

Voll automatisierter Workflow für die FTIR-Analyse von gebrauchten technischen Ölen mit der CHRONECT Workstation FTIR



Applikationsnote 1901

CHRONECT Workstation FTIR Applikationsnote 1901

Einführung

Der Zustand von Ölen in unterschiedlichen Anwendungen ist oft ein wichtiger Parameter, um Workflows zu optimieren. Der Austausch von Ölen in beispielsweise Getrieben oder großen Maschinen kann ein großer Kostenfaktor sein. Daher ist die Bestimmung der Ölqualität ein wichtiger Prozess, um Zeit und Geld einzusparen. Veränderungen von Öl können einfach durch FTIR-Analytik ermittelt werden. Üblicherweise wird dabei ein bekanntes IR-Spektrum mit einem gemessenen Öl-IR-Spektrum verglichen. Wenn beispielsweise Sauerstoffgruppen auftreten, deutet dies auf Alterung des Öls hin. Mit Veränderungen der Hydroxylgruppen kann der %-Wasseranteil in der Probe ermittelt werden. Außerdem kann durch den Spektrenvergleich verfälschtes Öl identifiziert werden, um sicherzustellen, dass nur ein bestimmtes organisches oder synthetisches Öl verwendet wird. Das gleiche gilt für die Identifizierung der Zusammensetzung von Ölmischungen.

Die Nachfrage nach dieser Art der Ölanalytik ist gestiegen, sodass eine Automatisierung der Probenzuführung von Vorteil ist.

Ein Roboter, der die Proben transportiert erlaubt eine Betriebszeit der Geräte rund um die Uhr und eine hohe und effiziente Auslastung des FTIR.

Gerätekonfiguration

Die Basis für die voll automatisierte Probenabarbeitung bietet der CHRONECT Robotic RTC Autosampler mit einer Breite zwischen 50 und 200 cm und der Steuerungssoftware CHRONOS. Die Breite ist von der gewünschten Anzahl Proben abhängig, die zeitgleich in einem Lauf gestartet werden sollen. Zusätzlich wurde ein Tray integriert, das 98er Racks für 1 mL Pipettenspitzen lagert, eine Parkstation für das Pipetten-Tool und ein Injektionsport. Um die Flusszelle des FTIR zu spülen, wurde außerdem ein Dilutor-Modul mit Lösemittelvorratsbehälter hinzugefügt.

Der Roboter kann für Standard-GC-Vials (10/20 mL), oder aber für andere Vials/Flaschen (z.B. 100 mL Plastikflaschen) konfiguriert werden.

Der allgemeine Workflow für die Methode besteht aus drei Teilen: i) Luftblasenfreies Aufziehen der Ölprobe ohne Tropfen ii) Injektion in den Injektionsport der Flusszelle und anschließende FTIR-Messung iii) Waschen des Injektionsports mit frischem Lösemittel und Generierung eines Lösemittelspektrums frei von zusätzlichen Peaks. Sollte das Lösemittelspektrum nicht frei von zusätzlichen Signalen sein, wird die Zelle noch einmal mit Lösemittel gespült. Nach einer definierten Zahl von Waschzyklen meldet das System eine kontaminierte Flusszelle und rät zur Reinigung der Zelle. CHRONOS kann hier optional eine E-Mail oder SMS an den Nutzer senden, welche die Information übermittelt, dass ein Benutzereingriff erforderlich ist.

