

SOLUTIONS BY



BESTIMMUNG DES KOHLENWASSERSTOFF-INDEX DIN EN ISO 9377-2:2000

Keywords: DIN EN ISO 9377-2:2000, DEV H53; LAGA-Richtlinie KW/04 – 2009, Kohlenwasserstoff-Index, KW-Index, MKW-Index, Elufix, EPA Methoden 418.1 und 1664A

Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index EN ISO 9377-2:2000 (H53-Methode)

Die Europäische Norm EN ISO 9377-2:2000 zur Bestimmung des Mineralöl-Kohlenwasserstoff-Index (MKW-Index) in Wasser ersetzt die deutsche FCKW-basierende (R113; 1,1,2- Trichlortrifluorethan) Vorgängernorm DIN DEV Methode 38409-H18. Diese eignet sich für Trinkwasser, Oberflächenwasser, Grundwasser, Abwasser und Wasser aus Kläranlagen mit einem Kohlenwasserstoff-Index über 0,100 mg/L.

Die Methode lässt sich in mehrere Schritte unterteilen. Zwei dieser Schritte, die Aufreinigung über die Elufix Florisil-Fertigsäulen sowie die Aufkonzentrierung des gewonnenen Extrakts, können mit den Elufix-Säulen und dem FREESTYLE System mit SPE- und/oder EVAporations-Modul von LCTech automatisiert bearbeitet werden.

In der vorliegenden Applikationsnote wird die automatisierte Bearbeitung des SPE-Schrittes, der EVAporation und die Kombination beider Verfahren vorgestellt.

Die Elufix-Säulen können selbstverständlich auch manuell per Gravitation oder einer Vakuumpapparat (EluVac; Best.-Nr. 11146) bearbeitet werden.



Elufix – Fertigsäulen von LCTech

Automatisierte Bearbeitung mit dem FREESTYLE SPE

Materialien und Chemikalien

- | | |
|---|-----------------------------------|
| 1. FREESTYLE BASIC | Best.-Nr. 12663 |
| 2. FREESTYLE SPE | Best.-Nr. 12668 |
| 3. Rahmen für Rack 12399 | Best.-Nr. 12103 |
| 4. Rack für 60 mL-Gläser
(speziell für diese Methode:
Probenvorlage und Sammelgefäß auf einem Rack, für bis zu 12 Proben) | Best.-Nr. 12399 |
| 5. Rahmen für Rack 13416 | Best.-Nr. 12103 |
| 6. Rack für SPE-Säulen
(Rack für Elufix-Säulen, 18 Pos.) | Best.-Nr. 13416 |
| 7. Säulenadapter (wiederverwendbar) | Best.-Nr. 12337 (10 St./Pkg.) |
| 8. Elufix-Säulen (Florisil/Na ₂ SO ₄ 2g/2g) | Best.-Nr. 9370 (50 St./Pkg.) |
| 9. 60 mL-Gläser | Best.-Nr. F060 (100 St./Pkg.) |
| 10. Schraubverschluss 60 mL-Gläser | Best.-Nr. V0024-SL (100 St./Pkg.) |
| 11. Septen | Best.-Nr. V0024-D (100 St./Pkg.) |
| 12. Petrolether mit einem Siedebereich
von 40 – 60 °C p.a. | |
| 13. MKW-Standard (z. B. BAM-K010e) | |
| 14. Standard Laborglasware und -ausrüstung | |

Elufix™



Standardanwendung der Elufix-Säulen

Die Standardanwendung wird verwendet, wenn entsprechend der Norm extrahierte Proben über Elufix-Säulen automatisiert bearbeitet werden sollen, **ohne dass ein nachfolgender Evaporationsschritt im System erfolgen soll.**

Bei diesem Verfahren wird die Probe direkt von einer Nadel aufgesaugt und über ein Ventil, ohne Bewegung des Roboters über die von der zweiten z-Achse gehaltenen Elufix-Säule in ein zweites 60 mL-Glas abgegeben. Für dieses Verfahren wird ein Spezialrack benötigt. Das Vorlagengefäß und die Säule können zur Optimierung der Wiederfindungsraten durch das System automatisch nachgespült werden.

Die Spüllösung wird ebenfalls über die Säule gegeben. Die aufgereinigte Probe wird entnommen und anderweitig evaporiert.



Vorgehensweise

Stellen Sie die Betriebsbereitschaft des FREESTYLE SPE-Systems entsprechend der Anleitung im Benutzerhandbuch her.

Setzen Sie nun die Rahmen und die entsprechenden Racks für die 60 mL-Gläser und Elufix-Säulen ein.

Die Elufix-Säulen können direkt eingesetzt werden, da sie einer Chargenprüfung entsprechend Punkt 9.6 der Norm, Bestimmung des Retentionsvermögens von Stearylstearat und Wiederfindung eines MKW-Standards, geprüft worden sind.

