Environment Protection Agency (EPA, amerik. Umweltbehörde) bezeichnet 16 PAHs als primäre Schadstoffe. Die Bestimmung und Quantifizierung dieser Verbindungen, insbesondere im Wasser und in Böden, ist für die menschliche Gesundheit und die Umwelt von immenser Bedeutung, da diese Verbindungen schädlich und krebserregend sind.

Parker domnick hunter stellt verschiedene Wasserstoffgeneratoren her, die ultrahochreines Wasserstoffgas zur Verfügung stellen. Sicherheitsbedenken, die mit Hochdruckzylindern in Zusammenhang stehen, entfallen bei der Verwendung von Wasserstoffgeneratoren. Diese Generatoren optimieren die analytische Leistung, verkürzen Durchlaufzeiten und steigern die Produktivität.

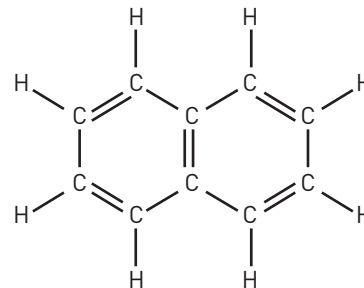
Analytische Betrachtungen

Die Analyse der 16 EPA PAHs wird in der Regel mit GC-FID- oder GC/MS-Systemen durchgeführt, wobei verschiedene Nachweisgrenzen je nach betreffendem Medium und angewandter Analysetechnik verwendet werden. GC/MS-Systeme sind vorteilhaft, da sie nicht erforderliche Peaks entfernen können und nur analytische Informationen übrig bleiben, die von Interesse sind. Dabei wird der Modus „Single Ion Monitoring“ (SIM) verwendet. Dies ist insbesondere in komplexen Matrizen wichtig, bei denen Peaks mit ähnlicher Zusammensetzung zu Fehlinterpretationen führen können.

In allen modernen analytischen Laboratorien, bei denen Zeit bares Geld ist, sind Probendurchsatz und Produktivität von größter Bedeutung. Die Verwendung von Wasserstoff als Trägergas bei GC-FID-Arbeitsabläufen ist weitverbreitet, da auf diese Weise eine optimierte Chromatographie und verkürzte Durchlaufzeiten erzielt werden. Obwohl die Verwendung von Wasserstoff bei GC/MS-Arbeitsabläufen weniger verbreitet ist, können unter den korrekten Bedingungen außergewöhnliche Leistungsvorteile im Vergleich zu Helium erzielt werden, wobei gleichzeitig die Sicherheit optimiert und Kosten gesenkt werden.

Bei typischen GC/MS-Analysen wird Helium verwendet, dessen Angebot schwankend ist und das zu erhöhten Preisen erhältlich ist. Darüber hinaus sind sperrige und schwere Hochdruckzylinder (bis zu 200 bar) erforderlich, die regelmäßig ausgetauscht werden müssen.

Wasserstoffgeneratoren von Parker domnick hunter erzeugen ultrahochreines Trägergas bei konstantem Druck und konstanter Durchflussrate. Weiterhin ist ein minimales Volumen vorhanden, wodurch Risiken im Labor vermieden werden, die mit Hochdruckbehältern (z. B. Flaschen) in Zusammenhang stehen.



Experimentell

Die Analyse wurde mithilfe eines Shimadzu QP2010s unter Verwendung des SIM-Modus und splitlosen Injektors durchgeführt (www.shimadzu.com).

Der Wasserstoff wurde von einem 110H-MD-Generator von Parker domnick hunter erzeugt (www.domnickhunter.com).

Die Säule wurde von Phenomenex zur Verfügung gestellt – Zebron ZB5MS 0,25 mm x 0,25 µm (www.phenomenex.com).

