

TDAS 2000 UPGRADE Your PAL

Application Note T401e

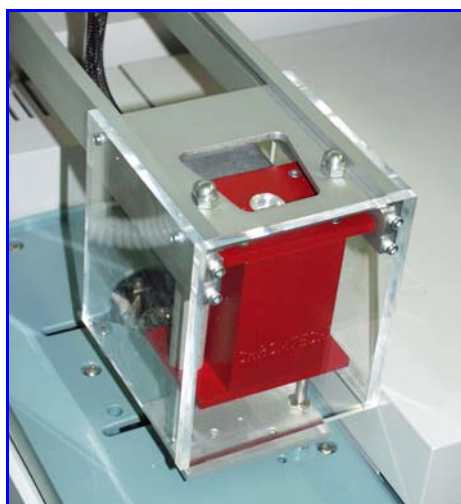
TDAS 2000 Direkte Thermische Extraktion

Der **CHROMTECH TDAS 2000** Thermo-desorber ermöglicht in Verbindung mit einem CTC CombiPAL Autosampler die automatisierte Bearbeitung von bis zu 296 Probenröhrchen. Sowohl flüchtige (VOCs), als auch halb-flüchtige Verbindungen (S-VOCs) können entweder mittels Desorption von Adsorbent-gefüllten Röhrchen (z.B. Tenax TA®, Carboxen®, Carbotrap®, etc.) oder aber durch direkte thermische Extraktion von festen Proben analysiert werden. Die gestattet die direkte Analyse von Feststoffen, ohne daß eine zeitaufwändige und/oder Lösemittel verbrauchende Probenvorbereitung notwendig ist. Für die direkte thermische Extraktion wird die feste Probe (Einwaage 1 – 500 mg) zwischen zwei Stopfen aus silanisierter Glaswolle in das Probenröhrchen gebracht. Das Röhrchen wird anschließend an beiden Enden mit

softwaregesteuert durch den CTC CombiPAL ausgeführt. Um vor der eigentlichen thermischen Desorption die Luft (Sauerstoff) aus dem Probenröhrchen zu entfernen, wird das Röhrchen zunächst mit einem inerten Heliumgasstrom gespült. Anschließend wird es durch den Probengeber in den beweglichen TDAS Ofen transportiert, welcher sich über dem PTV-Injektor des GC befindet. Dabei wird der bereits auf Desorptionstemperatur geheizte TDAS Ofen gleichzeitig heruntergedrückt. Mit einer an seiner Unterseite befindlichen Injektionsnadel durchsticht er das Septum des PTV-Injektors. Der Trägergasstrom wird nun über das Probenröhrchen umgeleitet, so daß die thermisch desorbierten Analyten in den Injektor gelangen. Dort erfolgt eine Kryofokussierung in einem entweder mit Flüssigstickstoff (LN₂) oder flüssigen Kohlendioxid (CO₂) gekühlten Liner des PTV-Injektors. Nach Beendigung der Desorption wird der Trägergasstrom wieder über die EPC des GC direkt in den Injektor geleitet.

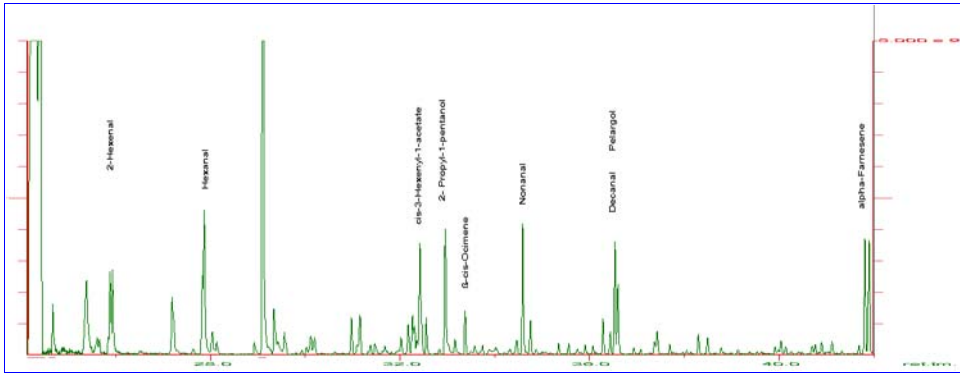
Der PTV-Injektor wird schlagartig aufgeheizt und die Analyten gelangen als schmale Bande auf die GC-Säule, wo die chromatographische Trennung erfolgt.

