

Flüssiginjektionen  
SolidPhaseMicroExtraction (SPME)  
Headspace-Techniken

Adsorbensröhrchen

Pyrolyse

SBSE / Twister®

Thermoextraktion  
flüssiger und  
fester Proben

LÖSUNGEN FÜR DIE THERMODESORPTION

## UMFASSEND UND FLEXIBEL ANALYSIEREN

In vielen Anwendungsbereichen kommt es in zentralen Fragen auf eine sehr genaue, hochempfindliche Bestimmung sowohl bekannter als auch unbekannter, mehr oder weniger flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) an – idealerweise verlust- und zerstörungsfrei sowie ohne den Einsatz toxischer Lösungsmittel. Hier bietet sich die Thermodesorption als das Mittel der Wahl an. GERSTEL ist ein weltweit führender Systemanbieter.

### REFERENZ

- [1] G. Deußing, Eiskalte Analytik, GERSTEL Aktuell 51 (2016) 14, <http://bit.ly/2vtnS9e>

Die sichere und zuverlässige Analyse flüchtiger organischer Verbindungen, sogenannter Volatile Organic Compounds (VOC), stellt eine mehr oder weniger große Herausforderung dar. Das betrifft den Schadstoffnachweis in der Luft sowohl im Innenraum als auch in der Umwelt ebenso wie die Untersuchung von Materialemissionen und -migrationen, die Identifizierung von Duftstoffen und Geruchsverursachern oder den Nachweis möglicher Krankheitsindikatoren in der Ausatemluft. Einerseits geht es darum, die technischen Voraussetzungen zu schaffen, die es erlauben, eine große Bandbreite potenziell flüchtiger Stoffe zu bestimmen, angefangen bei sehr leicht- (VVOCs) bis sehr schwerflüchtigen (SVOCs) Verbindungen. Andererseits geht es auch darum, möglichst niedrige Nachweisgren-

zen sicher und zuverlässig zu erreichen. Diese Anforderungen zu erfüllen mag angesichts wohlbekannter Analyten, deren Bestimmung in nationalen und internationalen Standardmethoden und Normen definiert ist, vergleichsweise einfach sein. Die analytische Laborpraxis kennt jedoch auch den umgekehrten Fall: Nicht selten tragen Untersuchungen das Merkmal einer nicht-zielgerichteten (non-target) Vorgehensweise, das heißt die Messung erfolgt unter der Prämisse, relevante, wohl aber unbekannte Stoffe aufzuspüren und nach Art und Menge genau zu bestimmen. Non-Target-Analysen bedeuten für einen Anwender stets, Neuland zu betreten. Wurde die Pionierarbeit erfolgreich geleistet, lassen sich einfachere oder standardisierte Methoden entwickeln und in der Routineanalytik etablieren.

Text: Guido Deußing; Fotos: GERSTEL

Der Erfolg einer nicht-zielgerichteten Analyse hängt von der eingesetzten Analysetechnik ab. Die verwendeten Geräte und Systeme sollten sich idealerweise flexibel den Anforderungen des Tages anpassen lassen und derart ausgestattet sein, dass sich mit ihnen ein möglichst umfangreiches Spektrum an Verbindungen frei von Diskriminierungen, Kontaminationen und Substanzverlust auch in niedrigsten Konzentrationen bestimmen lässt.

Wünschenswerterweise lässt sich die Technik einfach und anwenderfreundlich bedienen. Bezogen auf die Analyse von VOC hat sich die Thermodesorption (TD) im Vorfeld der Gaschromatographie – nicht selten in Verbindung mit der Massenspektrometrie – als Werkzeug der Wahl herausgestellt.

GERSTEL setzt mit seinen Geräten und Systemen für die lösungsmittelfreie und damit umweltschonende Thermodesorption seit mehr als 25 Jahren weltweit Maßstäbe.

## Fokus auf die Technik

Blicken wir auf die technischen Details thermischer Desorptionsinstrumente. Sie bestehen im Wesentlichen aus drei Kernkomponenten: einem Konzentrator, einem thermischen Desorber sowie einem Autosampler. Das Herzstück eines jeden GERSTEL-Thermodesorbers ist seit jeher das KaltAufgabeSystem (KAS), mit dem sich Analyten leistungsstark und diskriminierungsfrei aufkonzentrieren lassen. Entwickelt wurde das KAS ursprünglich für die Injektion großvolumiger Lösungsmittel und Probenextrakte. Heute stellt das KAS eine einfache Probenfalle dar, deren Funktionsprinzip, also das Einfangen und Konzentrieren von Analyten, auf niedrigen Temperaturen basiert und nicht notwendigerweise auf dem Einsatz eines Sorptionsmittels.

Die Cryofokussierung eignet sich bestens für die Bestimmung unbekannter flüchtiger Verbindungen: Die Kühlfalle erlaubt die Einstellung tiefer Minustemperaturen, wodurch es möglich ist, alle gasförmigen Stoffe durch Kondensation dem Gasstrom zu entziehen. Das KAS dient somit als Probenfalle für die GERSTEL-Thermodesorption, erweist sich aber auch für Flüssiginjektionen als wertvoll, etwa bei der Validierung von TD-Methoden oder im Zuge der Problemlösung.

