

GERSTEL GmbH & Co. KG · Eberhard-Gerstel-Platz 1 · 45473 Mülheim an der Ruhr · Tel. (0208) 7 65 03-0 · E-Mail: gerstel @ gerstel.de

April 2018

Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE)

Gerührt, nicht geschüttelt

Innovative Methode für die Wasseranalytik gemäß EU-WFD

Besuchen Sie uns auf der "analytica 2018" in München



n wenigen Tagen öffnet die Messe München ihre Tore zur "analytica 2018". der 26. Auflage der wichtigsten internationalen Fachmesse für Labortechnik, Analytik und Biotechnologie. Auch GERSTEL ist wieder mit von der Partie. Derzeit laufen bei uns im Unternehmen die Messevorbereitungen auf Hochtouren, schließlich geht es um nichts weniger, als Ihnen auf 200 Quadratmetern Ausstellungsfläche (Halle A1, Stand 321) die

Bandbreite unserer Produktneuheiten und Systemlösungen für die Thermodesorption und die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS aus nächster Nähe kurzweilig und kompetent erfahrbar zu machen.

Während ein Messeauftritt vor allem der Darstellung eigener Produkte und Leistungen sowie dem unmittelbaren bilateralen Austausch mit Anwendern dient, treten

wir in der GERSTEL Aktuell in der Rolle des Herausgebers aus der ersten Reihe zurück und lassen den Anwendern unserer Technologie den Vortritt.

In der inzwischen 54. Ausgabe unseres Kundenmagazins erwartet Sie wie gewohnt eine Reihe interessanter Geschichten aus den unterschiedlichsten Applikationsbereichen. Thematisiert wird zum Beispiel der Skandal um die Verunreinigung von Eiern und anderen Geflügelprodukten mit dem Insektizid

Fipronil; wir stellen Ihnen auf Seite 4 jene Methode vor, mit der die TeLA GmbH, unser Partnerlabor in Geestland bei Bremerhaven, den Fipronil-Nachweis führt.

Unterwegs im Norden der Republik hat unser Redakteur außerdem das Ecology Labor der Dow Chemical Company (Dow) in Stade besucht und seine Eindrücke niedergeschrieben. Seine Reportage über den Besuch bei Dow, die unsere Reihe "Labor im Porträt" erweitert, lesen Sie ab Seite 18.

Zurück im Westen, genauer gesagt in Köln am Rhein, stand der nächste Besuch an: bei INEOS. Der Fokus lag



Die Geschäftsleitung der GERSTEL GmbH & Co. KG Eberhard G. Gerstel | Holger Gerstel | Ralf Bremer

Blick hinter die Kulissen zu werfen. Uns interessierte zu erfahren, wie INEOS, eines der größten petrochemischen Unternehmen der Welt, im Analysenlabor aufgestellt ist und "Analytik im digitalen Zeitalter" betreibt. Den Ausschlag gab eine Entwicklung, an der GERSTEL maßgeblich beteiligt war und die einen signifikanten Einfluss auf die Effizienz und Sicherheit im Labor ausübt. Näheres lesen Sie ab Seite 11.

hier wie dort darauf, einen

In einer der zurückliegenden Ausgaben hatten wir Ihnen einen Bericht aus Schleswig-Holstein angekündigt. Das Landeslabor in Neumünster hatte vor nicht allzu langer Zeit seine Analytik um ein GC-MS/MS-System von GERSTEL erweitert. Ziel war es u. a., die Effizienz der Wasser- und Umweltanalytik zu steigern. Wir wollten mehr über die Hintergründe erfahren – und überdies, welche Rolle der GERSTEL-Twister in diesem Kontext spielt. Unser

Redakteur sprach mit dem verantwortlichen Anwender im Landeslabor (Interview ab Seite 28).

Apropos: Dass sich der GERSTEL-Twister bzw. die dem Twister zugrunde liegende Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) als innovative Methode bei der Umsetzung der europäischen Wasserrahmenrichtlinie (EU-WFD) erweist, dokumentiert die Titelgeschichte in dieser GERSTEL Aktuell (S. 24) von unseren Applikationsexperten Dr. Oliver Lerch und Jasmin



Impression vom GERSTEL-Messestand auf der "analytica 2016".

Zboron in beeindruckender Weise.

Über welche Themen Sie sonst noch in dieser Ausgabe der GERSTEL Aktuell informiert werden, erfahren Sie in der Inhaltsübersicht auf Seite 3. Wer sich aus erster Hand über GERSTEL, unsere Leistungen, Produkte und Systemlösungen informieren möchte, hat dazu auf der "analytica 2018" in München die Gelegenheit.

Sie finden uns, es sei wiederholt, in Halle A1, Stand 321. Wir freuen uns auf Sie!

Und nun wünschen wir Ihnen viel Vergnügen bei der Lektüre unserer 54. Ausgabe der GERSTEL Aktuell.

Die Geschäftsführung der GERSTEL GmbH & Co. KG

GERSTEL erweitert Vertriebs- und Service-Team



Dominik Lucas

Als Applikationsspezialist hat sich Dominik Lucas bereits über das Unternehmen hinaus einen Namen gemacht, insbesondere im Zuge der Automatisierung der Methode zum Nachweis von 3-MCPD, für die der 30-Jährige verantwortlich zeichnet. Inzwischen verstärkt der Master of Science (Chemie) und Experte für instrumentelle Analytik und

Labormanagement das Vertriebsteam des Unternehmens im Raum Hannover. Dominik Lucas hat sein Studium an der Hochschule Niederrhein absolviert.



Dominik Steinma

Aufgrund zunehmender Nachfragen von Kunden nach einem unmittelbaren Ansprechpartner in Österreich hat GERSTEL seine Vertriebsmannschaft erweitert. Neu im Team ist der 27-jährige Dominik Steinmair. Der gebürtige Österreicher und Absolvent der Fachschule für Chemische Betriebstechnik in Wels kümmerte sich bis zu seinem

Wechsel in das Vertriebsteam von GERSTEL um die Rückstandsanalytik und den technischen Einkauf der Lebensmitteluntersuchungsanstalt in Wien.



Markus Graff

Markus Graff (53) unterstützt ab sofort das GERSTEL-Serviceteam in Norddeutschland. Der Diplom-Chemieingenieur und gebürtige Hamburger war in den letzten zwei Jahrzehnten als selbstständiger Partner unter anderem für die Installation, Reparatur, Wartung und Qualifizierung von GC/MS- und LC/MS-Systemen der Hersteller Agilent

Technologies, Waters und PerkinElmer bei Anwendern vor Ort. Seit Kurzem unterstützt Markus Graff als festes Mitglied unseres Service-Teams ausschließlich GERSTEL-Kunden mit seiner Expertise.

GERSTEL unterstützt den Kampf gegen Kinderlähmung

In Deutschland gilt die Poliomyelitis als ausgestorben und doch ist die kurz als Polio bezeichnete Kinderlähmung nicht aus der Welt, wie es die Weltgesundheitsorganisation (WHO) bis 2018 geplant hatte. Mit der Aktion "500 Deckel gegen Polio", von Rotary, Rotaract und Inner Wheel gemeinsam ins Leben gerufen, will man diesem Ziel näher kommen.

GERSTEL unterstützt die Aktion, bei der es darum

geht, Plastikschraubverschlüsse zu sammeln: Allein der Erlös von einem Kilogramm Kunststoff, das entspricht in etwa rund 500 Plastikschraubverschlüssen, ermöglicht es, drei Menschen gegen Polio zu impfen und die Ausbreitung der Krankheit einzudämmen. (deckel-gegen-polio.de)



INHALT

Lesen Sie in dieser Ausgabe



Lebensmittelanalytik

Ei der Daus!

Der Lebensmittelskandal um den illegalen Einsatz des Insektizids Fipronil in Geflügelbetrieben macht einmal mehr deutlich, dass Vertrauen gut, analytische Kontrolle aber besser ist. Wir stellen Ihnen in dieser Ausgabe der GERSTEL

Aktuell 54 eine effizient automatisierte Methode zum Nachweis von Fipronil mittels GC/MS oder LC/MS vor.

Materialanalytik

Miefige Holzwerkstoffe

Um frühzeitig festzustellen, ob für den Innenraum bestimmte Werk- und Baustoffe frei sind von üblen und ungesunden Ausgasungen, ist eine produktionsnahe effiziente Screening-Methode sinnvoll und notwendig.

Die Lösung zur effizienten Bestimmung von Formaldehyd- und anderen VOC-Emissionen könnte im Einsatz einer mikroskalierten Emissionskammermethode liegen. GERSTEL hat eine für Sie in petto.

ODP

Geruchsanalytik in der Medizin

Früherkennung von Morbus Parkinson mit der Nase

Joy Milne erkannte schon vor Jahren Parkinsonkranke am Geruch. Inzwischen unterstützt die 65-jährige ehemalige Krankenschwester Wissenschaftler und

Mediziner dabei, ein Verfahren zur Früherkennung von Morbus Parkinson zu entwickeln. Zentrales Instrument bei dem Vorhaben ist der GERSTEL-ODP.



Laboreffizienz

Analytik im digitalen Zeitalter

Die Effizienz der Laboranalytik lässt sich durch die Automatisierung manueller oder nur teilautomatisierter Arbeitsschritte steigern. Weiteres Optimierungspotenzial erschließt sich, wenn Analysengeräte und -prozesse digital vernetzt und gesteuert



Labor im Porträt

Das Ecology Labor der Dow Chemicals Company in Stade

GERSTEL Aktuell hat sich wieder einmal auf den Weg gemacht und Anwendern der GERSTEL-Technologie über die Schulter geschaut. Anfang des Jahres haben

wir das Ecology Labor der Dow Chemicals Company im Chemiepark in Stade besucht. Die Reportage über diesen Besuch lesen Sie ab

S 18

Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE)

Gerührt, nicht geschüttelt





Interview

GERSTEL-Twister für eine grüne Analytik

Effizienz gesteigert, Nachweisgrenze und Lösemittelverbrauch gesenkt: Das Landeslabor Schleswig-Holstein setzt bei der Wasseranalytik auf grüne GERSTEL-Technologie.......................... S. 28

News	S. 3
GERSTEL-Service und -Vertrieb: Ihre Ansprechpartner im Überblick	S. 14
Vorbericht: GERSTEL auf der "analytica 2018"	S. 16
Stellenausschreibungen: GERSTEL sucht Sie!	S. 30
Ausblick auf die GERSTEL Aktuell 55	

Lebensmittelanalytik

Ei der Daus!

Der Lebensmittelskandal um den illegalen Einsatz des Insektizids Fipronil in Geflügelbetrieben macht einmal mehr deutlich, dass Vertrauen gut, analytische Kontrolle aber besser ist. Wir stellen Ihnen hier eine effizient automatisierte Methode zum Nachweis von Fipronil mittels GC/MS oder LC/MS vor.

Von Guido Deußing

Soll überprüft werden, ob ein Lebensmittel den Anforderungen des Verbraucherschutzes genügt, braucht es eine wirksame Analytik, mit der sich relevante Analyten empfindlich, richtig und reproduzierbar bestimmen lassen. Die Analytik sollte eine gewisse applikative Flexibilität bieten, um auf aktuelle Fragestellungen reagieren zu können, und sie sollte idealerweise kostengünstig sein. Nicht zuletzt erweist es sich, wie im Fall skandalträchtiger Lebensmittelverunreinigungen, als erheblich, ob sich größere Probenzahlen ohne Schwierigkeiten untersuchen und vermessen lassen.

größere Probenzahlen ohne Schwierigkeiten untersuchen und vermessen lassen.

Unter diesem Vorzeichen hat die TeLA GmbH, ein akkreditiertes Auftragslabor für Lebensmittelund Umweltanalytik, eine Chromatographie-basierte Analysenmethode zum Nachweis des Insektizids Fipronil aus Eiern und Geflügelfleisch entwickelt. Als Grundlage für den Nachweis von Pestizidrückständen in Lebensmitteln diente dem Applikationsteam um Franziska Chmelka und Dr. Norbert

Helle die von Anastassia-

des et al. entwickelte

QuEChERS-

Clean-

up-Methode [1]. Gegenüber anderen Verfahren biete die QuEChERS-Methode einige Mehrwerte, berichtet Franziska Chmelka: "Der Verbrauch teils toxischer Lösungsmittel ist geringer, ebenso der manuelle Arbeitsaufwand. Nicht zuletzt lässt sich die Probe rasch aufarbeiten und es wird ein breites Spektrum an Pestiziden mit hoher Präzision erfasst."

Betrachtung der klassischen QuEChERS-Methode

Um die klassische QuEChERS-Methode den Erfordernissen anzupassen, nahmen Chmelka et al. die Automatisierung des in aller Regel arbeits- und zeitaufwendigen Clean-up-Prozesses in Angriff. Die manuelle Arbeitsweise umfasst folgende Arbeits- und Zwischenschritte:

10 g homogenisierte Probe werden mit 10 mL Acetonitril versetzt und extrahiert. Anschließend werden Magnesiumsulfat und Natriumchlorid hinzudosiert. Die Probe wird geschüttelt und zentrifugiert. Die Salzzugabe ermöglicht die Trennung der Acetonitril- und Wasserphase (untere Phase). Ein Aliquot des Überstandes wird entnommen, mit Magnesiumsulfat und einem geeigneten Sorbens versetzt (was den dispersiven Charakter dieser SPE-Methode erklärt), um extrahierte Matrixbestandteile selektiv zu entfernen. Der Extrakt wird geschüttelt und zentrifugiert und der Überstand kann zur chromatographischen Untersuchung - entweder mittels GC/MS oder LC/MS - eingesetzt werden. Allerdings hat sich herausgestellt, dass für diverse Matrices eine Variation des Verfahrens im Sinne eines speziellen Aufreinigungsschrittes, etwa mit Aktivkohle oder modifiziertem Kieselgel,

-oto: istock / Tsekhmister

Ergebnisse und statistische Werte; alle Angaben beziehen sich auf die HPLC-MS/MS-Analyse von Fipronil.