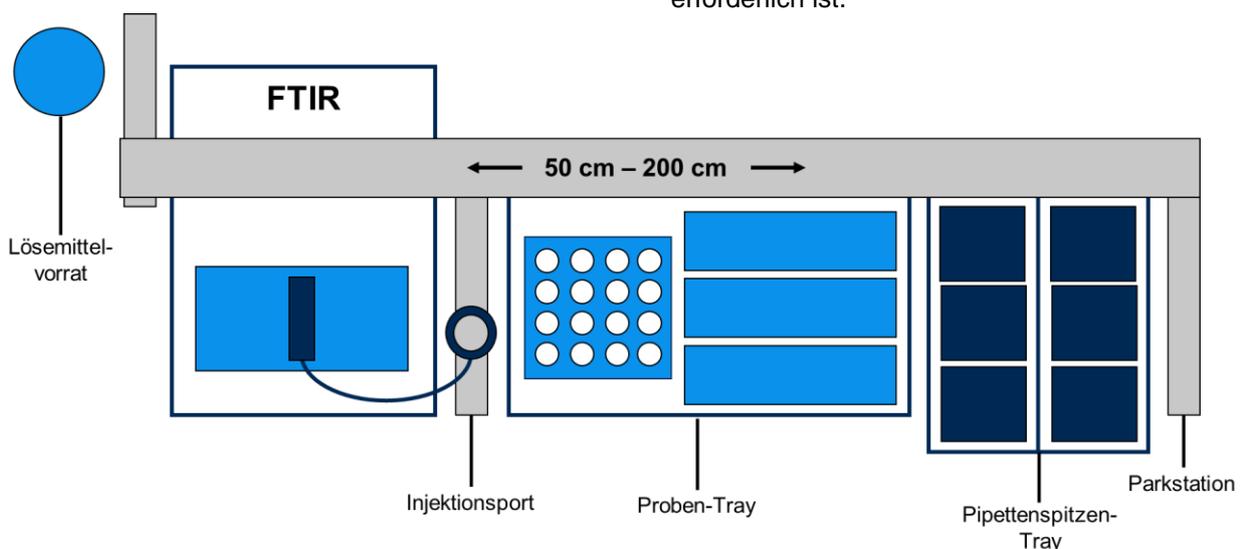


Abbildung 1: Schematische Konfiguration des CHRONECT Robotic RTC mit allen erforderlichen Modulen.

CHRONECT Workstation FTIR Applikationsnote 1901

Der Probenbereich des Geräts kann auf zwei mögliche Betriebsmodi ausgelegt werden. Einer davon ist der Day-Mode, in dem beispielsweise Probenbehälter in Racks à 20 bereitgestellt und analysiert werden können. Das jeweils nächste Rack wird dann vom Anwender eingestellt. Bei 160 cm Breite der x-Achse kann für den Night-Mode zum Beispiel das Gerät mit sechs Racks à 80 Plastikröhrchen ausgestattet werden. Durch die so gewonnene höhere Kapazität lässt sich der Probenlauf auch ohne Aufsicht für die Nacht starten.

Der Autosampler arbeitet dann in der Nacht Proben automatisch ab. Die Probenlisten können direkt aus einem LIM-System importiert werden.

