

Wasserstoff - Jetzt eine sichere
Lösung für Laboranwendungen...
tell me more



Wasserstoff als Trägergas in der Gaschromatographie

Wasserstoff wird von vielen als das beste Trägergas in der Gaschromatographie betrachtet. Für einige Anwendungen machen es seine spezifischen Eigenschaften zum Trägergas der ersten Wahl: H₂ steht für schnelle Analysen, eine hohe Effizienz und reduzierte Kosten.

Dennoch ist Helium das am meisten verwendete Trägergas. Allerdings ist bereits ein Wandel festzustellen, da Anwender aufgrund der aktuellen Heliumknappheit am Markt die Verwendung von Wasserstoff und dessen Vorteile in der Gaschromatographie erneut in Betracht ziehen. Wasserstoff wird in zunehmendem Maße eingesetzt, und GC-Hersteller führen bereits neue Systeme ein, die für den Einsatz von Wasserstoff als Trägergas optimiert wurden.

Im Gegensatz zu Helium ist Wasserstoff brennbar. Seine hohe Diffusionsfähigkeit ermöglicht allerdings höhere lineare Geschwindigkeiten und schnellere Analysen. Gegenüber Helium weist Wasserstoff dieselbe Effizienz bei der Separierung auf.

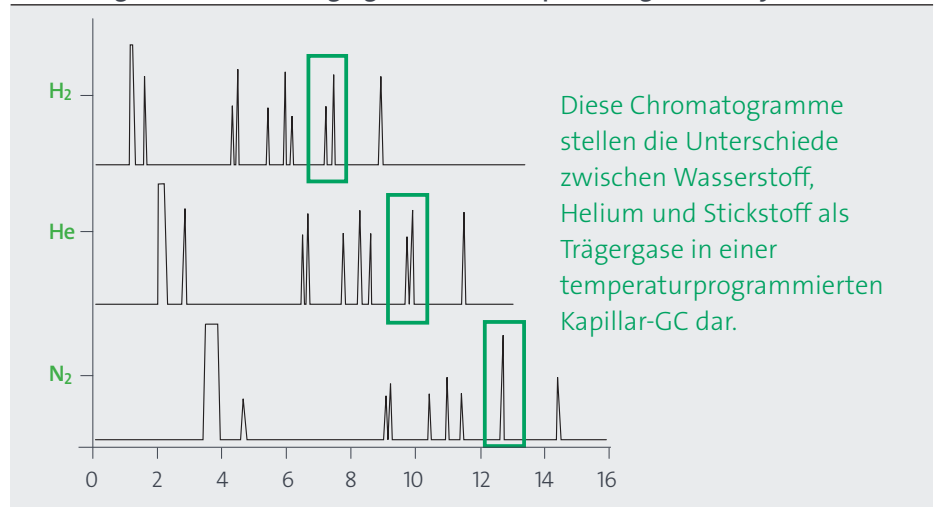
Die Air Products-Lösung – BIP® Wasserstoff

Um der steigenden Nachfrage nach Wasserstoff als Trägergas zu entsprechen, steht unsere einzigartige BIP®-Technologie nun auch für Wasserstoff zur Verfügung.

Die Wasserstoff BIP®-Flaschen werden mit einem ultrageringen Grad an Verunreinigung geliefert. Diese Reinheit konnte für Flaschengase oder über Generatoren bislang nicht erreicht werden (siehe Tabelle rechts).

Bei unseren einzigartigen BIP®-Gasflaschen kommt ein hochentwickeltes Verfahren zur Beseitigung von kritischen

Abbildung 1: Einfluss des Trägergases auf die Separierung und Analysedauer



Bei dieser Probe handelt es sich um eine isothermische unpolare Testmischung von Supelco. Jedes Trägergas wurde auf seine optimale lineare Geschwindigkeit zur Anfangstemperatur der Temperaturrampe gesetzt. Achten Sie auf die Unterschiede bei den Verweilzeiten und der Separierung. Die Säule und die Bedingungen wurden nicht geändert.