Automatisierte Probenvorbereitung									
	ISTD Metazachlor-d6			Fipronil					
	Soll µg/kg	lst µg/kg	WDF %	Soll µg/kg	lst µg/kg	Mittelwert µg/kg	Wieder- findung %	relative Standard- abweichung %	relative Standard- abweichung %
Ei Level 0		50	100	0	0				
Ei Level 1a		50	100	10	10,2	10.7	107		
Ei Level 1b		51	102	10	10,4	10,3	103		
Ei Level 2a		50	100		100				
Ei Level 2b	50	51	102	100	103	100,8	101	2,49	2,5
Ei Level 2c		48	96		97				
Ei Level 2d		49	98		101				
Ei Level 2e		51	102		103				
Ei Level 3a		51	102	1.000	1021	1027 5	100		
Ei Level 3b		51	102	1.000	1026	1023,5	102		

erlässlich ist. Somit ist häufig ein zweiter Clean-up-Schritt notwendig [1].

Automatisierung steigert Effizienz und Produktivität

"Wir haben für die Automatisierung der QuEChERS-Schritte keine dispersive Festphasenextraktion (SPE) durchgeführt, sondern kommerziell erhältliche QuE-ChERS-spezifisch gepackte SPE-Kartuschen verwendet, die wir in Zusammenarbeit mit der Firma Macherey-Nagel und GERSTEL entwickelt haben", bemerkt Dr. Norbert Helle. Das Sorbens-

bett dieser Fertigkartuschen besteht laut dem Applikationsexperten aus einer Kombination unterschiedlicher Adsorbentien. Versehen sind die kommerziell verfügbaren QuEChERS-SPE-Kartuschen mit speziellen Transportadaptern für die automatisierte Handhabung und Mobilisierung mit dem von der TeLA genutzten Multi-PurposeSampler (GERSTEL-MPS).

In Vorbereitung auf die automatisierte Bearbeitung durch den Autosampler werden zehn Gramm Probe in ein 50-mL-Zentrifugenglas eingewogen und mit 30 mL Acetonitril sowie dem internen Standard versetzt. Die Probe wird geschüttelt und zentrifugiert; aus dem Überstand werden 10 mL in ein Probenvial pipettiert, das auf dem MPS platziert wird. Alle weiteren Arbeitsschritte verlaufen automatisiert.

Die Arbeit des Autosamplers

Franziska Chmelka beschreibt den Ablauf der Probenvorbereitung mit dem MPS: "Zunächst entnimmt der Autosampler 7 mL Probenlösung und gibt sie auf die erste SPE-Kartusche. Der Extrakt wird in einem leeren Vial aufgefangen und zwischengelagert, die Kartusche wird verworfen. Dann entnimmt der MPS 3,5 mL Extrakt und dosiert sie auf eine zweite SPE-Kartusche. Der von Matrix befreite Extrakt wird in einem 10-mL-Vial aufgefangen und der MPS überführt ein Aliquot in ein 2-mL-Vial, das in der angeschlossenen Eindampfstation ("VAP) bis zur Trockene eingedampft wird. Für die Rekonstitution des Rückstands wählt der MPS in Abhängigkeit von der nachfolgenden Analyse das geeignete Lösemittel: Hexan, sofern es sich um eine GC-Messung

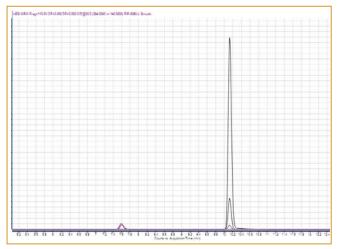
Manuelle Probenvorbereitung									
	ISTD Metazachlor-d6			Fipronil					
	Soll µg/kg	lst µg/kg	WDF %	Soll µg/kg	lst µg/kg	Mittelwert µg/kg	Wieder- findung %	relative Standard- abweichung %	relative Standard- abweichung %
Ei Level 0		46	92	0	0				
Ei Level 1a		51	102	10	10,4	10	100		
Ei Level 1b		49	98	10	9,6	10	100		
Ei Level 2a		48	96		96				
Ei Level 2b		47	94		94				
Ei Level 2c	50	51	102	100	103	95,8	95,8	4,44	4,6
Ei Level 2d		49	98		95				
Ei Level 2e		46	92		91				
Ei Level 3a		44	88	1.000	915	022	02.2		
Ei Level 3b		45	90	1.000	929	922	92,2		

handelt, ein Acetonitril-Wasser-Gemisch, wenn die HPLC zur Anwendung kommt. Für beide Messungen lassen sich Proben auch simultan vorbereiten."

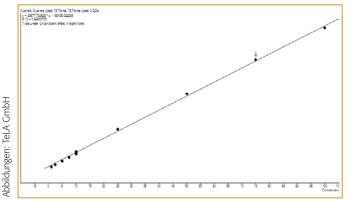
Für die Vermessung der dotierten Proben mit der HPLC-MS/MS nutzten Chmelka und Kollegen ein Agilent 6470-Triple-Quadrupol-Massenspektrometer. Die Trennung der Analyten erfolgte auf einer RP-Säule der Marke Bluebird (100 x 2 mm) von Macherey-Nagel. Für die Fipronil-Analytik zeichne sich diese Phase insbesondere durch ihre sehr gute Stabilität sowie durch bemerkenswert schmale Peaks aus, sagt Franziska Chmelka. Für die gewählte Variante habe Fipronil eine theoretische Bodenzahl von 120.000 aufgewiesen. Die Elution erfolgte mit einem Gradienten, bestehend aus Acetonitril und Wasser. Wie die Lebensmitteltechnologin berichtet, benötigt das verwendete Massenspektrometer – im

Fipronil

Das Insektizid Fipronil wird zur Schädlingsbekämpfung u. a. gegen Flöhe, Läuse, Zecken, Schaben, Milben und Ameisen eingesetzt. Es wirkt als Kontaktgift: Beim Schädling gelangt Fipronil über das Exoskelett in dessen Zentralnervensystem. Dort hemmt es den ligandengesteuerten GABA-Rezeptor und damit das Einströmen von Chloridionen. Bei Nutztieren darf es nicht angewendet werden. Fipronil ist in der EU außerdem als Wirkstoff für Pflanzenschutzmittel genehmigt. In Deutschland sind allerdings keine Pflanzenschutzmittel mit Fipronil zugelassen.



Zwei Eiproben, dotiert mit 50 µg/kg Metazachlor-d6 (RT: 7.6min) sowie zehn beziehungsweise 100 und 1.000 µg/kg Fipronil (RT: 10.1 min)



Die Vermessung externer Standards ergab eine ausgezeichnete Linearität zwischen 1 ng/mL und 50 ng/mL. Bei Standardlösungen mit Konzentrationen über 50 ng/mL kommt es bereits partiell zu Sättigungseffekten.

Gegensatz zu anderen Systemen – keine Pufferung des Eluentengemisches. Für die GC-MS/MS-Analytik wiederum nutzte das TeLA-Applikationsteam ein Agilent 7010-Triple-Quadrupol-Massenspektrometer. Als stationäre Phase diente eine Optima 5-MS (60 m x 0,25 mm x 0,25 μ m) von Macherey-Nagel.

Franziska Chmelka: "Um die Verlässlichkeit der Methode zu testen, haben wir unbelasteten Eiproben drei verschiedene Mengen an Fipronil zugesetzt und diese Proben mehrmals manuell sowie automatisiert aufgereinigt. Daraus haben wir die Wiederfindungen sowie Standardabweichungen bestimmt. Als internen Standard verwendeten wir Metazachlor-d6 aufgrund der strukturellen Ähnlichkeit zum Fipronil. Jeder Probe wurden 50 µg/kg Metazachlor-d6 zugesetzt. Die zugesetzten Mengen an Fipronil lagen bei 10, 100 und 1.000 µg/kg."

Sowohl die manuelle als auch die automatisierte Probenvorbereitung ergaben sehr gute Wiederfindungen, berichtet Dr. Norbert Helle. Bei der automatisierten Aufreinigung hätten sie zwischen 101 und 103 Prozent gelegen, ohne dass eine Korrektur durch den internen Standard vonnöten gewesen wäre. Für die manuelle Aufreinigung habe die Wiederfindung zwischen 92 und 100 Prozent gelegen und auch hier bedurfte es keiner Korrektur durch den internen Standard. Die Betrachtung der Standardabweichung ergab in puncto Wiederholbarkeit einen leichten Vorteil der automatisierten Probenvorbereitung gegenüber der manuellen Aufreinigung. Ohne weitere Schritte (Aufkonzentrieren) erreichen beide Verfahren Bestimmungsgrenzen unter 1 µg/kg. Durch Aufkonzentrierung (automatisch in das GERSTEL-MPS-System zu integrieren) ist eine noch größere Empfindlichkeit der Methode realisierbar. "Dies kann vor allem zur Beurteilung verarbeiteter Produkte, die Ei enthalten, von Bedeutung sein", schildert Dr. Helle.

GC-MS/MS versus HPLC-MS/MS

"Der Vergleich zwischen der HPLC-MS/MS- und der GC-MS/MS-Methode zeigte, dass beide Verfahren gleichermaßen geeignet sind zur empfindlichen Detektion von Fipronil-Rückständen in den Matrices Ei und Hühnerfleisch", sagt Franziska Chmelka; Bestimmungsgrenze wie auch Wiederholbarkeit seien bei der HPLC-MS/MS- etwas besser als bei der GC-MS/MS-Methode gewesen. Das gaschromatographische Verfahren erfordere zudem die Verwendung eines internen Standards zur Berechnung der Gehalte.



Referenz

[1] Michelangelo Anastassiades, Steven J. Lehotay, Darinka Stajnbaher, Frank J. Schenk, Fast Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning, "Dispersive Solid-Phase Extraction" for the Determination of Pesticide Residues in Produce, Journal of AOAC International 86 (2003) 412-431

Für die Vermessung der dotierten Proben mit der HPLC-MS/MS nutzten Chmelka und Kollegen ein Triple-Quadrupol-Massenspektrometer von Agilent Technologies; Probenvorbereitung und Probenaufgabe verliefen automatisiert unter Einsatz eines online-gekoppelten GERSTEL-MultiPurposeSamplers (MPS).

to: Guido Deußing



Um frühzeitig festzustellen, ob für den Innenraum bestimmte Werk- und Baustoffe frei sind von üblen und ungesunden Ausgasungen, ist eine produktionsnahe effiziente Screening-Methode sinnvoll und notwendig. Die Lösung zur effizienten Bestimmung von Formaldehyd- und anderen VOC-Emissionen könnte im Einsatz einer mikroskalierten Emissionskammermethode liegen.

Von Guido Deußing

Öbel können teuer sein, vor allem wenn sie aus kostbarem Vollholz bestehen. Wer bei der Innenausstattung weniger auf das Material, sondern vielmehr auf die Optik Wert legt, der kann alternativ auf ein Mobiliar zurückgreifen, das aus Holzwerkstoffen hergestellt wurde. Der Begriff "Holzwerkstoff" subsumiert holzhaltige Baumaterialien wie Span- oder Faserplatten unterschiedlicher Dichte sowie Sperrholz. Erzeugt werden Holzwerkstoffe aus Überbleibseln der Holzverarbeitung, Holzspänen oder Sägemehl etwa, die mit Kunstharzen oder Leim verklebt und zu Platten gepresst werden. Kaschiert mit Furnieren aus Holz oder kunststoffbasierten Imitaten dienen Holzwerkstoffe der Möbelherstellung. Äußerlich unbehandelt, also ohne Furnier, werden Holzwerkstoffe unter anderem im konstruktiven Innenausbau eingesetzt.

Die Anwendung in Innenräumen

Die Verwendung eines Werkstoffs im Innenraum erfordert eine gewisse Umsicht; das Material hat Normvorgaben und Anforderungsprofilen zu genügen. Um Feuer besser widerstehen zu können, werden dem Holz Flammschutzmittel zugesetzt. Holzschutzmittel fördern die Langlebigkeit des Werkstoffs, Polymerzusätze dessen Stabilität. Komponenten der verwendeten Klebstoffe und Additive können jedoch, je nach Art und Zusammensetzung, über die Zeit aus dem Holzwerkstoff ausgasen und die Innenraumluft belasten, insbesondere bei einem geringen Luftaustausch infolge seltenen Lüftens.

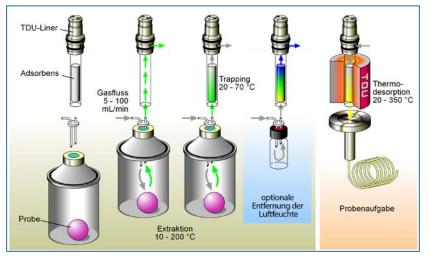
Materialemissionen sind in der Lage, das Wohlbefinden jener, die sich in den Innenräumen aufhalten, nach-

haltig zu beeinträchtigen. Das zu verhindern, sieht sich der Gesetzgeber in der Pflicht und fordert die Hersteller von Holzwerk- und anderen Baustoffen auf, die einwandfreie Güte und Unbedenklichkeit ihrer Produkte sicherzustellen. Laut Chemikalien-Verbotsverordnung dürfen beschichtete und unbeschichtete Holzwerkstoffe (Spanplatten, Tischlerplatten, Furnierplatten und Faserplatten) hierzulande nicht in den Verkehr gebracht werden, wenn die durch den Holzwerkstoff verursachte Ausgleichskonzentration des Formaldehyds in der Luft eines Prüfraums 0,1 mL/m³ (entspricht 0,1 ppm bzw. 124 µg/m³) überschreitet. Ähnliches gilt für

Möbel, die Holzwerkstoffe enthalten [1].

Die grundlegende Kontrolle auf potenzielle Materialemissionen beinhaltet

GC/MS-System, ausgestattet mit dem GERSTEL-DHS\(^{\text{Lagse}}\)-Autosampler. Das abgebildete System dient der Umsetzung der im Beitrag beschriebenen mikroskalierten Emissionskammermethode.



Schematische Darstellung der DHS^{Large} als mikroskalierte Messkammeruntersuchung.

in der Regel umfangreiche Messungen, bei denen die zu kontrollierenden Werkstoffe üblicherweise über einen definierten Zeitraum von wenigen Tagen bis zu vier Wochen unter realen Umweltbedingungen in puncto Temperatur, Luftwechsel, relative Feuchte und Luftgeschwindigkeit in großen Prüfkammern gelagert und untersucht werden. In definierten Zeitabständen werden Luftproben gezogen und auf vorhandene Materialemissionen untersucht. Bei Holzwerkstoffen stehen hierbei einerseits das sehr flüchtige Formaldehyd (Methanal) im Fokus, das häufig dem Harz beziehungsweise Klebemitteln entstammt, sowie weitere, unterschiedlich langkettige flüchtige organische Verbindungen (VOCs), die unter anderem vom Holz beziehungsweise den eingesetzten Additiven herrühren und ihrerseits die Luftqualität im Innenraum beeinträchtigen können. Besonders auffällig sind harnstoffharzverleimte Spanplatten, die offenkundig fortlaufend, vor allem aber in Kontakt mit Feuchtigkeit (Luftfeuchtigkeit) Formaldehyd abgeben, und zwar so lange, bis die Spanplatte zerfällt [2].