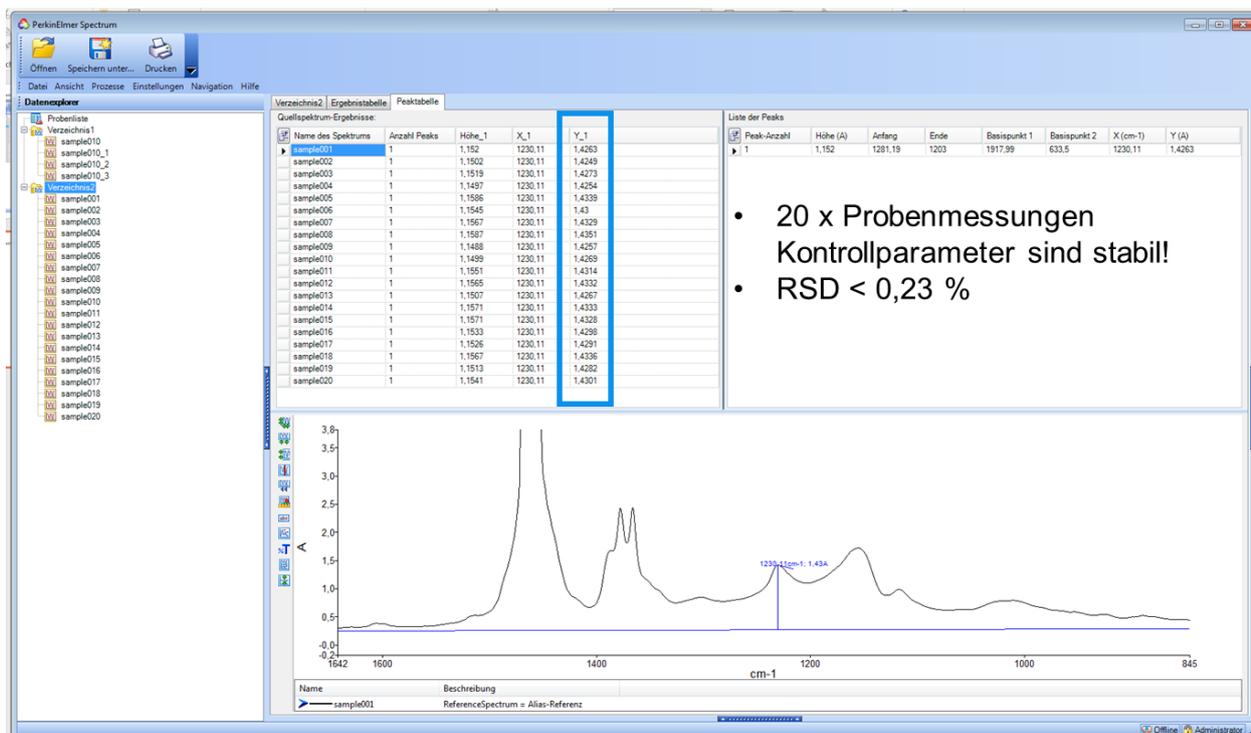
Ergebnisse und Diskussion

Die voll automatisierte Probenbearbeitung und Messung wurde unter Routinebedingungen mit hohem Probendurchsatz untersucht. Erste Tests wurden zur allgemeinen Reproduzierbarkeit der Ergebnisse gemacht und zeigte keine Verschleppungen. Eine Probe wurde 20 Mal in das System injiziert. Durch die FI-IT-Software wurde eine spezifische Bande bei 1.230 cm^{-1} identifiziert. Es

zeigte sich eine Reproduzierbarkeit $< 0,23\%$ über alle Messungen. Eine robuste und verschleppungsfreie Injektion durch den Autosampler ist daher gewährleistet. Zusätzlich wurde eine Probe während der Routinemessung mehrfach injiziert, um die Langzeitstabilität zu überprüfen. Hier zeigte sich eine Relative Standardabweichung (RSD) unter $0,31\%$. Beide Ergebnisse demonstrieren die Stabilität des Systems.

Sobald das System installiert ist, kann die Probenbearbeitung beginnen, um eine Spektrendatenbank zu generieren und schließlich Kundenproben zu messen. In Abbildung 4 und 5 sind Beispielapplikationen zu sehen. In Abbildung 4 wurden Kundenölproben mit einem Spektrum von frischem Öl verglichen und wiesen auf Alterung hin. Die Bande um 1.700 cm^{-1} zeigt Oxidation an und die Bande über 3000 cm^{-1} Wasser in der Probe. Dieser Vergleich kann automatisch durchgeführt werden, sofern das benötigte Vergleichsölspektrum verfügbar ist und das FTIR automatische Probenauswertung beherrscht.

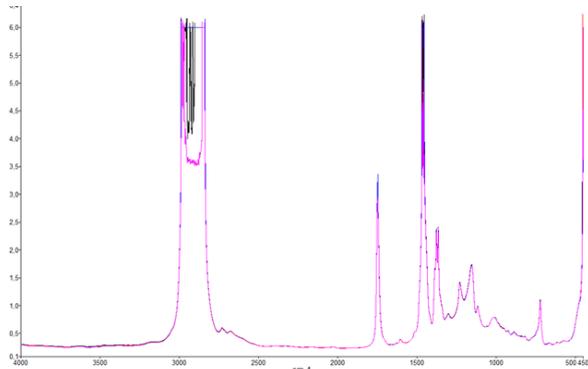
Ein weiteres Beispiel ist in Abbildung 5 dargestellt. Es wird der gleiche Vergleich durchgeführt, wie in Abbildung 4. Die zusätzlichen Banden deuten hier auf eine Ölmischung mit Verfälschung hin.



