



Combustion Ion Chromatography

Schnelle und zuverlässige
Bestimmung von Halogenen und
Schwefel mittels Pyrohydrolyse

**PEOPLE
YOU
CAN
TRUST**

 **Metrohm**

Verbrennungsaufschluss und Ionenchromatographie kombiniert in einem System

Die Combustion IC (CIC) erweitert den Anwendungsbereich der Ionenchromatographie auf alle Arten von brennbaren Proben. Der primäre Fokus liegt dabei auf der Bestimmung von Halogen- und Schwefelverbindungen in verschiedensten Probenmatrices. Das CIC-System von Metrohm ist vollständig automatisiert.

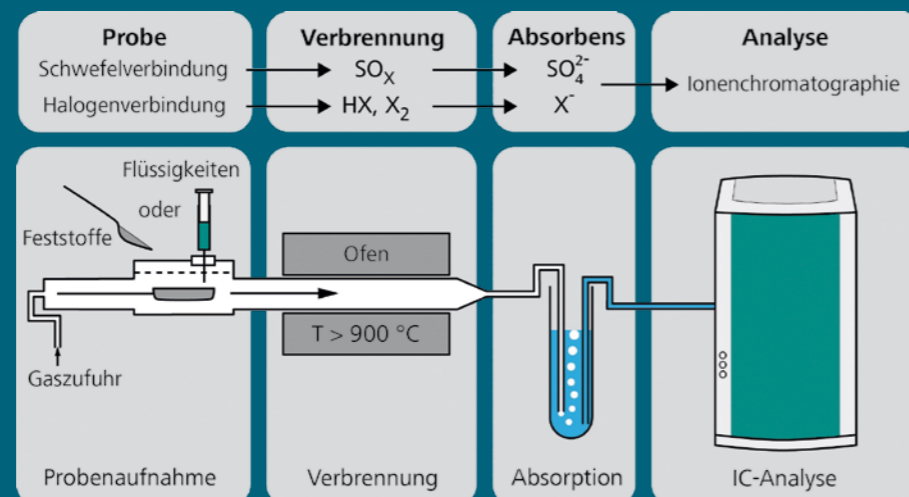
CIC ist konkurrierenden Offline-Methoden sowohl hinsichtlich Probendurchsatz als auch hinsichtlich Präzision und Genauigkeit der Resultate überlegen. Im Gegensatz zu anderen Methoden lässt sich mit CIC die Konzentration für jede einzelne Spezies der verschiedenen Halogene bestimmen.

Wie funktioniert CIC?

CIC bedeutet, dass die Probe zunächst unter Zufuhr von Sauerstoff und Wasser (Pyrohydrolyse) in einer Argon-Atmosphäre verbrannt wird. Die resultierenden gasförmigen Verbindungen werden in ein 920 Absorber Module geleitet, wo sie in einer Absorptionslösung gesammelt werden. Diese Lösung wird anschliessend in das IC-System injiziert und analysiert.



Die CIC-Lösung von Metrohm kombiniert ein Verbrennungsmodul (Ofeneinheit) von Analytik Jena mit einem Absorptionsmodul und einem IC-System von Metrohm. Im Verbrennungsmodul findet der Verbrennungsaufschluss von Proben wie Polymere oder Dieselmotorkraftstoff in einem speziellen Rohr aus Quarzglas statt.



DIE VORTEILE VON CIC AUF EINEN BLICK

- Erweiterter Anwendungsbereich der IC auf alle Proben, die sich verbrennen lassen (Feststoffe, Flüssigkeiten, Gase)
- Simultane Bestimmung von Halogen- und Schwefelverbindungen
- Bestimmung der Konzentration für jede einzelne der unterschiedlichen Halogen-Spezies und für Schwefel möglich
- Ideal zur Prüfung der Einhaltung von Richtlinien, die zulässige Höchstmengen von Halogenen regulieren (RoHS, WEE, ...)
- Hoher Probendurchsatz, hervorragende Präzision und Richtigkeit
- Ionenchromatographie-Software MagIC Net für Steuerung und Datenmanagement – alle Informationen in einer Probentabelle bzw. einem Report
- Flammensensor für zeitoptimierte Verbrennung mit einer universellen Methode
- FDA- und GLP-Standards werden erfüllt
- Kalibrierung mit nur einem Standard dank intelligenter Partial-Loop Injektionstechnik (MiPT)
- Vollständig automatisierte Probenvorbereitung für feste und flüssige Proben mit nur einem modularen Probenwechsler