Bestücken Sie die Racks nun mit Elufix-Säulen und Gläsern (Probenvorlage/Auffanggefäß), sofern nicht schon extern geschehen.

Parametrieren Sie die Software zur Probenbearbeitung wie in Anhang 1 abgebildet (im System vorhanden, wird als Default-Methode mitgeliefert).

Erstellen Sie eine entsprechende Probenliste und starten Sie die Bearbeitung.

Entnehmen Sie nach der Bearbeitung die gebrauchten Säulen und die fertigen Proben. Entsorgen Sie die Säulen bitte fachgerecht; evaporieren Sie die Proben.

Wiederfindungstest ohne EVAporation

Zur Bestimmung der Wiederfindung der Elufix-Säulen, die am FREESTYLE SPE ohne einen Evaporationsschritt bearbeitet wurden, wurde eine Vorgehensweise gewählt, die Punkt 9.6 (Bestimmung der Eignung des Florisils) der EN ISO-Methode entspricht. Hierbei werden 10 mL eines entsprechenden 2,0 mg/mL Standards (BAM-K010e) über die Elufix-Säule gegeben.

So kann ermittelt werden, ob das FREESTYLE SPE-System korrekt arbeitet und die Wiederfindungswerte des MKW-Standards, wie im jeweiligen Chargenzertifikat spezifiziert, erreicht werden. Grundvoraussetzung ist natürlich, dass für den Test LCTech Elufix-Säulen aus einer neuen Verpackung verwendet werden.

Für diesen Test müssen die gemessenen Werte zwischen 90 und 100 Prozent liegen.

Vorgehensweise

Die Vorgehensweise ist analog wie unter der Elufix-Standardanwendung, jedoch mit der Parametrierung aus Anhang 2.

Darüber hinaus wird im letzten Schritt das im Auffanggefäß befindliche Eluat (ungefähr 20 mL) quantitativ in einen 25 mL Messkolben überführt, mit Petrolether aufgefüllt, gegen einen entsprechenden Standard (0,8 mg/mL) gemessen und die Wiederfindung bestimmt.

Ergebnis

In einem typischen Experiment wurde für die Charge 2233 eine Wiederfindung von 96 % (spezifiziert 98,8 %) mit dem entsprechenden Parametersatz gefunden.

Bestimmung des Rückhaltevermögens von Stearylstearat

Zur Bestimmung des Rückhaltevermögens von Stearylstearat der Elufix-Säulen, die am FREESTYLE SPE ohne einen Evaporationsschritt bearbeitet wurden, wurde eine Vorgehensweise gewählt, die Punkt 9.6 (Bestimmung der Eignung des Florisils) der EN ISO-Methode entspricht. Hierbei werden 10 mL einer Stearylstearat-Lösung (200 mg in 100 mL) über die Elufix-Säule gegeben und gegen einen entsprechenden Standard gegengemessen.

Damit wird ermittelt, ob das FREESTYLE SPE-System korrekt arbeitet und das Rückhaltevermögen von Stearylstearat, wie im jeweiligen Chargenzertifikat spezifiziert, erreicht wird. Grundvoraussetzung ist natürlich, dass für den Test LCTech Elufix-Säulen aus einer neuen Verpackung verwendet werden.

Das Peakflächenverhältnis von der Stearylstearat/Florisil-Probe gegen den Standard gemessen, sollte kleiner als 1 sein.