- 20 x Probenmessungen
- Kontrollparameter sind stabil
- RSD $< 0,23\%$

Abbildung 2: Reproduzierbarkeitstest mit einer 20-fachen Injektion einer Probe. Der blaue Kasten zeigt die y-Achsen-Kontrollparameter, die gemessen wurden.

CHRONECT Workstation FTIR Applikationsnote 1901



Probe	X	Y
16.11.2018	1,1533	1,4306
14.12.2018	1,1433	1,4234
08.01.2019	1,1436	1,4204
18.01.2019	1,1398	1,416

Abbildung 3: Langzeitstabilitätstest einer Probe, die mehrfach über einen Zeitraum von zwei Monaten injiziert wurde. Die Tabelle rechts fasst die x- und y-Achsen-Parameter für die Reproduzierbarkeit zusammen, welche im Verlauf der Zeit bestimmt wurden.

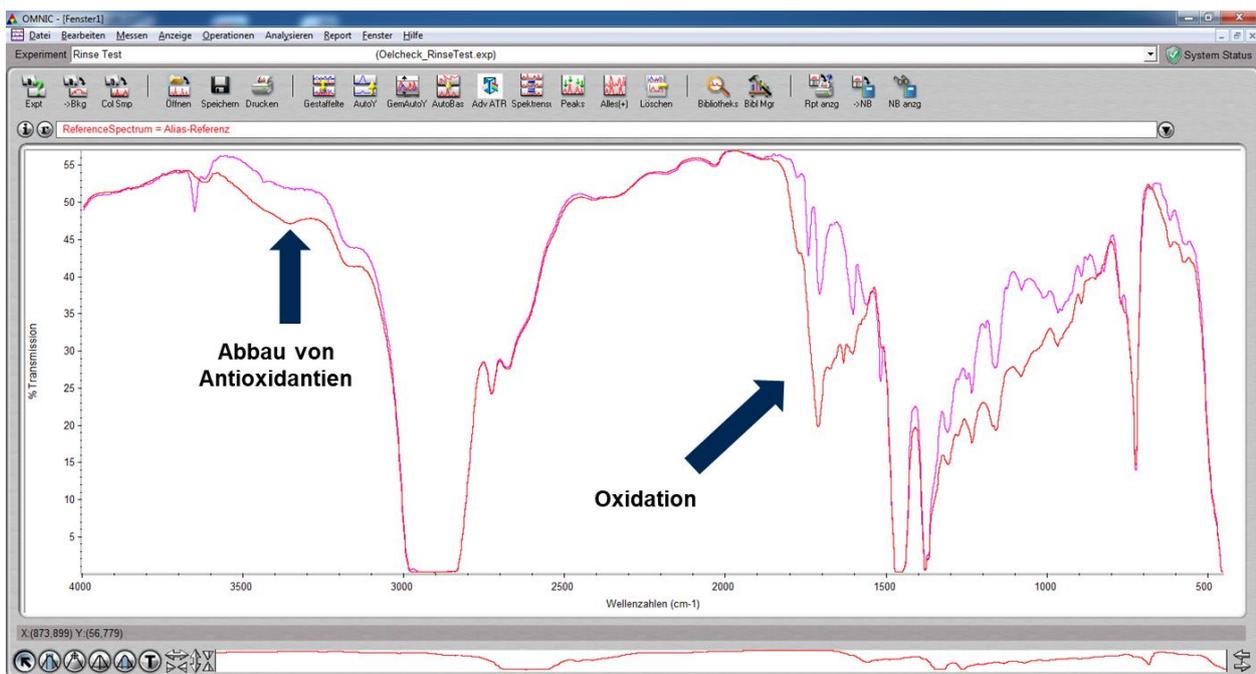


Abbildung 4: Kundenölproben wurden mit einem Referenzspektrum frischen Öls verglichen. Die zusätzlichen Banden weisen auf Alterung hin.