## Das KAS 4 als ideale Kühlfalle

Ein schlankes Design sowie ein kurzer, von Ventilen freier Probenweg minimiert das Risiko von Verschleppungen und Substanzverlust. Die Möglichkeit einer programmierbaren, temperaturabhängigen Fokussierung der Analyten erlaubt eine einfache Handhabung des Geräts. Wird das KAS mit flüssigem Stickstoff gekühlt, lassen sich minus 180 °C erreichen, die Koh-

lendioxid-Kühloption erreicht Werte um die minus 70 °C. Das heißt, sämtliche potenziell interessanten Verbindungen werden kondensiert und fokussiert und können anschließend temperaturprogrammiert auf die Trennsäule ins GC-System überführt werden. Das KAS muss nicht für verschiedene Stoffgruppen gesondert konfiguriert werden, eine Falle reicht für alle Fälle: Der Vollständigkeit halber: Die kühlmittelfreie Kryostatenkühlung erlaubt Temperaturen bis minus 40 °C, die Peltier-Kühlung reicht bis plus 10 °C; eine moderate Temperatur, die geeignet ist zum Trappen von Hochsiedern. [1]

## Drei Thermodesorber zur Auswahl

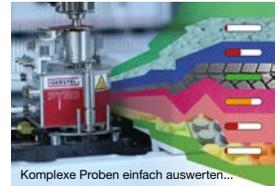
Das KAS lässt sich mit drei unterschiedlichen GERSTEL-Thermodesorbern kombinieren: ThermalDesorptionSystem (TDS 3), ThermalDesorptionUnit (TDU 2) und Thermodesorber 3.5\* (TD 3.5\*).

Der Probeneintrag erfolgt in der Regel durch Einsatz von mit Sorbens beladenen Röhrchen aus Glas oder Metall. Um den Anforderungen der jeweiligen Anwendungsfelder gerecht zu werden, unterstützen die TD-Systeme von GERSTEL die drei weltweit am häufigsten verwendeten Röhrchengrößen, und zwar die Längen 2,4 Zoll (60 mm), 3,5 Zoll (89 mm) und 7 Zoll (179 mm). Das passende Gerät lässt sich in Abhängigkeit vom Anforderungsprofil auswählen. Hierzu folgende Empfehlung:

2,4-Zoll-TDU-Röhrchen eignen sich besonders gut für die Twister- oder Dünnschicht-SPME-Desorption. 3,5-Zoll-Röhrchen (vorgesehen für den Einsatz im TD 3.5\*) erlauben die Aufnahme einer signifikant größeren Sorbensmenge und besitzen damit eine höhere Beladungskapazität; sie werden häufig für Luftmessungen im Innen- und Außenbereich verwendet oder für die Bestimmung sehr flüchtiger Stoffe mittels der Dynamischen Headspace-Technik (DHS).

Weil es von Anwendung zu Anwendung oftmals viele Überschneidungen gibt, ist die Größe des TD-Rohres am Ende immer eine Frage der Aufgabenstellung. Unabhängig von der Rohrgröße weisen alle GERSTEL-Thermodesorber drei wichtige Merkmale auf. Sie verfügen über 1. eine schnelle, aber wohl zu dosierende Rohrheizung, 2. einen einfachen Probendurchlass, frei von Ventilen und Transferleitungen zwischen TD-System und KAS sowie 3. die Möglichkeit, schnell und einfach demontiert und umgerüstet zu werden, um zum Beispiel Flüssigkeitsinjektionen durchzuführen, Methoden zu validieren oder zu Wartungszwecken.

Die schnelle Demontage ermöglicht eine rasche Wiederherstellung der Analysebereitschaft auch nach dem Durchsatz stark matrixhaltiger oder „heißer“ Proben. Sämtliche TD-Systeme von GERSTEL lassen sich vollständig automatisiert betreiben.



Komplexe Proben einfach auswerten...

**Sie wollen sich die Auswertung Ihrer Pyrolyse-GC/MS-Daten erleichtern?**

**Möglichst wird's mit der ChromIdent-Software mit angeschlossener Datenbank. Sichern Sie sich jetzt unseren Einführungsrabatt. Wie? Ganz einfach eine E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de).**



Zeit für den Wechsel!

...zu einem neuen TD-System

**Sind Sie in Wechselstimmung?**

**Wir nehmen Ihre TDU und Ihren MPS bei einem Upgrade in Zahlung. Interessiert, mehr zu erfahren? Kurze E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de). Wir melden uns umgehend bei Ihnen.**



Das TDS 3 verfügt über einen eigenen, passgenauen Autosampler (GERSTEL-TDS A); die TDU 2 und der TD 3.5+ werden mit Autosamplern der GERSTEL-MPS-robotic-Serie kombiniert.