Durch schnellere Analysen werden ein höherer Durchsatz und eine Reduzierung der Kosten pro Probe erzielt. Jedoch sollte bedacht werden, dass es in manchen Situationen zu

Problemen hinsichtlich der Reaktivität (katalytische Hydrierung ungesättigter Moleküle bei hoher Einlasstemperatur) kommen kann, wenn H₂ als mobile Phase eingesetzt wird. Die Möglichkeit einer chemischen Reaktion in Ihrem Analysesystem muss ebenfalls abgeschätzt werden.

Hinweis: Zudem können bei der Verwendung von Wasserstoff als mobile Phase in der Gas-Chromatographie und Massenspektrometrie (GC-MS) Probleme auftreten. Befragen Sie dazu Ihren GC-MS-Lieferanten.

Abbildung 2: Spezifikation der Verunreinigung in ppb oder ppm molar

Reinheitsgrad	H ₂ O	O ₂	THC	CO+ CO ₂	N ₂	Konformitätszertifikat
H ₂ BIP® Flasche	20 ppb	100 ppb	10 ppb	0.5 ppm	2 ppm	Batchzertifikat
H ₂ BIP® PLUS Gasflasche	20 ppb	100 ppb	10 ppb	50 ppb	200 ppb	Individuelles Zertifikat

THC = Gesamtkohlenwasserstoffe gemessen als Methan

Verunreinigungen bei der Gasentnahme zum Einsatz. Diese Flaschen gewährleisten allerhöchste Reinheitsgrade und eignen sich damit perfekt für die anspruchsvollsten Anwendungen in der Gaschromatographie.

Jede H₂ BIP®-Gasflasche enthält weniger als 20 ppb Feuchte, 100 ppb Sauerstoff und 10 ppb Gesamtkohlenwasserstoffe. Wasserstoff in BIP®-Qualität ist daher um ein Vielfaches reiner als herkömmliche Wasserstoffqualitäten.

Fallstudie: MATGAS: Wechsel von Helium auf Wasserstoff

MATGAS, ein führendes Forschungs- und Entwicklungszentrum auf dem Campus der Universität Autònoma de Barcelona in Spanien, hat den Wechsel vollzogen und verwendet nun Wasserstoff als Trägergas in der Gaschromatographie. Durch den Umstieg konnte laut Direktorin Dr. Lourdes Vega eine verbesserte Leistung und Zuverlässigkeit sowie eine Reduzierung der Kosten erzielt werden.

Bei einem Wechsel von Helium auf Wasserstoff müssen am Gaschromatographen Modifikationen vorgenommen werden, um den mit Wasserstoff verbundenen Gefahren vorzubeugen. Wasserstoff ist brennbar und kann im Fall einer zu hohen Anreicherung eine explosive Atmosphäre erzeugen.

Daher haben Sicherheitsstandards Priorität. Die Ansammlung von Gas muss in jedem Fall vermieden werden, indem Lecks verhindert und sofort auffindig gemacht werden. Bei einer H₂-Anreicherung muss der Wasserstoffstrom sicher abgeleitet werden.

