

NACHHALTIGE WIRTSCHAFT –
EIN WHITE PAPER VON
SPECTRO ANALYTICAL INSTRUMENTS

Feinchemikalien: Flexible Lösung für die Elementanalytik

Einführung

Die Elementanalytik im Rahmen der Produktion von Feinchemikalien erfordert die Analyse der Konzentrationen von Haupt-, Neben- und Spurenelementen einer breiten Palette von Substanzen. Dazu gehören hochreine Säuren und Salze, Katalysatoren, Batteriekomponenten, Pigmente, Fasern, Substrate und andere Materialien zur Herstellung von Arzneimitteln, Agrochemikalien und verschiedenen organischen oder anorganischen chemischen Produkten.

Typische Proben können reine chemische Substanzen oder komplexe Mischungen sein. Sie werden in der Regel in mehrstufigen chemischen oder biotechnologischen Prozessen hergestellt und in nachgeschalteten Anlagen weiterverarbeitet. Im Vergleich zu Basischemikalien, die in großen Mengen hergestellt werden, werden sie oft in relativ kleinen Mengen produziert – und zu wesentlich höheren Preisen verkauft. Sie werden in der Regel im Batch-Verfahren hergestellt, wobei spezielles Wissen und spezielle Anlagen zum Einsatz kommen und häufig eigene Inhaltsstoffe und Verfahren verwendet werden. Je nach Substanz müssen die Proben in unregelmäßigen Abständen analysiert werden: von mehrmals pro Stunde bis hin zu mehrmals pro Woche.

Eine qualitativ hochwertige spektrometrische Elementanalyse ist von entscheidender Bedeutung, da diese Produkte meist nach strengen Spezifikationen definiert sind. Verunreinigungen im Spurenbereich, welches niedrigere Nachweisgrenzen (LODs) erfordert, müssen dabei ebenso überwacht werden wie der Rohstoffverbrauch. Ebenso spielen Kosten und Zeitaufwand eine Rolle.

Die Herstellung von Feinchemikalien erfordert daher ein Spektrometer mit einer Reihe von besonderen Eigenschaften. Dieses Whitepaper geht auf diese Eigenschaften ein und stellt eine Analyselösung vor, die in der Lage ist, sowohl heutige als auch zukünftige Anforderungen zu erfüllen.



Analytische Anforderungen

Ein Spektrometersystem, das für analytische Aufgaben in der Feinchemie eingesetzt wird, muss vor allem für die Analyse von Chargenprozessen, mit teils wechselnden Matrices, geeignet sein – im Gegensatz zu den eher kontinuierlichen Prozessen in der chemischen Grundstoffverarbeitung.

Bei chemischen Vorläufer- und Produktsubstanzen handelt es sich oft um eine relativ „schwere“ Matrix. Entscheidend ist hier die problemlose Bestimmung von Spurenelementkonzentrationen in Proben, die auch größere Mengen an gelösten Feststoffen (TDS) oder organisches Material enthalten, ohne dass übermäßig verdünnt werden muss, da dies die Empfindlichkeit beeinträchtigen würde.

Ebenso wichtig sind die Fähigkeiten in Bezug auf linienreiche Spektren, wie sie z. B. bei der Pigmentherstellung durch Titan (Ti), Zirkonium (Zr) und Molybdän (Mo) oder bei der Batterieherstellung durch Metalle wie Nickel (Ni), Molybdän (Mo) oder Kobalt (Co) entstehen. Zu den weiteren Anforderungen zählen eine hohe Messempfindlichkeit für die Bestimmung von Neben- und Spurenelementkonzentrationen sowie eine hohe Präzision zur richtigen Bestimmung der Hauptbestandteile.

Schließlich sollte ein ideales System eine hohe Flexibilität bieten, einschließlich eines großen Dynamikbereichs, um Haupt-, Neben- und Spuren Mengen möglichst innerhalb eines Analyselauf zu bestimmen.

Aktuelle analytische Fragestellungen

Die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung (ICP-OES) hat sich als Technik der Wahl für viele elementanalytische Anwendungen etabliert. Hinsichtlich der beschriebenen Anforderungen leiden jedoch fast alle aktuellen Spektrometer an einem gewissen Grad an Überspezialisierung.

