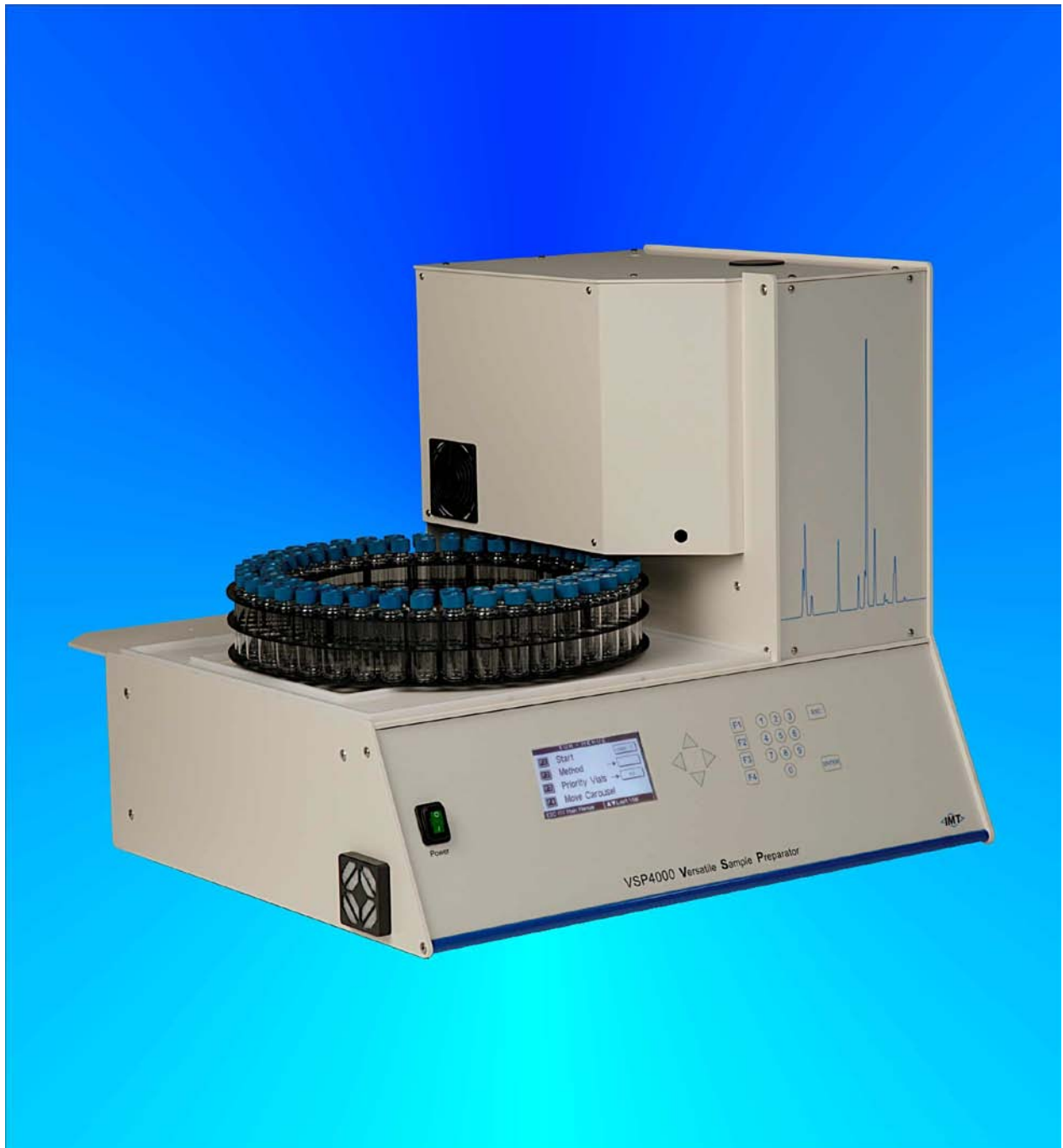


Stand: September 2011

Purge and Trap - Thermodesorptionssystem VSP 4000

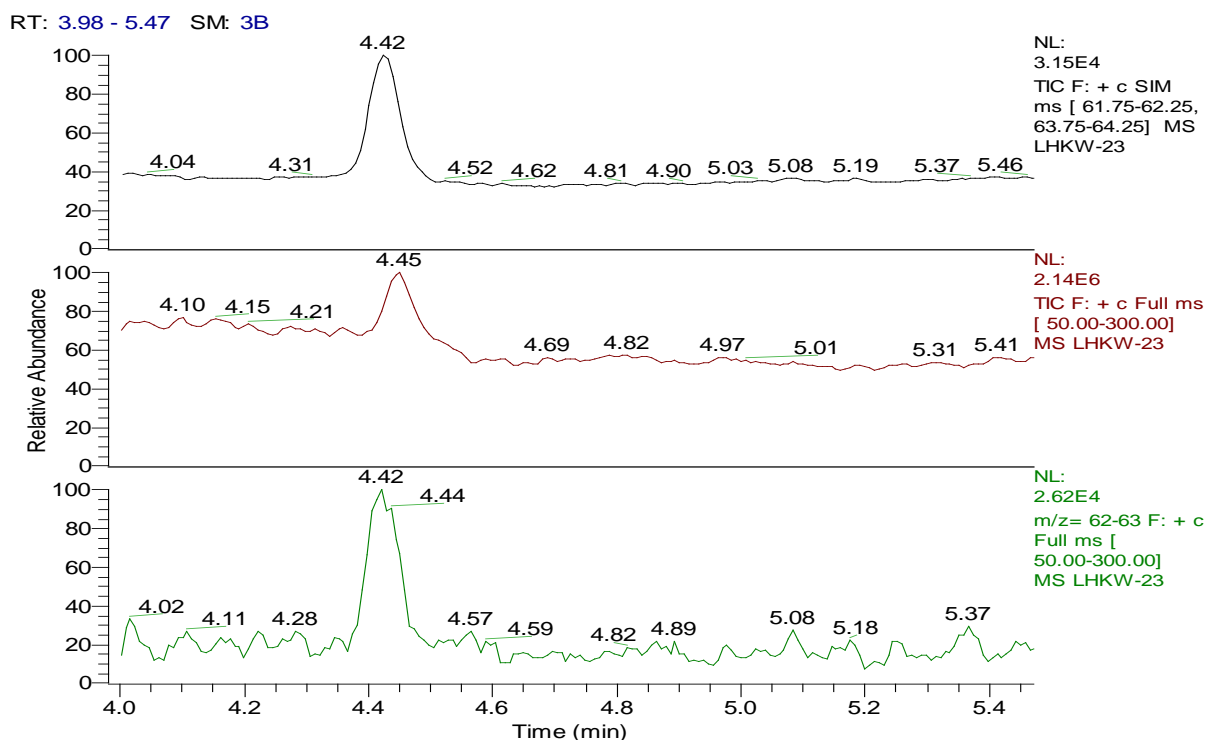


Purge and Trap-Technologie

Die Purge and Trap-Technik ist eine lang bekannte Methode zur empfindlichen Bestimmung von leicht- und mittelflüchtigen Komponenten aus festen und flüssigen Proben.

Im Gegensatz zur statischen Headspace wird bei der Purge and Trap-Methode das Gleichgewicht zwischen flüssiger und gasförmiger Phase ständig gestört, indem die Probe mit einem Gasstrom durchspült wird. Dieser Gasstrom treibt die flüchtigen Komponenten aus der Probe, diese Komponenten werden dann auf einer Falle mit Adsorbiermaterial festgehalten. Nach diesem Vorgang wird die Trap erhitzt, und die dabei frei werdenden Komponenten werden auf eine Kapillartrennsäule im Gaschromatographen geleitet. Durch diese Störung des Gleichgewichtes wird eine sehr viel höhere Empfindlichkeit einer Purge and Trap-Methode verglichen mit einer Analyse mit statischer Headspace erreicht, Empfindlichkeitssprünge von einem Faktor 100 bis 1000 sind möglich. Diese höhere Empfindlichkeit und das vollständige Austreiben der Analyten aus der Probe verbessern die Reproduzierbarkeit der Methode verglichen mit der statischen Headspace.