Bei der Bestimmung des Emissionsverhaltens von Baustoffen orientiert man sich hierzulande an den Vorgaben des Ausschusses zur gesundheitlichen Bewertung von Bauprodukten (AgBB) [3]. Ermittelt werden Materialemissionen gemäß DIN EN ISO 16000-9 bis -11. Die Chemikalien-Verbotsverordnung begrenzt die zulässige Formaldehyd-Emission aus Holzwerkstoffen und gebietet laut Umweltbundesamt (UBA) die Anpassung der Prüfund Bewertungskriterien gemäß AgBB-Schema [4].

Das Manko klassischer Prüfkammern

Die klassische Prüfkammermessmethode ist in erster Linie für die Analyse von Fertigprodukten ausgelegt. Für die Fertigungs- und Qualitätskontrolle in Produktionsnähe wäre indes eine einfach zu handhabende, schnelle und kostengünstige Screening-Methode wünschenswert und hilfreich, um prüfkammergleich innerhalb kürzester Zeit verlässliche und aussagekräftige Informationen über das Potenzial schädlicher Emissionen in den untersuchten Baustoffen zu erhalten.

GERSTEL-Applikationsexperten haben sich mit exakt dieser Wunschvorstellung beschäftigt. Ihre Arbeit

gipfelte in der Entwicklung einer mikroskalierten Prüfkammermethode, die es ermöglicht, vergleichsweise einfach und schnell Formaldehyd mittels HPLC (DNPH-Methode) sowie gängige VOCs mittels GC/MS in aussagekräftiger Art und Weise in Holz- und anderen Werkstoffen sicher und sensitiv automatisiert zu bestimmen [5].

Ziel sei es gewesen, berichtet Yunyun Nie, die Probennahme für Formaldehyd und VOCs aus einer kleinvolumigen Prüfkammer zusammen zu automatisieren, und zwar unter Beibehaltung der Standard-HPLC-Bestimmungsmethode für Formaldehyd sowie der Standard-Thermodesorptions-GC/MS-Methode für VOCs. Da hierzu allerdings immer ein manueller Schritt, der Übertrag zur HPLC, nötig ist, sollte absehbar Formaldehyd ebenfalls mittels Thermodesorptions-GC/

MS bestimmt werden.

Ein-Liter-Prüfkammer-Messung spart Zeit

Der Clou ihrer Methode, erklärt Yunyun Nie, sei eine spezielle Gerätekombination, bestehend aus einem GC/ LC-Standard-Autosampler (GERSTEL-MultiPurpose-Sampler, MPS) sowie einem speziellen Autosampler für die Dynamische Headspace (DHS) großvolumiger Proben (GERSTEL-DHS^{Large}-Autosampler). Der MPS sitzt einem Standard-GC auf. Die Bestimmung der VOCs erfolgte zunächst getrennt online mittels eines gekoppelten massenselektiven Detektors (MSD), jene des Formaldehyds zunächst separat nach Anreicherung und Derivatisierung auf 2,4-Dinitrophenylhydrazin-(DNPH)-Sorbentien, Elution und Bestimmung mittels HPLC in Kombination mit einem Diodenarray-Detektor (DAD). Die genannte Gerätekombination hat sich laut Yunyun Nie im Kontext einer effizienten Screening-Methode für das Testen von Materialemissionen bewährt [5].

Automatisierte DHS großer Proben

Der DHS^{Large}-Autosampler ermöglicht die Analyse heterogener Proben oder kompletter Formteile in Probengefäßen mit einem Volumen von bis zu einem Liter, ohne sie schneiden, schleifen oder auf andere Art homogenisieren zu müssen, wie es üblicherweise häufig erforderlich sei, wenn repräsentative kleinere Probenmengen genommen werden müssten, sagt die Applikationsexpertin. Die Probengefäße des DHS^{Large}-Systems sind aus Edelstahl und inert, ferner luftdicht und besitzen selbst nur vernachlässigbare VOC/SVOC-Hintergrundwerte. Die Probengefäße lassen sich automatisiert und kontrolliert bei variablen Flussgeschwindigkeiten und Extraktionszeiten mit unterschiedlichen Inertgasen oder synthetischer Luft spülen. Die darin freigesetzten Analyten werden entfernt und auf einem Trägermaterial angereichert. Anschließend lässt sich online die GC/MS-Analyse der VOCs beziehungsweise nach Elution der DNPH-Derivate die HPLC-Bestimmung des Formaldehyds vornehmen. Dank der Verschachtelung von Probenvorbereitung, VOC- und Formaldehyd-Probennahme und -analyse ließe sich die erforderliche Zeit für eine Probe auf ein Minimum reduzieren.

Die mikroskalierte Prüfkammermethode

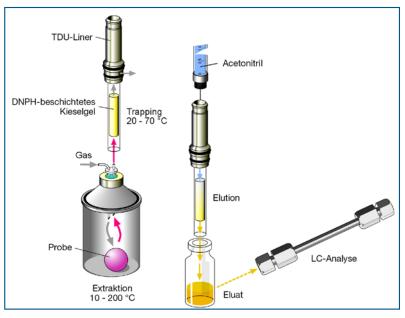
Bei ihrer Forschung sind Yunyun Nie und Kollegen auf unterschiedliche Weise vorgegangen. Zum einen ging es den Applikationsexperten darum, die bestehenden Anforderungen an die Bestimmung von Formaldehyd und VOCs aus Holzwerkstoffen idealerweise eins zu eins in ihrer automatisierten Online-Methode abzubilden. Sie untersuchten Holzwerkstoffe, die sie auf Maß schnitten und derart präparierten, dass ein Gasaustausch nur über die üblicherweise zum Raum hin ausgerichtete Fläche und nicht über die Kanten erfolgen konnte. Alsdann wurden auf Basis des AgBB-Schemas oberflächenspezifische Flussraten, Temperatur und die Zeiten der Probennahme definiert und die entsprechenden Werte in der Methode eingestellt.

Der Regel gehorchend erfolgte die Anreicherung und Bestimmung von Formaldehyd und VOCs auf unterschiedlichen Wegen: VOCs wurden auf Tenax TA angereichert und anschließend online mittels Thermodesorptions-GC/MS analysiert. Die Formaldehyd-Bestimmung erfolgte zunächst zeitversetzt mittels HPLC nach vorheriger Anreicherung auf DNPH-Sorbentien (DNPH = Dinitrophenylhydrazin, ein Derivatisierungsreagenz). Die DNPH-Röhrchen wurden vom MPS auf einem Probenteller zwischengelagert, später von Hand eluiert und auf ein MPS-HPLC-System überführt, dort eluiert und analysiert unter Verwendung eines Diodenarray-Detektors (DAD). Eine vollständige Automatisierung, einschließlich Elution und Injektion, ist denkbar und geplant, sagt Yunyun Nie.

Funktionstüchtigkeit überprüft und bestätigt

"Unsere automatisierte mikroskalierte Prüfkammermethode unter Einsatz des MPS-DHS^{Large}-Autosamplers mit Ein-Liter-Probenbehältern und DNPH-Sorbensröhrchen zeigte hohe Wiederfindungsraten und niedrige Standardabweichungen (RSD) beim Nachweis von Formaldehyd und Acrolein sowie niedrige Nachweis- und Bestimmungsgrenzen (LOD/LOQ) und eine gute Linearität", fasst Yunyun Nie zusammen. Kalibriert wurde die mikroskalierte Prüfkammermethode unter Einsatz des DHS-Large-MPS-DNPH-HPLC-DAD-Systems mit einer wässrigen Lösung beider Substanzen. "Entscheidend ist die Kalibrierung der Gesamtmethode einschließlich des Schritts der Probennahme", schildert die Applikationsexpertin, "da Acrolein mit DNPH mehrere Derivate bildet, sodass eine Auswertung gegen einen externen Standard, nur mit der HPLC gemessen, nicht möglich ist." Für die VOC-Kalibrierung des ThermodesorptionsGC/MS-Systems nutzten Yunyun Nie und Kollegen eine Mischung unterschiedlicher Substanzen, namentlich Pentanal, Toluol, Hexanal, Octanal und Dodecan. Die Validierung erfolgte durch Dotierung der 1-L-DHS-Large-Behälter mit 3 $\,\mu L$ Wasser, das unter anderem 0,6 $\,\mu g$ Formaldehyd enthielt; die Probenbehälter wurden mit drei Litern Luft gespült und die Analyten auf einem DN-PH-Röhrchen gesammelt, das dann zunächst zur weiteren HPLC-Analyse verwendet wurde.

Im Zuge der weiteren Entwicklungsarbeit sei es ihnen jedoch gelungen, berichtet Yunyun Nie, mittels einer modifizierten automatisierten Derivatisierung sämtliche Analyten – auch die üblicherweise nur LC-gängigen – auf einem GC/MS-System vollständig automatisiert zu bestimmen. Ihr Analysensystem ermögliche eine Arbeit und Zeit sparende Probennahme und Analyse von Materialemissionen und ihre Methode erweise sich als bestens geeignet zum Screening von VOCs und Carbonylverbindungen in Holzwerkstoffen sowie in anderen Materialien im Rahmen der Fertigungs- und Qualitätskontrolle.



Schema der DHS $^{\text{Large}}$ -Probenahme für die Formaldehydbestimmung auf DNPH-Sorbentien mit anschließender Elution, um die Probe auf der HPLC zu analysieren.

Referenzen

- [1] www.umweltbundesamt.de/themen/gesundheit/umwelteinfluesse-auf-den-menschen/chemische-stoffe/ formaldehyd#textpart-5 (Seitenaufruf am 11. 03. 2018)
- [2] www.schadstoffberatung.de/formalde.htm (11.03.2018)
- [3] www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/355/dokumente/agbb-bewertungsschema_2015_2. pdf (11. 03. 2018)
- [4] www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/378/publikationen/umwelt-_und_gesundheitsvertraegliche_bauprodukte.pdf (11. 03. 2018)
- [5] Yunyun Nie, Oliver Lerch, Eike Kleine-Benne, Determination of Formaldehyde and VOCs in Wood-based Products using an Automated Micro-Scale Chamber, AppNote No. 193, 2017, GERSTEL GmbH & Co. KG, Mülheim an der Ruhr, Germany

Geruchsanalytik in der Medizin

ODP hilft bei der Früherkennung von Parkinson

Joy Milne erkannte schon vor Jahren Parkinsonkranke am Geruch. Inzwischen unterstützt die 65-jährige ehemalige Krankenschwester Forscher dabei, ein Verfahren zur Früherkennung von Morbus Parkinson zu entwickeln. Zentrales Instrument bei dem Vorhaben ist der GERSTEL-OlfactoryDetectionPort (ODP).

Von Guido Deußing

Deren Wahrnehmungsschwelle liegt teilweise so niedrig, dass sie die menschlichen Sinnesorgane normalerweise nicht zu reizen vermögen. Aus dieser Perspektive betrachtet, erweist sich Joy Milne, über die die British Broadcasting Corporation (BBC) Scotland, eine Unterabteilung der öffentlichrechtlichen Rundfunkanstalt des Vereinigten Königreichs, kürzlich berichtet hat, als regelrechtes Phänomen: Die 65-jährige ehemalige Krankenschwester ist in der Lage, Parkinsonkranke am Geruch zu erkennen, und zwar lange bevor ein Arzt einen gesicherten Befund beibringen kann.

GERSTEL ODP

Ditactory De

oto: GERSTEL / Wolfram Schroll

So war es bei Milnes Ehemann, dem die Ärzte vor mehr als zehn Jahren attestierten, an der Schüttellähmung erkrankt zu sein. Und so war es jüngst, als Wissenschaftler Joy Milne die T-Shirts von zwölf ihr unbekannten Personen unter die Nase hielten: Bei sechs davon handelte es sich bekanntermaßen um Parkinsonpatienten, die sechs übrigen waren "Blindproben" und als gesund eingestuft worden. Gesund aus medizinischer Sicht, nicht aber aus der von Joy Milne.

Der 65-Jährigen gelang es nicht nur, die Parkinsonpatienten anhand der getragenen T-Shirts zu identifizieren. In der Wäsche eines der sechs vermeintlich gesunden Proban-

den nahm sie ebenfalls eine charakteristische Duftnote wahr, die aus ihrer Sicht auf Morbus Parkinson hindeutete. Drei Monate später wurde ihr Geruchseindruck durch die ärztliche Diagnose bestätigt.

Das Phänomen Joy Milne deutet darauf hin, dass es möglich ist, Parkinson in einem initialen Stadium regelrecht zu erschnüffeln – lange bevor die Erkrankung medizinisch diagnostiziert werden kann. Die Hoffnung ist, dass dies den Ärzten ermöglicht, den Krankheitsverlauf fundamental zu beeinflussen und somit die Lebensqualität der Erkrankten langfristig auf gutem Niveau zu sichern.

Welche aber sind die für die Erkrankung signifikanten olfaktorisch wirksamen Verbindungen, die Joy Milne wahrnehmen kann? Um das herauszufinden, haben sich Wissenschaftler an die Anatune Ltd., den GERSTEL-Partner in Cambridge, Großbritannien, gewandt und um Unterstützung gebeten.

Ziel ist es, mithilfe der GC/O-Analytik eben jene auf die Parkinsonkrankheit hindeutenden Verbindungen zu identifizieren, die Joy Milne mit der Nase wahrgenommen hat. Bei diesem Vorhaben setzt das Forscherteam auf bewährte GERSTEL-Technologie: den GERSTEL-Multi-PurposeSampler (MPS) mit der Option "Dynamische Headspace" (DHS), um die in Textilproben von Parkinsonkranken vorliegenden charakteristischen Parkinson-Emittenten anzureichern und in eine analysierbare Form zu überführen; ein GC-Triple-Quadrupol-MS-System (Agilent Technologies), um die Verbindungen zu identifizieren, und nicht zuletzt den GERSTEL-OlfactoryDetectionPort (ODP) – mit Joy Milne als Operator –, um die aufgezeichneten Signale im Chromatogramm als relevant für die Parkinson-Diagnose entschlüsseln zu können.