APPLIKATIONSFELDER

CIC eignet sich hervorragend für die Routineanalytik in den verschiedensten Bereichen, weil weder spezifische Vorkenntnisse der Probenmatrix noch eine aufwändige Methodenentwicklung erforderlich sind. Einerseits empfiehlt sich CIC für die Qualitätskontrolle von Rohstoffen, Zwischen- und Endprodukten. Andererseits eignet sich die Methode im Bereich Umweltschutz zur einfachen und exakten Kontrolle, ob die jeweiligen Gesetze, Normen und Auflagen eingehalten werden (z. B. DIN EN 228, IEC 60502-1, RoHs, WEEE, ...).

CIC ermöglicht u. a. ionenchromatographische Analysen folgender Produkte:

- Umweltrelevante Stoffe (Öl, Kunststoffabfälle, Glas, Aktivkohle ...)
- Elektronik-Bauteile (Leiterplatten, Harz, Kabel, Isoliermaterial ...)
- Brennstoffe (Benzin, Kerosin, Rohöl, Heizöl, Kohle, Katalysatoren, Butan, Propan, Erdgas ...)
- Kunststoffe (Polymere wie Polyethylen, ...)
- Farbstoffe (Pigmente, Lacke, ...)
- Pharmazeutische Produkte
- Lebensmittel (Öle, Gewürze, Duft- und Geschmacksstoffe, ...)

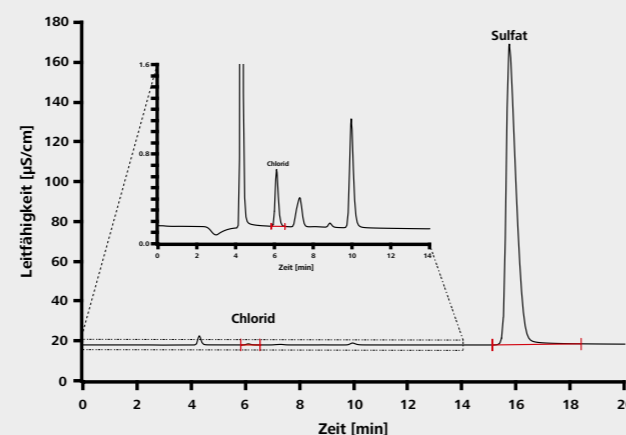
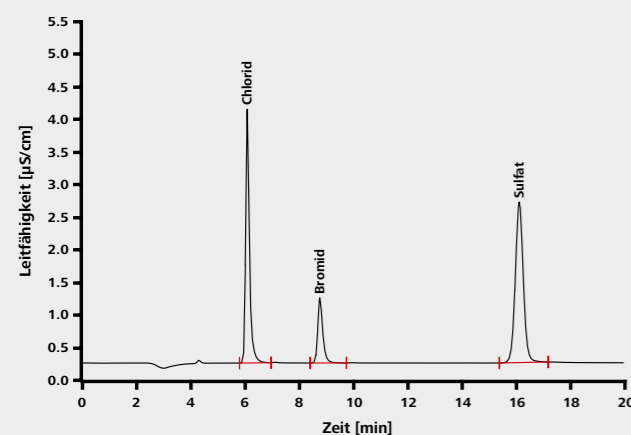
VERBRENNUNGSAUFSCHLUSS AUTOMATISCH GESTEUERT

Die CIC von Metrohm besteht aus einem Combustion Module von Analytik Jena und einem Absorptions- und IC-Teil von Metrohm. Im Combustion Module kann der Probenauflösung automatisch gesteuert werden. Das Prinzip ist einfach: Ein Lichtleiter leitet das bei der Verbrennung erzeugte Licht aus dem Pyrolyseofen an einen optischen Sensor. Dieser misst die Intensität des Lichtes und steuert proportional dazu den Vorschub des Probenschiffchens in den Ofen. Dadurch wird die Dauer der Verbrennung so optimiert, dass diese einerseits stets vollständig ist (keine Russbildung), andererseits aber auf Wartezeiten als Sicherheitspuffer verzichtet werden kann.

Dank der automatisierten Steuerung des Probenauflösung entfällt die Methodenentwicklung für die Verbrennung komplett. Wenn bestimmte Normen erfüllt werden müssen, die eine Verbrennung über einen definierten Zeitraum bei einer bestimmten Temperatur vorschreiben, kann die Probenzuführung in den Ofen auch manuell programmiert werden.