Dieser Vorgang der Störung des Gleichgewichtes ist rein physikalischer Natur, er beruht nicht auf speziellen Wechselwirkungen zwischen Komponenten und anderen Materialien wie etwa einer SPME-Faser. Daher ist eine Methodenentwicklung viel einfacher, und mit einer Purge and Trap-Methode kann eine Vielzahl von Komponenten parallel bestimmt werden.



Erreichbare Empfindlichkeit mit Purge & Trap: 0,1ng/L Vinylchlorid in Wasser

Kontrolle des Wassergehaltes

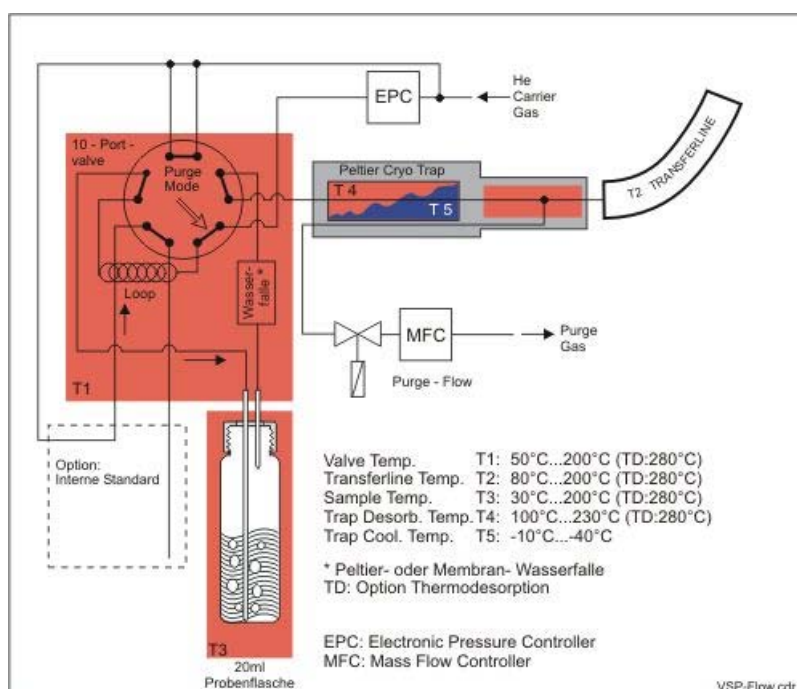
Ein Problem bei der Analyse insbesondere von wässrigen Proben ist, dass der Gasstrom nach dem Purgevorgang sehr viel Wasser enthält. Dieses Wasser stört bei der Analyse und muss daher mit einer Wasserfalle entfernt werden. Für diese Wasserfalle gibt es zwei grundsätzlich unterschiedliche Ansätze: Zum einen findet in vielen Fällen eine Peltier-Wasserfalle Verwendung, die das Wasser durch Kühlung abscheidet, um auch polare Substanzgruppen wie Alkohole und Ketone einer Purge and Trap-Analytik zugänglich zu machen. Dabei kann über die Temperatur festgelegt werden, wie viel Wasser und wie viel polare Komponenten zur Trap gelangen. Als weitere Möglichkeit, das Wasser aus dem System zu eliminieren, bietet der VSP4000 eine sogenannte Membran-Wasserfalle, die mit Hilfe einer Membran und trockenem Stickstoff im Gegenstromprinzip arbeitet und somit praktisch über die Purgezeit regelbar beliebig viel Wasser austreibt. Die MWT wird hierbei nicht „voll“, weswegen sie auch nicht regeneriert (ausgeheizt) werden muss. Die vorgelegten 10mL Wasser können dadurch bis ca. 90°C erwärmt werden, da die Membran-Wasserfalle jegliche Wasserspuren entfernt.

Schaumsensor

Da bei dem Vorgang des Durchströmens der Probe mit Gas je nach Probenbeschaffenheit sehr leicht Schaum entstehen kann, enthält der VSP4000 einen Sensor, der verhindert, dass der Schaum in das Gerät eindringt und dort zu Kontaminationen führt.