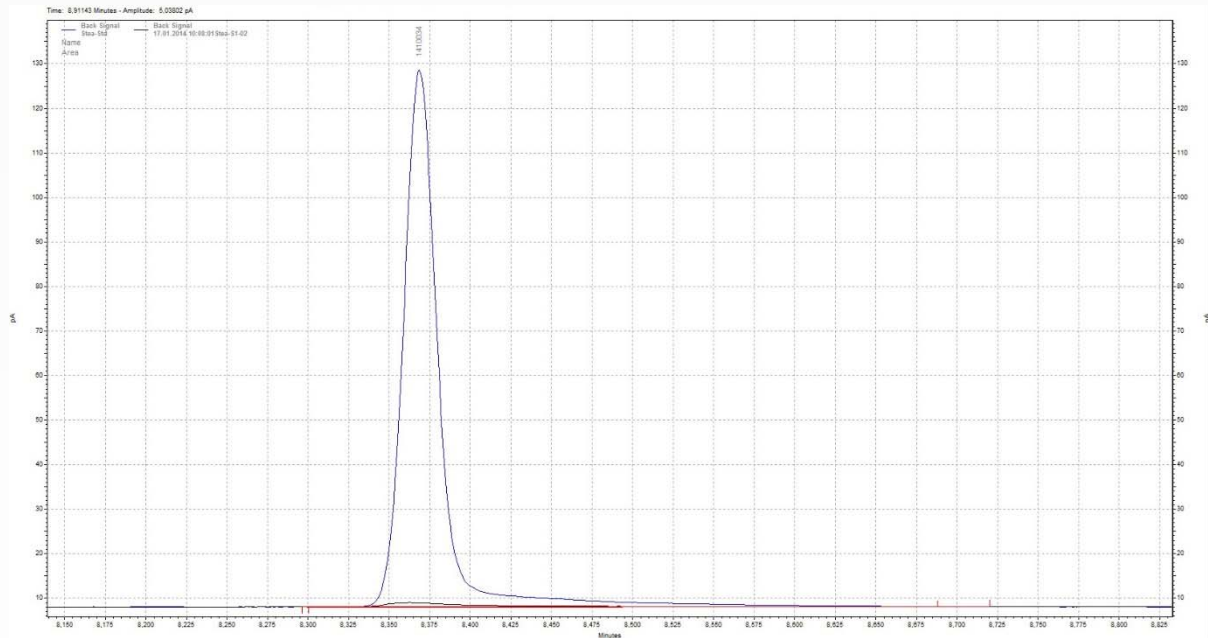
Vorgehensweise

Die Vorgehensweise ist analog wie unter der Elufix-Standardanwendung, jedoch mit der Parametrierung aus Anhang 2.

Darüber hinaus wird im letzten Schritt das im Auffanggefäß befindliche Eluat (ungefähr 20 mL) quantitativ in einen 25 mL Messkolben überführt, mit Petrolether aufgefüllt und gegen einen entsprechenden Standard (0,5 mL Stearylstearat-Lösung auf 25 mL verdünnen) gemessen und die Peakflächen bestimmt.

Ergebnis

In einem typischen Experiment wurde für die Charge 2236 ein Wert von 0,01 (Zertifikat 0,01) bestimmt (siehe hierzu das unten abgebildete Chromatogramm).



Stearylstearat-Standard (blau)
Probe aufgereinigt über eine Florisil-Säule (schwarz)

FREESTYLE **EVAporation**

Materialien und Chemikalien

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1. FREESTYLE BASIC | Best.-Nr. 12663 |
| 2. FREESTYLE EVAporation | Best.-Nr. 13841 |
| 3. Rahmen für Rack 12399 | Best.-Nr. 12103 |
| 4. Rack für 60 mL-Gläser
(speziell für diese Methode:
Probenvorlage und Sammelgefäß auf
einem Rack, für bis zu 12 Proben) | Best.-Nr. 12399 |
| 5. Rahmen für Rack 11920 | Best.-Nr. 11915 |
| 6. Rack für GC-Gläser
(60 Proben/Rack;
Anzahl je nach Probenaufkommen) | Best.-Nr. 11920 |
| 7. 60 mL-Gläser | Best.-Nr. F060 (100 St./Pkg.) |
| 8. Schraubverschluss 60 mL-Gläser | Best.-Nr. V0024-SL (100 St./Pkg.) |
| 9. Septen | Best.-Nr. V0024-D (100 St./Pkg.) |
| 10. GC-Gläser | Best.-Nr. V0001 (100 St./Pkg.) |
| 11. Crimp-Deckel für GC-Gläser
mit Dichtscheibe | Best.-Nr. V0001-B (100 St./Pkg.) |
| 12. Kühler | Best. Nr. 12060, 230 V AC, 50 Hz |
| 13. Petrolether mit einem Siedebereich
von 40 – 60 °C p.a. | |
| 14. Aceton p.a. | |
| 15. MKW-Standard (z. B. BAM-K010e) | |
| 16. Standard Laborglasware und -ausrüstung | |

EVAporation auf ein definierbares Zielvolumen

Bei der EVAporation werden Eluate aus den Elufix-Säulen mit einem Volumen von rund 50 – 60 mL Petrolether auf ein präzises Endvolumen von 1 mL evaporiert. Bei Bedarf kann das Endvolumen zwischen 0,2 mL und 5,0 mL, in 0,1mL-Schritten einfach über die Software gesteuert werden.

Die EVAporkammer wird nach den Vakuumphasen nachgespült um an der Evaporationskolbenwand anhaftende MKW-Reste in die Probe zu transferieren. Nach Auffüllen auf 1 mL wird die Lösung in ein GC-Glas zur Messung am GC-FID transferiert. Im Anschluss wird die EVAporkammer mit Aceton vor- und mit Petrolether nachgespült.

Vorgehensweise

Stellen Sie die Betriebsbereitschaft des FREESTYLE EVAporkations-Systems entsprechend der Anleitung im Benutzerhandbuch her.

Setzen Sie nun die Rahmen und die entsprechenden Racks für die 60 mL- und 1 mL GC-Gläser ein.