Die hier beschriebene Technik ist ideal geeignet für eine große Anzahl verschiedenster Proben wie Pharmaka, Lebensmittel, Tabakprodukte, Naturstoffe, Bau- und Verpackungsmaterialien. Durch die Auswahl geeigneter TDAS Parameter (Desorptionstemperatur, Desorptionsdauer) ist sogar eine Kontrolle über die Anzahl der thermisch extrahierten Substanzen und der Molekulargewichtsverteilung möglich.

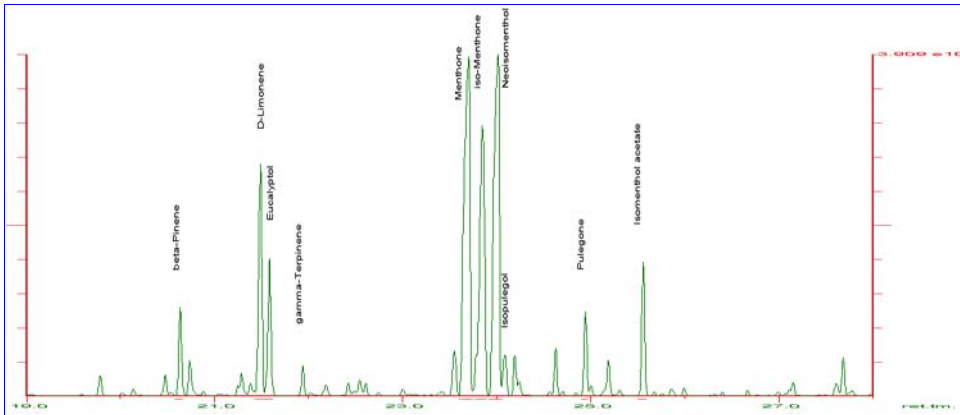


jeweils einem PTFE-Stopfen verschlossen. Alle nachfolgenden Schritte sind automatisiert und werden,

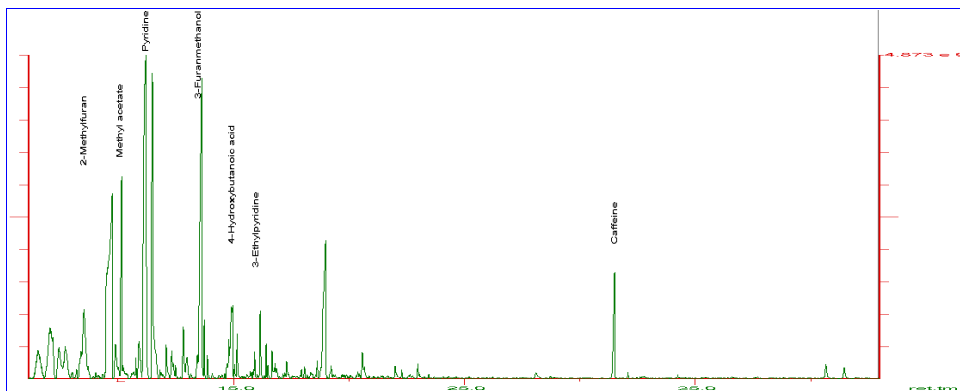
Applikation Note T201



Technik: Direkte Thermische Extraktion
Probe: 10µL kalt-gepresstes Olivenöl, Toskana,
 auf silanisierter Gasswolle im TDAS Röhrchen
Thermodesorption: Desorption Temperature: 150°C, Desorption Time: 20 min
 VentFlow: 50 mL/min, PTV Initial Temperature: -40°C
Säule: DB-5MS, 30m x 0.25mm ID x 1.0 µm film, 30°C bis 320°C@10°C/min
MS: Scan: m/z 35-400



Technik: Direkte Thermische Extraktion
Sample: ca. 8 mg Wrigley's® Extra Green Mint Kaugummi
 auf silanisierter Gasswolle im TDAS Röhrchen
Thermodesorption: Desorption Temperature: 100°C, Desorption Time: 10 min
 VentFlow: 50 mL/min, PTV Initial Temperature: -40°C
Säule: DB-5MS, 30m x 0.25mm ID x 1.0 µm film, 30°C to 320°C@10°C/min
MS: Scan: m/z 35-400



Technik: Direkte Thermische Extraktion
Sample: ca. 3mg einer zerkleinerten Kaffeebohne
 auf silanisierter Gasswolle im TDAS Röhrchen
Thermodesorption: Desorption Temperature: 250°C, Desorption Time: 6 min
 VentFlow: 50 mL/min, PTV Initial Temperature: -40°C
Säule: DB-5MS, 30m x 0.25mm ID x 1.0 µm film, 30°C to 320°C@10°C/min
MS: Scan: m/z 35-400