SINGLE MAGNET MIXER

Single Magnet Mixer im Vergleich zum Agitator

Festphasenmikroextraktion einer mit BTEX versetzten Bierprobe

ERGEBNIS

Bei flüchtigen und schwerer flüchtigen Komponenten ab C8 verbessert der Single Magnet Mixer Reproduzierbarkeit und Signal. Der mittlere Signalgewinn beträgt 15 Prozent.

Ziel und Funktionsprinzip

Die Leistung des Single Magnet Mixers wurde bei einer SPME-Anwendung mit Bier direkt mit einem klassischen Agitator verglichen. Beim Single Magnet Mixer wird das Gleichgewicht durch Rühren statt durch Schütteln hergestellt. Dies reduziert die mechanische Belastung der Faser am Träger. Besonders zwei Zentimeter lange Fasern können leicht abbrechen, wenn sie in eine zuvor geschüttelte Flüssigkeit eintauchen.

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, vorgestanzte Septen und SPME-Liner
- Bierprobe sowie BTEX-Standard mit 2.000 ppm als interne Zugabe

Versuchsparameter

Combi-PAL-Parameter	GC-Parameter
Vorinkubation: 20 min	Splitless-Injektion: 1,2 min
Inkubation: 35 °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
Agitator: 500 U/min; 5 s ein, 2 s aus	Ofen: 40 °C für 3 min
Eindringtiefe ins Probengefäß: 22 mm	8 °C/min auf 80 °C; 0 min halten
Extraktion: 15 min	30 °C/min auf 200 °C; 3 min halten
Eindringtiefe Injektor: 54 mm	Flammenionisationsdetektor: 250 °C
Desorption: 5 min	Wasserstoff: 33,0 ml/min; Sauerstoff: 380 ml/min
Eindringtiefe Nadel: 30 mm	

Probenvorbereitung und Durchführung

Vier Probengefäße wurden vorbereitet. Die Bierflasche wurde geschüttelt und anschließend geöffnet, damit ein Teil des enthaltenen Kohlendioxids entweichen konnte. Das Bier wurde so in die Gefäße gefüllt, dass 3 bis 5 mm Gasraum über der Flüssigkeit verblieben. Jede Probe erhielt 10 µl BTEX-Standard mit 2.000 ppm. Die Gefäße wurden mit blauen Butylkautschuk-Septen mit natürlicher Teflonbeschichtung und Metallkappen für den magnetischen Transport verschlossen. Aus jedem Gefäß wurden mehrere Extraktionen mit Single Magnet Mixer und Agitator durchgeführt.

CHROMATOGRAMM

Bierprobe mit interner BTEX-Zugabe

Das Chromatogramm zeigt Ethanol, Benzol, Ethylbenzol, Toluol, p+m-Xylol und o-Xylol sowie drei nicht identifizierte Komponenten. Die im Originalbild eingebetteten englischen Signalnamen werden unter der Abbildung erläutert.