CHRONECT Workstation FTIR Applikationsnote 1901

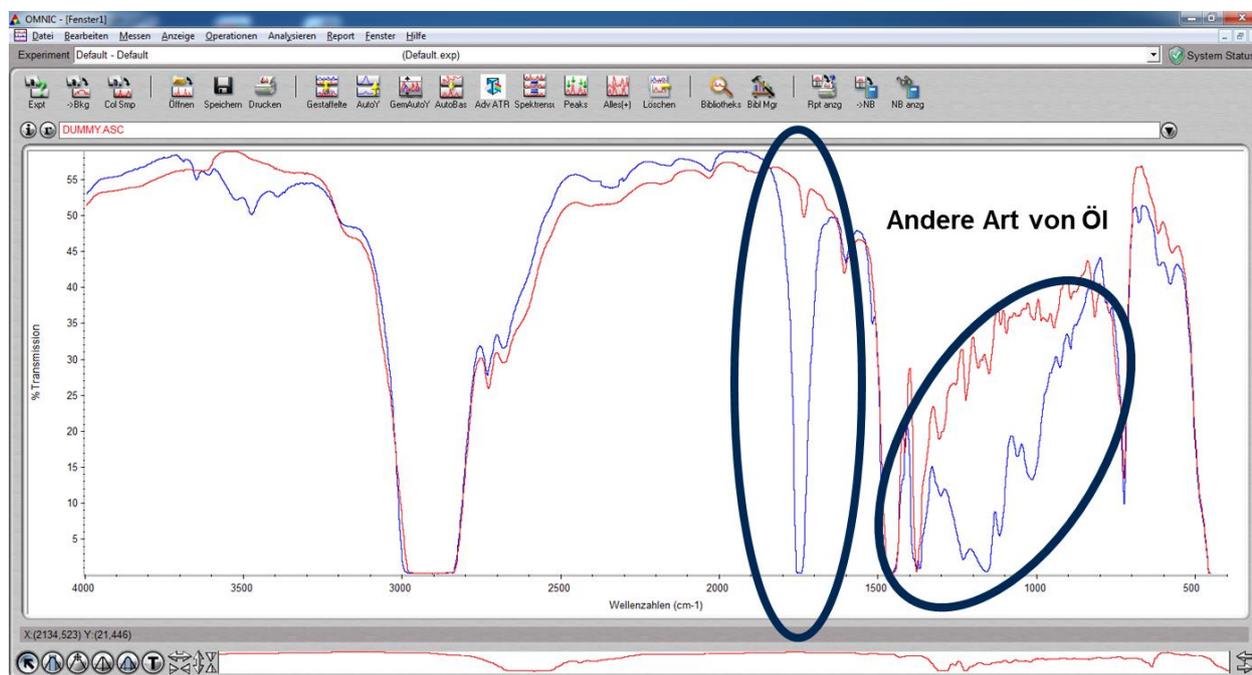


Abbildung 5: Kundenölproben wurden mit einem Referenzspektrum frischen Öls verglichen. Die zusätzlichen Banden weisen auf verfälschtes Öl hin.

Zusammenfassung

Durch die Einbindung von CHRONECT Robotic wurde ein voll automatisierter Workflow entwickelt: Beginnend mit dem Probengefäß, über das Aufziehen der Öl-Probe bis zum Einbringen in die FTIR-Flusszelle. Durch die intelligente und effiziente Integration von Waschstufen und Überlappung von einzelnen Schritten kann ein hoher Probenumsatz von ca. 650 Proben pro Tag erreicht werden.

Die CHRONECT Workstation
FTIR ist eine Entwicklung
von Axel Semrau.

Technische Änderungen vorbehalten

Axel Semrau GmbH & Co. KG
Stefansbecke 42
45549 Sprockhövel
Tel.: 02339 / 12090
www.axelsemrau.de
info@axelsemrau.de