Bestücken Sie diese mit Gläsern (Probenvorlage/GC), sofern nicht schon extern geschehen.

Parametrieren Sie die Software zur Probenbearbeitung wie in Anhang 3 abgebildet.

Erstellen Sie eine entsprechende Probenliste und starten Sie die Bearbeitung.

Entnehmen Sie die leeren Probenvorlagen und stellen die GC-Gläser in den GC-FID-Autosampler.

Ergebnisse

In einem typischen Experiment wurde der BAM-K010e Standard mit unterschiedlichen Konzentrationen (0,2; 0,5; 1,0 und 2,0 mg/mL) mit den angegebenen Parametern bearbeitet und die Wiederfindung gegen entsprechende externe Standards ermittelt.

Die Wiederfindungen lagen für alle gemessenen Konzentrationen des BAM-K010e Standards im Bereich von > 90 %.

FREESTYLE SPE **mit online EVAporation**

Materialien und Chemikalien

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1. FREESTYLE BASIC | Best.-Nr. 12663 |
| 2. FREESTYLE SPE | Best.-Nr. 12668 |
| 3. FREESTYLE EVAporation | Best.-Nr. 13841 |
| 4. Rahmen für Rack 12399 | Best.-Nr. 12103 |
| 5. Rack für 60 mL-Gläser
(speziell für diese Methode:
Probenvorlage und Sammelgefäß
auf einem Rack, für bis zu 12 Proben) | Best.-Nr. 12399 |
| 6. Rahmen für Rack 13416 | Best.-Nr. 12103 |
| 7. Rack für SPE-Säulen
(Rack für Elufix-Säulen, 18 Pos.) | Best.-Nr. 13416 |
| 8. Säulenadapter (wiederverwendbar) | Best.-Nr. 12337 (10 St./Pkg.) |
| 9. Elufix-Säulen (Florisil/Na ₂ SO ₄ 2g/2g) | Best.-Nr. 9370 (50 St./Pkg.) |
| 10. Auslass für Elufix-Säulen
zur direkten Elution in die
EVAporationskammer | Best.-Nr. 13460 (10 St./Pkg.) |
| 11. 60 mL-Gläser | Best.-Nr. F060 (100 St./Pkg.) |
| 12. Schraubverschluss 60 mL-Gläser | Best.-Nr. V0024-SL (100 St./Pkg.) |
| 13. Septen | Best.-Nr. V0024-D (100 St./Pkg.) |
| 14. Rahmen für Rack 11920 | Best.-Nr. 11915 |
| 15. Rack für GC-Gläser
(60 Proben/Rack;
Anzahl je nach Probenaufkommen) | Best.-Nr. 11920 |
| 16. GC-Gläser | Best.-Nr. V0001 (100 St./Pkg.) |
| 17. Crimp-Deckel für GC-Gläser
mit Dichtscheibe | Best.-Nr. V0001-B (100 St./Pkg.) |
| 18. Kühler | Best. Nr. 12060, 230 V AC, 50 Hz |
| 19. MKW-Standard (z. B. BAM-K010e) | |
| 20. Petrolether mit einem Siedebereich
von 40 – 60 °C p.a. | |
| 21. Aceton p.a. | |
| 22. Standard Laborglasware und -ausrüstung | |

SPE mit online EVAporation

Bei dem Verfahren SPE mit online EVAporation wird sequentiell eine Elufix-Säule bearbeitet; das resultierende Eluat wird aus dem Spezialrack direkt in die EVAporationskammer transferiert und dort auf ein einstellbares Endvolumen zwischen 0,2 mL und 5,0 mL, zumeist jedoch auf 1 mL aufkonzentriert.

Der gesamte Prozess verläuft **vollautomatisch ohne jeglichen Anwendereingriff**. Dieses Verfahren stellt im Prinzip die Verknüpfung der beiden vorstehend beschriebenen Einzelverfahren (SPE und EVAporation) dar, die nun im System in einer so genannten „FLEX-Methode“ miteinander kombiniert werden.

Der Anwender stellt somit nur die aus dem Wasser extrahierte Rohprobe in das System und entnimmt einen fertig aufkonzentrierten und präzise eingestellten Extrakt in einem mit Septum verschlossenen GC-Glas. Dieses wird direkt in den GC-Autosampller gestellt.

Vorgehensweise

Die Vorgehensweise entspricht den beiden bereits vorgestellten. Beide Einzelverfahren (SPE und EVAporation) wurden in der Software zu einer Methode verknüpft.

Folgende SPE und EVAporationsschritte wurden durchgeführt.