Ein Flammensensor misst die Intensität des Lichtes im Combustion Module und steuert den Verbrennungsaufschluss automatisch.



Chromatogramm (links): Wiederfindung von Halogenen und Schwefel in zertifizierten Polyethylen-Pellets ERM-EC681k: Chlorid: 102.4 %, Bromid 95.4 %, Schwefel 100.3 %. Injektionsvolumen 20 µL

Chromatogramm (rechts): Wiederfindung von Halogenen und Schwefel in Kohlereferenzmaterial NIST 2682b: Chlorid: 103.4 %, Schwefel 96.8 %. Injektionsvolumen 100 µL

Bedingungen (rechts und links): Metrosep A Supp 5 - 150/4.0; Eluent: 3.2 mmol/L Na₂CO₃, 1.0 mmol/L NaHCO₃, 0.7 mL/min; Säulentemperatur 30 °C; Ofentemperatur 1050 °C; Absorptionslösung: 100 mg/L H₂O₂

METROHM CIC ERFÜLLT ZAHLREICHE INTERNATIONALE NORMEN UND STANDARDS, BEISPIELSWEISE:

- **ASTM D7359-18** 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)
- **UOP991-19** Chloride, Fluoride, and Bromide in Liquid Organics by Combustion Ion Chromatography (CIC)
- **ASTM D8247** Standard Test Method for Determination of Total Fluorine and Total Chlorine in Coal by Oxidative Pyrohydrolytic Combustion Followed by Ion Chromatography Detection
- **ASTM D7994-17** Standard Test Method for Total Fluorine, Chlorine, and Sulfur in Liquid Petroleum Gas (LPG) by Oxidative Pyrohydrolytic Combustion Followed by Ion Chromatography Detection (Combustion Ion Chromatography-CIC)

PROBENWECHSLER

Der MMS 5000 Autosampler sorgt für die vollautomatische Aufgabe von festen und flüssigen Proben. Mit dem passenden Kit für flüssige respektive feste Proben kann dieser Multi Matrix Probengeber ohne grossen Aufwand innerhalb von Minuten umgebaut werden. Das Verbrennungssystem bleibt unangetastet und kann deshalb innerhalb weniger Minuten wieder in Betrieb genommen werden.



Automation der CIC. Ob flüssige oder feste Proben – der MMS 5000 Autosampler erlaubt beides.

Arbeiten zuverlässig unter hohem Druck: LPG/GSS Gas Module und LPG Module

Mit dem LPG/GSS Module können sowohl verflüssigte Gase (LPG) als auch gasförmige Proben wie beispielsweise Erdgas mittels Combustion IC analysiert werden. Das LPG Module hingegen ist auf die Analyse von LPG-Proben beschränkt, wobei diese jedoch unter höherem Druck stehen dürfen. Die freie Wahl des Dosiervolumens erlaubt die Kalibrierung eines weiten Konzentrationsbereichs ohne dass es hierfür einen weiteren Kalibriergasstandard benötigt. Zudem ist durch die separaten Flusspfade für LPG und Gasen im LPG/GSS Module jegliches Kontaminationsrisiko ausgeschaltet.

MagIC Net steuert die Gas Module vollautomatisch. Für die Dosierung von Flüssiggasen wird ein spezielles Dosierventil mit Peltierkühlung eingesetzt. So kann ein vorzeitiges Verdampfen der Probe verhindert werden. Das flüssige Gas wird nach der Probennahme in einer beheizten Kammer verdampft. Somit können auch schwerer flüchtige Komponenten in den gasförmigen Zustand gebracht werden. Die komplette Überführung der Probe in das Verbrennungssystem wird zusätzlich durch einen permanenten Argon-Trägergasfluss unterstützt. Dadurch werden Memory-Effekte verhindert.