Einige Modelle bieten für bestimmte Analyseaufgaben eine hervorragende Leistung, die aber für andere Aufgabenstellungen nicht ausreichend sind. Liegt der Fokus auf Umweltsanwendungen, fehlt oft die Empfindlichkeit für die Analyse von Spurenkonzentrationen in schwererer Matrix.

So bieten Dual-View ICPs mit vertikaler Fackel bestimmte Vorteile wie die Verringerung von Interferenzen sowie eine höhere Matrixverträglichkeit. Ihre Konstruktion leidet jedoch auch unter mangelnder Empfindlichkeit, höherem Kontaminationsrisiko und größerem Wartungsaufwand. Diese Nachteile beschränken ihre Anwendung und erhöhen Komplexität und Kosten.

Analytische Flexibilität ist eine durchaus schwer zu erreichende Eigenschaft, aber es gibt Geräte, die sie besitzen.

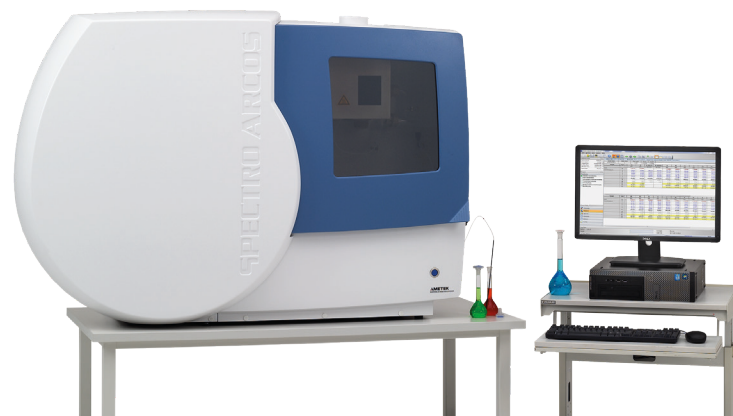
SPECTRO ARCOS für die Feinchemikalienanalyse

Die neueste Iteration des SPECTRO ARCOS ICP-OES erfüllt alle Anforderungen, die für Anwendungen im Bereich der Produktion von Feinchemikalien erforderlich sind. Das SPECTRO ARCOS hat sich seit Jahren weltweit für alle Arten der Elementanalyse von Materialien bewährt und bietet eine noch nie dagewesene Leistungsfähigkeit und Flexibilität in einem einzigen Gerät. Dank eines „One-Stop-Shop“-Ansatzes und innovativer Technologien eignet es sich auch für kleinere Betriebe, die Kosten, Schulung, Wartung usw. minimieren möchten. Das SPECTRO ARCOS beherrscht das gesamte Spektrum und wird mit drei verschiedenen Plasmabetrachtungsvarianten und mit zwei Wellenlängenbereichen angeboten.

Flexibles MultiView

Bei der grundlegenden ICP-OES-Methode werden charakteristische Spektrallinien der Elemente einer Probe durch Anregung der Atome und Ionen im Argonplasma emittiert. Die Strahlung wird in ein optisches System übertragen und mittels Beugungsgitter gemäß der Wellenlänge zerlegt. Mithilfe von Zeilensensoren werden die Strahlungsintensitäten sämtlicher Wellenlängen gemessen. So lassen sich Elemente in der Probe identifizieren und deren Gehalt bestimmen.

Um die emittierte Strahlung zu erfassen, kann das Plasma auf verschiedene Weise betrachtet werden. Jede Technologie bietet unterschiedliche Leistungsmerkmale. Ein Axialsystem, das die gesamte Plasmaachse erfasst, bietet eine höhere Empfindlichkeit. Es leidet jedoch unter stärkeren Matrixinterferenzen. Zudem ist es auch weniger geeignet für





Proben mit hohem Anteil an gelösten Feststoffen und/oder mit organischen Bestandteilen. Im Gegensatz dazu bietet ein radiales System, das nur den Plasmaquerschnitt erfasst, Vorteile wie höhere Stabilität, höhere Matrixtoleranz, Freiheit von Matrixeffekten und einen hohen linearen Dynamikbereich – allerdings auf Kosten einer geringeren Empfindlichkeit. Dual-View-Systeme versuchen, die beiden Techniken zu kombinieren, benachteiligen dabei aber zwangsläufig immer eine Plasmasicht zugunsten der anderen.