SPE-Schritte	automatisiert
Laden	53 mL Probe, 10 mL/min.
Trocknen	5 Sek., Stickstoff
Waschen	2 mL Petrolether, 15 mL/min.
Trocknen	10 Sek., Stickstoff

Evaporationsparameter	automatisiert
Temperatur	Wasserheizung 40 °C Zapfenheizung 38 °C
Vakuumphase 1	Volumendefiniert bis 1 mL, 300 mbar
Spülvolumen	4 mL Petrolether
Vakuumphase 2	Volumendefiniert bis 1 mL, 300 mbar
Auffüllen bis Volumen	1 mL

Die entsprechende Parametrierung ist in Anhang 4 abgebildet und muss lediglich übernommen werden.

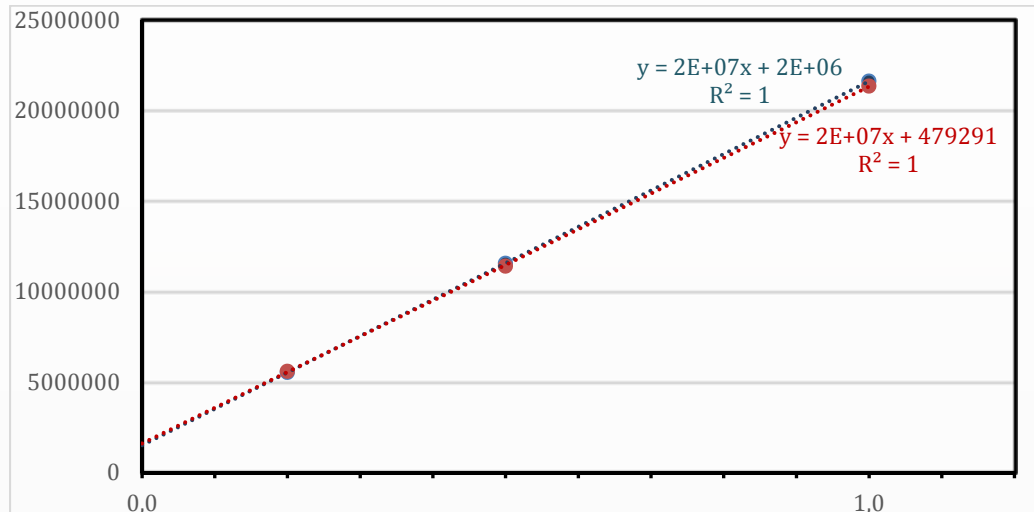
Ergebnisse

In einem typischen Experiment wurde ein BAM-K010e Standard mit der Konzentration 0,2, 0,5 und 1,0 mg/mL bearbeitet. Der erhaltene konzentrierte Extrakt wurde gegen entsprechende externe Standards am GC-FID gemessen und die Wiederfindungen bestimmt. Für die Auswertung der GC-Daten wurden die Lösungsmittelblindwerte bzw. Blindwerte des aufkonzentrierten Lösungsmittels ermittelt und die Messergebnisse entsprechend korrigiert.

Die Wiederfindungen liegen für die gemessenen Proben für den Gesamtprozess der Elufix-Aufreinigung mit anschließender online EAporation im Bereich von > 90 %; siehe hierzu untenstehende Tabelle eines typischen Experiments.

Konzentration [mg/mL]	Mittelwert (n = 3)	Standardabweichung [%]
0,2	101	3
0,5	99	4
1,0	99	4

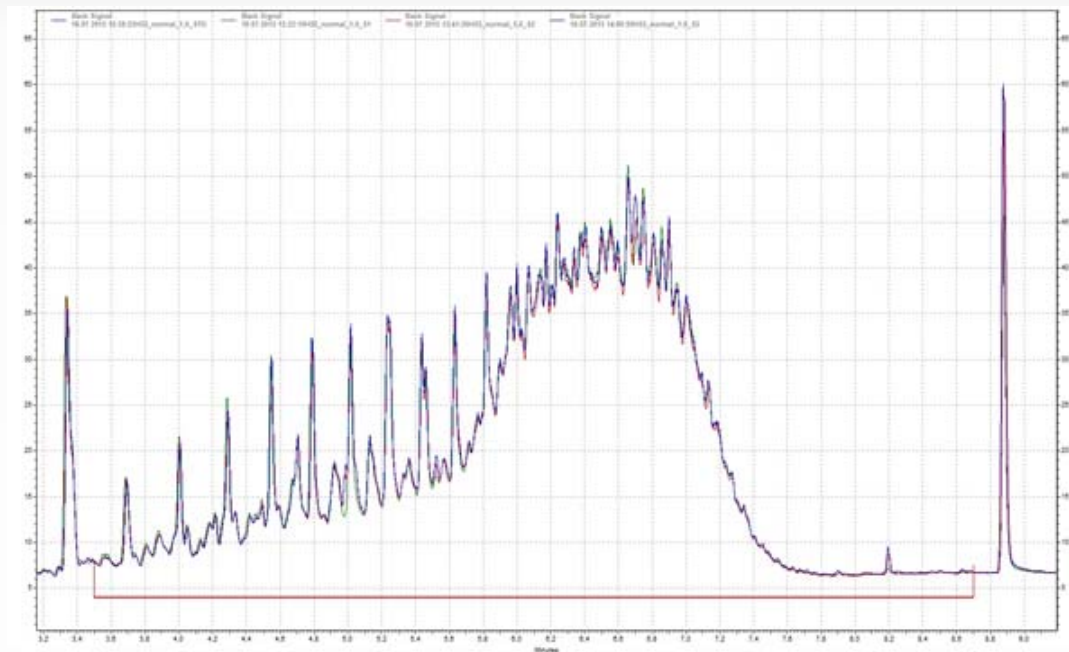
Bemerkenswert ist die geringe Standardabweichung des vollautomatisierten Prozesses, schließt dieser doch die Bearbeitung durch SPE mit anschließender Evaporation, als auch den Messfehler des GC-Systems ein!