Injektor – 300°C
Schnittstelle – 320 °C
Ionenquelle – 250 °C
Durchflussrate – 3 ml/min (H₂)
Injektionsvolumen – 1 µl

Ofenprogramm:

40 °C (1 Minute)
100 °C @ 15 °C/min (10 Minuten)
225 °C @ 5 °C/min (10 Minuten)
320 °C @ 15 °C/min (2 Minuten)
Gesamtlaufzeit = 48,33 Minuten
Prüfdauer – 1 Minute
Steuermodus - Lineargeschwindigkeit

Ergebnisse

Nachweisgrenzen von 1 ppb wurden leicht mit hervorragender Basislinienauflösung erzielt. 10 Wiederholungen wurden auf diesem Niveau mit typischen RSAs von < 0,1 und Signal-Rausch-Verhältnissen zwischen 5 und 20 (normalerweise < 10) durchgeführt.

Vergleichsproben wurden in Dichlormethan in einem Bereich von 5 bis 100 ppb vorbereitet. Die Kalibrierung in diesem Bereich zeigte eine ausgezeichnete Linearität bei allen Verbindungen > 0,995.

In der Regel neigen spät eluierende PAHs zu Abweichungen, die manchmal recht stark ausfallen können. Somit ist die Integration schwierig und die Peakasymmetrie unzureichend. Im obigen Beispiel ist eindeutig erkennbar, dass die Verwendung von Wasserstoff als Trägergas das Tailing verringert und dadurch die Integration einfacher ist.

Wie Sie anhand des Vergleichs der beiden Chromatogramme auf der linken Seite feststellen können, verfügt Wasserstoff im Gegensatz zu Helium über zahlreiche Vorteile hinsichtlich der chromatografischen Leistung:

- **Kürzere Durchlaufzeiten, in diesem Fall eine Zeitersparnis von über 5 Minuten**
- **Steigerung der Sensitivität, was für Analysen im Spurenbereich wichtig ist**
- **Verringertes Peak-Tailing von späteren Verbindungen, was für die Peakintegration wichtig ist**
- **Beinahe Basislinienauflösung von späteren koeluzierenden Peaks**

Fazit

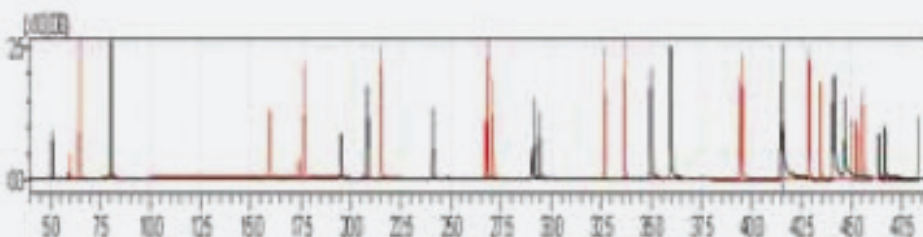
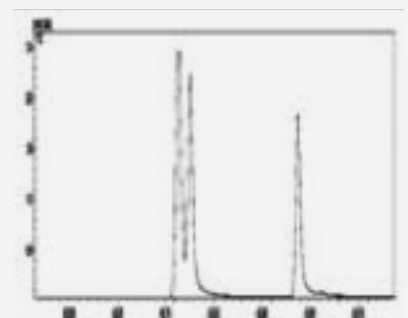
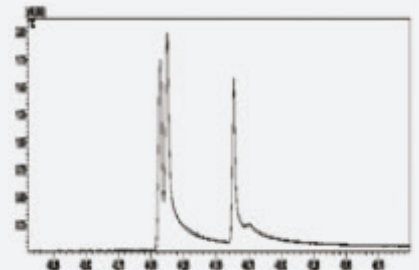
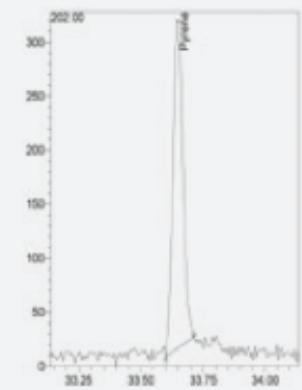
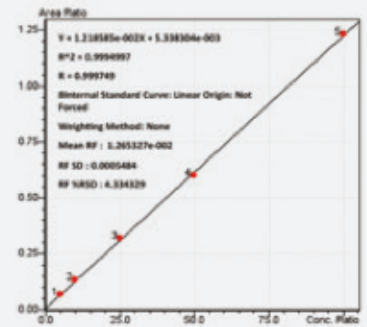
Das durch einen 110H-MD-Generator von Parker domnick hunter erzeugte

