SINGLE MAGNET MIXER

Reproduzierbarkeit bei wiederholter SPME-Extraktion

Wiederholte Festphasenmikroextraktion von BTEX aus Wasser mit einer PDMS-Faser

ERGEBNIS

Nach Korrektur der erwarteten Konzentrationsabnahme liegen die relativen Standardabweichungen der untersuchten Komponenten zwischen 0,75 und 1,12 Prozent.

Ziel und Funktionsprinzip

Der Single Magnet Mixer wurde hinsichtlich seiner Reproduzierbarkeit bei Anwendungen der Festphasenmikroextraktion (SPME) untersucht. Das System stellt das Gleichgewicht durch Rühren statt durch Schütteln her. Dadurch wird die Faser am Träger geschont. Besonders die zwei Zentimeter lange Faser kann leicht abbrechen, wenn sie in eine zuvor geschüttelte Flüssigkeit eintaucht.

Auch die Nadel wird weniger mechanisch belastet. Bei herkömmlicher Beanspruchung können nach etwa 60 bis 80 Injektionen Ermüdungserscheinungen auftreten. Der Single Magnet Mixer kann daher die mechanische Lebensdauer der Fasern erhöhen. Dies ist insbesondere bei Polydimethylsiloxan-Fasern (PDMS) interessant, deren Sorbens grundsätzlich eine hohe Lebensdauer besitzt.

Geräte und Materialien

- Agilent GC 6890 mit Split/Splitless-Injektor, Flammenionisationsdetektor und HP5-Säule (0,32 mm × 30 m)
- CTC Combi PAL mit Single Magnet Mixer
- 100-µm-PDMS-Faser, 20-ml-Probengefäße, Metallkappen, gereinigtes Wasser, vorgestanzte Septen und SPME-Liner
- BTEX-Standard mit 2.000 ppm: Benzol, Ethylbenzol, Toluol sowie o-, m- und p-Xylol

Versuchsparameter

Combi-PAL-Parameter	GC-Parameter
Vorinkubation: 20 min	Splitless-Injektion: 1,2 min
Inkubation: 50 °C	Fluss nach 1,2 min: 35,5 ml/min
SMM: 750 U/min; 60 s ein, 2 s aus	Konstanter Fluss: 1,8 ml/min
Eindringtiefe ins Probengefäß: 22 mm	Ofen: 40 °C für 3 min
Extraktion: 15 min	8 °C/min auf 80 °C; 0 min halten
Eindringtiefe Injektor: 54 mm	30 °C/min auf 200 °C; 3 min halten
Desorption: 5 min	Flammenionisationsdetektor: 250 °C
Eindringtiefe Nadel: 30 mm	Wasserstoff: 33,0 ml/min; Sauerstoff: 380 ml/min

Probenvorbereitung und Durchführung

Ein Probengefäß wurde so mit gereinigtem Wasser gefüllt, dass über der Flüssigkeit nur 3 bis 5 mm Gasraum verblieben. Anschließend wurden 10 µl des BTEX-Standards mit 2.000 ppm zugesetzt. Das Gefäß wurde mit einem blauen Butylkautschuk-Septum mit natürlicher Teflonbeschichtung und einer für den magnetischen Transport geeigneten Metallkappe verschlossen. Aus demselben Gefäß wurden mehrere Extraktionen durchgeführt. Mit jeder Injektion sank die Probenkonzentration um den Anteil, der sich in der Faser einstellte.

CHROMATOGRAMM

BTEX in Wasser

Das Chromatogramm zeigt die Trennung von Benzol, Ethylbenzol, Toluol sowie den Xylolen. Die im Originalbild eingebetteten englischen Signalnamen werden unter der Abbildung erläutert.

