

SPDE und SPME - Ein Vergleich



Sowohl die SPDE wie auch die SPME stellen beide lösemittel-freie 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 halb-flüchtigen Substanzen, sowohl aus dem Dampfraum wie auch direkt aus der flüssigen Phase der Probe.

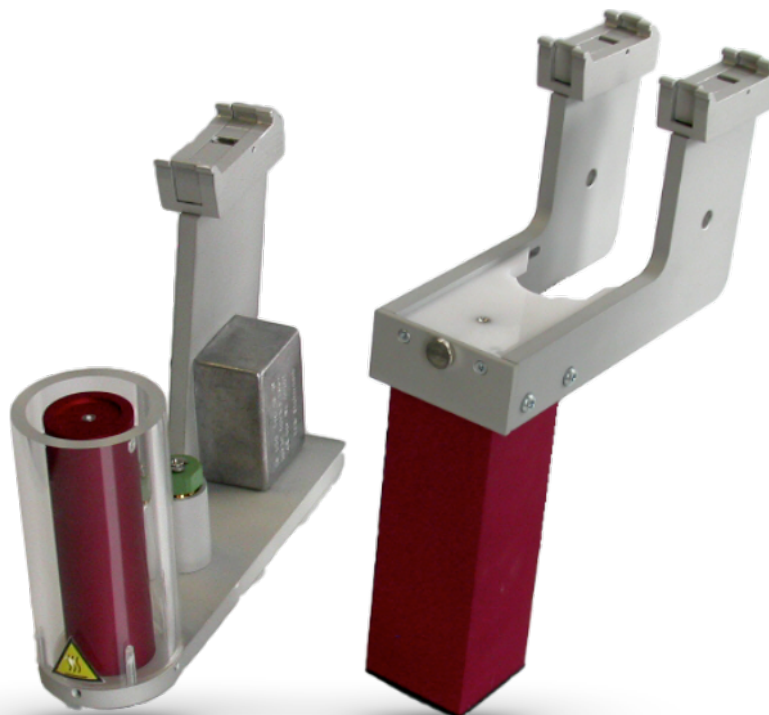
Die SPDE-Technik bietet darüber hinaus die einzigartige Möglichkeit die Nadel der SPDE-Spritze zu kühlen (bis -25°C) und ermöglicht damit die Extraktion auch sehr leichtflüchtiger, nur schwer

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.

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



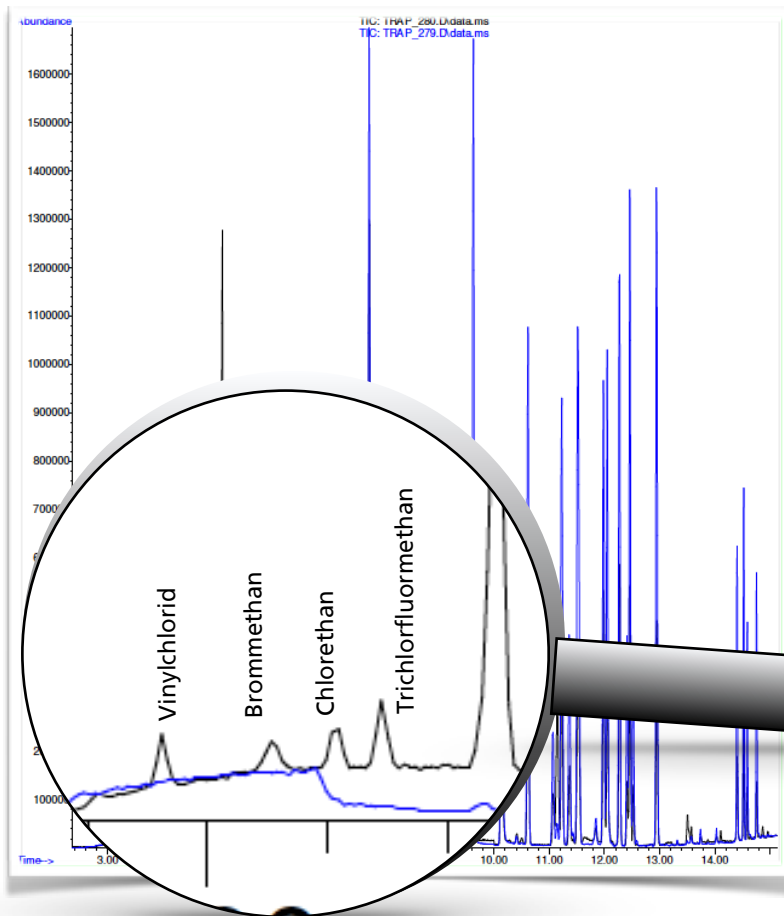


Bild 1: Vergleich SPDE (schwarz) - SPME (blau), beide mit Cold Trap anhand eines LHKW-Mix (EPA VOC STD), TIC

