

SPDE Extraction Cooler



Sowohl die SPDE wie auch die SPME stellen beide lösemittelfreie Extraktionsverfahren dar, welche sich u.a. durch den Vorteil der vollständig automatisierten Arbeitsschritte „Extraktion“ und „Desorption“ seit vielen Jahren im Routinebetrieb durchgesetzt haben.

Beide Techniken eignen sich zur Extraktion von flüchtigen und halbflüchtigen Substanzen, sowohl aus dem Dampfraum wie auch direkt aus der flüssigen Phase der Probe.

Die SPDE-Technik bietet darüber hinaus die einzigartige Möglichkeit die Nadel der SPDE-Spritze zu kühlen (bis -25°C) und ermöglicht damit die Extraktion auch sehr leichtflüchtiger, nur schwer oder gar nicht per SPME zu erfassender Analyte, wie z.B. Vinylchlorid, Chlorethan, MTBE etc.

Um die Peakform, speziell bei den o.g. extrem flüchtigen Komponenten zu verbessern, empfiehlt sich das Verfahren der Kryofokussierung mit einer „Cold Trap“ (Kühlfalle), welche im Rahmen dieses analytischen Vergleichs sowohl bei der SPDE als auch bei der SPME ihren Einsatz fand. Das Ergebnis sind schmale Banden („Peaks“) gerade im vorderen Bereich des chromatographischen Laufs.

Die folgenden Bilder zeigen extrahierte Ionenspuren ausgewählter Substanzen, welche im Rahmen der LHKW-Analytik (VOC analysis according to EPA 524) Bestandteile des Untersuchungskatalogs sind und quantifiziert werden müssen.



Um das unterschiedliche Extraktionsvermögen und den durch Einsatz des SPDE Extraction Coolers erzielten Empfindlichkeitsgewinn besser darzustellen, wurden jeweils Ionenspuren der verschiedenen Techniken, namentlich Headspace, SPDE und SPDE mit Extraction Cooler (SPDE EC) übereinander gelegt.

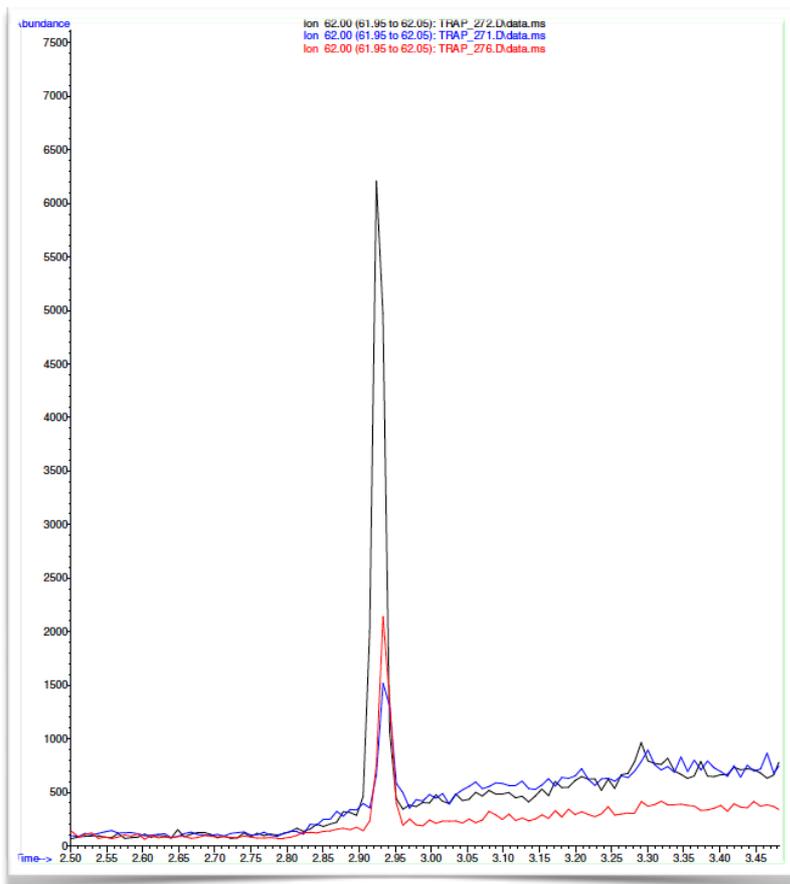


Bild 1: Vergleich HS (rot),
SPDE (blau), SPDE EC
(schwarz), Vinylchlorid,
extrahiertes Ion m/z 62