Gelingt es den Forschern, unter Einsatz der geruchsbegabten Joy Milne und GERSTEL-Technologie ein Diagnoseverfahren zur Früherkennung von Morbus Parkinson zu entwickeln, wäre ein wichtiger Schritt auf dem Weg zur Entwicklung eines Schnelltests getan, ist Eberhard

G. Gerstel überzeugt. Auf jeden Fall freue man sich, sagt der geschäftsführende Gesellschafter von GERSTEL, "dass unsere Technologie für diese wichtige Studie zum Einsatz kommt. Eine Früherkennung von Parkinson könnte die Lebensqualität vieler Menschen langfristig verbessern".



Mithilfe der GC/MS und GC/O versuchen Forscher die für Morbus Parkinson offenkundig charakteristischen Geruchsmarker zu identifizieren. Joy Milne, die Parkinsonkranke am Köpergeruch erkennen kann, unterstützt die Forscher am GERSTEL-ODP im Labor des britischen GERSTEL-Partners Anatune.

Quellen

- [1] Scientists sniff out Parkinson's disease smell, BBC News [http://bbc. in/2FhGpZ1] (11. 03. 2018)
- [2] The woman who can smell Parkinson's disease, BBC-Beitrag auf YouTube: [http://bit. ly/2Fdca26] (11. 03. 2018)



Diskussion der richtigen Analysenstrategie bei INEOS in Köln. Ins Gespräch vertieft (v. r.): Dr. Henk van Well, Leiter Analytisch Technische Services, Andreas Koblitz, Teamleiter Sonderanalytik und Rechnergruppe, sowie Hermann-Josef Henweg, stellvertretender Teamleiter GC- und Schichtlabor.

Laboreffizienz

Proben ins System und Start gedrückt – fertig!

Analytik im digitalen Zeitalter

Die Effizienz der Laboranalytik lässt sich durch die vollständige Automatisierung zeitintensiver manueller oder teilautomatisierter Arbeitsschritte steigern. Weiteres Optimierungspotenzial erschließt sich dem, der Analysengeräte und -prozesse digital vernetzt und steuern kann und der analyse- und probenrelevante Daten automatisiert in den Fluss und Austausch bringt. Das auf die Petrochemie fokussierte Unternehmen INEOS in Köln setzt in beiden Punkten Maßstäbe.

Von Guido Deußing

n seiner Funktion als Teamleiter der Sonderanalytik und Rechnergruppe der Abteilung Analytisch Technische Services (ATS) bei INEOS in Köln kommt es vor, dass Andreas Koblitz gebeten wird, Chromatogramme und Messwerte, die in unterschiedlichen Analysenlaboren am Standort produziert werden, in Augenschein zu nehmen und zu bewerten. Dafür braucht der Chemotechniker und findige IT-Spezialist allerdings keinen Schritt aus seinem Büro zu setzen. Andreas Koblitz loggt sich kurzerhand an seinem PC in das Chromatographie-Daten-System (CDS) des Unternehmens ein und manövriert sich vom Schreibtisch aus per Mausklick zu den Daten des jeweiligen Analysensystems. Andreas Koblitz kann auf diese Weise 60 Chromatographie-Systeme ansteuern, die in das Analysennetzwerk von INEOS in Köln integriert sind.

Mehr Sicherheit und Effizienz durch Transparenz

Anfang des neuen Jahrtausends wurde bei INEOS in Köln entschieden, die Analytik als Teil der Geschäftsprozesse in der EPR-Software (INEOS in Köln nutzt SAP) des Unternehmens abzubilden, um sie transparenter und sicherer zu gestalten. Dabei wurde das SAP-QM-Modul entsprechend der Arbeitsweise des Labors als Labor-Informations- und Management-System (LIMS) der Abteilung ATS eingerichtet. Als Anfang 2003 der vorhandene Chromatographie-Datensystem-Chemserver abgelöst werden sollte, war die Vereinfachung und Optimierung des Probenhandlings eine der zentralen Zielsetzungen. "Wir wollten vom manuellen Eintippen der Probendaten weg, um potenzielle Fehlerquellen zu reduzieren", berichtet Andreas Koblitz.

INEOS

INEOS wurde 1998 gegründet und ist mit 18.500 Beschäftigten an 105 Standorten in 22 Ländern und einem Umsatz von 40 Milliarden US-Dollar eines der größten petrochemischen Unternehmen der Welt. INEOS in Köln ist ein wichtiger Rohstofflieferant der chemischen Industrie. Ausgangsstoff ist in erster Linie das in Raffinerien bei der Erdölverarbeitung anfallende Leichtbenzin (Naphtha). Am Standort Köln entstehen daraus Rohstoffe, die der chemischen Industrie als Grundbausteine für die Herstellung von Kunststoffen, Kautschuk und Fasern dienen. Überdies finden sie Anwendung in Lösungs- und Waschmitteln, Lacken, Dünge- und Pflanzenschutzmitteln sowie in der Kosmetik und Pharmazie. Quelle: INEOS



Die Software zeigt, welche Positionen im Probentray am jeweiligen Tag zu besetzen sind. Ein auf den Ablauf geschulter Kollege aus dem Betrieb, in dem die Proben genommen wurden, bringt die Vals ins Labor und stellt sie gemäß Vorgabe auf ihre Position. Ist jede Probe wie geplant an ihrem Platz, startet das Laborpersonal die Analyse einfach per Mausklick.

Die hieraus resultierende Einfachheit besticht: Proben erhalten bei INEOS in Köln eine fortlaufende Probennummer, die als Barcode auf dem Probenetikett ausgedruckt wird. Über die Probennummer können sämtliche relevanten Informationen, etwa zu welcher Zeit und in welchem Betrieb die Probe entnommen wurde, sowie die durchzuführenden Analysen aufgerufen werden. Der Barcode wird somit zum "Türöffner". Sämtliche Arbeitsabläufe, vom Wägeschritt über Titrationsprozeduren bis zur Chromatographie und Auswertung der Analysendaten, verlaufen automatisiert und digital vernetzt. Klingt simpel, ist es aber nicht.

Denn es genügt nicht, die Hardware mit Datenkabeln zu verbinden, erklärt Andreas Koblitz. Die im Netz eingebetteten Maschinen unterschiedlicher Hersteller müssen nämlich in der Lage sein, miteinander zu kommunizieren. Das ist selten von vornherein der Fall, sondern muss erst eingerichtet werden.

Jede Maschine spricht im Zweifel ihre eigene Sprache. Viel Programmierarbeit ist zu leisten, um eine Verständigung untereinander und einen Datenaustausch

zu ermöglichen. Tatkräftige Unterstützung erfuhr Andreas Koblitz von erfahrenen Hardund Softwareexperten, unter anderem von GERSTEL, etwa bei der Automatisierung und Netzwerkintegration komplexer Analysenprozesse. Welche Herausforderungen zu meistern waren, macht der langjährige und erfahrene Mitarbeiter von INEOS in Köln anhand der Untersuchung einer im Kölner Werk hergestellten leichtflüchtigen toxischen Chemikalie deutlich.

Bei den Produkten, die INEOS am Standort Köln erzeugt, handelt es sich zum Teil um Stoffe, die ein gewisses Gesundheitsrisiko bergen. Im Umgang damit im Allgemeinen und bei INEOS in Köln im Besonderen gilt: safety first! Auch im Rahmen der Produkt- und Qualitätskontrolle wird der Arbeitsschutz großgeschrieben. Andreas Koblitz: "Je weniger eine Probe in die Hand genommen werden muss, desto sicherer sind die Analyse und die Anwendung." Dies gelte vor allem, wenn es sich bei der zu analysierenden Substanz um eine toxische leichtflüchtige Verbindung handelt.

Automatisierungsbedarf erkennen und umsetzen

Mit seiner Vorstellung eines ideal automatisierten Analysensystems konfrontierte Andreas Koblitz die Experten von GERSTEL, namentlich Dirk Bremer (Leiter Entwicklung), Bernd Rose (Leiter mechanische Entwicklung) und Dr. Manfred Schwarzer (Leiter Software-Entwicklung): Alle prozessrelevanten Schritte, die bislang manuell durchgeführt wurden, sollten miteinander verknüpft und in einem Arbeitsgang automatisiert vonstattengehen. Die in SAP hinterlegten Probendaten sollten dem Analysensystem zur Verfügung gestellt, automatisch eingelesen und grafisch dargestellt werden. Sowohl der Säure- als auch der Wassergehalt des bei Raumtemperatur flüchtigen Produkts sollten titrimetrisch und dessen Zusammensetzung mittels GC-FID quantitativ bestimmt werden. Schließlich ging es darum, die Titrations- und Chromatographie-Analysen zu starten und dabei die Probendaten in Richtung Titrationsdatensoftware (tiamo von Metrohm) und Chromatographie-Software (Agilent Technologies) zu exportieren, um damit den Export der Ergebnisdaten der beiden Softwareprogramme in SAP zu ermöglichen.

Die Tatsache, dass es die Substanz, um die es hier geht, bereits bei Raumtemperatur in die Gasphase verschlägt, erforderte aus Sicht von Andreas Koblitz eine besondere Analysenstrategie unter Einsatz zweier Spritzen (Titrationsprobenaufgabe [mL-Format] und GC-Probenaufgabe [µL-Format]), die über eine Kühl-



Rund zwei Jahre hat die Entwicklung dieses bei INEOS in Köln installierten GERSTEL-Analysensystems von der Idee bis zur Realisierung in Anspruch genommen. Zentrale Elemente sind die integrierten Titratoren (Metrohm) zur Bestimmung von Säure- und Wassergehalt sowie die gekühlten Spritzen (GERSTEL-CoolSy).

Foto: Guido Deußing



Zur Säure- und Wasserbestimmung wurden im Bereich des MPS zwei Titratoren integriert. Dr. Manfred Schwarzer fand eine Lösung, die Software der Titratoren mit der GERSTEL-MAESTRO-Software zu verbinden.

funktion verfügen, um überhaupt eine Injektion ohne Substanzverlust zu ermöglichen. Zusätzlich sollten auch die Probenreste aus dem geschlossenen Probenvial durch Anlegen eines Vakuums entsorgt werden. Eine manuelle Version dieser Einrichtung existierte bereits, nun sollte der Vorgang automatisiert verlaufen. All diese Forderungen bekamen die GERSTEL-Entwickler ins Pflichtenheft geschrieben.

Konkrete Annäherungen bereits in der Planungsphase

Das GERSTEL-Team entwarf zunächst am CAD-System ein Analysensystem, das den Vorstellungen von Andreas Koblitz Rechnung trug, bevor sie es physisch zusammenstellen und in der Praxis auf Herz und Nieren prüfen konnten und somit die Chance erhielten, an den Details zu arbeiten, die meist erst unter realen Laborbedingungen offenkundig werden. Als Rumpfaufbau und zur quantitativen Analyse des Produktinhalts kamen ein GC-FID von Agilent Technologies zum Einsatz sowie ein GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) in der DualHead-Version, versehen mit zwei unterschiedlich dimensionierten Spritzen für die Titration (mL-Volumen) und die Probenaufgabe für die GC (μL-Volumen).

Und was war mit den geforderten gekühlten Spritzen? "Weil am Markt nichts Derartiges verfügbar war, haben wir eben selbst eine kühlbare Spritze entwickelt und in unser Produktsortiment (GERSTEL-CoolSy) aufgenommen", berichtet Bernd Rose.

Zur Säure- und Wasserbestimmung wurden im Arbeitsbereich des MPS zwei Titratoren der Firma Metrohm integriert. Dr. Manfred Schwarzer fand eine intelligente Lösung, die Software "tiamo" der Titratoren mit der GERSTEL-MAESTRO-Software zu verbinden; MAESTRO übernimmt hierbei sozusagen die Funktion einer Spinne im digitalen Netz: Die GERSTEL-Software steuert sämtliche Probenvorbereitungs- und Analysenprozesse der verschiedenen Module, sammelt dazu die vorher generierten Probeninformationen von SAP ein und trägt für deren Export an die jeweils beteiligte Software (CDS und TDS) Sorge.

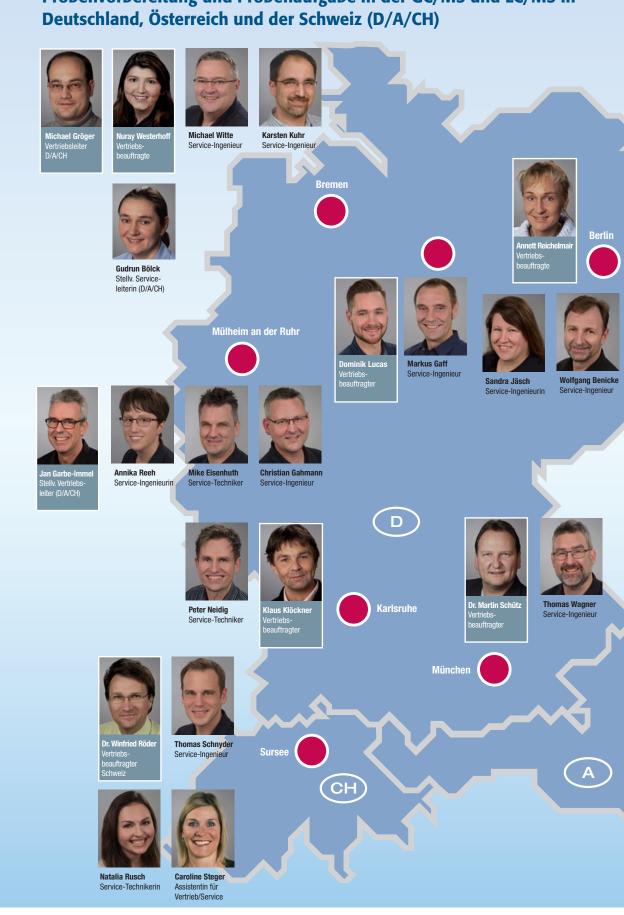
Letztlich stand noch die Frage im Raum, wie sich die Restprobe nach Abschluss aller Untersuchungen aus den geschlossenen Vials entsorgen lässt. Hierfür entwickelte Bernd Rose einen besonderen Spritzenadapter, mit dem dieser Schritt unter Anlegen eines Vakuums wie bisher möglich wurde.