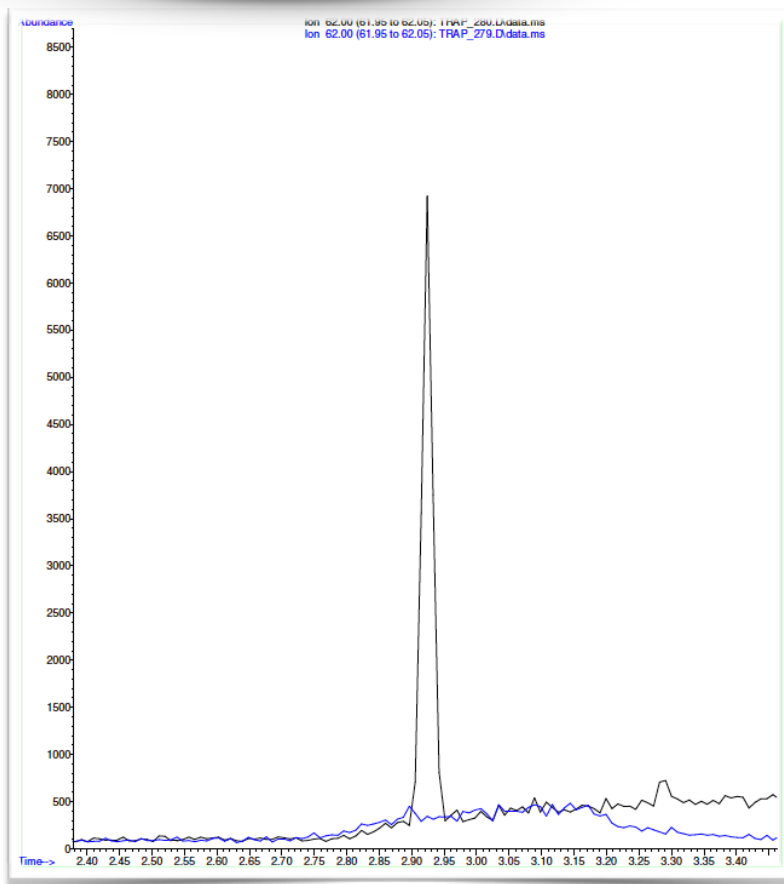


Bild 2: Vergleich SPDE (schwarz)- SPME (blau), Vinylchlorid, extrahiertes Ion m/z 62, RT

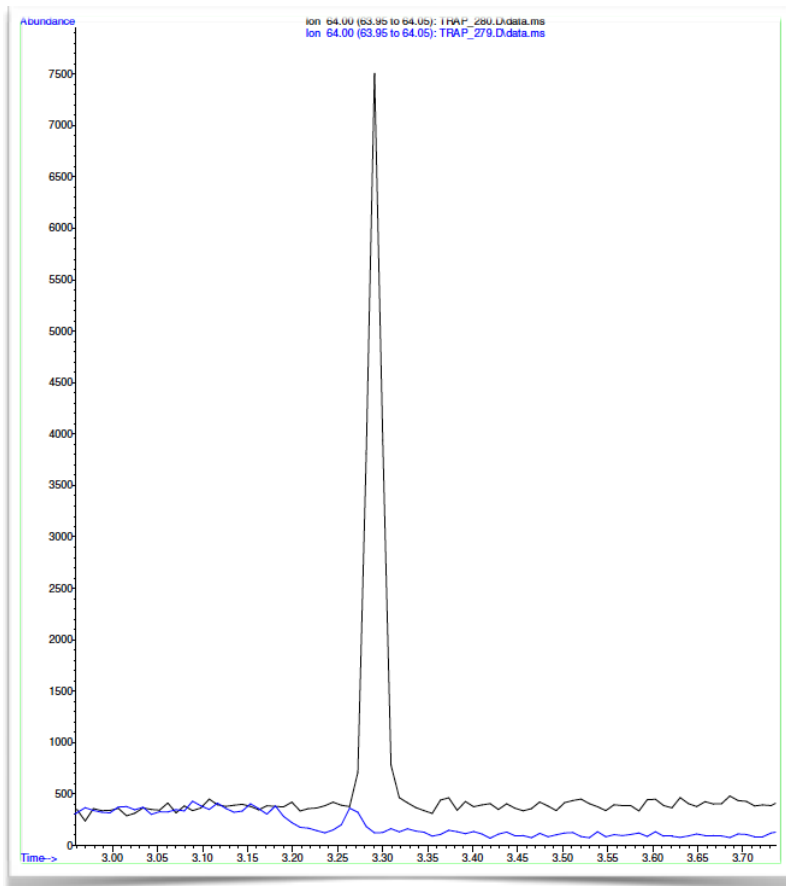


Bild 3: Vergleich SPDE (schwarz) - SPME (blau), Chlorethan, extrahiertes Ion m/z 64