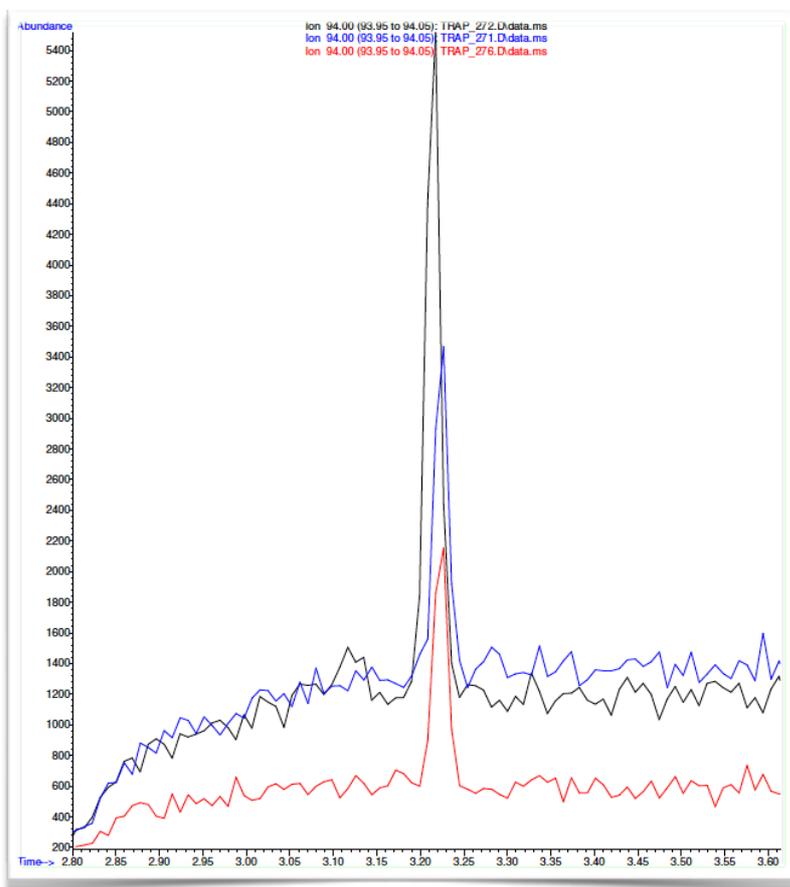


Bild 2: Vergleich HS (rot),
SPDE (blau), SPDE EC
(schwarz), Brommethan,
Extrahiertes Ion m/z 94