Softwareprogrammierung schlägt die Brücke

Rund zwei Jahre hat die Entwicklung des hier beschrieben Analysensystems in Anspruch genommen - von der Idee bis zum Einsatz in der Routine. "Ein sehr gutes Ergebnis, vor allem wenn man sich die Komplexität der Aufgabe vor Augen führt", stellt Dr. Henk van Well fest. Der Leiter der Analytisch Technische Services von INEOS in Köln zeigt sich höchst zufrieden mit dem Resultat der Kooperation von INEOS in Köln und GERSTEL und listet die aus seiner Sicht drei bemerkenswertesten Aspekte des Projekts auf: 1. die gelungene Kooperation zwischen Metrohm und GERSTEL bei der Anbindung der Titrationssoftware an die MAESTRO-Software, 2. die Entwicklung einer kühlbaren Spritze, um Substanzverlust zu verhindern, und 3. die Lösung der Frage, wie sich toxische Probereste am Ende der Analyse vollständig automatisiert entfernen lassen.

Dr. Henk van Well: "Die Kolleginnen und Kollegen aus dem Betrieb kommen ins Labor und stellen die Proben eigenständig auf den vorgesehenen Platz in das gekühlte Rack. Unser Laborpersonal braucht dann nur noch mit der Computermaus das Startsymbol anzuklicken – fertig. Wir brauchen nur noch die Resultate der Messung abzuwarten, die nach Verifizierung der Ergebnisse unmittelbar auf dem Bildschirm im Leitstand des Betriebs angezeigt werden. So sieht Analytik im digitalen Zeitalter aus", fasst Dr. Henk van Well zusammen.

Ihre kompetenten Ansprechpartner bei GERSTEL für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS in Deutschland, Österreich und der Schweiz (D/A/CH)



Service



Walter Mertzen Serviceleiter



Gudrun Bölck Stellv. Serviceleiterin (D/A/CH)



Andreas Jötten Inhaus Reparatur-Service



Daniel Groß Inhaus Reparatur-Service



Guido Bornheim Inhaus Reparatur-Service

Assistenz



Wenke Pothmann Serviceassistentin



Melanie Reusch Serviceassistentin



Nicole Groß Zentrale und Empfang



Heike Schmidt Zentrale und Empfang



Andrea Hamm Vertriebsassistentin



Romina Schmidt Vertriebsassistentin

Analytical Services Applikation, Schulung

und Support



Andreas Hoffmann Manager Analytical Services



Carlos Gill
Manager
Analytical Service



Jochen Vandenberg Applikationsspezialist



Friedhelm Rogis Applikationsspezialist



Dr. Oliver Lerch Applikationsspezialist



Thomas Albinus Applikationsspezialist



Jasmin Zboron Applikationsspezialistin

Analytical Services LC, LC/MS

Applikation, Schulung und Support



Dr. Norbert Helle Applikationsspezialis Schulung (LC, LC/MS TeLA GmbH



Franziska Chmelka Applikationsspezialistin Schulung (LC, LC/Mi



Dominik Steinmain Vertriebsbeauftragter

Technisches Büro Karlsruhe

Greschbachstraße 6 a 76229 Karlsruhe

(0721) 9 63 92 10 (0721) 9 63 92 19

@ tb_karlsruhe@gerstel.de

Technisches Büro Mülheim an der Ruhr

Eberhard-Gerstel-Platz 1 45473 Mülheim an der Ruhr ☎ (0208) 7 65 03-0

(0208) 7 65 03 33 @ service@gerstel.de

Technisches Büro München

Stefan-George-Ring 2 81929 München

(089) 93 08 65 14 (089) 93 08 61 09

@ tb_muenchen@gerstel.de

Technisches Büro Bremen

Parkallee 117 28209 Bremen

(0421) 3 47 56 24 (0421) 3 47 56 42

@ tb_bremen@gerstel.de

Technisches Büro Sursee/Schweiz

Wassergrabe 27 CH-6210 Sursee

★ +41 (0) 41 9 21 97 23★ +41 (0) 41 9 21 97 25

@ gerstelag@ch.gerstel.com

Technisches Büro Berlin

Marburger Straße 3 10789 Berlin

@ tb_berlin@gerstel.de



GERSTEL auf der "analytica 2018"

GERSTEL sample prep for winners

Anwendernutzen im Mittelpunkt

GERSTEL hat die Zeit seit der letzten "analytica" effektiv genutzt, um das Produktportfolio des Unternehmens zu erweitern und in seinen Kernbereichen "Thermodesorption und Thermoextraktion", "automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS" sowie "applikationsspezifische Analysenlösungen" aufs Neue Akzente zu setzen. Einen Ausblick auf einige Technologie-Highlights, die Sie am GERSTEL-Messestand erwarten dürfen, erhalten Sie hier.

Thermodesorptions-Analytik

Am Messestand zu sehen sind Geräte und Systeme für die Thermoextraktions- und Thermodesorptions-GC/MS-Analyse, die eine lösemittelfreie, hochsensitive und verschleppungsarme Analytik einer Vielzahl von Proben erlauben. GERSTEL-Lösungen ermöglichen u. a. die thermische Desorption von 3,5-Zoll-Adsorbensröhrchen im neuen TD 3.5 $^{+}$, die Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) mit der Twister-Technologie, die direkte thermische Extraktion fester Proben und von Flüssigkeiten (in μ -Vials), die dynamische Headspace (DHS) in mikroskalierten emissionskammergleichen Probengefäßen mit 1 L Volumen (DHS^{Large}), die "HotInjection and Trapping"-Technik (HIT) zur Steigerung der HS-Empfindlichkeit, die Dosierung von Standards auf Adsorbensröhrchen und die Pyrolyse (GERSTEL-PYRO). Die GERSTEL-MAESTRO-Software, per "Plug and Play"

GERSTEL-DHS^{Large} 3.5+: Wenn es wieder dicke kommt



Vollautomatisches mikroskaliertes emissionskammerbasiertes Analysesystem für die normregulierte Bestimmung u. a. von Materialemissionen auf Grundlage von Standard-3,5-Zoll-Sorptionsröhrchen. Die Proben werden in einzelnen inerten Kammern mit einem Volumen von bis zu 1 Liter unter definierten Temperatur- und Belüftungsbedingungen gelagert. Die Extraktion und Anreicherung der Analyten erfolgt automatisiert in vom Anwender definierten Intervallen, gefolgt von der Thermodesorptions-GC/MS unter Einsatz der neuen TD 3.5+. Zu Kalibrier- und Qualifizierungszwecke lassen sich Sorptionsröhrchen automatisiert mit Standards dotieren

TD 3.5+: Stahlhart und 20 Prozent mehr Kapazität



Der TD 3.5+ erlaubt den Einsatz von herkömmlichen 3,5-Zoll-TD-Röhrchen (auch Stahl), die häufig in Standardmethoden verlangt werden. Das Pluszeichen im Namen impliziert ein erweitertes Leistungsspektrum. Die 3,5-Zoll-Röhrchen wurden dahingehend modifiziert, dass sie 20 Prozent mehr Sorbensmaterial aufnehmen können als es herkömmlich möglich ist. Die erhöhte Kapazität, die GERSTEL-3.5+ -Röhrchen aufweisen, eignet sich, um größere Luftproben zu nehmen, um Nachweisgrenzen zu verbessern und um die Wiederfindung sehr flüchtiger Stoffe (WOCs) zu steigern. Anwender bekommen zusätzlich mehr Flexibilität beim gleichzeitigen Einsatz mehrerer Sorptionsmaterialien.

einfach in gängige Chromatographie-Software-Systeme eingebunden, macht die Handhabung der GERSTEL-TD-Systeme im Kontext mit vielen handelsüblichen GC-Systemen so einfach wie genial. Apropos: GERSTEL-TD-Lösungen leisten einen wichtigen Beitrag bei der Umsetzung einer leistungsfähigen grünen Analytik.

Automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe



Als führender Anbieter kundenorientierter Lösungen für die GC/MS und LC/MS unterstützt GERSTEL Anwender kompetent und zuverlässig bei der Automatisierung der Probenvorbereitung und Probenaufgabe. Am Messestand zu sehen sind eine Vielzahl von Lösungen, Optionen und Module für die: Flüssigflüssigextraktion, Headspace, SPME, SPE, SBSE (GERSTEL-Twister), Dynamische Headspace, Pyrolyse; au-

tomatisiert Liner wechseln (ALEX), Online-Derivatisierung, Filtrieren. Weiter ist zu sehen, wie der GERSTEL-MPS ein komfortables Lösemittelhandling möglich macht: Standards automatisiert herstellen und dosieren, Barcodes lesen, Wägen, Probenvorbereitung und Analyse – bei Tag und bei Nacht.

NEU GERSTEL-MixtureMaker: Aromen komponieren leicht gemacht

Auf den richtigen Geschmack zu kommen, kann ganz schön aufwendig sein. Das weiß kaum jemand besser, als die Hersteller von Düften und Aromen. Die Lösung liegt in der Automatisierung des Kompositionsprozesses mit dem "Mixture Maker". Die Basis dieser GERSTEL-Innovation bildet die MPS-Workstation verbunden mit einer ausgeklügelten Software, mit der sich hochgenaue Geschmacks- und Duftmischungen aus einer großen Anzahl von Zutaten automatisiert entwickeln lassen, und zwar aus einem verfügbaren Fundus von 900

verschiedenen Substanzen, die höchst sparsam eingesetzt, zu besten Resultaten führen. Energieeffizient rund um die Uhr. Rezepturen lassen sich importieren.



Text: Guido Deußing, Fotos: GERSTEL / Sebastian Widmann / Wolfram S



Sequenz by Barcode: Analytik war noch nie so einfach NEU

Mit dem GERSTEL-Sample-(SID) Barcode-Leser wurden neue Automatisierungseffizienz- und QC-Optionen in die MAESTRO-Software integriert. Zusätzlich zur Probenprotokol-

lierung und Proben-ID-Übertragung in die Datendatei und den Dateinamen ermöglicht SID eine automatisierte Analyse durch vordefinierte Methoden sowie die automatische Generierung von Sequenztabellen. Der Einzelprobenmodus oder der Batch Analysis Mode (BAM) wird per Mausklick ausgewählt. Triggervials können in benutzerdefinierten Intervallen eingeführt werden, um etwa Lösungsmittelinjektionen für Systemhintergrundprüfungen zu aktivieren, gefolgt von einem oder mehreren Prüfstandardläufen als Teil der QC-Routineoperation. Trigger-Funktionen werden ausgeführt, ohne mehrere Probenpositionen im Tray zu belegen. Dies ermöglicht einen höheren Probendurchsatz bei gleichzeitiger Einhaltung der festgelegten Qualitätskontrollanforderungen. Es stehen mehrere Optionen für die Musterprüfung und die Handhabung von Abweichungen zur Verfügung, und die Software kann mit einem Passwort geschützt werden, um nicht autorisierte Änderungen auszuschließen, etwa in einer Produktions-QC-Umgebung. Datenimport- und -exportfunktionen ermöglichen LIMS- oder Datenbanksynchronisation.

Applikationsspezifische Analysenlösungen

Damit Ihnen die Laborroutine leichter von der Hand geht, haben unsere Experten für Sie applikationsspezifische SamplePrep-Solutions entwickelt und als Paket zusammengestellt, unter anderem für den Nachweis von

• 3-MCPD, 2-MCPD und Glycidol in Speiseölen nach Standard-Methoden

- MOSH/MOAH
- AMPA / Glyphosat in Lebensmitteln und Umweltproben
- THC und Metaboliten in Blutserum
- Opioide, Kokain und Metaboliten in Blutserum Die Hard- und Software sowie die Methoden, ausführliche Beschreibungen und Verbrauchsgüter sind je nach Ausbaustufe im Paketumfang enthalten.

NEU Neue automatisierte SPE

GERSTEL präsentiert auf der analytica 2018 die neue MPS-Option SPE 2 für die Festphasenextraktion auf Basis von 1-mL-, 3-mL oder 6 mL-Standard-SPE-Kartuschen in Verbindung mit der neuen SFS 3 (Solvent Filling Station) mit vier Entnahmestationen und der Möglichkeit, unterschiedliche Lösemittel getrennt zu entsorgen.



10. April, 11.30 Uhr

Verleihung des von der GDCh ausgelobten und von GERSTEL gestifteten Eberhard-Gerstel-Preises 2018 im Rahmen der "analytica conference", ICM, Raum 5.

11. April (ganztägig)

Experts meet Experts: AnaTox ist am GERSTEL-Messestand und stellt das neue Tool für die Analytical Instrumentation Qualification (AIQ) vor. Weitere Termine sind nach Absprache möglich.

12. April, 11:00 Uhr - 11:30 Uhr

Dr. Oliver Lerch hält im Forum "Laboratory & Analysis", Halle B2.540, den Vortrag "Automatisierte Bestimmung von Kontaminanten in Lebensmitteln und Wasser mittels GC-MS/MS - EU Wasserrahmenrichtlinie, QuEChERS und 3-MCPD".

GERSTEL freut sich darauf, Sie am Messestand des Unternehmens in Halle A1, Stand 321 zu begrüßen. Erwarten dürfen Sie eine professionelle Beratung und kompetente Unterstützung bei der Analyse Ihres Automatisierungspotenzials sowie bei Konzeption, Umsetzung, Lieferung und Installation Ihrer Analysenlösung. Ein perfekter Service und



GERSTEL präsentiert in Zusammenarbeit mit AnaTox ein neues Tool für die Analytical Instrumentation Qualification (AIQ), das höchste Datenintegrität gewährleistet. Am 11. April 2018 wird Detlef Wilhelm von AnaTox am GERSTEL-Messestand sein, um Interessierten die Hardware-basierte Lösung zu erläutern.

NEU Heiß im Vial

Pyrolyse ist keine Angelegenheit nur für die GC: Das GERSTEL-PyroVial erlaubt Pyrolyse-Prozeduren unmittelbar in einem speziellen Probenvial bis maximal 800 °C. Während sich der Headspace im Vial für die gaschromatographische Analyse extrahieren und anreichern lässt, lassen sich die im Vial verbliebenen Pyrolyseprodukte nach Bedarf mit einem geeigneten Lösemittel aufnehmen und mittels GC/MS oder auch LC/MS analysieren. Achtung Lebensmittelanalytiker: Mit dem PyroVial lässt sich die Maillard-Reaktion im Mikromaßstab simulieren.