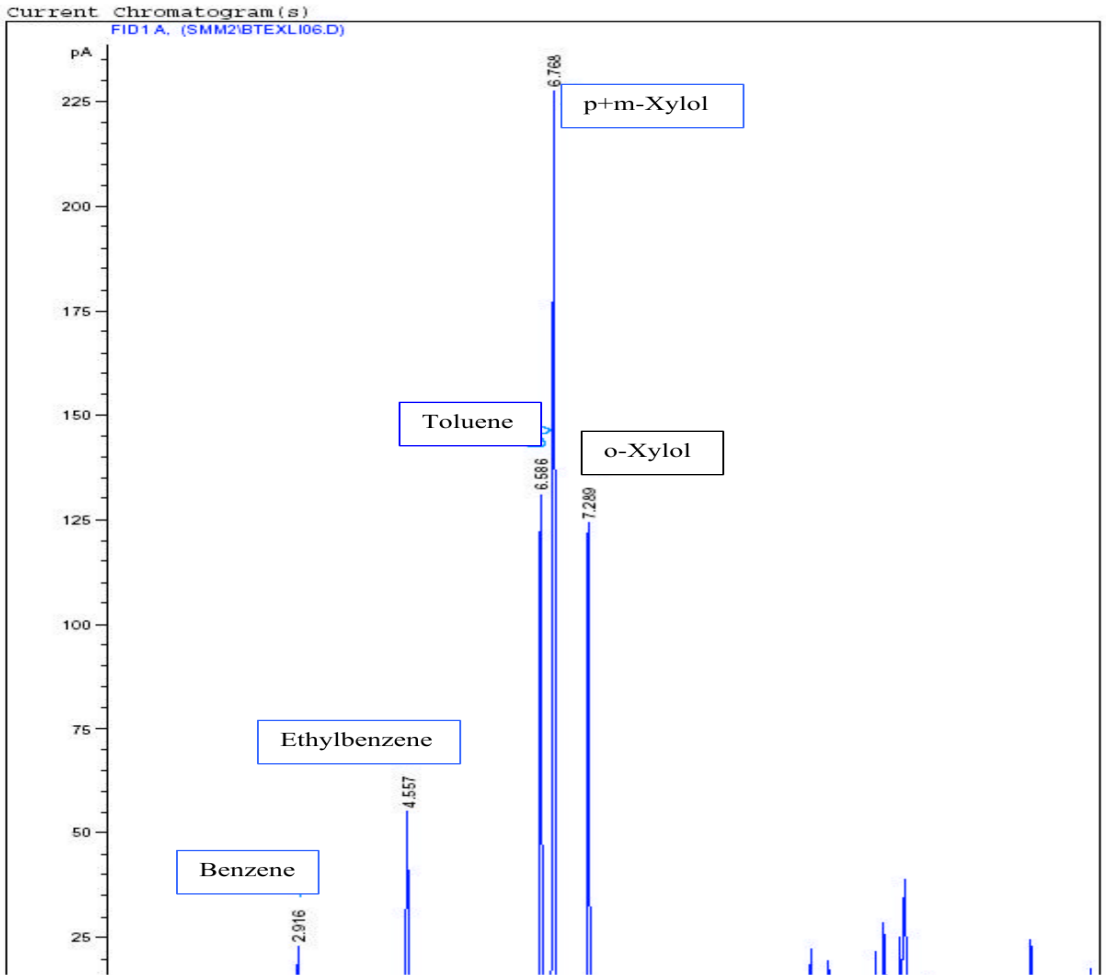


Abbildung 1: Chromatogramm der BTEX-Komponenten in Wasser.

Signalnamen: Benzene = Benzol; Ethylbenzene = Ethylbenzol; Toluene = Toluol; p+m-Xylene = p+m-Xylol; o-Xylene = o-Xylol.

ERGEBNIS

Die gemessenen Flächen nehmen komponentenspezifisch um etwa 1,2 bis 2,7 Prozent je Extraktion ab. Nach rechnerischer Berücksichtigung dieser Abnahme bleibt die Wiederholpräzision sehr hoch.

ERGEBNISSE

Wiederholpräzision nach Korrektur der Probenabnahme

Die Rohflächen zeigen die erwartete Abnahme über zehn aufeinanderfolgende Extraktionen. Die korrigierten Flächen dienen zur Bewertung der Wiederholpräzision.

Tabelle 1: Rohflächen der zehn Extraktionen

Komponente	tR	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10
Benzol	2,9	36,3	36,2	35,7	34,8	35,2	34,6	34,8	33,7	33,3	32,6
Ethylbenzol	4,6	113,3	112,3	110,2	107,7	107,5	104,7	104,6	100,9	100,8	98,4
Toluol	6,6	290,9	282,7	275,5	266,5	261,9	256,4	248,7	238,6	235,9	229,5
p+m-Xylol	6,8	569,2	551,7	536,9	518,4	508,8	497,7	482,7	462,3	456,7	443,6
o-Xylol	7,3	258,3	253,0	247,8	241,1	238,4	233,8	228,4	219,9	218,2	212,9

Tabelle 2: Relative Flächenänderung zwischen den Extraktionen

Komponente	Δ1	Δ2	Δ3	Δ4	Δ5	Δ6	Δ7	Δ8	Δ9	Mittel	Gesamt
Benzol	-0,36 %	-1,27 %	-2,65 %	1,22 %	-1,65 %	0,55 %	-3,18 %	-1,08 %	-2,19 %	-1,18 %	-10,2 %
Ethylbenzol	-0,83 %	-1,87 %	-2,26 %	-0,25 %	-2,54 %	-0,17 %	-3,51 %	-0,12 %	-2,35 %	-1,54 %	-13,1 %
Toluol	-2,80 %	-2,57 %	-3,27 %	-1,70 %	-2,11 %	-3,00 %	-4,04 %	-1,14 %	-2,72 %	-2,60 %	-21,1 %
p+m-Xylol	-3,08 %	-2,69 %	-3,44 %	-1,85 %	-2,17 %	-3,02 %	-4,22 %	-1,22 %	-2,87 %	-2,73 %	-22,1 %
o-Xylol	-2,07 %	-2,04 %	-2,69 %	-1,14 %	-1,94 %	-2,31 %	-3,72 %	-0,77 %	-2,42 %	-2,12 %	-17,6 %

Tabelle 3: Korrigierte Flächen und relative Standardabweichung

tR	A1	A2 korr.	A3 korr.	A4 korr.	A5 korr.	A6 korr.	A7 korr.	A8 korr.	A9 korr.	A10 korr.	Mittel	s	RSD
2,9	36,3	36,6	36,6	36,0	36,8	36,6	37,3	36,5	36,5	36,1	36,5	0,37	1,01 %
4,6	113,3	114,1	113,6	112,7	114,1	112,8	114,2	111,8	113,2	112,0	113,2	0,85	0,75 %
6,6	290,9	290,1	289,8	287,2	289,1	289,7	287,5	282,1	285,0	283,2	287,5	3,08	1,07 %
6,8	569,2	566,7	566,2	560,8	564,4	565,7	561,8	550,7	556,4	552,6	561,4	6,30	1,12 %
7,3	258,3	258,3	258,3	256,5	258,6	258,6	257,4	252,5	255,2	253,5	256,7	2,25	0,87 %

Bewertung

Die relative Standardabweichung der korrigierten Flächen beträgt 1,01 Prozent für Benzol, 0,75 Prozent für Ethylbenzol, 1,07 Prozent für Toluol, 1,12 Prozent für p+m-Xylol und 0,87 Prozent für o-Xylol. Damit zeigt der Single Magnet Mixer bei dieser Messreihe eine sehr gute Wiederholpräzision.