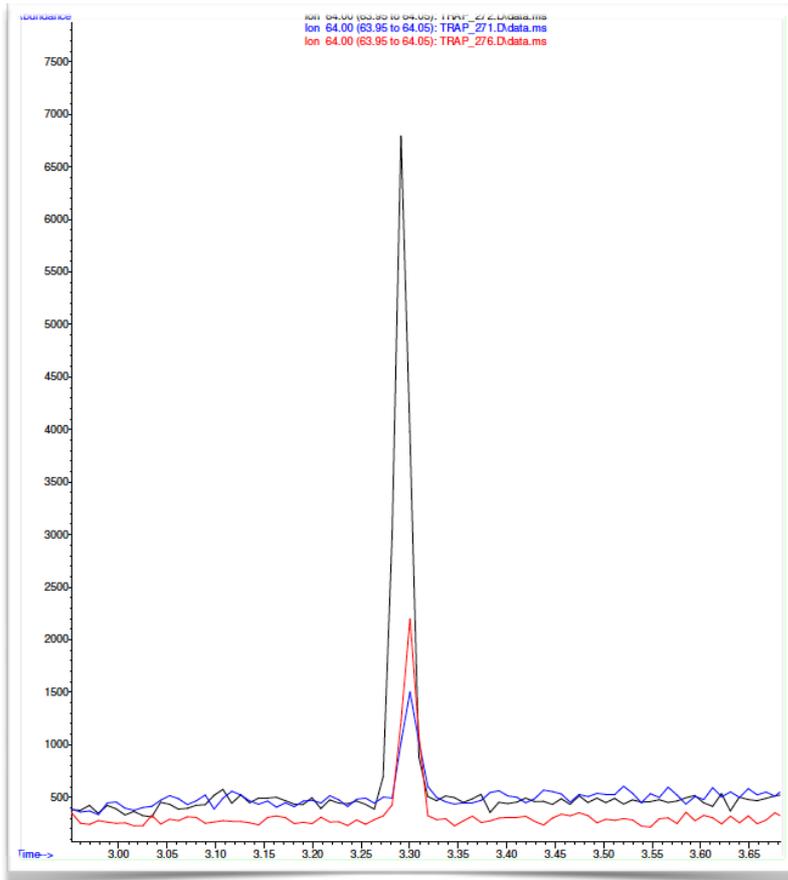


Bild 3: Vergleich HS (rot),
SPDE (blau), SPDE EC
(schwarz), Chlorethan,
extrahiertes Ion m/z 64

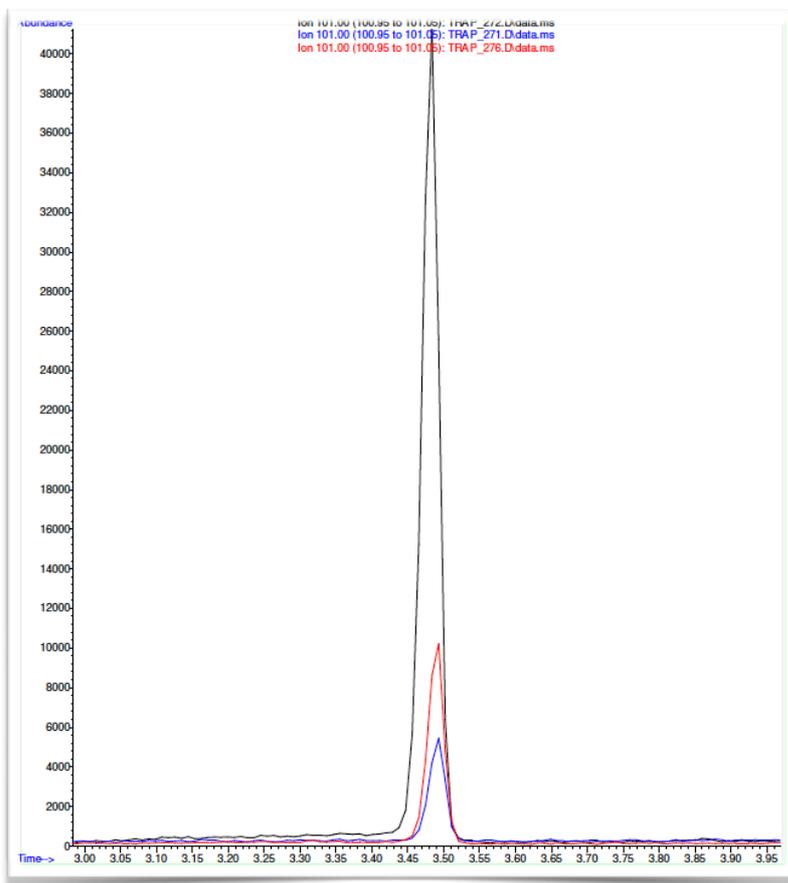


Bild 4: Vergleich HS (rot),
SPDE (blau), SPDE
EC (schwarz),
Trichlorfluormethan,
extrahiertes Ion m/z 101