Kühlung der Trap

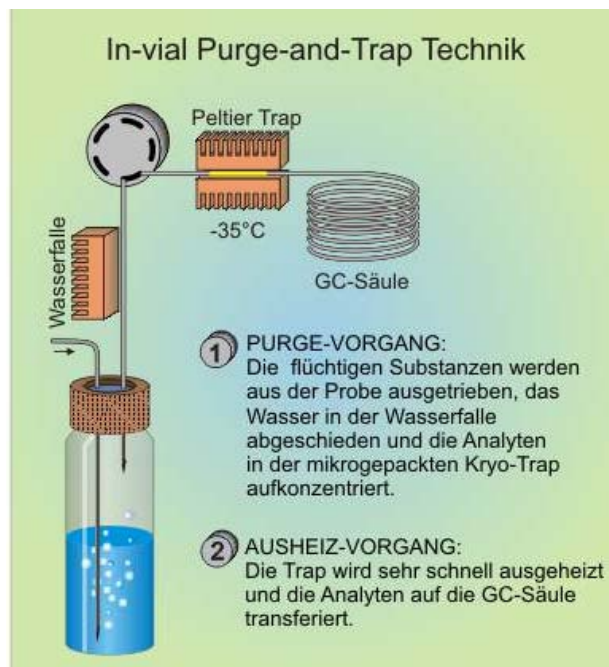
Wesentlich ist auch der Aufbau der Trap. Wird das Trappen der Substanzen bei Raumtemperatur durchgeführt, so ist es notwendig, das entsprechende Adsorbentmaterial mit Bedacht auszuwählen und eine optimale Füllung der Trap in Versuchen zu ermitteln. Der Vorteil der einfachen Methodenentwicklung verglichen mit anderen Verfahren geht dabei verloren. Es ist daher einfacher, die Trap auf Temperaturen deutlich unter Raumtemperatur zu kühlen, sodass es möglich ist, mit sehr wenig Adsorbentmaterial und einfacher Füllung (Tenax oder Chromosorb) alle Komponenten auszufrieren und somit ohne Schwierigkeiten zu analysieren. Eine Trap mit wenig Füllmaterial lässt sich außerdem sehr schnell aufheizen und ergibt so eine ausgezeichnete chromatographische Auflösung.



Geräteaufbau

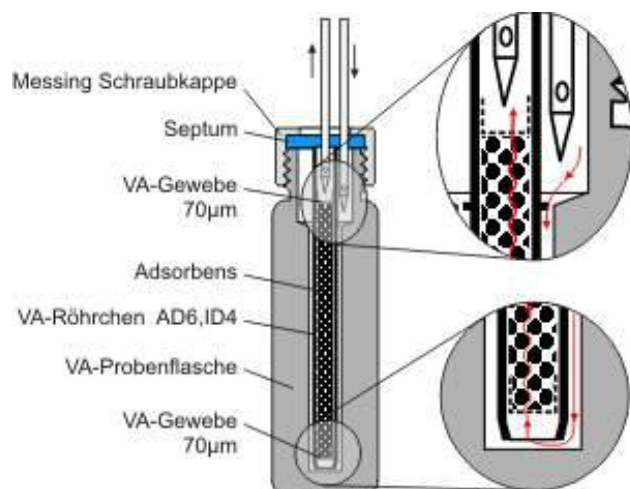
Das neuartige Gerätekonzept erlaubt erstmals ein direktes Austreiben der Analyten aus gebräuchlichen 20mL Headspace-Fläschchen („in-vial-purging“). Die Gefahr der Kontamination der Probe durch das mehrfache Verwenden eines Purge-Gefäßes für mehrere Proben tritt damit nicht auf. Die Probe - fest oder flüssig - wird in ein Vial gefüllt und in das 80 Proben fassende Rack gestellt. Bei der Abarbeitung wird die Probenflasche in den Ofen, der bis 200°C temperiert werden kann, eingefahren, wo eine kurze und eine lange Nadel das Septum durchstechen. Die lange Nadel führt das Gas zu, die kurze führt das Gas, in dem sich nun auch die Analyten befinden, wieder ab. Das Gemisch aus Analyten und Purge-Gas wird dann durch die Wasserfalle geführt, die das Wasser abscheidet. Bei festen und trockenen Proben ist ein Ersatz durch ein inertes Rohr möglich. Danach gelangt das Gas auf die Mikro-Trap, die aus einem inertem Rohr mit 1/16" Außendurchmesser besteht und mit Tenax gefüllt ist. Die Trap wird während dieses Vorgangs mit einem Peltierelement auf - 35°C gekühlt.