Die obige Abbildung zeigt die Geradengleichungen der gemittelten Messwerte der externen Standards (blau) und der im System bearbeiteten MKW-Proben bei drei unterschiedlichen Konzentrationen (0,2, 0,5 und 1,0 mg/mL; rotbraun) und deren Bestimmtheitsmaß.

APPLIKATIONSNOTE | AN0001

Die sehr hohe Reproduzierbarkeit des Systems wird auch an der Überlagerung exemplarischer GC-FID-Chromatogramme eines konzentrierten Standards (1,0 mg/mL in 50 mL Petrolether; n = 3) ersichtlich.



Hinweise

Für die Charakterisierung von Kohlenwasserstoffen in Abfällen gilt die
DIN EN 14039:2005-01

*Charakterisierung von Abfällen - Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen von C10
bis C40 mittels Gaschromatographie; Deutsche Fassung EN 14039:2004*

Aufgrund des vergleichsweise hohen Siedepunktes von n-Hexan von 69 °C und der Neurotoxizität wird die Verwendung von Petrolether mit einem Siedebereich von 40 – 60 °C für das System empfohlen. Entsprechend geeignete Petrolether-Qualitäten sind auf dem Markt verfügbar; jedoch sollte jede Charge auf Einsetzbarkeit geprüft werden.

Benutzen Sie keinesfalls Petrolether einer minderwertigen Qualität, da die Blindwerte erhöht sein können!

Für eine einwandfreie Bearbeitung der Elufix-Säulen auf dem FREESTYLE SPE stellen Sie bitte sicher, dass möglichst wenig Restwasser aufgebracht wird, da das Natriumsulfat sonst verkrusten kann und ein höherer Bearbeitungsdruck die Folge ist. Des Weiteren dürfen keine Emulsionen oder Partikel auf die Säule geladen werden!

Stellen Sie sicher, dass ein zur Kondensation des Petrolethers ausreichend dimensionierter Kühler in Kombination mit dem FREESTYLE EVAporations-System verwendet wird. Andernfalls wird die Systemleistungsfähigkeit gemindert und gasförmiger Petrolether wird in die Umwelt emittiert!

Stellen Sie sicher, dass ein geeignetes GC-Injektionsverfahren, eine geeignete GC-Säule und ein entsprechendes Datenauswertungs- und Integrationsverfahren angewandt wird um zuverlässige Ergebnisse zu erhalten!

Trotz der vergleichsweise niedrigen Toxizität der eingesetzten Chemikalien, achten Sie bitte auf Ihren persönlichen Schutz!

Entsorgen Sie die Einsatzmaterialien und Chemikalien fachgerecht!

Anhang Nr. 1-4

Anhang 1: SPE-Methode

 <small>AUTOMATISIERTE PROBENVORBEREITUNG</small>	
LCTech FreeStyle - Bericht zu Methoden: SPE Datum: 17.09.2014 Zeit: 11:39:23	
Name: H53_SPE_2014.spe	SPE Säulentyp: LCTech_H53.col
Verlängerungs- spitze:	nein
Verarbeitungsgeschwindigkeit:	Standard (organische LM)
Spülintensität:	Standardspülzyklus
Bei Laden und Waschen Maximaldruck überwachen:	nein
Schritt: Laden	Basistyp: Laden - Quantitativer Proben-Transfer nebeneinander Schritt - ID: 613
 Volumen: 53 ml Ansaug Geschwindigkeit: 15 ml/min Abgabe Geschwindigkeit: 10 ml/min Glas Typ: Type_H53@60 Wartezeit nach Dosierung: 0 sec. Wartezeit nach Schritt: 150 sec.	Abgabe: in Gläser Glasanzahl: 1 Glas Typ: Type_H53@60
mit Nachspülen Nachspülvolumen: 3 ml Nachspülwdh.: 1 x Ansaug Geschwindigkeit: 20 ml/min Abgabe Geschwindigkeit: 40 ml/min Port: 1 (Petrolether) Schlauchspülvolumen: 0.1 ml	
Schritt: Trocknen	Basistyp: Trocknen - Trocknung mit Stickstoff über definierte Zeit Schritt - ID: 614
 Trocknungszeit mit Stickstoff 5 sec.	Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle
Schritt: Waschen	Basistyp: Waschen Schritt - ID: 615
 Volumen: 2 ml Ansaug Geschwindigkeit: 20 ml/min Abgabe Geschwindigkeit: 15 ml/min Port: 1 (Petrolether) Wiederholungen: 0 Wartezeit nach Dosierung: 0 sec. Wartezeit nach Schritt: 0 sec. Trocknungszeit: 150 min Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle	
Schritt: Trocknen	Basistyp: Trocknen - Trocknung mit Stickstoff über definierte Zeit Schritt - ID: 616
 Trocknungszeit mit Stickstoff 10 sec.	Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle

Benötigte Zeit für dieses Beispiel: 21 Minuten

Anhang 2: SPE-QS-Methode

	
LCTech FreeStyle - Bericht zu Methoden: SPE Datum: 17.09.2014 Zeit: 12:00:52	
Name: H53_SPE_QS.spe	SPE Säulentyp: LCTech_H53.col
Verlängerungs- spitze:	nein
Verarbeitungsgeschwindigkeit:	Standard (organische LM)
Spülintensität:	Standardspülzyklus
Bei Laden und Waschen Maximaldruck überwachen:	nein
Schritt: Laden	Basistyp: Laden - Quantitativer Proben-Transfer nebeneinander Schritt - ID: 613
 Volumen: 10 ml Ansaug Geschwindigkeit: 15 ml/min Glas Typ: Type_H53@60 Wartezeit nach Dosierung: 0 sec.	Abgabe Geschwindigkeit: 10 ml/min Wartezeit nach Schritt: 150 sec.
mit Nachspülen	Nachspülvolumen: 3 ml Nachspülwdh.: 2 x Ansaug Geschwindigkeit: 20 ml/min Abgabe Geschwindigkeit: 40 ml/min Port: 1 (Petrolether) Schlauchspülvolumen: 0.1 ml
Abgabe: in Gläser Glasanzahl: 1 Glas Typ: Type_H53@60	
Schritt: Trocknen	Basistyp: Trocknen - Trocknung mit Stickstoff über definierte Zeit Schritt - ID: 614
 Trocknungszeit mit Stickstoff 5 sec.	Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle
Schritt: Waschen	Basistyp: Waschen Schritt - ID: 615
 Volumen: 2 ml Ansaug Geschwindigkeit: 20 ml/min Wiederholungen: 0 Wartezeit nach Dosierung: 0 sec.	Abgabe Geschwindigkeit: 15 ml/min Port: 1 (Petrolether)
Wartezeit nach Schritt: 0 sec. Trocknungszeit: 150 min	Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle
Schritt: Trocknen	Basistyp: Trocknen - Trocknung mit Stickstoff über definierte Zeit Schritt - ID: 616
 Trocknungszeit mit Stickstoff 10 sec.	Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle


Benötigte Zeit für dieses Beispiel: 21 Minuten

Anhang 3: EVAporations-Methode

			
LCTech FreeStyle - Bericht zu Methoden: EVA		Datum: 17.09.2014 Zeit: 12:02:58	
Name: H53_EVA_2014.evp			
 Temperatur Wasserheizung 40 °C		Temperatur Zapfenheizung 38 °C	
Probenaufgabe: aus Glas / Gläsern über Probennadel und Schlauch in Kammer saugen, optional mit Nachspülen			
Glasanzahl: 1 x Type_H53@60 mit Nachspülen	Vakuum bei Aufsaugen: 300 mbar	Maximalzeit Vakuumaufsaugen: 60 min.	
Nachspülvolumen: 5 ml	Spülschritte: 2 x	Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	
Phase 1 - Konzent. bis Schwelle: 1 ml			
Vakuum absolut: 300 mbar			
Spülvolumen nach Phase 1: 4 ml	Spülschritte: 1 x	Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	
Phase 2 - Konzent. bis Schwelle: 1 ml			
Vakuum absolut: 300 mbar			
Spülvolumen nach Phase 2: 0 ml	Spülschritte: 0 x	Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	
Zeitüberwachung für Vakuumprozess: nein			
zur Trockene: nein			
Abblasen Stickstoff: nein			
Entnahme Aliquot: nein			
Lösemitteltausch: nein			
Spülen, Auffüllen und Transfer in Gläser: Spülvolumen Ende: nein			
Auffüllen bis Volumen:	1 ml	Art des Mischvorgangs: Mit Gas/Luft, Volumen = 0 ml	
Konzentrat: in Gläser			
Nr.: 1	1 St.	Typ: Type1@1 ml	Volumen pro Glas: 1 ml
Abfüllen Quantitativ: nein			
1. Reinigung			
Spülvolumen: 5 ml	Spülschritte: 1 x	Lösung aus Port: 7 (Aceton)	
2. Reinigung			
Spülvolumen: 5 ml	Spülschritte: 1 x	Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	