NEU

GERSTEL-SPE 2

GERSTEL-PyroVial



Herzlich willkommen!

Wenn Sie mehr über alle Produkt- und Systemneuheiten oder andere Komponenten aus dem Portfolio von GERSTEL erfahren wollen: Schauen Sie doch einfach einmal am GERSTEL-Messestand auf der analytica 2018 in München vorbei:

Halle A1, Stand 321. Wir freuen uns auf Sie!

17 GERSTEL Aktuell - April 2018

Support ist für uns selbstverständlich.

Immer einen Schritt voraus

Chemische Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse sowie die ihnen entstammenden Erzeugnisse können ein gewisses Risikopotenzial aufweisen. Leckagen, ungewollte Schadstoffeinträge am Arbeitsplatz oder in die Umwelt sind umgehend zu ahnden. Der Gesetzgeber stellt Mindestanforderungen, wie in einem solchen Fall vorzugehen ist. Eine zentrale Rolle spielt die instrumentelle Analytik, derer sich Überwachungsämter und Unternehmen bedienen, um Luft, Boden und Wasser auf potenzielle Belastungen zu untersuchen. GERSTEL Aktuell hat dem im Chemiepark Stade für die Wasser- und Umweltanalytik zuständigen Ecology Labor von Dow einen Besuch abgestattet und sich dort einmal umgesehen.

Von Guido Deußing

Etwa 50 Kilometer westlich von Hamburg, ungefähr eine Autostunde entfernt, liegt am Südufer der Unterelbe die Hansestadt Stade. Die rund 46.000 Einwohner zählende niedersächsische Kreisstadt grenzt ans Alte Land, das für seinen Obstanbau bekannt ist. Es dient den Menschen der Region zur Naherholung und der Elbe als Schwemmgebiet, wenn die Pegelstände steigen. Durch Stade fließt die Schwinge, ein 30 Kilometer langer Nebenfluss der Elbe. Die Auen an ihrem Oberlauf und die Stader Schwingwiesen stehen ihres Landschaftsbildes



Die Dow Chemical Company (Dow) verbindet Expertise in Forschung und Technologie, um herausragende Lösungen zu entwickeln, die essenziell für den menschlichen Fortschritt sind. Dow verfügt über Kompetenzen, die zu den stärksten und umfassendsten der Branche zählen. Robuste Technologie, integrierte Produktionsanlagen, große Reichweite und Wettbewerbsfähigkeit ermöglichen Lösungen für komplexe globale Anforderungen. Das marktorientierte und branchenführende Portfolio von Dow umfasst Hochleistungswerkstoffe, industrielle Zwischenprodukte und Kunststoffe. Dow bietet damit ein breites Spektrum differenzierter, technologiebasierter Produkte und Lösungen für Kunden in wachstumsstarken Märkten wie Verpackung, Infrastruktur und Konsumgüter. Dow ist ein Tochterunternehmen der Dachgesellschaft DowDuPont (NYSE:DWDP). DowDuPont wurde von Dow und DuPont gegründet, um drei starke, unabhängige, börsennotierte Unternehmen in den Bereichen Agriculture, Material Science und Specialty Products zu schaffen.

Quelle: Dow

und Artenreichtums wegen unter Schutz. Es gibt viel Weideund Ackerland und die Örtchen im Umfeld heißen Apensen, Sittensen und Sauensiek – Namen, die den Eindruck verstärken, den das Auge auf dem Weg nach Stade bereits gewonnen hat: Man ist hier auf dem platten Land!

Der Eindruck täuscht nicht. Und doch spiegelt er nur die halbe Wahrheit. Stade liegt zwar im ländlichen Raum, ist aber ein internationalisierter Industriestandort. Der europäische Luftfahrtkonzern Airbus baut hier seit 1959

Flugzeuge. Die 2.500 Airbus-Mitarbeiterinnen und -Mitarbeiter in Stade sind auf die Herstellung und Weiterentwicklung der Kohlefaserverbundwerkstoff-Tech-

nologie in der Luft- und Raumfahrt spezialisiert. Unter anderem produzieren sie die Seitenleitwerke sämtlicher Airbus-Flugzeuge. Jeder A380 hebt mit Bauteilen aus Stade ab.

Im Umfeld von Airbus hat sich eine solide Zulieferindustrie entwickelt. Auch Dow Chemical hat sich hier niedergelassen. Seit 1972 ist der am Umsatz gemessen größte Chemiekonzern der Welt auch am Standort Stade daheim.

Bützflether Sand. Klingt wie die Adresse des örtlichen Freibads, ist aber die von Dow in Stade. Das Unternehmen hat sein Werksgelände zum Industriepark umgestaltet und für die Ansiedlung anderer Firmen geöffnet. Der Gedanke war effizienzgetriggert: Ressourcen teilen, Synergien nutzen und Kosten sparen, indem man die Last der Ausgaben auf mehrere Schultern verteilt. Das Konzept ging auf.

Viele Firmen agieren im synergetischen Miteinander am Bützflether Sand: Trinseo betreibt im Industriepark eine Polycarbonat-Anlage, Olin stellt hier Epoxid und chlorierte organische Verbindungen her, Air Liquide produziert und liefert prozessrelevante technische Gase, Air Products kümmert sich um den Wasserstoff, Evides um die Wasseraufbereitung und die Spedition Talke ums zentrale Warenlager.

Die nahen Elbhafenanlagen gleichen einem Tor zur Welt; die Anbindung an den Industriebahnhof und den Container-Terminal ermöglicht den nahezu perfekt terminierbaren Transport wichtiger Waren, Güter und Rohstoffe sowie Endprodukte auf staufreien Schienenverbindungen in alle Himmelsrichtungen. Die jahrzehntelang bestehende industrielle Infrastruktur, Speditionen, die auch in der Handhabung von Gefahrgütern bestens geschult sind – diese und viele weitere Gesichtspunkte lassen den Chemiepark Stade, obgleich tief in den ländlichen Raum eingebettet, global gesehen extrem gut vernetzt dastehen.

Gut da steht auch das Ecology Labor von Dow. Das Umweltlabor erfährt in Dow-Kreisen viel Beachtung, weil es unter anderem beim Nachweis flüchtiger orga-



auf dem gesamten Gelände des Chemieparks Stade.

nischer Verbindungen (VOCs) mittels Thermodesorption (TD) Maßstäbe setzt. Die Kollegen im Ecology Labor verwenden für ihre TD-Analytik das ThermalDesorptionSystem (TDS) von GERSTEL und auch bei den vielen anderen Applikationen, die hier gefahren werden, spielen GERSTEL-Geräte und -Systeme eine zentrale Rolle. Grund für mich, dem Ecology Labor in Stade einen Besuch abzustatten und hinter die Kulissen zu schauen.

Verabredet bin ich mit Michael Gröger. Der Vertriebsleiter von GERSTEL kennt und betreut das Ecology Labor in Stade schon seit vielen Jahren. Für ihn steht noch ein Gespräch mit meinen Gastgebern, Sandra Hirsch und Andreas Köhler, an, beide Herz und Hirn des Ecology Labors als ausgewiesene Experten in Sachen Umwelt- und Wasseranalytik. Sie überlegen, eine MPS-Workstation für die Herstellung von Standards einzusetzen. Noch sind nicht alle Fragen geklärt. Mein Besuchstermin im Ecology Labor bietet Michael Gröger eine gute Gelegenheit, vorbeizuschauen und Antworten zu geben.

Es ist kurz nach zehn Uhr an diesem Mittwochmorgen im Januar. Es schneit. Sandra Hirsch will uns mit dem Auto am Besucherparkplatz abholen. Wir selbst dürfen das Gelände des Chemieparks Stade mit dem eigenen Pkw nicht befahren, wir dürfen es auch nicht unerlaubt betreten. Unternehmensfremde brauchen eine Genehmigung. Die haben wir nicht. Obgleich Michael Gröger seit mehr als 16 Jahren regelmäßig im Ecology Labor ein und aus geht. Hier hat alles seine Ordnung.

Was wir brauchen, ist ein Passierschein. Den zu erhalten, erfordert etwas Zeit und Geduld, Aufmerksamkeit und Hirnleistung. Wer erstmalig oder vor mehr als einem Jahr letztmalig bei Dow in Stade war, hat sich in einem Video mit den Sicherheitsbestimmungen am Standort vertraut zu machen, während die Dame an der Rezeption die Personalien ins System eingibt. Damit ist man bei Dow aktenkundig. Dann folgt der Test: Drei Fragen zu den Sicherheitsabläufen im Werk sind per Fingertipp auf den Sensor des Bildschirms zu beantworten. Der Rechner spuckt das Resultat automatisch auf einem kleinen Zettel aus. Die Rezeptionistin prüft das Ergebnis und ich nehme meinen Passierschein entgegen. Das hat schon mal geklappt.

Am Parkplatz treffen wir Sandra Hirsch, die uns ihr "Moin, Moin" entgegenlacht. Wir sind in Norddeutschland, das hört man am Schnack. Und in guten Händen. Das verrät das Gefühl.

Sandra Hirsch fährt ein US-amerikanisches Auto der Marke "Dodge", genauer gesagt einen grauen Dodge Charger, mit mehr Platz in der Fahrgastzelle, als der äußere Anschein vermuten lässt. Das gibt mir zu denken: Die Dow Che-



Das GC-Labor des Ecology Labors von Dow in Stade spiegelt in puncto Automatisierung eine große Affinität zu GERSTEL-Lösungen wider.

mical Company ist ein US-Unternehmen. Besteht ein Zusammenhang zwischen dem Wagen und ihrer Arbeit? "Ich mag auch Jim-Beam-Whiskey", sagt Sandra Hirsch und mir wird klar: Der Wagen gefällt ihr schlicht. So einfach ist das.

Der Pförtner prüft die Passierscheine und gibt die Straße frei. Der Dodge röhrt tief und satt und setzt sich in Bewegung. Durch die Windschutzscheibe fällt der Blick ins Gelände und auf – ich bin zugegebenermaßen ein wenig überrascht – erstaunlich viel Natur! In greifbarer Nähe fließt die Elbe, die den Chemiepark nach Nordosten hin begrenzt. Ich sehe die Flussauen, erahne weite Grünflächen, die wegen des morgendlichen Schneefalls zartweiß gepudert sind. "Hier gibt es sogar Rehe und Wildschweine." Die sehe ich jetzt nicht, bin aber gewillt, Sandra Hirschs Worten zu glauben.

Wo nur die 1.200 Menschen arbeiten, die das Unternehmen am Standort beschäftigt? Und wo werden die rund drei Millionen Tonnen Dow-Produkte hergestellt, die Dowanole, das Methocel oder MDI? Wo sind all die verfahrenstechnischen Anlagen, die so typisch sind für einen Chemiepark, in dem man Chemikalien wie Al-

lylchlorid, Chloroform und Methylenchlorid, Natron-lauge und Salzsäure, Propylen und Propylenglykolether herstellt und verarbeitet? Die so viel Strom, Dampf und Druckluft brauchen? In denen Wasserstoff, Sauerstoff und Stickstoff erzeugt und den verschiedenen verfahrenstechnischen Abläufen im Gelände zugeführt werden? Wo sind die Rohrleitungen, durch die unzählige Kubikmeter Prozess-, Kühl- und Trinkwasser gepumpt werden, Abwasser abgeführt wird? Was ist mit den vielen Unternehmen, die im Chemiepark siedeln und ihr Tagwerk verrichten? Firmen wie Trinseo, Air Liquide oder Evides? "550 Hektar misst das gesamte Areal", sagt Sandra Hirsch, "da verliert sich manches in der Fläche."

Das Ecology Labor, die Arbeits- und Wirkstätte von Sandra Hirsch, Andreas Köhler und Ute Schomacker, ist parterre in einem zweistöckigen Gebäude am Rand des Chemiepark Stade untergebracht, wenige Autominuten von unserem Treffpunkt entfernt.

1975 wurde das Ecology Labor am Standort eingerichtet und über die Jahre immer weiter ausgebaut und laufend modernisiert. Das Labor kümmert sich in erster Linie um die Umwelt- und Wasseranalytik im Chemie-

-oto: Guido Deußing



park Stade – einschließlich der Bestimmung und Einhaltung der Arbeitsplatzgrenzwerte (AGW) gemäß Gefahrstoffverordnung (GefStoffV) sowie der Grenzwerte der wasserrechtlichen Erlaubnis gemäß der Verordnung des Niedersächsischen Landesbetriebs für Wasserwirtschaft, Küsten- und Naturschutz.

Rund 6.000 Proben hat das Team des Ecology Labor im Jahr auf Chemikalieneinträge zu untersuchen und dabei zu prüfen, ob die zulässigen Höchstwerte überschritten wurden. Bei 60 Prozent davon handelt es sich um wässrige Matrices, vorwiegend Abwasser. Luftproben, die unter Routinebedingungen oder bei Verdacht einer Leckage oder der Überschreitung gesundheitsbedenklicher Arbeitsplatzgrenzwerte im Produktionsbereich oder an Arbeitsplätzen gezogen wurden, machen 30 Prozent des Probenaufkommens aus. Bodenproben, die immer dann zu analysieren sind, wenn ein Neubau geplant ist und Zweifel über mögliche Altlasten aus dem Weg zu räumen sind, lassen sich mit zehn Prozent beziffern. "Hinzu kommen monatlich etwa zehn Proben, die wir zu Vergleichsmessungen von der Umweltbehörde erhalten, die auf dem Gelände nach Belieben Proben ziehen kann

und damit ihrer Funktion als Kontrollinstanz gerecht wird", schildert Sandra Hirsch. Laborroutine, nicht aber Langeweile kennen die drei vom Ecology Labor.