Um diesen Kompromiss zu vermeiden, nutzt das SPECTRO ARCOS die bewährte MultiView-Technologie – in der neuesten Version mit noch mehr Leistung und einfacherer Bedienung.

Der sequenzielle MultiView-Ansatz verzichtet auf zusätzliche Spiegel oder Periskope. Stattdessen lässt sich die Ausrichtung des Plasmas ganz einfach ändern. Innerhalb von nur 90 Sekunden wird so aus einem Gerät mit axialer Betrachtung ein Gerät mit radialer Plasmabetrachtung. Das SPECTRO ARCOS bietet damit einen echten direkten Lichtweg für beide Modi.



(Weitere Details finden Sie in unserem White Paper „ICP-OES-Plasmabetrachtungstechniken im Vergleich: Axial, Radial, Dual, MultiView und das neue Dual Side-On“ <https://www.spectro.de/landingpages/icp-oes-wp-plasmabetrachtungstechniken-im-vergleich>)

Nachweisstarkes DSOI

Durch eine Erweiterung der MultiView-Technik mit der Dual-Side-On-Interface-Technologie (DSOI), die sich bereits im SPECTROGREEN bewährt hat, lässt sich die Flexibilität weiter steigern. Ausgehend von einer vertikalen Plasmafackel mit radialer Plasmabetrachtung über einen direkten Lichtweg, erfasst beim DSOI ein zweites optisches Interface die emittierte Strahlung des Plasmas von der gegenüberliegenden Seite, wobei nur eine zusätzliche Reflexion verwendet wird. Damit wird die Empfindlichkeit erhöht und Probleme wie Verunreinigungen, Störungen und mangelnde Matrixkompatibilität, wie sie bei einigen Dual-View-Modellen mit vertikaler Fackel auftreten, werden beseitigt. Das DSOI bietet eine bis zu Faktor 2 höhere Empfindlichkeit im Vergleich zu herkömmlichen radialen Systemen und vermeidet gleichzeitig die Komplexität, Nachteile und Kosten vertikaler Dual-View Geräte. Zu den weiteren Vorteilen zählen ein hoher linearer Dynamikbereich sowie die Tatsache, dass für eine komplette Analyse lediglich ein Messmodus erforderlich ist.

Anders als beim SPECTROGREEN kann das DSOI-Interface beim SPECTRO ARCOS nach Belieben installiert und wieder entfernt werden.

Wird die Flexibilität der MultiView-Technik nicht benötigt, ist auch ein reines DSOI-Modell erhältlich. Und für den Fall, dass auf zusätzliche Empfindlichkeit verzichtet werden kann, bietet eine weitere Version des SPECTRO ARCOS mit einfachem radialem Interface hohe Präzision und Stabilität.



(Siehe "Seeing the Plasma in a Whole New Light: Advantages of DSOI Technology,"
<https://www.spectro.com/landingpages/icp-oes-spectrogreen-wp-advantages-of-dual-side-on-interface-technology>)

Fortschrittliche CMOS-Technologie

Die CMOS-Zeilensensortechnologie von SPECTRO übertrifft die für die Spektralanalyse entscheidende Leistungsfähigkeit herkömmlicher CCD-Detektoren in zahlreichen Punkten.

Die hochmoderne Technologie zeigt selbst bei extremen Strahlungsintensitäten ein hervorragendes Verhalten. Blooming wird dabei vollständig eliminiert. Damit lassen sich auch kleine Signale für die Analyse von Spurenelementen in der Anwesenheit benachbarter intensiver Matrixpeaks sicher erfassen. Die Ausleseeinheit bietet eine ultraschnelle Verarbeitung mit einem vollständigen Spektrumtransfer in weniger als 100 Millisekunden. Eine thermische Stabilisierung bei 15° C über das optische System machen eine On-Chip-Kühlung überflüssig. CMOS-Detektoren gewährleisten eine hohe Verfügbarkeit: Sollte einmal ein Detektor ausfallen, bleiben alle anderen voll funktionsfähig, was einen fortlaufenden Betrieb gewährleistet. Und die Einzelkosten sind im Vergleich zu 2D-Modellen deutlich niedriger.



