

Neues Kalibrierverfahren für die Thermodesorption

Schnell und einfach aufs Maß gebracht

Um Verunreinigungen der Innen- und Außenraumluft durch organische Verbindungen zu bestimmen, bedarf es geeigneter Probenahme- und Messverfahren. Die Anreicherung auf thermodesorbierbaren Sorbentien ist weit verbreitet. Diese Methode bietet im Vergleich zur Fest-Flüssig-Extraktion den Vorteil, dass sich die gesamte Probe zur GC-Analyse auf einmal injizieren läßt, mit dem Resultat niedriger Nachweisgrenzen; abgesehen davon bedarf es keiner toxischen Lösungsmittel.

Besondere Bedeutung hat die Kalibrierung des Messverfahrens. In Zusammenarbeit mit Reinhard Keller, Abteilungsleiter am Institut für Medizinische Mikrobiologie und Hygiene der Medizinischen Universität Lübeck, hat GERSTEL eine Kalibriereinheit zur Aufnahme von sechs TDS-Röhrchen konstruiert, welche diesen Schritt schneller und einfacher gestaltet.

Mittels einer Rändelmutter können die TDS-Röhrchen über einen Teflonkonus an der Unterseite der Einheit fixiert werden; an der Oberseite befinden sich sechs septumfreie Aufgabeköpfe (SFK) zur kontaminationsfreien Aufgabe der Kalibrierlösung. Die gesamte Einheit wird mit Trägergas durchspült, der Volumenstrom jedes Kanals läßt sich separat regeln.

Die vorkonditionierten TDS-Röhrchen wurden in die Kalibriereinheit gespannt. Als Analyten setzte Keller bei seinen Versuchen Substanzen ein, die einerseits in der VDI 4300 Bl. 6 zur Ermittlung des Gesamtgehaltes der flüchtigen organischen Verbindungen aufgeführt sind, andererseits einen relativ breiten Siedebereich umspannen (66 – 287°C). Für die zu untersuchenden Konzentrationen wurden 10 ng bis 2000 ng absolut ausgewählt, da so alle in Innenräumen auftretenden problematischen Konzentrationen Berücksichtigung fanden. Die Analyten wurden in Methanol gelöst und zu je 1 µl zur Aufgabe auf das Tenax®TA im Trägerstrom in die Glaswolle dotiert; so gelangen die Substanzen vollständig auf das Tenax.

Die Vorteile des von Keller entwickelten Verfahrens gegenüber herkömmlichen Methoden liegen auf der Hand: geringerer instrumenteller und zeitlicher Aufwand, einfache Handhabung und in der Laborroutine einsetzbar. Damit existiert eine Methode, die eine Alternative bietet zu etablierten Verfahren, wie dem Einsatz von Prüfgasen.

Hinweis: Die Kalibriereinheit ist auf der Analytica zu sehen.

Der GERSTEL-Twister™ im Praxistest

Abwasseranalyse leicht gemacht

In den Abwasserbehältern zweier gleich produzierender Anlagen wurde ein unterschiedlicher TOC-Gehalt festgestellt, obwohl die Gehalte am Eingang zu den Behältern nahezu identisch waren. Bei der Fehlersuche bewährte sich der GERSTEL-Twister als probates Mittel, um die Inhaltsstoffe nach Thermodesorption, gaschromatographischer Auftrennung und massenselektiver Dektektion schnell und mit geringem Aufwand zu identifizieren.



Ein Produkt wird in einem nordrhein-westfälischen Chemie-Unternehmen in zwei unterschiedlichen Anlagen mittels eines oxidativen Verfahrens hergestellt; anfallendes Abwasser wird in zwei unterschiedliche Behälter geleitet. Obwohl es sich um gleiche Produkte und Produktionsbedingungen handelte,