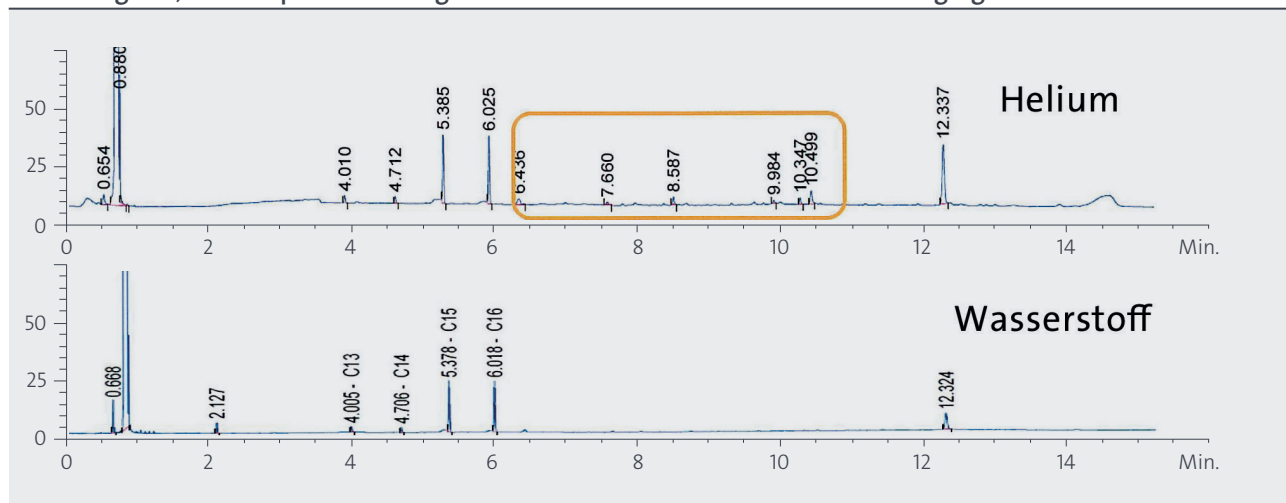


Ein moderner Gaschromatograph (GC) kann durch die Überwachung des Gasdrucks Lecks in Strömungsrichtung des Gases erkennen. Dieses Verfahren kann auf einem GC, der mit Wasserstoff arbeitet, direkt angewendet werden. Wenn Wasserstoff leckt, bevor er die

Säule erreicht, sinkt der Druck im GC geringfügig – der Wasserstoff kann nicht ausreichend Druck aufbauen und erreicht den festgelegten Sollwert nicht. Der GC erkennt die permanente Differenz zwischen operativem Druck und Sollwert als

Leck und schützt den GC durch Schließen des Wasserstoffventils. Für ein Leck, das sich in der Säule in Strömungsrichtung nach unten befindet, ist dieser Schutz nicht effizient genug und es muss ein Wasserstoffsensor installiert werden, der jegliche Wasserstoffanreicherung im Ofen erkennt.

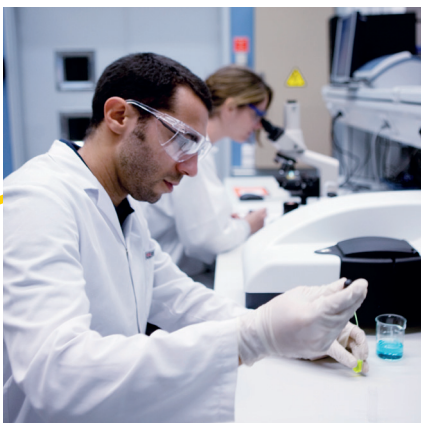
Abbildung 3: 0,5 µl Beispielchromatogramm mit Helium oder Wasserstoff als Trägergas



Sichere Entlüftung

Die zweite erforderliche Modifikation beim Wechsel von Helium auf Wasserstoff ist eine sichere Entlüftung des Ausgangs. Die entsprechenden Öffnungen sind der Auslass des Septumflusses und der Split des Injektors. Bei der Verwendung von Helium kann dieses innerhalb des Labors entlüftet werden. Wenn Wasserstoff eingesetzt wird, muss dieser jedoch über die Öffnungen in die Entlüftungsleitungen für entzündbare Stoffe des Labors abgeleitet werden.

Das MATGAS-Labor war bereits für den Einsatz von Wasserstoff vorbereitet und hatte einen FID-Detektor installiert, sodass keine weiteren Modifikationen erforderlich waren. MATGAS verfügt zudem über einen vorgeschalteten Durchflussbegrenzer im Druckregler, der die maximale Ausweitung des Lecks begrenzt und sicherstellt, dass über die Entlüftung im Labor jegliche Wasserstofflecks abgeschwächt werden. Durchflussbegrenzer sind eine kostengünstige, hilfreiche und effiziente Möglichkeit, um diese Art von Gaslecks zu kontrollieren.