Benötigte Zeit für dieses Beispiel: 35 Minuten

Anhang 4: Flex-Methode

	
LCTech FreeStyle - Bericht zu Methoden: SPE_H53 -> EVA Datum: 17.09.2014 Zeit: 11:35:37	
Name: H53_SPE_EVA_2014.fsh	
SPE - Methode: H53_SPE_2014.spe	Online =====>
EVA - Methode: H53_EVA_2014.evp	
SPE:	
SPE Säulentyp: LCTech_H53.col	
Verlängerungs- spitze: nein Verarbeitungsgeschwindigkeit: Standard (organische LM) Spülintensität: Standardspülzyklus Bei Laden und Waschen Maximaldruck überwachen: nein	
Schritt: Laden Basistyp: Laden - Quantitativer Proben-Transfer nebeneinander Schritt - ID: 613	
Volumen: 53 ml Ansaug Geschwindigkeit: 15 ml/min Glas Typ: Type_H53@60 Wartezeit nach Dosierung: 0 sec.	Abgabe Geschwindigkeit: 10 ml/min Wartezeit nach Schritt: 150 sec.
mit Nachspülen Nachspülvolumen: 3 ml Ansaug Geschwindigkeit: 20 ml/min Port: 1 (Petrolether)	Nachspülwdh.: 1 x Abgabe Geschwindigkeit: 40 ml/min Schlauchspülvolumen: 0.1 ml
Abgabe: in Gläser Glasanzahl: 1 Glas Typ: Type_H53@60	
Schritt: Trocknen Basistyp: Trocknen - Trocknung mit Stickstoff über definierte Zeit Schritt - ID: 614	
Trocknungszeit mit Stickstoff 5 sec. Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle	
Schritt: Waschen Basistyp: Waschen Schritt - ID: 615	
Volumen: 2 ml Ansaug Geschwindigkeit: 20 ml/min Wiederholungen: 0 Wartezeit nach Dosierung: 0 sec. Trocknungszeit: 150 min Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle	Abgabe Geschwindigkeit: 15 ml/min Port: 1 (Petrolether)
Wartezeit nach Schritt: 0 sec.	
Schritt: Trocknen Basistyp: Trocknen - Trocknung mit Stickstoff über definierte Zeit Schritt - ID: 616	
Trocknungszeit mit Stickstoff 10 sec. Abgabe: verbleibe an Ort und Stelle	
EVA:	
Temperatur Wasserheizung 40 °C Temperatur Zapfenheizung 38 °C	
Probenaufgabe: aus Glas / Gläsern über Probennadel und Schlauch in Kammer saugen, optional mit Nachspülen	
Glasanzahl: 1 x Type_H53@60 mit Nachspülen	Vakuum bei Aufsaugen: 300 mbar Maximalzeit Vakuumaufsaugen: 60 min.
Nachspülvolumen: 5 ml	Spülschritte: 2 x Lösung aus Port: 1 (Petrolether)
Phase 1 - Konzent. bis Schwelle: 1 ml Vakuum absolut: 300 mbar Spülvolumen nach Phase 1: 4 ml Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	
Phase 2 - Konzent. bis Schwelle: 1 ml Vakuum absolut: 300 mbar Spülvolumen nach Phase 2: 0 ml Spülschritte: 0 x Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	
Zeitüberwachung für Vakuumprozess: nein	
zur Trockene: nein	
Abblasen Stickstoff: nein	
Entnahme Aliquot: nein	
Lösemitteltausch: nein	
Spülen, Auffüllen und Transfer in Gläser: Spülvolumen Ende: nein	
Auffüllen bis Volumen:	1 ml Art des Mischvorgangs: Mit Gas/Luft, Volumen = 0 ml
Konzentrat: in Gläser	
Nr.: 1 1 St. Typ: Type1@1 ml	Volumen pro Glas: 1 ml
Abfüllen Quantitativ: nein	
1. Reinigung Spülvolumen: 5 ml Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 7 (Aceton)	
2. Reinigung Spülvolumen: 5 ml Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 1 (Petrolether)	

Benötigte Zeit für dieses Beispiel: 55 Minuten

Kontakt

LCTech GmbH
Daimlerstraße 4
84419 Obertaufkirchen
Deutschland

SOLUTIONS BY



Tel.: +49 8082 2717-0
Fax: +49 8082 2717-100
E-Mail: info@LCTech.de

www.LCTech.de
www.LCTech-online.com