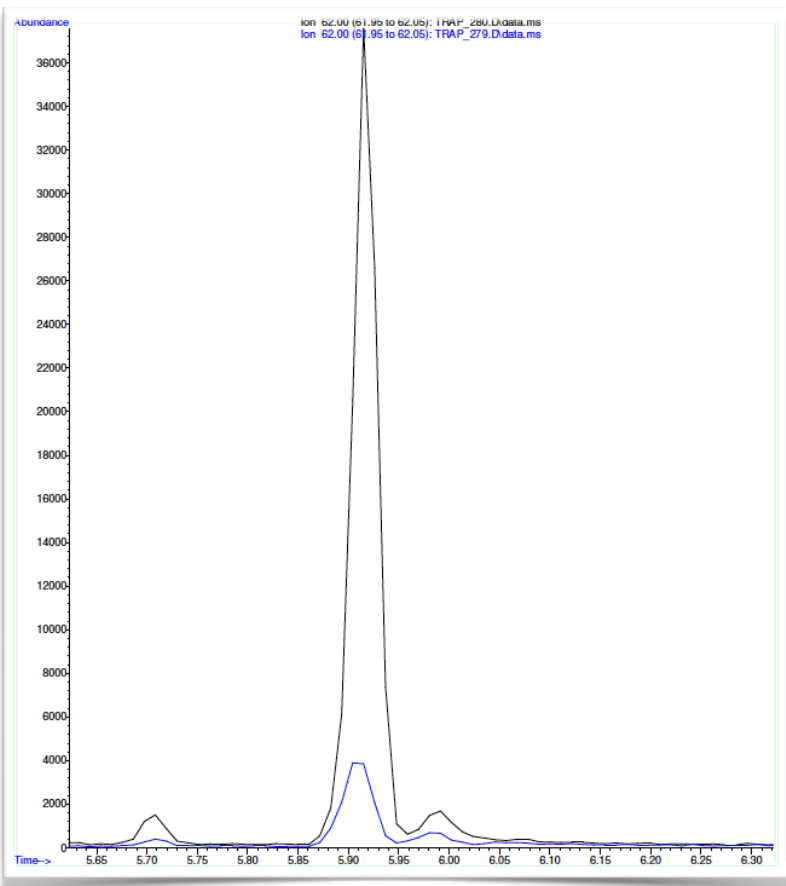


Bild 4: Vergleich SPDE (schwarz) - SPME (blau), 1,2-Dichlorethan, extrahiertes Ion m/z 62

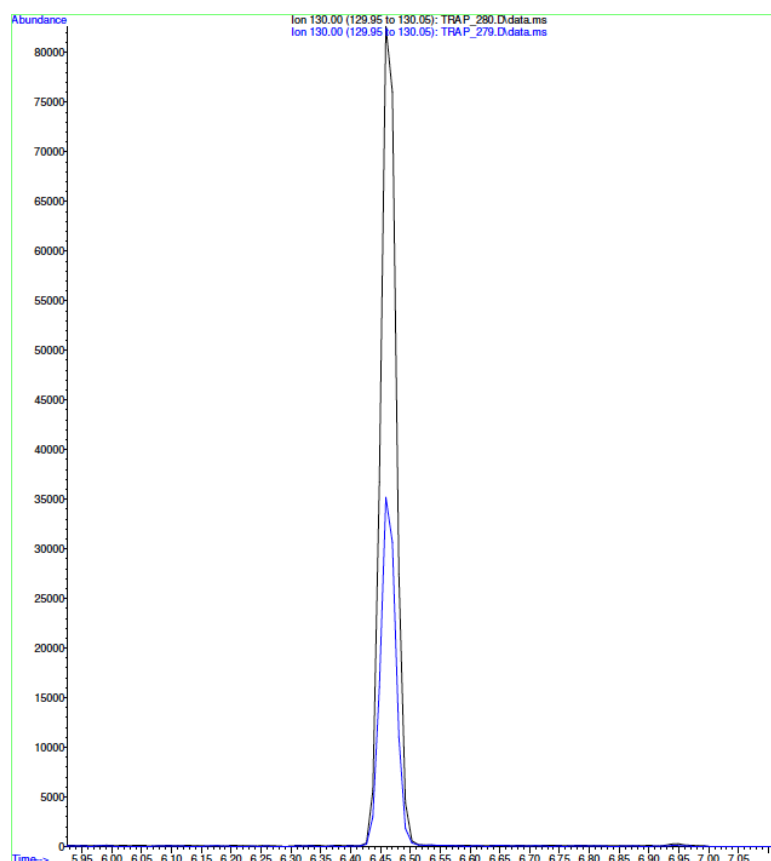


Bild 5: Vergleich SPDE
(schwarz) - SPME (blau),
Trichlorethen, extrahiertes
Ion m/z 130

Fazit: Die oben genannten Chromatogramme machen deutlich, wie die mittels Peltier-Element gekühlte SPDE-Spritzennadel die Anreicherung/Extraktion auch solcher hochflüchtiger Verbindungen ermöglicht, welche mit der SPME-Technik nur schlecht bzw. überhaupt nicht zu erfassen sind.