Stabile Gasflüsse

Die Spülung des optischen Pfads mit Argon (Ar) verhindert die Absorption von Strahlung durch die Umgebungsatmosphäre. Zur Regelung des Gasflusses verwenden herkömmliche ICP-OES-Modelle oft einfache Magnetventile. Für anspruchsvolle Anwendungen, die eine höhere Stabilität erfordern, reicht dies jedoch möglicherweise nicht aus – denn je regelmäßiger der Fluss desto stabiler die Messung.

In einem fortschrittlichen Spektrometer wie dem SPECTRO ARCOS werden alle Gasflüsse vollständig über Proportionalventile softwaregesteuert und damit schnell, präzise und stabil geregelt. Dazu gehören stufenlos einstellbare Kühlmittel-, Hilfs-, Zerstäubergas- und Zusatzgasflüsse sowie der Gasfluss des Lichtpfads. Für den Zusatz von Sauerstoff ist ein optionaler Regler erhältlich. Primär- und Zerstäubergasdruck werden softwareseitig angezeigt und geloggt.



(Siehe „Zehn Gründe für ein modernes ICP-OES für die Routine-Analytik“

<https://www.spectro.de/landingpages/icp-oes-wp-spectrogreen-zehn-gruende-fuer-ein-modernes-icp-oes-fuer-die-routine-analytik>)

Agiler Hochleistungsgenerator

Das SPECTRO ARCOS verfügt über einen leistungsstarken, agilen, freilaufenden LD MOS-Generator mit einer Leistung von bis zu 2000 W. Sein hocheffizientes Design ist luftgekühlt, sodass ein aufwändiges und störanfälliges externes Kühlsystem nicht erforderlich ist. Das robuste Design und die zusätzliche Leistung ermöglichen es dem System, schnell zu reagieren und sich an wechselnde und/oder hohe Plasmalasten anzupassen und dabei ein stabiles Plasma aufrechtzuerhalten. So lassen sich auch Proben mit flüchtigen organischen Bestandteilen oder Proben mit einem hohen Anteil an gelösten Feststoffen problemlos messen. Der Generator benötigt nur eine kurze Aufwärmzeit. Für viele Anwendungen werden in weniger als 10 Minuten stabile Bedingungen erreicht und so die Produktivität erhöht.

(Siehe „Zehn Gründe für ein modernes ICP-OES für die Routine-Analytik“

<https://www.spectro.de/landingpages/icp-oes-wp-spectrogreen-zehn-gruende-fuer-ein-modernes-icp-oes-fuer-die-routine-analytik>)

UV-Plus-Reinigung ohne Spülung

SPECTRO verzichtet gänzlich auf eine teure und störanfällige kontinuierliche Gasspülung von optischen Systemen wie sie bei anderen ICP-OES-Konzepten zum Einsatz kommt. Die UV-PLUS-Technologie verwendet stattdessen eine Reinigungskartusche und eine Membranpumpe, in Verbindung mit einem mit Argon gefüllten, hermetisch abgeschlossenen System. Durch Zirkulation der Optikatmosphäre ist eine permanent hohe Transparenz gewährleistet, und das Risiko von Kontamination durch Spülgas wird vermieden. Außerdem spart UVPlus bis zu 3.000 Euro an Spülgaskosten pro Jahr.

(Siehe „Zehn Gründe für ein modernes ICP-OES für die Routine-Analytik“

<https://www.spectro.de/landingpages/icp-oes-wp-spectrogreen-zehn-gruende-fuer-ein-modernes-icp-oes-fuer-die-routine-analytik>)

Einzigartige ORCA-Optik

Die hochauflösende ORCA-Polychromator-Optik des SPECTRO ARCOS und anderer SPECTRO-ICP-OES unterscheidet sich von allen anderen Spektrometern dieser Klasse, die ein herkömmliches Echelle-Design verwenden. Dies verschafft dem SPECTRO ARCOS zahlreiche Vorteile: wenige reflektierende Oberflächen und damit weniger Streulicht, keine transmissionsoptischen, lichtabsorbierenden Komponenten, Zugang zu Emissionslinien von Elementen im VUV/UV-Bereich, simultane Wellenlängenabdeckung mit Erfassung des gesamten, relevanten Spektrums bei jeder Messung, keine Beeinträchtigung durch Blooming, weniger Interferenzen und hohe Wellenlängenstabilität.