Für TD-Anwendungen verfügbar ist auch eine spezielle TD-Version des MPS (siehe Seite 21). Beide Systeme, also die TDU 2 und der TD 3.5+, lassen sich auf einer Plattform mit mehr als 20 Techniken zur Einführung analytischer Proben skalieren, von der Flüssigkeitsinjektion über die Headspace-Injektion bis hin zur Dynamischen Headspace und Pyrolyse.

Für Anwender, für die Non-Target-Analysen die Herausforderungen des Tages darstellen, sind die TD-Lösungen von GERSTEL eine große Unterstützung. Die leistungsstarken TD-Plattformen maximieren den

Einsatz und den Nutzen leistungsstarker Massenspektrometer wie TOF-MS.

**Fazit:** Die TD-Lösungen von GERSTEL unterstützen Sie dabei, insbesondere auch anspruchsvollste, nicht zielgerichtete Analysen (einschließlich zu erwartender Matrixprobleme) erfolgreich und effizient zu bewältigen. Einfachheit und Robustheit des jeweiligen TD-Systems wie auch der gesamten TD-Plattform ermöglichen die routinemäßige Quantifizierung einer großen Bandbreite an VOCs – unabhängig von der jeweiligen Schwierigkeitsstufe.

Ob es darum geht, wenige Parameter in der Luft zu bestimmen oder das vollständige Aromaprofil einer Avocado zu entschlüsseln, die TD-Technologie von GERSTEL führt zum Erfolg!

## GERSTEL CHROMIDENT® PYRO EDITION DURCHBLICK DURCH KOMPLEXE PROBEN

GERSTEL hat sein Produktportfolio um eine Software-Lösung erweitert, die es ermöglicht, auf effiziente Weise unbekannte, komplex aufgebaute Proben durch intelligenten Vergleich mit Bibliotheksdaten aufzuklären, und zwar auch dann mit hoher Erfolgswahrscheinlichkeit, wenn lediglich Teilmengen einer komplexeren Mischung in der Datenbank hinterlegt sind.

Wenn es um die gaschromatographische Untersuchung von Substanzmischungen geht, kann sich der Abgleich der Analysedaten mit den in der NIST oder einer vergleichbaren Referenzdatenbank hinterlegten Informationen als zielführend erweisen. Ergebnis einer solchen Untersuchung ist in erster Linie die Erkenntnis über die in der Probe vorhandenen Einzelsubstanzen, nicht aber über die Identität der Gesamtprobe. Dafür benötigt der Anwender einen innovativeren Lösungsansatz, insbesondere, wenn schnelle und sichere Antworten benötigt werden. Einen solchen Lösungsansatz hat GERSTEL mit der „ChromIdent Pyro Edition“

unter Berücksichtigung Gerätehersteller unabhängiger MS-Daten, zu vergleichen und Übereinstimmungen schnell und zuverlässig nach verschiedenen Methoden zu ermitteln. Zusammen mit der von GERSTEL erstellten PYRO-Datenbank für die Pyrolyse-GC/MS lassen sich Pyrogramme von Polymeren, Copolymeren und Biopolymeren sicher zuordnen, und zwar nicht durch Abgleich der Analysedaten mit den hinterlegten Referenzdaten der Probe, sondern bereits anhand der einzelnen Signale, die sich den in der Probe enthaltenen komplexen Komponenten einem spezifischen Marker gleich zuordnen lassen. Die Software erlaubt bei der Auswertung unterschiedliche Operationen, die das Auffinden und die kontextbezogene Zuordnung der Verbindung ermöglicht. Mehrfachmessungen werden berücksichtigt (sind in der Datenbank für viele Polymere vorhanden) und Anwendermessungen können hinzugefügt werden (was einem Zugewinn an Zuverlässigkeit bei der Zuordnung gleichkommt). Dank farblicher Hervorhebungen sind Übereinstimmungen auf den ersten Blick sichtbar, und bei Bedarf lassen sich für jeden einzelnen Peak weitere, in der Datenbank hinterlegte Informationen einblenden.

**Fazit:** Die „GERSTEL ChromIdent Pyro Edition“ ist ein Werkzeug, das sich dank der einfachen Erweiterung der Datenbank mit eigenen Chromatogrammen schnell allen individuellen Anforderungen anpassen lässt und die nicht zuletzt bei der Identifizierung zum Beispiel von Mikroplastikpartikeln in Umweltproben (s. Seite 10) wertvolle Dienste leistet.

Matching-Ergebnisse für eine Polystyrol-Probe (PS) gegen die GERSTEL-Pyro-Datenbank. Oben links: Spiegel-Overlay von Probe und Referenz aus der Datenbank. Unten links: Punktuelle Übereinstimmung der PS-Probe mit den Datenbankeinträgen PS und SBR. Unten rechts: Weitere Match-Infos von jedem einzelnen Peak der PS-Probe. Oben rechts: Darstellung eines Spiegel-Overlays des Massenspektrums des ausgewählten PS-Proben-Peaks mit dem Massenspektrum eines Peaks der Datenbank.