Nachdem der Purgevorgang abgeschlossen ist, wird der Gasweg mit dem beheizten 10-Port-Ventil umgeschaltet, die Trap mit 900°C/min auf die Desorptionstemperatur aufgeheizt, und somit verlassen die Analyten das Adsorbens und gelangen durch die Transferline zum GC.



Thermodesorption

Durch spezielle Thermodesorptionsvials ist es möglich, den VSP 4000 auch für die Luft- und Feststoffanalytik einzusetzen. Probengefäße sind dabei Glasröhrchen, die mit Adsorbens gefüllt werden. Die zu untersuchende Luft wird mit Hilfe einer Pumpe über das Adsorbens gesaugt, sodass sich alle organischen Schadstoffe am Adsorbens anreichern. Zur Desorption im VSP4000 werden die Edelstahlröhrchen dann in Thermodesorptionsvials des selben Materials eingesetzt. Die Analyten werden dann bei Temperaturen bis zu 280°C wieder freigesetzt und wie bei der Purge and Trap Analytik dem GC zugeführt. Mit der gleichen Technologie lassen sich natürlich auch feste Proben wie z.B. Polymere oder Leder untersuchen.



Gerätespezifikationen

- Einfachste Handhabung und kompakter, servicefreundlicher Aufbau
- Analyse von 80 flüssigen und festen Proben in 20 mL-Headspace-Vials möglich
- Chemische Wasserfalle mit Wasserabscheiderate von 99.9% Standard, Peltier-Wasserfalle für die Analyse polarer Substanzen mit Temperatur bis -20°C und Membran-Wasserfalle als Optionen erhältlich
- Selbstlernender Schausensor zur Verhinderung von Kontaminationen
- Geräteaufbau mit inertem Rohr auch zur Analyse hochadsorptiver Analyten geeignet
- Flash Heating System zur schnellen Heizung der Trap
- Mikro-Trap gekühlt mit einem zweistufigen Peltierelement bis -35°C für hervorragende chromatographische Auflösung
- Verwendung von Kapillartrennsäulen von 0.15mm ID bis 0.53mm ID möglich
- Nachweisgrenzen im unteren ng/L-Bereich beim Einsatz von 10mL Probe
- Bedienung über menügeführtes Dialogsystem
- Bis zu 30 gespeicherte Methoden
- Methodenerstellung über im Lieferumfang enthaltene Windowssoftware möglich
- Umfangreiche Eigendiagnose
- Gerätetechnik "Made in Germany"
- Ankopplung an GC über Transferline
- Verwendung von Headspace-Vials AD 23mm Höhe 79mm
- Einsatz als Thermodesorptionsautosampler durch spezielle Vials mit Adsorbens
- Optional: Peltiergekühltes Probenablett, bis zu 5°C unter Umgebungstemperatur
- Optional: Erweiterter Temperaturbereich bis 280°C

Temperaturen

Trap Cool-Temperatur

-35°C durch zweistufiges Peltierelement mit Wasserkühlung, Umlaufkühler im Lieferumfang enthalten

Trap Desorb-Temperatur

100 bis 350°C maximaler Wert abhängig vom verwendeten Trapmaterial

Proben-Temperatur

20 bis 200°C , optional bis 280°C (Thermodesorption)

10-Port-Ventil

50 bis 280°C

Transferline-Temperatur:

100 bis 280°C

Produktinformation VSP 4000



Aufstellbedingungen

Umgebungstemperatur 15 - 27°C, wenn die Peltierwasserfalle bei -20°C betrieben wird
15 - 20°C Luftfeuchtigkeit 20-80% nicht kondensierend

Keine direkte Sonnenbestrahlung

Stromversorgung 110-230 VAC +5% -10% 50Hz

Gewährleistung: 12 Monate

Sonderlösung und Geräteranpassungen an kundenspezifische Probleme sind jederzeit möglich.

Der VSP 4000 ist ein Produkt von IMT



Technische Änderungen vorbehalten

Axel Semrau GmbH & Co. KG

Stefansbecke 42
45549 Sprockhövel
Tel.: 02339 / 12090
Fax: 02339 / 6030
www.axel-semrau.de
info@axel-semrau.de