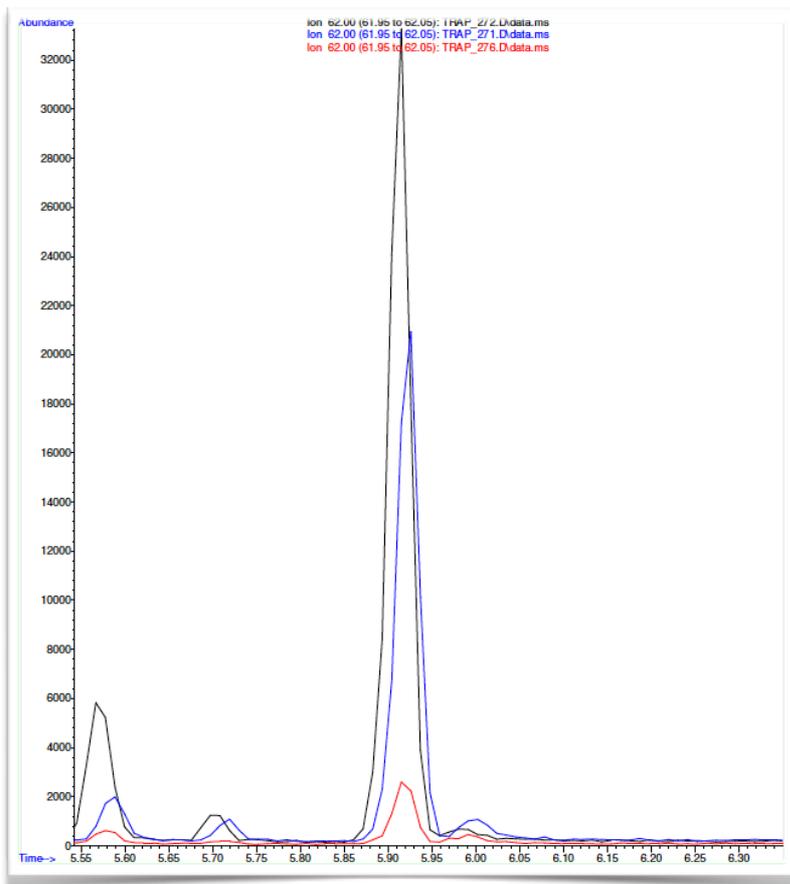


Bild 5: Vergleich HS (rot),
SPDE (blau), SPDE EC
(schwarz),
1,2-Dichlorethan,
extrahiertes Ion m/z 62

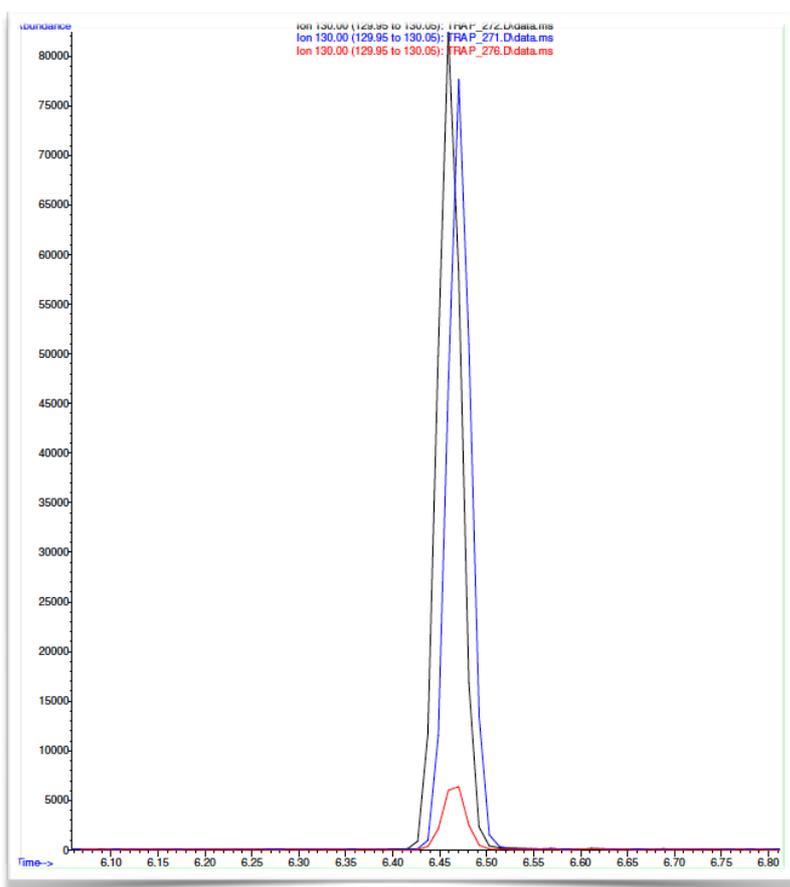


Bild 6: Vergleich HS (rot),
SPDE (blau), SPDE EC
(schwarz), Trichlorethen,
extrahiertes Ion m/z 130

Es wird deutlich, dass gerade im Bereich der sehr flüchtigen, niedrig siedenden Komponenten die SPDE-Technik in Kombination mit dem SPDE Extraction Cooler deutliche Vorteile hinsichtlich des Extraktionsvermögens aufweist. Einige Substanzen sind ausschliesslich mit der SPDE-Technik und zusätzlich gekühlter SPDE-Nadel zu erfassen!