Abwechslung bieten gelegentliche Außeneinsätze, etwa wenn die Werkfeuerwehr die Folgen einer Leckage beheben soll und wissen will, womit sie es bei der austretenden Substanz zu tun hat. Oder wenn die örtliche Feuerwehr in Stade einen Notfall bearbeitet und analytische Unterstützung braucht: "Ob es sich um einen verunfallten und leckgeschlagenen Gefahrguttransport unbekannten Inhalts im Stader Verkehrsnetz handelt oder um die Havarie eines mit Chemikalien beladenen Schiffes auf der Elbe, dann sind wir zur Stelle", sagt Andreas Köhler. Es kann auch schon mal sein, dass die Kriminalpolizei eine Einschätzung erbittet, um was für eine Substanz es sich handelt, die sie am Tatort eines vermeintlichen Selbstmords gefunden hat. Das Ecology Labor übernimmt solche Aufgaben im Rahmen technischer Hilfeleistungen. Gut zu wissen: Man erhält analytische Expertise aus kompetenter Hand, wenn sie gebraucht wird.

Es ist Zeit für einen Laborrundgang. Sandra Hirsch und Andreas Köhler schreiten voran, wir folgen. Erste



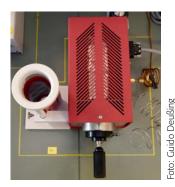
Das Thermodesorptionslabor von Dow in Stade. Sandra Hirsch: "Kollegen anderer Standorte schicken uns ihre Proben, damit wir die Analysen für sie durchführen."

Station unserer kleinen Prozession ist das Thermodesorptionslabor. Die Ordnung hier ist bemerkenswert, wirkt ein bisschen wie für uns gemacht, ist aber im Ecology Labor Programm, klärt mich Sandra Hirsch auf: "Suchen kostet Zeit, richtig?" Ich sage: "Richtig!" "Die haben wir aber nicht", sagt Andreas Köhler. "Und die brauchen wir auch nicht", ergänzt Sandra Hirsch, "weil wir nicht suchen müssen, sondern wissen, wo alles ist."

Die Methode, nach der die Laboratorien durchstrukturiert worden sind, stammt aus Japan und wird als 5Soder 5A-Methode bezeichnet. Sie gewährleistet, dass alles an seinem Platz, sauber und in Ordnung ist. Ein prägnantes Indiz für die Anwendung der 5A-Methode zeigt sich in der Art, wie man die Plätze markiert, an denen wichtige Werkzeuge deponiert werden, Instru-

mente aufzubewahren sind und Geräte zu stehen haben: Gelbe Markierungslinien, auf den Tischen, dem Boden, selbst auf Schubladen und Schranktüren, bieten eine leichte Orientierung, das Richtige zu tun. Unwillkürlich muss ich an den Raucherbereich am Bahnsteig denken. Ein optisch auffälliges Element kann disziplinieren.

Zugegeben, die Farbe Gelb taucht überall im Labor auf. Domi-



Struktur fördert Effizienz – auch beim Einsatz des GERSTEL-TC: Das Team im Ecology Labor pflegt Ordnung nach den Prinzipien der 5S-Methode aus Japan. Die gelb markierten Bereiche sind definierte Räume. Dort darf nur liegen, stehen oder aufbewahrt werden, was dort hin gehört.

nant ist jedoch auch das GERSTEL-typische Magenta. Selbst ein Laie würde erkennen, dass man hier im Labor eine hohe Affinität zu GERSTEL-Produkten hat: Auf den Labortischen entlang der Fensterreihe stehen drei GC-Komplettsysteme, ausgestattet mit jeweils einem GERSTEL-KaltAufgabeSystem (KAS) und darauf ein GERSTEL-TDS und daran ein TDS A. "Nicht nur Ordnung, auch Automatisierung erhöht die Effizienz", bemerkt Sandra Hirsch, "ganz besonders wichtig bei dünner Personaldecke."

Detektiert wird mittels MSD und FID, die über ein Splitventil mit dem GC verbunden sind. Auf dem Labortisch gegenüber finden sich zwei TubeConditioner (GERSTEL-TC) sowie zwei TubeStandardPreparation-Systeme (GERSTEL-TSPS) für die Konditionierung von TDS-Sorbensröhrchen und die Beladung der Sorbentien mit ausgewählten Standards.

"Wir haben lange Zeit mit den unterschiedlichsten Materialien experimentiert, um heute sagen zu können, dass wir in der Lage sind, mehr als 50 verschiedene Analyten von C₁₀ bis C₄₀ allesamt mit einer einzigen Methode und mit Bestimmungsgrenzen im ppb-Bereich nachzuweisen", freut sich Andreas Köhler. "Und wir liegen weit unter den Bestimmungsgrenzen, die uns die Behörde vorgibt", fügt Sandra Hirsch mit Stolz in der Stimme hinzu.

Sandra Hirsch und Andreas Köhler können sportlichen Ehrgeiz bei ihrer Arbeit entwickeln. Im analytischen Rennen mit den Behörden die Nase vorn zu haben und wenigstens immer einen Schritt voraus zu sein, spornt die beiden zu Höchstleistungen an. Aus kluger Voraussicht: "Wir wissen aus Erfahrung", sagt Sandra Hirsch, "dass wir stets mit einer Veränderung der Gesetzeslage zu

22

rechnen haben." Statt abzuwarten und zu reagieren, gehen die beiden Experten die Herausforderung potenziell sinkender Grenzwerte offensiv und proaktiv an – und sind damit bislang immer gut beraten gewesen. "Wenn die Veränderung der Grenzwerte dann kam", berichtet Andreas Köhler, "waren wir längst schon am Ziel und bestens vorbereitet." Auch methodisch: "Leichtflüchtige Verbindungen mit Siedepunkten von -20 °C und sehr schwerflüchtige Verbindungen mit 180 °C erfassen wir mit nur einer Methode", berichtet Andreas Köhler. Die Resultate, die das Laborteam beim Nachweis sehr leichtbis sehr schwerflüchtiger organischer Verbindungen erzielt, haben sich bei Dow herumgesprochen.

Das Ecology Labor in Stade gilt im Konzern als Zentrum für die Thermodesorptionsanalyse. Sandra Hirsch: "Kollegen anderer Standorte schicken uns ihre Proben, damit wir die Analysen für sie durchführen." Kann es eine größere Anerkennung geben?

Aber nicht nur "Industrial Hygiene"-Proben werden von anderen DOW-Standorten nach Stade gesandt. Die sehr aufwendig zu bearbeitenden, behördlich relevanten



Stehen seit vielen Jahren unterstützend Seite an Seite (v. r.): Andreas Köhler und Sandra Hirsch vom Ecology Labor und GERSTEL-Vetriebsleiter Michael Gröger.

AOX-Analysen kommen aus verschiedenen Ländern, um hier analysiert zu werden. Das ist der Arbeitsbereich, in dem Ute Schomacker mit ihrem Wissen und ihrer langjährigen Erfahrung auftrumpfen kann.

Apropos: Schon vor der Jahrtausendwende hatte Andreas Köhler die Thermodesorption für sich entdeckt. Sandra Hirsch, die später zum Team stieß, teilt heute seine Begeisterung. Als das TD-System der Marke Eigenbau seine Kapazitätsgrenzen erreicht hatte, war die Anschaffung eines neuen Systems beschlossene Sache:

"Wir brauchten ein System", erinnert sich Andreas Köhler, "das den Nachweis der von uns präferierten Verbindungen sicher, sensitiv und verschleppungsfrei gewährleisten konnte, das sich außerdem automatisieren ließ und das die Möglichkeit bot, adäquat auf eine Verschärfung der gesetzlichen Auflagen zu reagieren." Andreas Köhler interessierte sich für das GERSTEL-

TDS und suchte 2001 das Gespräch mit Michael Gröger – der Anfang einer bis heute andauernden freundschaftlich geprägten Partnerschaft. Diese Partnerschaft beschränkt sich allerdings nicht allein auf die Thermodesorption und die Analyse flüchtiger Verbindungen in Luft. GERSTEL wurde auch zum Lösungslieferanten für die Analyse wässriger Proben, die den Löwenanteil des Probenaufkommens im Ecology Labor ausmachen; im GC-Labor zähle ich wenigstens sechs GC-Systeme, auf denen ein MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) thront. Wie das TD-Labor akzentuieren ein dezentes 5S-Gelb und GERSTEL-Magenta das in Beige gehaltene GC-Labor. Qualität hebt sich eben ab.

Das gilt auch für die Technik, die dahintersteht. Andreas Köhler berichtet, auch in der Wasseranalytik habe das Ecology Labor mit laufend sich verschärfenden Grenzwerten zu kämpfen. Das Abwasser mit seiner für gewöhnlich hohen Salzfracht und die darin nachzuweisenden unterschiedlich polaren Verbindungen hätten die Analytik hier vor eine große Herausforderung gestellt. Während in vielen Fällen die klassische Headspace-Tech-

nik für den sicheren und sensitiven Nachweis der beobachteten Analyten völlig genüge, blieben andere Verbindungen auf der Strecke, insbesondere Hochsieder.

"Die Lösung kam in Form der GERSTEL-HIT-Technologie daher", berichtet Andreas Köhler. Das Akronym HIT steht für Hot Injection and Trapping. "Diese Methode gewährleistet", erklärt mir Michael Gröger, "dass vor allem schwerflüchtige Verbindungen während der Probenaufgabe gasförmig bleiben, sprich: nicht an der Spritzennadel kondensieren und mit Entfernen der Spritze aus dem Injektor verloren gehen."

Auf diese Weise habe man im Ecology Labor einen Weg gefunden, wieder einmal auf lange Zeit die Vorgaben der Grenzwertkommissionen erfüllen zu können. Offenkundig fin-

det man im Ecology Labor Gefallen daran, den Behörden erneut einen Schritt, genauer gesagt: mehrere Schritte, voraus zu sein. Sandra Hirsch: "Eines unserer Ziele war es etwa, die Nachweisgrenze auf 1 μ g/L zu senken, gefordert sind 2 μ g/L. Wir haben 0,2 μ g/L erreicht."

Und während man sich aufseiten der Behörden mit herkömmlichen Headspace-Techniken und Flüssigflüssigextraktionen abmühe, absolviere das Ecology Labor die Analytik überaus effizient automatisiert. Damit bleibe ihnen mehr Zeit für die Auswertung und Interpretation der Analysenresultate oder auch für die Methodenentwicklung. "Oder dafür, sich darüber Gedanken zu machen, was eine MPS-Workstation hier im Labor zu leisten hat", meint Sandra Hirsch. Ein freundlich gemeinter Hinweis, dass die Führung durchs Labor nun beendet ist und dringend zu erledigende Arbeit wartet – ich habe verstanden.



Gerührt, nicht geschüttelt

Der folgende Beitrag beschreibt ein sensitives Verfahren zur quantitativen Bestimmung von rund 100 Kontaminanten in Oberflächengewässern. Den zentralen Bestandteil der grundlegenden GC-MS/MS-Methode bildet die Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) mit dem GERSTEL-Twister. Die SBSE-Technologie als Anreicherungstechnik der Wahl gewährleistet eine einfache, leistungsfähige und hochempfindliche Wasseranalytik gemäß EU-Wasserrahmenrichtlinie (2013/39/EU).

Von Dr. Oliver Lerch und Jasmin Zboron

m Jahr 2000 haben Parlament und Rat der Europäischen Staatengemeinschaft (EG) eine Richtlinie (2000/60/EG) erlassen [1], die den Schutz und die Verbesserung von Zustand und Qualität aller Oberflächengewässer und des Grundwassers fokussiert. Erweitert und modifiziert wurde die Richtlinie in den Jahren 2008 (2008/105/EG) [2] und 2013 (2013/39/EU) [3]. Im Resultat verpflichtet die Wasserrahmenrichtlinie (WRRL bzw. Water Framework Directive [WFD]) der Europäischen Union (EU) alle Mitgliedsstaaten, Maßnahmen zu ergreifen, die es ermöglichen, den Zustand und die Güte der in ihren Bereich fallenden Gewässer kontinuierlich zu überwachen und zu verbessern.

Überwacht werden sollen nicht allein ökologische Parameter, sondern auch chemische und toxische Belastungen. Die EU-Wasserrahmenrichtlinie (EU-WFD) listet prioritäre Stoffe und Stoffgruppen auf, die zu überwachen sind. Umweltqualitätsnormen (UQN) legen Schadstoffkonzentrationen fest, die perspektivisch in Oberflächengewässern nicht überschritten werden dürfen. Differenziert werden sowohl Jahresdurchschnittskonzentrationen (JD-UQN) und zulässige Höchstkonzentrationen (ZHK-UQN) als auch UQN für Binnengewässer, sprich für Flüsse und Seen, sowie sonstige Oberflächengewässer, zum Beispiel Küstengewässer.

Anforderungsprofil im Blick

Analysenmethoden, die im Rahmen der EU-WFD eingesetzt werden, haben Mindestleistungskriterien zu erfüllen: Von ihnen verlangt wird etwa eine Bestimmungsgrenze von höchstens 30 Prozent der jeweiligen Umweltqualitätsnorm (JD-UQN) sowie eine relative Messunsicherheit von maximal 50 Prozent (k = 2) an



gelung geeigneter Analysenmethoden nicht erfüllen, gewährt die EU-WFD Spielraum: Die Überwachung sollte in diesem Fall

der Konzentration der jeweiligen UQN. Lassen sich diese Kriterien in Erman-

mit der besten verfügbaren

GERSTEL-MPS-SBSE-TDU-GC-MS/MS-System für die Bestimmung von rund 100 Kontaminanten, u. a. jener organischen Verbindungen, die von der EU-Wasserrahmenrichtlinie als prioritär bezeichnet werden.

Technik erfolgen, sofern keine übermäßigen Kosten damit verbunden sind.

Ungeachtet dieses Spagats zwischen Nutzwert und Investition sind weitere, vor allem analytische Herausforderungen zu meistern. Es gilt beispielsweise, die geforderten sehr niedrig angesetzten LOQs zu erreichen, die zum Teil im unteren Nanogramm- beziehungsweise Subnanogramm-pro-Liter-Bereich liegen. So leitet sich aus der EU-Wasserrahmenrichtlinie etwa eine Bestimmungsgrenze von 0,051 ng/L für Benzo[a]pyren ab. Um diesen Wert zu realisieren, bedarf es einer höchst sensitiven Mess- und effizienten Anreicherungstechnik wie der Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE).