DIE WICHTIGSTEN ECKPUNKTE FÜR DIE GASANALYSE MIT COMBUSTION IC

	LPG/GSS Module		LPG Module
Probenzylinderdruck	max. 18 bar (260 psi)	max. 250 bar (3625 psi)	max. 31 bar (450 psi)
Druck auf Probenventil	Gegeben durch Probenzylinder	0.7–1.7 bar, typischerweise bei 1 bar	Gegeben durch Probenzylinder
Probenvolumen	1–250 µL in 1-µL-Schritten	1–65 mL in 250-µL-Schritten	1–250 µL in 1-µL-Schritten
Temperatur Entspannungskammer	85 °C	–	85 °C



CIC im Überblick

EINFACHES ARBEITEN

Ist die Probentabelle erst einmal erstellt, arbeitet das Combustion IC System vollautomatisch. Alle Parameter werden durch eine einzige Software, MagIC Net, gesteuert. Nach einer Bestimmungsserie wird das System automatisch abgestellt, wodurch Kosten, beispielsweise für teure Gase, gespart werden.

SEHR FLEXIBEL

Dank des MMS 5000 Probenwechslers ist das System sehr flexibel. Innerhalb von zwei Minuten kann der Probenwechsler von Feststoffproben auf Flüssigproben umgerüstet werden. Es wird daher nur ein Probenwechsler benötigt. Zudem muss beim Wechsel zwischen verschiedenen Arten von Proben die gasführende Verbindung zwischen ABD und Ofeneinheit nicht neu ausgerichtet werden; dies spart wertvolle Zeit.

ZUVERLÄSSIG

Die CIC ist Offline-Auflösungsmethoden sowohl hinsichtlich Probendurchsatz als auch Präzision und Genauigkeit der Resultate überlegen. Zuverlässigkeit gewinnt die Methode zudem durch Checkstandards für die Kalibrierung und Referenzmaterialien für die Proben.

FLAMMENSSENORTECHNIK

Ob Feststoff- oder Flüssigproben analysiert werden oder die Probenmenge variiert wird, der Flammensensor optimiert den Verbrennungsprozess. Dadurch ist in jedem Fall eine zeitoptimierte und russfreie Verbrennung garantiert.

SPIELEND KALIBRIEREN

Durch die Nutzung der Metrohm intelligenten Partial-Loop Injektionstechnik «MiPT» kann mit einem einzigen Multiionenstandard schnell, zuverlässig und vor allem automatisch kalibriert werden. Dies spart Zeit und ist weniger fehleranfällig.

KEIN INTERNER STANDARD NOTWENDIG

MagIC Net dokumentiert sämtliche Flüssigkeiten, die zur Absorptionslösung dosiert werden. Somit entfällt die Notwendigkeit eines internen Standards in der Absorptionslösung. Ein unerwünschter Verdünnungseffekt entfällt und Interferenzen im Chromatogramm zwischen internem Standard und Analyten werden vermieden.



930 Compact IC Flex



920 Absorber Module



Combustion Module (Oven + ABD) with MMS 5000 Autosampler

Perfektes Liquid Handling – das 920 Absorber Module

Combustion Module und Ionenchromatograph sind im CIC-System von Metrohm über das 920 Absorber Module miteinander verbunden. Das 920 Absorber Module sorgt dafür, dass die gasförmigen Verbindungen der Analyten in Lösung gebracht werden. Das professionelle Liquid Handling umfasst daneben auch den Wassereintrag für die Verbrennung, die Matrixeliminierung des Oxidationsmittels Wasserstoffperoxid sowie Spülprozeduren.

Zudem kann aus einem einzigen Multiionenstandard mit der intelligenten Partial Loop Injektionstechnik (MiPT) eine automatische Kalibrierung des Analysensystems erstellt werden. Da MiPT flexible Injektionsvolumen (4–200 µL) erlaubt, wird ein grosser Konzentrationsbereich abgedeckt.