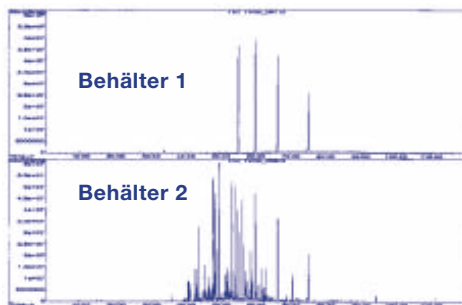


Abbildung 1

TOC-Gehalte der Abwasserbehälter

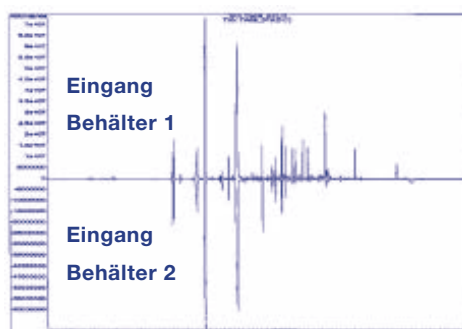


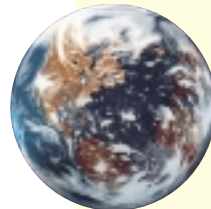
Abbildung 2

TOC-Gehalte der Abwässer in den Zuleitungen

wiesen die Abwässer verschiedene TOC-Gehalte auf (Abbildung 1); Behälter 2 zeigte deutlich höhere Werte als Behälter 1. Um die Ursachenquelle schnell identifizieren zu können, bedurfte es einer Analysenmethode, die qualitative Aussagen über die Inhaltsstoffe lieferte; der TOC-Gehalt alleine genügte nicht.

Messmethode

Der GERSTEL-Twister wurde direkt in jeweils 20 ml der in den Zuläufen und Abwasserbehältern genommenen Proben gegeben und jeweils 30 min lang gerührt. Dabei wurden die Inhaltsstoffe in seinem Mantel aus Polydimethylsiloxan (PDMS) sorbiert. Anschließend erfolgte die Messung nach unmittelbarer Thermodesorption



**ICB präsentiert
GERSTEL auf der
Achema 2000**

Weltneuheit durch Innovation

■ Bei der Entwicklung innovativer und marktfähiger Produkte kann der Know-how-Transfer zwischen Industrie und Forschungseinrichtung oftmals der Schlüssel zu zukunftsweisenden Technologien sein. Bestes Beispiel ist die Kooperation von GERSTEL mit dem Institut für Chemo- und Biosensorik (ICB) in Münster bei der Entwicklung des TOPAS-Systems: einem Passivsammler auf Tenax-Basis in Plakettenform, gekoppelt mit der Thermodesorption als direkte Überführung zur GC-Analyse (siehe Seite 3).

Während TOPAS das Versuchsstadium verlassen hat und sich in einer groß angelegten Studie im Praxistest befindet, macht eine neue Innovation der GERSTEL-Kooperation mit dem ICB von sich reden: der Automated Speciation Analyser (ASA), ein neuartiges Analysegerät, das dank spezieller Säulentechnik und einem elementselektiven Detektor ohne teure Optik eine sehr viel schnellere GC-Analytik ermöglicht, als es herkömmliche Systeme bislang erlauben. Ralf Bremer, Technischer Geschäftsführer von GERSTEL: »Der ASA ist so konzipiert, dass er unter anderem hoch toxische metallorganische Verbindungen erstmals gleichzeitig schnell, sicher, empfindlich und überaus kostengünstig detektiert.«

Diese Attribute unter einen Hut zu bringen, war eine analytische Herausforderung. »Der technische und zeitliche Aufwand war enorm«, wie Dr. Wolfgang Buscher, Analytiker am ICB, sagt. Mit dem ASA lassen sich beispielsweise organische Quecksilberverbindungen mehr als fünfmal schneller nachweisen, als mit herkömmlichen Methoden. Die Nachweisgrenze liegt bei zwei Pikogramm absolut. Vielversprechende Aussichten, zeigt sich der Analytiker überzeugt. Den Prototypen des ASA präsentieren das ICB und GERSTEL auf dem ICB-Stand der Achema 2000 in Frankfurt, Halle 5.1, Stand H 33. Weitere Informationen: ICB Münster, Eike Kleine-Benne, E-Mail: benne@uni-muenster.de.

vom Twister im GERSTEL-TDS 2 in Kombination mit dem GERSTEL-KAS 4, einem Agilent GC 6890 und einer GERSTEL-MCS-Säulenschaltung (Säule 1: 60 m RTX-1, ID 0,32 mm, FD 1,5 µm; Säule 2: 90 m Agilent-VOC, ID 0,32, FD 1,0 µm) und massenselektiver Detektion (Agilent MSD 5973).