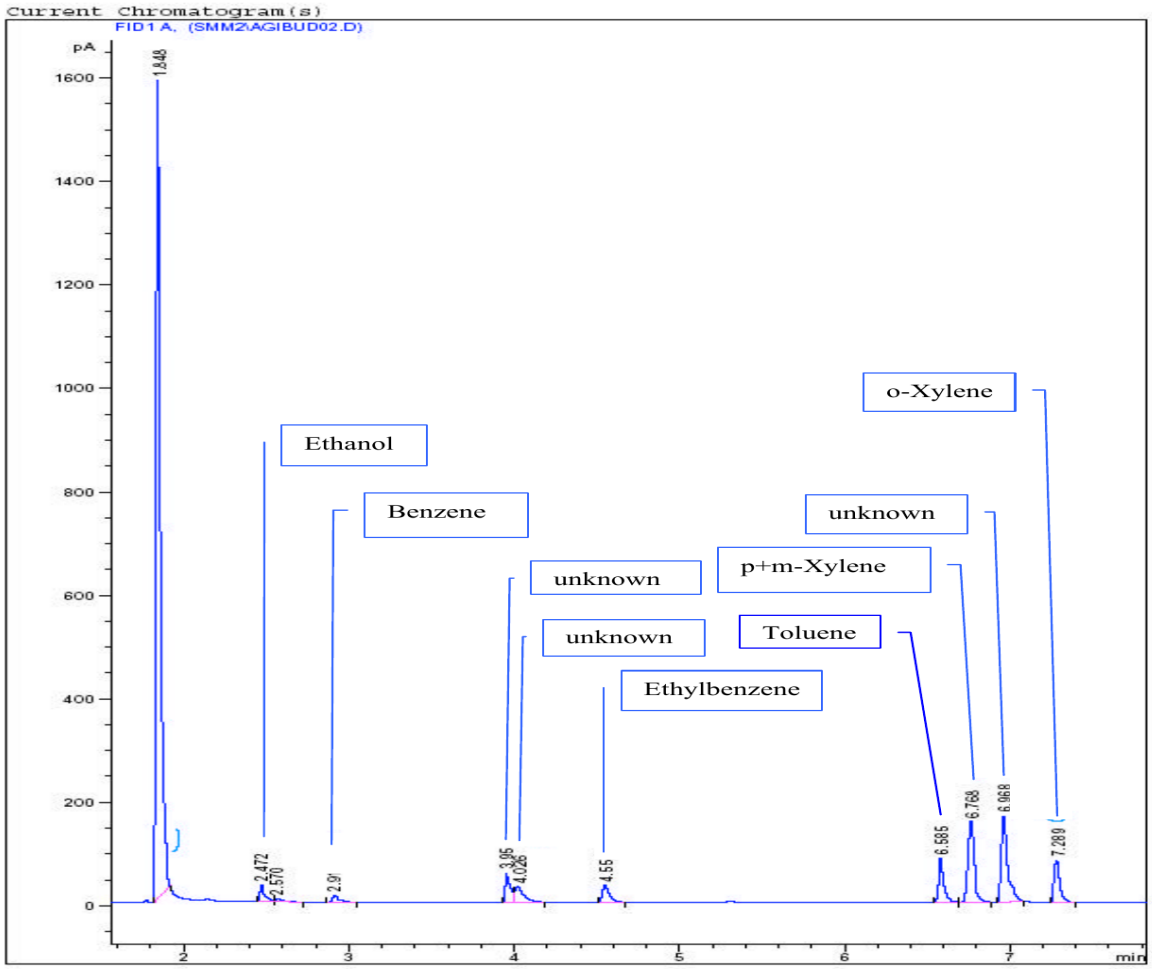


Abbildung 1: Chromatogramm der Bierprobe mit interner Zugabe von BTEX.

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

ERGEBNIS

Für niedrig siedende Komponenten bis C6 ist die Reproduzierbarkeit vergleichbar. Bei Komponenten ab C8 zeigt der Single Magnet Mixer überwiegend niedrigere relative Standardabweichungen und höhere Signale.

ERGEBNISSE

Direkter Vergleich von Single Magnet Mixer und Agitator

Die Tabelle stellt Retentionszeit, Mittelwert, Standardabweichung und relative Standardabweichung gegenüber. Die Signaldifferenz bezieht sich auf den Single Magnet Mixer im Vergleich zum Agitator.

Tabelle 1: Messwerte der Bierprobe

Komponente	SMM tR	SMM Mittel	SMM s	SMM RSD	Agitator tR	Agitator Mittel	Agitator s	Agitator RSD	Signaldifferenz
Ethanol	1,8	2524,6	53,9	2,13 %	1,8	2549,0	40,3	1,58 %	-1,0 %
Benzol	2,9	35,9	2,9	7,96 %	2,9	34,3	2,0	5,90 %	4,5 %
Unbekannte Komponente	4,0	141,0	2,2	1,55 %	4,0	133,2	5,4	4,03 %	5,5 %
Unbekannte Komponente	4,0	100,9	4,1	4,08 %	4,0	111,7	4,7	4,23 %	-10,7 %
Ethylbenzol	4,6	91,9	1,8	1,94 %	4,6	75,7	9,1	12,04 %	17,7 %
Toluol	6,6	185,5	11,2	6,02 %	6,6	155,7	24,5	15,75 %	16,1 %
p+m-Xylol	6,8	357,1	22,2	6,20 %	6,8	301,0	46,5	15,46 %	15,7 %
Unbekannte Komponente	7,0	339,9	3,3	0,98 %	7,0*	361,2	7,5	2,07 %	
o-Xylol	7,3	170,3	7,8	4,60 %	7,3	147,3	18,4	12,49 %	13,5 %

* Beim Agitator wurden bei einer Retentionszeit von 7,0 Minuten zwei Peaks beobachtet.

Bewertung

Bei den niedrig siedenden Komponenten C2 bis C6 ist die Reproduzierbarkeit von Agitator und Single Magnet Mixer vergleichbar. Bei flüchtigen und schwerer flüchtigen Komponenten ab C8 liefert der Single Magnet Mixer günstigere Werte für Reproduzierbarkeit und Signal. Der mittlere Signalgewinn beträgt 15 Prozent. Für die meisten Komponenten verbessert sich die Wiederholpräzision deutlich. Die erhöhte relative Standardabweichung des internen Standards wird im Originalversuch auf einen manuellen Fehler zurückgeführt.

Besonders deutlich ist der Unterschied bei Ethylbenzol, Toluol und den Xylolen: Hier sinkt die relative Standardabweichung mit dem Single Magnet Mixer, während das Signal um 13,5 bis 17,7 Prozent steigt.