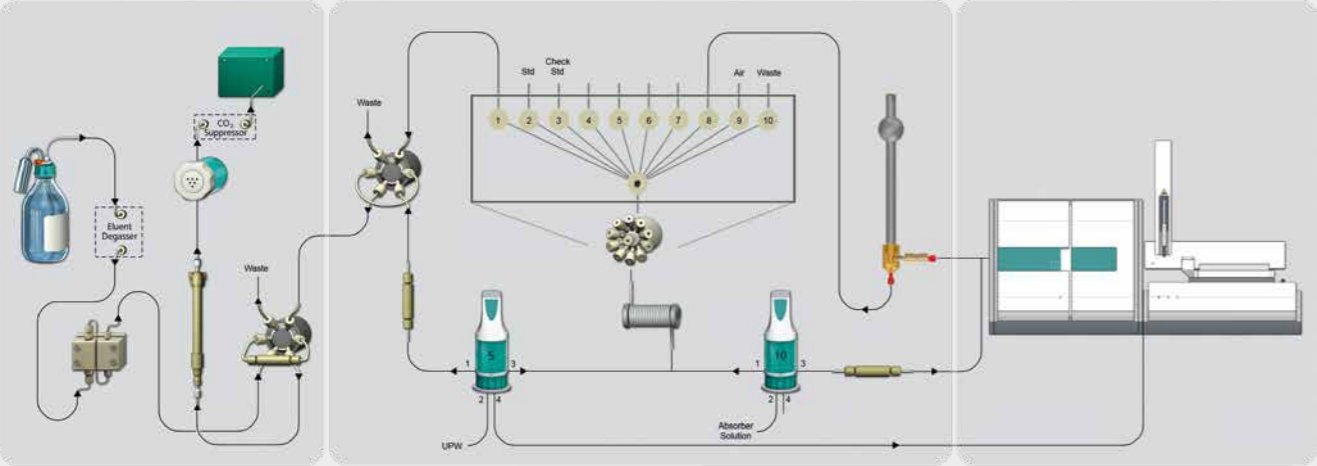
Für das gesamte Liquid Handling stehen ein 10-Port-Ventil, ein 6-Port-Injektionsventil und zwei patentierte Metrohm 800 Dosinos mit zwei 807 Dosiereinheiten zur Verfügung.

Das 920 Absorber Module kann zudem für die direkte Absorption von Gasverbindungen (NH₃, HNO₂, HNO₃, HCl, SO₂) aus der Luft als semi-online Sampler eingesetzt werden. Auf diese Weise können beispielsweise flüchtige Säuren (Salzsäure, Schwefelsäure) in Prozessabgasen oder in der Umgebungsluft an Arbeitsplätzen überwacht werden.

Einfache Bedienung mit MagIC Net Software

Das CIC-Gesamtsystem wird mit MagIC Net, der bewährten Software für die Ionenchromatographie gesteuert. MagIC Net bietet grosse Flexibilität hinsichtlich Konfiguration, Layout und Programmierung. Dem User stehen umfassende Überwachungs- und Kontrollfunktionen zur Verfügung. MagIC Net erfüllt alle FDA- und GLP-Anforderungen und ist zudem in zahlreichen Sprachen verfügbar. Ein modernes Datenmanagement und ein leistungsstarker Reportgenerator runden das Paket ab.

MagIC Net garantiert eine einfache, robuste und zuverlässige Handhabung des Systems. Dank einem intelligenten Bedienkonzept behält der Anwender stets die Übersicht über alle Flüssigkeitsmengen, die in die Absorptionslösung eingetragen werden. Daher kann ohne einen internen Standard oder andere Hilfsmittel gearbeitet werden.



930 Compact IC Flex

920 Absorber Module

Combustion Module



BESTELLINFORMATION

Geräte

Die Metrohm vertreibt das Gesamtsystem inklusive Installation, Service und Schulung aus einer Hand.

Combustion IC Sets

2.930.9010 Metrohm Combustion IC PP. Das Paket beinhaltet:

2.930.2560	Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (Oven + ABD, AJ)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter für Vario zu MSM
6.6059.4x1	MagIC Net 4.x Compact: 1 Lizenz
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0

2.930.9020 Metrohm Combustion IC DR. Das Paket beinhaltet:

2.930.2460	Compact IC Flex Oven/SeS/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (Oven + ABD, AJ)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter für Vario zu MSM
6.6059.401	MagIC Net 4.x Compact: 1 Lizenz
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0
2.800.0020	800 Dosino
6.1580.120	807 Unit 2 mL
2.136.0700	Combustion Module (Oven + ABD, AJ)
2.136.0710	Auto Boat Drive (AJ)
2.136.0720	LPG/GSS Module (AJ)
2.136.0730	Combustion Module (Oven + LPG/GSS, AJ)
2.136.0740	LPG Module (AJ)
2.136.0750	Combustion Oven (AJ)
6.7304.030	Kupplungsstück Oven zu LPG/GSS

Probenwechsler

2.136.0800	MMS 5000 Autosampler (AJ)
6.7302.000	Kit for solid samples for MMS 5000
6.7303.000	Kit for liquid samples for MMS 5000

Säulen

6.01032.420	Metrosep A Supp 17 - 150/4.0
6.01032.500	Metrosep A Supp 17 Guard/4.0