Als sämtliche Maßnahmen umgesetzt waren, prüfte MATGAS die neue GC-Konfiguration anhand eines standardmäßigen FID-Leistungstests. Dieser zeigte, dass durch BIP® Wasserstoff eine bessere Leistung erreicht werden konnte als mit Helium, bei gleichzeitiger Einhaltung einer stabileren und genaueren Grundlinie.

„Wir sind mit unserer Entscheidung, von Helium auf Wasserstoff BIP® für GC umzusteigen, äußerst zufrieden“, erklärt Dr. Vega. „Wir konnten unsere Kosten für den Einsatz unseres Analyseinstruments reduzieren und gleichzeitig dessen Leistung und Zuverlässigkeit erhöhen.“

Unter der Voraussetzung, dass Wasserstoff mit dem richtigen Reinheitsgrad und den entsprechenden Sicherheitsmaßnahmen zur Anwendung kommt, ergänzt sie: „Wasserstoff kann ein sehr effektives Trägergas sein. Durch die Verwendung von Wasserstoff können die Qualität gesteigert, der Prozess beschleunigt und Kosten reduziert werden.“



„Wasserstoff kann ein sehr effektives Trägergas sein. Durch die Verwendung von Wasserstoff kann die Qualität gesteigert, der Prozess beschleunigt und Kosten reduziert werden.“

Dr Lourdes Vega, MATGAS.

MATGAS

H₂-Gasflaschen oder Wasserstoffgeneratoren?

Wasserstoffgeneratoren sind möglicherweise auf den ersten Blick eine wirtschaftliche Option für die Erzeugung von GC-Trägergasen und Brenngasen. Jedoch sollten ihre relativen Vor- und Nachteile gegenüber Gasflaschen abgewogen werden, bevor die Entscheidung über eine entsprechende Investition getroffen wird.

H₂-Generatoren haben zwei wesentliche Vorteile:

- Sie stellen eine gute Lösung für abgelegene Standorte dar, bei denen sich eine Versorgung mit Gasflaschen als schwierig oder sogar unmöglich erweist.
- Sie produzieren H₂ nach Bedarf, so dass nur wenig H₂ gelagert werden muss.

H₂-Generatoren sind jedoch nicht immer die beste Lösung. Sie bergen häufig versteckte Nachteile.

- Gasspezifikation – Hier ist eine sorgfältige Überprüfung erforderlich, da die meisten Hersteller entweder nur den O₂- oder den H₂O-Grad an Verunreinigung angeben und nicht beide.
- Kosten – H₂-Generatoren sind gewöhnlich kostspieliger als H₂-Gasflaschen.
- Zuverlässigkeit und Back-up – H₂-Generatoren können ohne Vorwarnung versagen. Daher sollte notwendigerweise ein Vorrat an Gasflaschen als Back-up bereitstehen.
- Spezialausrüstung – Deionisierungsbeutel reinigen den entsalzten Wasserhaushalt. (Diese müssen regelmäßig ausgewechselt werden, um zu verhindern, dass der Generator ernsthaft beschädigt wird.)