Auswertung

Während die Chromatogramme der Proben aus den Zuleitungen 1 und 2 nahezu identisch waren (Abbildung 2), wiesen die der Behälterproben deutliche Unterschiede auf (Abbildung 1). Die Fehlerquelle musste also im Abwassertank zu finden sein. Da nunmehr dank des Twisters und des MSD eine Qualifizierung der Komponenten vorgenommen werden konnte, ließen sich anhand vorhandener Rohrleitungspläne mögliche Urheber der zusätzlichen Verunreinigung feststellen. Das heißt, es musste zumindest noch eine weitere Zuleitung in Behälter 2 existieren. Diese konnte ausfindig gemacht, eine Probe gezogen und mit den vorliegenden Ergebnissen verglichen werden. Als die gefundenen Komponenten Behälter 1 zugesetzt wurden, zeigte sich im Chromatogramm das gleiche Bild wie bei der Analyse der Probe aus Behälter 2 (Abbildungen 3 und 4). Der Verursacher der zusätzlichen Abwasserbelastung konnte im Anschluss daran ausfindig gemacht werden.

Fazit

Mit Hilfe des GERSTEL-Twister gelang es, ein Verfahren zu installieren, das im Vergleich zur herkömmlichen Probenvorbereitung für die GC-Analyse den Nachweis einer organischen Abwasserfracht sehr viel schneller, preisgünstiger und unter Beibehaltung der gleichen Messempfindlichkeit erlaubt. Vorteile der Twister-Anwendung: Die Kosten lagen nur bei einem Drittel der bislang üblichen Kosten, die Analysedauer ließ sich nach Optimierung auf ein Viertel der vorher notwendigen Zeit reduzieren. Nach Identifizierung mit einem massenselektiven Detektor (MSD) kann die Quantifizierung mit einem Flammenionisations-Detektor (FID) erfolgen. Diese Möglichkeit wird derzeit geprüft.

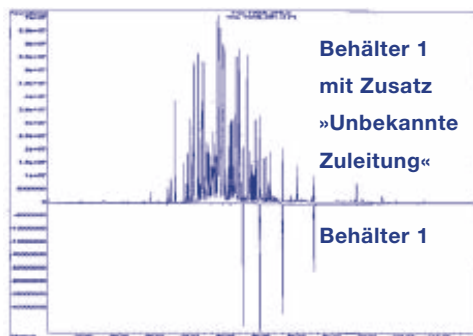


Abbildung 3

Abwasserfracht in Behälter 1 ohne und mit Zusatz der in Behälter 2 gefundenen Komponenten

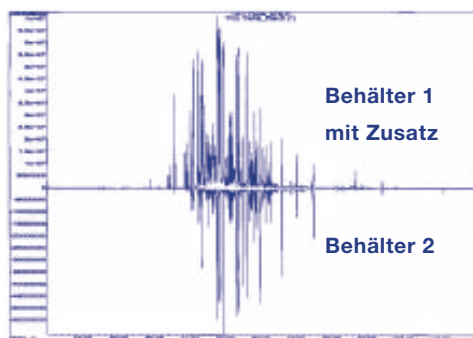


Abbildung 4

Gegenüberstellung der Abwasserfracht aus Behälter 2 und Behälter 1 mit Zusatz

Analytische Bedingungen

■ Twister für 30 min direkt in 20 ml Probe gegeben

■ TDS:
Starttemperatur: 5 °C
Heizrate: 60 °C/min
Endtemperatur: 240 °C
Endhaltezeit: 5 min

Purge Flow 100ml/min

■ KAS 4:
Glasverdampferrohr mit TENAX
Splitlos-Modus
Starttemperatur: – 100 °C
Heizrate: 12 °C / s
Endtemperatur: 240 °C
Endhaltezeit: 20 min