Damit ist das SPECTRO ARCOS im UV- und VUV-Spektralbereich besonders leistungsstark sowie überall dort, wo eine höhere Auflösung über einen größeren Wellenlängenbereich erforderlich ist. Eine bessere Linientrennung in linienreichen Spektren, weniger spektrale Interferenzen, eine vereinfachte Methodenentwicklung für Anwendungen mit linienreicher Matrix, eine höhere Empfindlichkeit und letztlich eine verbesserte Richtigkeit sind die Vorteile.

(Siehe „Welche Spektrometer-Optiktechnologie bietet die bessere Leistung – Echelle oder ORCA?“

<https://www.spectro.de/landingpages/icp-oes-wp-welche-spektrometer-optiktechnologie-bietet-die-bessere-leistung-echelle-oder-orca>)



Analytische Vorteile

Die genannten innovativen Technologien maximieren die Analysemöglichkeiten und bieten viele Vorteile.

Solide Stabilität

Die Stabilität – Grundvoraussetzung für eine richtige ICP-OES-Analyse – ist das Ergebnis mehrerer Systemkomponenten. Der leistungsstarke, freilaufende Generator des SPECTRO ARCOS liefert auch bei schnell wechselnden Plasmalasten eine stabile Leistung. Das hermetisch geschlossene, thermisch stabilisierte optische System UV-Plus eliminiert jegliche Drift. Die Software steuert alle Gasströme, um Stabilität im Plasma und in der Transferoptik zu gewährleisten.

Das Ergebnis: Zuverlässige Ergebnisse, weniger Kalibrierungen (in der Regel nur einmal pro Schicht) und weniger Nacharbeiten aufgrund von fehlerhaften Kontrollprobenmessungen.

Gesicherte Matrix-Kompatibilität

Das SPECTRO ARCOS mit seinen fortschrittlichen Plasmabetrachtungstechnologien und dem leistungsstarken Generator hält den unterschiedlichen Herausforderungen stand – egal ob es um schwierige Probenmatrices geht, um Proben mit hohen Matrixkonzentrationen oder um flüchtige Organik und damit schnell wechselnden Plasmalasten.

Die Analyse kann auch bei niedriger Verdünnung sicher durchgeführt werden, mit dem Ergebnis höherer Empfindlichkeit und niedriger LODs. Die schnellere Aufwärmphase des Systems steigert zudem die Produktivität. Eine zusätzliche Probenvorbereitung entfällt oder wird minimiert, ebenso wie das Risiko einer Probenkontamination.

Hohe Auflösung / großer optischer Bereich

Das einzigartige ORCA-Optiksystem ermöglicht je nach Ausführung eine simultane Spektrenerfassung im Wellenlängenbereich von 130 bis 770 nm mit einer bis zu 5-fach höheren Empfindlichkeit als herkömmliche Echelle-Systeme. Es liefert eine hohe, gleichmäßige Auflösung über einen weiten Spektralbereich und ist im UV/VUV-Bereich das leistungsfähigste System seiner Klasse.

Das SPECTRO ARCOS benötigt weniger Korrekturen bei linienreichen Matrices, was die Methodenentwicklung vereinfacht und die Richtigkeit der Analyse verbessert. Weniger Streulicht und Untergrundstrahlung bedeuten höhere Empfindlichkeit und niedrigere LODs. Außerdem beeinflussen intensive Matrixlinien benachbarte Spektrallinien in geringerem Umfang.



Hohe Empfindlichkeit

Das DSOI, ob als eigenständiges Modell oder als Teil eines MultiView-Modells, bietet eine bis zu doppelt so hohe Empfindlichkeit wie die einfache radiale Plasmabetrachtung – ein echter Vorteil für Aufgaben wie die Messung von Spurenkonzentrationen in Proben mit hohen Salzkonzentrationen. Es bietet die gleichen Vorteile wie die neuesten Dual-View-Konzepte mit vertikaler Fackel, ohne deren Nachteile.