Abbildung 4: BIP®-Ventil- und -Reinigungssystem

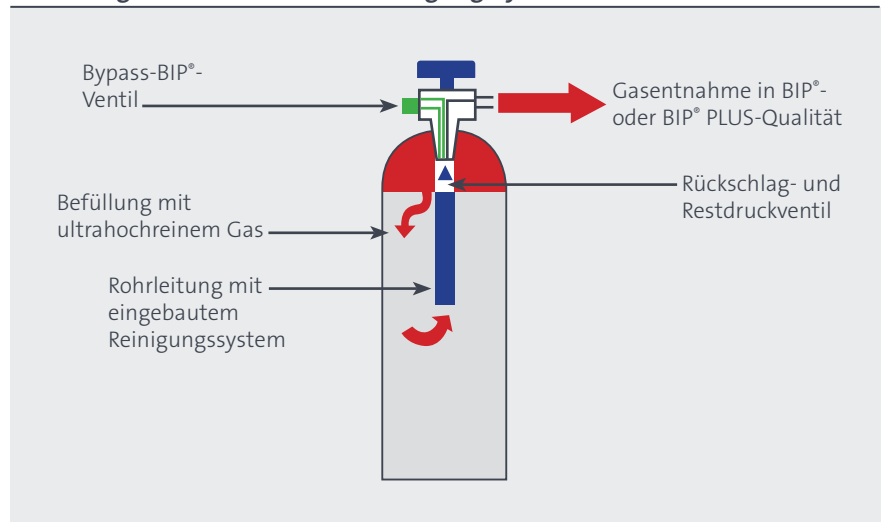
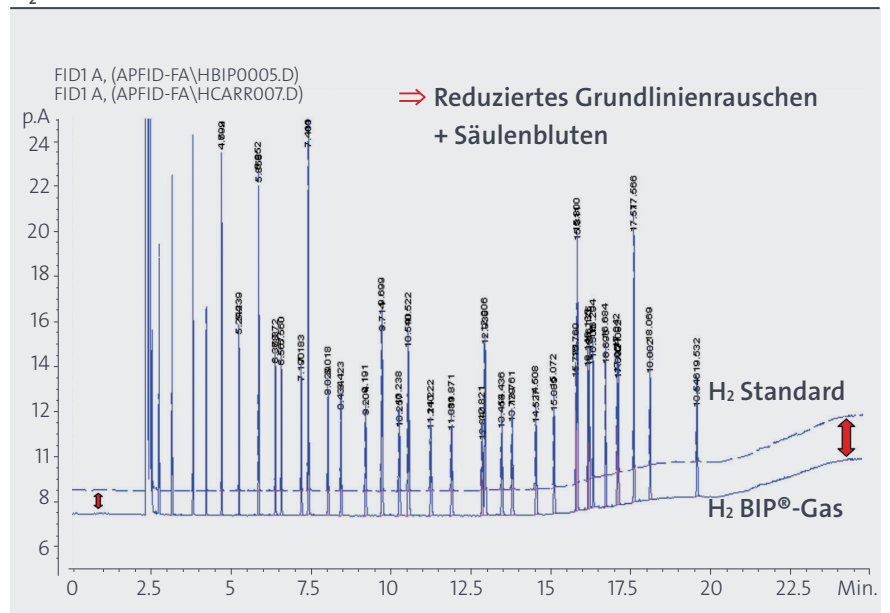


Abbildung 5: Reduziertes Grundlinienrauschen und Säulenbluten bei gleichzeitigem Einsatz von H₂ BIP®-Gas als Brenn- und Trägergas gegenüber H₂ Standard



Sicherheitssysteme

Ein unentdecktes Gasleck kann bei einer gebrochenen Säule oder einer undichten Verbindung auftreten, ungeachtet dessen, ob die Versorgung mit Trägergas über eine Gasflasche oder einen Generator erfolgt. Die Gefahr liegt darin, dass ein unentdecktes Gasleck zu einer Explosion im GC-Ofen führen kann und damit Labore und Mitarbeiter gefährdet.

Wasserstofflecks im GC-Ofen auf sichere Weise auffindig machen zu können, ist für jedes Labor, das

Wasserstoff als Trägergas verwendet, von entscheidender Bedeutung. H₂-Sensoren können von allen großen GC-Lieferanten erworben werden. Diese gewährleisten die sichere Verwendung von Wasserstoff in der GC-Analyse. Der H₂-Sensor überwacht dabei fortwährend die H₂-Konzentrationen im GC-Ofen und wechselt automatisch zu einem Inertgas, sobald typischerweise 25 % UEG erreicht wird. Diese wichtige Funktion beseitigt Risiken und gewährleistet die Sicherheit.

**Was können wir für Sie tun? Kontaktieren Sie uns,
um nähere Informationen zu erhalten:**

Air Products GmbH

Hüttenstraße 50

45527 Hattingen

T 02324 – 689 300

F 02324 – 689 100

E apginfo@airproducts.com



tell me more
airproducts.de