Wasserstoffträgergas erfüllt sämtliche Anforderungen, die zur Analyse von polynuklearen aromatischen Kohlenwasserstoffen in geringen Mengen durch GC/MS erforderlich sind. Die zahlreichen entscheidenden Vorteile im Vergleich zu Helium als Trägergas liegen auf der Hand.

Neben den analytischen Vorteilen werden auch Sicherheitsfragen berücksichtigt, da Behälter und die Handhabung von schweren Hochdruckbehältern nicht mehr erforderlich sind. Darüber hinaus besteht keine Gefahr mehr, dass das Gas unerwartet ausgeht. Ausfallzeiten des Geräts durch Gasverlust und weitere Beschädigung der Säule sowie Vakuumverlust innerhalb des GC/MS-System sind äußerst unerwünschte Ergebnisse. Darüber hinaus ist das Volumen von gespeichertem Gas in einem Wasserstoffgenerator sehr klein. Im Falle eines Lecks sorgen integrierte Sicherheitseinrichtungen dafür, dass die Wasserstoffversorgung unterbrochen wird. Auf diese Weise wird die Gefahr beseitigt, dass die untere Explosionsgrenze erreicht wird.

Da der Preis für Helium immer weiter steigt und das Angebot schwankt, ist ultrahochreiner Wasserstoff ideal als GC/MS-Trägergas geeignet. Für viele analytische Laboratorien ist die maximierte Geräteverfügbarkeit von größter Bedeutung. Die Verwendung von Wasserstoff ist außerdem eine praktikable und sichere Alternative zu Helium.

In diesem Dokument wurde eine robuste, reproduzierbare und zuverlässige Methode zur Verwendung von Wasserstoff als Trägergas erläutert, mit der Peak-Tailing und Nachweisgrenzen verringert werden. Darüber hinaus wird eine bessere Basislinienauflösung der koeluzierenden Verbindungen mit hervorragenden Kalibrierungskoeffizienten und viel kürzere Durchlaufzeiten für die Analyse erzielt.



Parker weltweit

Europa, Naher Osten, Afrika

AE – Vereinigte Arabische Emirate, Dubai
Tel: +971 4 8127100
parker.me@parker.com

AT – Österreich, Wiener Neustadt
Tel: +43 (0)2622 23501-0
parker.austria@parker.com

AT – Osteuropa, Wiener Neustadt
Tel: +43 (0)2622 23501 900
parker.easteurope@parker.com

AZ – Aserbaidtschan, Baku
Tel: +994 50 2233 458
parker.azerbaijan@parker.com

BE/LU – Belgien, Nivelles
Tel: +32 (0)67 280 900
parker.belgium@parker.com

BG – Bulgarien, Sofia
Tel: +359 2 980 1344
parker.bulgaria@parker.com

BY – Weißrussland, Minsk
Tel: +48 (0)22 573 24 00
parker.poland@parker.com

CH – Schweiz, Ettoy
Tel: +41 (0)21 821 87 00
parker.switzerland@parker.com

CZ – Tschechische Republik, Klecany
Tel: +420 284 083 111
parker.czechrepublic@parker.com