Matrixeffekte und Maßnahmen wie Pufferung werden weitgehend eliminiert; zudem wird die Probenvorbereitung minimiert. Der hohe lineare Dynamikbereich aller SPECTRO ARCOS-Versionen ermöglicht eine perfekte Kalibrierung über einen größeren Konzentrationsbereich, was die Methodenentwicklung vereinfacht.

Hohe Präzision

Durch die vollsimultane Messung, die präzise Steuerung des Plasmas sowie der Probenzufuhr und optimierte Messparameter liefert das SPECTRO ARCOS höchste Präzision und Richtigkeit.

Die Prozessanforderungen lassen sich mit einer einzigen Analysetechnik erfüllen – ohne weitere Geräte oder zusätzlichen Aufwand.

Höchste Flexibilität

Die MultiView-Version des SPECTRO ARCOS bietet ein Höchstmaß an Flexibilität. Die Technik beinhaltet einfache radiale, beidseitig radiale sowie die axiale Plasmabetrachtung in einem einzigen Gerät. Zusammen mit der Fähigkeit zur Simultanmessung und dem weiten Wellenlängenbereich erfüllt jede Version des SPECTRO ARCOS sämtliche Analyseaufgaben im Rahmen der Prozesssteuerung bei der Produktion von Feinchemikalien bis hin zu Umweltüberwachungsaufgaben.

SCHLUSSFOLGERUNG

Die spezialisierte Arbeit der Hersteller von Feinchemikalien erfordert ein Analysegerät mit einer breiten Palette von Fähigkeiten. Die Analyse anspruchsvoller Formulierungen mit sehr unterschiedlichen Anforderungen wird am besten einem Gerät anvertraut, das sich durch hohe Stabilität und Empfindlichkeit, optische Überlegenheit, Matrixkompatibilität, zuverlässige Präzision und unübertroffene Flexibilität auszeichnet.

→ KONTAKT AUFNEHMEN

→ ANGEBOT ANFORDERN

→ DEMO ANFORDERN

→ RESSOURCEN

www.spectro.com

DEUTSCHLAND

SPECTRO Analytical Instruments GmbH
Boschstrasse 10
D-47533 Kleve
Tel. +49.2821.892.0
spectro.sales@ametek.com

U.S.A.

SPECTRO Analytical Instruments Inc.
50 Fordham Rd
Wilmington 01887, MA
Tel. +1 800 548 5809
+1 201 642 3000
spectro-usa.sales@ametek.com

CHINA

AMETEK Commercial
Enterprise (Shanghai) CO., LTD.
Part A1, A4 2nd Floor Building No. 1 Plot Section
No. 526 Fute 3rd Road East; Pilot Free Trade Zone
200131 Shanghai
Tel. +86.400.022.7699
spectro-china.sales@ametek.com

Niederlassungen:

► **FRANKREICH:** Tel. +33.1.3068.8970, spectro-france.sales@ametek.com ► **GROSSBRITANNIEN:** Tel. +44.1162.462.950, spectro-uk.sales@ametek.com
► **INDIEN:** Tel. +91.22.6196.8200, sales.spectroindia@ametek.com ► **ITALIEN:** Tel. +39.02.94693.1, spectro-italy.sales@ametek.com
► **JAPAN:** Tel. +81.3.6809.2405, spectro-japan.info@ametek.co.jp ► **SÜDAFRIKA:** Tel. +27.11.979.4241, spectro-za.sales@ametek.com

SPECTRO ist weltweit tätig und in mehr als 50 Ländern vertreten. SPECTRO in Ihrer Nähe finden Sie unter www.spectro.com/worldwide

© 2022 AMETEK Inc., alle Rechte vorbehalten, technische Änderungen vorbehalten • B-22, Rev. 0 • Photos: SPECTRO, Adobe Stock
Registered trademarks of SPECTRO Analytical Instruments GmbH •  SPECTRO: USA (3,645,267); EU (005673694); "SPECTRO": EU (009693763);
SPECTRO ARCOS: USA (3,451,924); EU (005326566); Japan (5085474); China (5931712)