DE – Deutschland, Kaarst
Tel: +49 (0)2131 4016 0
parker.germany@parker.com

DK – Dänemark, Ballerup
Tel: +45 43 56 04 00
parker.denmark@parker.com

ES – Spanien, Madrid
Tel: +34 902 330 001
parker.spain@parker.com

FI – Finnland, Vantaa
Tel: +358 (0)20 753 2500
parker.finland@parker.com

FR – Frankreich, Contamine s/Arve
Tel: +33 (0)4 50 25 80 25
parker.france@parker.com

GR – Griechenland, Athen
Tel: +30 210 933 6450
parker.greece@parker.com

HU – Ungarn, Budaörs
Tel: +36 23 885 470
parker.hungary@parker.com

IE – Irland, Dublin
Tel: +353 (0)1 466 6370
parker.ireland@parker.com

IL – Israel, Tel Aviv
Tel: +39 02 45 19 21
parker.israel@parker.com

IT – Italien, Corsico (MI)
Tel: +39 02 45 19 21
parker.italy@parker.com

KZ – Kasachstan, Almaty
Tel: +7 7273 561 000
parker.easteurope@parker.com

NL – Niederlande, Oldenzaal
Tel: +31 (0)541 585 000
parker.nl@parker.com

NO – Norwegen, Asker
Tel: +47 66 75 34 00
parker.norway@parker.com

PL – Polen, Warschau
Tel: +48 (0)22 573 24 00
parker.poland@parker.com

PT – Portugal, Oeiras
Tel: +351 22 999 7360
parker.portugal@parker.com

RO – Rumänien, Bukarest
Tel: +40 21 252 1382
parker.romania@parker.com

RU – Russland, Moskau
Tel: +7 495 645-2156
parker.russia@parker.com

SE – Schweden, Spånga
Tel: +46 (0)8 59 79 50 00
parker.sweden@parker.com

SK – Slowakei, Banská Bystrica
Tel: +421 484 162 252
parker.slovakia@parker.com

SL – Slowenien, Novo Mesto
Tel: +386 7 337 6650
parker.slovenia@parker.com

TR – Türkei, Istanbul
Tel: +90 216 4997081
parker.turkey@parker.com

UA – Ukraine, Kiew
Tel: +48 (0)22 573 24 00
parker.poland@parker.com

UK – Großbritannien, Warwick
Tel: +44 (0)1926 317 878
parker.uk@parker.com

ZA – Republik Südafrika, Kempton Park
Tel: +27 (0)11 961 0700
parker.southafrica@parker.com

Nordamerika

CA – Kanada, Milton, Ontario
Tel: +1 905 693 3000

US – USA, Cleveland
Tel: +1 216 896 3000

Asien-Pazifik

AU – Australien, Castle Hill
Tel: +61 (0)2-9634 7777

CN – China, Schanghai
Tel: +86 21 2899 5000

HK – Hong Kong
Tel: +852 2428 8008

IN – Indien, Mumbai
Tel: +91 22 6513 7081-85

JP – Japan, Tokyo
Tel: +81 (0)3 6408 3901

KR – Korea, Seoul
Tel: +82 2 559 0400

MY – Malaysia, Shah Alam
Tel: +60 3 7849 0800

NZ – Neuseeland, Mt Wellington
Tel: +64 9 574 1744

SG – Singapur
Tel: +65 6887 6300

TH – Thailand, Bangkok
Tel: +662 186 7000

TW – Taiwan, Taipei
Tel: +886 2 2298 8987

Südamerika

AR – Argentinien, Buenos Aires
Tel: +54 3327 44 4129

BR – Brasilien, Sao Jose dos Campos
Tel: +55 800 727 5374

CL – Chile, Santiago
Tel: +56 2 623 1216

MX – Mexico, Toluca
Tel: +52 72 2275 4200

Europäisches Produktinformationszentrum
Kostenlose Rufnummer: 00 800 27 27 5374
(von AT, BE, CH, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, IE, IL, IS, IT, LU, MT, NL, NO, PL, PT, RU, SE, SK, UK, ZA)