SBSE in der Wasseranalytik bewährt

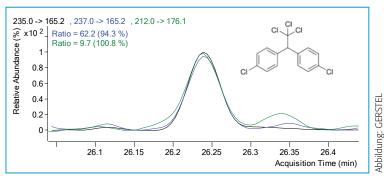
Bereits vor einigen Jahren überzeugte die Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) beim Nachweis von Pestiziden und schwerflüchtigen halogenierten Kohlenwasserstoffen in Wasser. Das Referat "Spezielle Analytik für Umwelt- überwachung" des Bayerischen Landesamts für Umwelt berichtete seinerzeit, die SBSE beziehungsweise der patentierte GERSTEL-Twister, mit dem die SBSE in der Laborpraxis erfolgt, habe die Anforderungen der Trinkwasserverordnung (TrinkwV 2001) im Rahmen eines Ringversuchs mustergültig erfüllt. Obendrein habe sich die Methode bei der Untersuchung von Oberflächengewässern und auch bei der Bestimmung prioritärer Stoffe gemäß Wasserrahmenrichtlinie 2000/60/EG bestens bewährt [4].

Aufgrund intensiver Forschung und kontinuierlicher Weiterentwicklung entsprechender Applikationen lassen sich heute mit der SBSE die in der Wasserrahmenrichtlinie der EU (2013/39/EU) gelisteten GC-gängigen prioritären Stoffe mit nur einer Methode hochsensitiv bestimmen. Unter geeigneten Extraktionsbedingungen gelingt die Bestimmung einer großen Bandbreite unter-

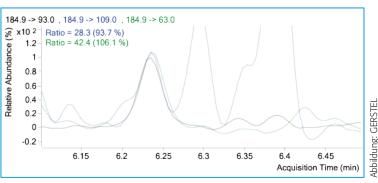
schiedlich polarer Verbindungen, auch von Komponenten anderer Gesetzeswerke wie der 2015/495/EU oder der Deutschen Oberflächengewässerverordnung (Ausfertigungsdatum 20. 7. 2011).

Die SBSE in der Detailbetrachtung

Das Extraktionsmedium der SBSE ist der patentierte Twister (GERSTEL), ein spezielles Rührstäbchen für Magnetrührer, das mit einem Sorbensmaterial ummantelt



Chromatogramm von p,p'-DDT bei einer Konzentration von 0,068 ng/L, gespikt in Flusswasser



Chromatogramm von Dichlorvos bei einer Konzentration von 0,12 ng/L, gespikt in Flusswasser

Analyt Bestimmungsgrenze [ng/L] Acenaphthen 1,00 Acenaphthylen 0,10 Aclonifen 0,56 Alachlor 0,42 Aldrin 0,066 Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Bisjenox 0,47 Bisje(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDT 0,052		
Acenaphthen 1,00 Acenaphthylen 0,10 Aclonifen 0,56 Alachlor 0,42 Aldrin 0,066 Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,016	Analyt	
Acenaphthylen 0,10 Aclonifen 0,56 Alachlor 0,42 Aldrin 0,066 Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017		grenze [ng/L]
Aclonifen 0,56 Alachlor 0,42 Aldrin 0,066 Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[k]fluoranthen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chloryerifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Acenaphthen	1,00
Alachlor 0,42 Aldrin 0,066 Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Acenaphthylen	0,10
Aldrin 0,066 Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Aclonifen	0,56
Ametryn 0,069 Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Alachlor	0,42
Anthracen 0,061 Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Aldrin	0,066
Atrazin 0,18 Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Ametryn	0,069
Benz[a]anthracen 0,076 Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Anthracen	0,061
Benzo[a]pyren 0,033 Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Atrazin	0,18
Benzo[b]fluoranthen 0,078 Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Benz[a]anthracen	0,076
Benzo[g,h,i]perylen 0,049 Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Benzo[a]pyren	0,033
Benzo[k]fluoranthen 0,081 Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Benzo[b]fluoranthen	0,078
Bifenox 0,47 Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017		0,049
Biphenyl 9,00 Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Benzo[k]fluoranthen	0,081
Bis(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) 134 Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Bifenox	0,47
Chlordan, cis 0,052 Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Biphenyl	9,00
Chlordane, trans 0,026 Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017		HP) 134
Chlorfenvinphos 0,084 Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Chlordan, cis	0,052
Chlorpyrifos-Ethyl 0,024 Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Chlordane, trans	0,026
Chrysen 0,027 Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,o-DDD 0,020 p,o-DDE 0,017	Chlorfenvinphos	0,084
Cybutryn (Irgarol 1051) 0,030 Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Chlorpyrifos-Ethyl	0,024
Cypermethrin (Isomerenmix) 0,12 p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Chrysen	0,027
p,p'-DDD 0,020 p,p'-DDE 0,017	Cybutryn (Irgarol 1051)	0,030
p,p'-DDE 0,017	Cypermethrin (Isomerenmix)	0,12
	p,p´-DDD	0,020
o.p'-DDT 0.052	p,p´-DDE	0,017
	o,p'-DDT	0,052
p,p'-DDT 0,067	p,p'-DDT	0,067
Dibenz[a,h]anthracen 0,073	Dibenz[a,h]anthracen	0,073
Dichlobenil 2,10	Dichlobenil	2,10
Dichlorvos 0,073	Dichlorvos	0,073
Dicofol 0,15	Dicofol	0,15
Dieldrin 0,034	Dieldrin	0,034
Diflufenican 0,16	Diflufenican	0,16
2,6-Di-tertbutyl-4-methylphenol 5,90	2,6-Di-tertbutyl-4-methylphe	nol 5,90

Analyt	Bestimmungs-
	grenze [ng/L]
alpha-Endosulfan	0,070
beta-Endosulfan	0,059
Endosulfan sulfat	0,052
Endrin	0,043
Endrin keton	0,052
Ethofumesat	0,073
Fenitrothion	0,024
Fenpropimorph	0,13
Fluoranthen	1,00
Fluoren	0,45
Heptachlor	0,052
Heptachlorepoxid	0,052
Hexachlorbenzol	0,10
Hexachlorbutadien	0,043
alpha-Hexachlorcyclohexan	0,052
oeta-Hexachlorcyclohexan	0,13
gamma-Hexachlorcyclohexar	າ 0,052
delta-Hexachlorcyclohexan	0,052
ndeno[1,2,3-cd]pyren	0,044
Isodrin	0,16
Methoxychlor	0,083
Metolachlor	0,064
Naphthalin	5,00
Nonylphenol	8,80
Octylphenol	0,46
Oxadiazon	0,082
PBDE 28	0,018
PBDE 47	0,015
PBDE 99	0,050
PBDE 100	0,011
PBDE 153	0,032
PBDE 154	0,020
PBDE 183	0,13
PCB 77	0,041

	Sestimmungs grenze [ng/L
PCB 81	0,039
PCB 105	0,043
PCB 114	0,036
PCB 118	0,012
PCB 123	0,037
PCB 126	0,050
PCB 156	0,046
PCB 157	0,047
PCB 167	0,044
PCB 169	0,054
PCB 189	0,054
Pendimethalin	0,094
Pentachlorbenzol	0,075
Pentachlorphenol	3,00
Phenanthren	2,50
Picolinafen	0,26
Prometon	0,18
Prometryn	0,13
Propazin	0,057
Propiconazol	0,14
Propyzamid	0,35
Pyren	0,45
Quinoxyfen	0,087
Simazin	1,90
Terbutryn	0,10
Triallate	0,084
Tributyl phosphat	9,70
1,2,3-Trichlorbenzol	0,95
1,2,4-Trichlorbenzol	1,20
1,3,5-Trichlorbenzol	0,18
Triclosan	1,40
Trifluralin	0,19
Tris(2-chlorisopropyl)phosphat (TCP	P) 29,00

Bestimmungsgrenzen, ermittelt gemäß DIN 32645 unter Berücksichtigung der Ergebnisse zur Präzision und Richtigkeit. Sofern die Wasserprobe frei von bzw. nur gering belastet mit dem jeweiligen Analyten war, wurden die Bestimmungsgrenzen in der Matrix Oberflächenwasser ermittelt.

ist. Dabei handelt es sich entweder um Polydimethylsiloxan (PDMS-Twister) oder um ein Ethylenglycol-Silikon-Polymer (EG-Silikon-Twister). Das Extraktionsprinzip der SBSE beruht, vergleichbar der Flüssigflüssigeextraktion (LLE), auf der Verteilung der Analyten zwischen der Wasserphase und der Extraktionsphase des Twisters. Im hier beschriebenen Fall kommt der PDMS-Twister zum Einsatz. Die Extraktion respektive die Anreicherung der Analyten erfolgt, während der Twister die Probe durchmischt. Anschließend wird er der Probe entnommen, getrocknet und in einem Glasliner in einen Thermodesorber (GERSTEL-ThermalDesorption Unit [TDU], ThermalDesorptionSystem [TDS]) überführt. Die thermische Desorption der angereicherten Analyten aus der Twister-Sorptionsphase erfolgt vollautomatisiert mittels GERSTEL-MPS. Die Analyten werden im GC-Einlass (GERSTEL-KaltAufgabeSystem [KAS]) fokussiert, durch Erhöhung der Temperatur auf die GC-Säule überführt, dort aufgetrennt und anschließend mithilfe eines Massenspektrometers detektiert. Diese Vorgehensweise ermöglicht es, die angereicherten Analyten in ihrer Gesamtheit aufzugeben und zu detektieren. Der PDMS-Twister eignet sich für die Extraktion und Anreicherung mittel- bis unpolarer Analyten, der EG-Silikon-Twister vor allem für die Bestimmung polarer Komponenten mit

Wasserstoffdonator-Funktion, zu denen Phenole, Alkohole und Säuren zählen.

Einfache und effiziente Wasseranalyse

Angewendet haben wir die SBSE mit dem Twister auf die in der EU-Wasserrahmenrichtlinie gelisteten GCgängigen Verbindungen. Ziel war es, nicht nur die vorgegebenen LOQs zu erreichen, sondern auch, wie in der EU-WFD vorgegeben, jene Verbindungen, etwa polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAKs), quantitativ zu bestimmen, die Schwebstoffen und Partikeln in der Wasserprobe anhaften. Dieses Vorhaben, sprich die Erfassung an Schwebstoffen adsorbierter chemischer Verbindungen, verlangt eine besondere Vorgehensweise: Zunächst wendeten wir die klassische SBSE wie oben beschrieben auf die jeweilige Wasserprobe an. Mehr als 100 mL Probenvolumen bedarf es nicht, um mittels SBSE eine aussagekräftige Analyse durchzuführen. Wir ließen einen Twister die Probe nach Zugabe des internen Standards für fünf Stunden durchmischen, um die frei im Wasser vorliegenden organischen Verbindungen zu extrahieren. Der Twister wurde entnommen, dann versetzten wir dieselbe Probe mit einem organischen Modifier und extrahierten sie über Nacht erneut mit einem zweiten Twister bei erhöhter Temperatur. Auf diese Weisen ließen sich die an Partikeln im Wasser anhaftenden Verbindungen freisetzen und in eine extrahierfähige Form überführen. Der zweite Twister wurde zusammen mit dem ersten in einen Glasliner überführt und gemeinsam in der ThermalDesorptionUnit (TDU) temperaturprogrammiert desorbiert (90-300 °C), wobei die Analyten bei -40 °C im KaltAufgabeSystem (KAS) zwischenfokussiert wurden. Durch schnelles Aufheizen des KAS erfolgte der Transfer auf die GC-Trennsäule, in unserem Fall eine HP-5ms Ultra Inert (30 m x 0,25 mm x 0,25 μm) von Agilent Technologies. Nach ihrer Auftrennung wurden die Analyten in einem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (Agilent Technologies 7010) im Multi-Reaction-Monitoring-Modus (MRM) detektiert.

Erfolgreiche Analyse von Wasserkontaminanten

Mit der SBSE-GC-MS/MS-Analyse haben wir erfolgreich, überaus effizient und sensitiv chemische Rückstände in Wasser analysieren können. Mit nur drei Ausnahmen, die auch konventionell im geforderten Konzentrationsbereich von zum Teil sub-pg/L nur sehr schwer nachzuweisen sind - hierbei sprechen wir von den Verbindungen Cypermethrin, Heptachlor und Heptachlorepoxid - konnten wir alle in der EU-Wasserrahmenrichtlinie gelisteten GC-gängigen Komponenten im Rahmen der vorgegebenen LOQs beziehungsweise sogar empfindlicher bestimmen. Die geforderte Bestimmungsgrenze für Oberflächenwasser gemäß EU-Richtlinie liegt etwa für Dichlorvos bei 0,18 ng/L, mit der SBSE erreichten wir 0,073 ng/L. Für Benzo(a)pyren verlangt die EU-Richtlinie 0,051 ng/L, mit der SBSE erreichten wir 0,033 ng/L. Bei Pentachlorbenzol sieht die Richtlinie ein LOQ von 2,1 ng/L vor, wir konnten mit der SBSE die Bestimmungsgrenze auf 0,075 ng/L senken (siehe Tabelle 1). Vergleichbare Resultate wurden bei rund 100 anderen Kontaminanten erzielt. Relative Standardabweichungen der Analysenwerte unter Wiederholbedingungen nahe der jeweiligen Bestimmungsgrenze lagen für die große Mehrheit der Substanzen im Bereich zwischen zwei und zehn Prozent, bei einem Mittelwert von 6,9 Prozent, wobei die Richtigkeit sich meist zwischen 90 und 110 Prozent, bewegte. Die Extrahier- und Quantifizierbarkeit Partikel-adsorbierter Analyten wurde mithilfe eines zertifizierten Referenzsediments (WEPAL SETOC 745) überprüft und bestätigt. Zertifizierte Analysenwerte lagen für PAKs und einige chlorierte Verbindungen vor.

Die SBSE in der Bewertung

Die SBSE mit dem GERSTEL-Twister ist einfach zu handhaben und arbeitet höchst sensitiv, nicht nur im hier beschriebenen Fall des Nachweises der in der EU-Wasserrahmenrichtlinie gelisteten prioritären Stoffe. Ihre große Empfindlichkeit beruht insbesondere auf der bauartbedingten großvolumigen Twister-Phase von in unserem Fall 63 µL, die einen hohen Anreicherungsfaktor ge-



Die Extraktion respektive die Anreicherung der Analyten erfolgt, während der Twister die Probe durchmischt. Anschließend wird er der Probe entnommen, getrocknet und in einem Glasliner in eine GERSTEL-TDU überführt. Die thermische Desorption der angereicherten Analyten aus der Twister-Sorptionsphase erfolgt vollautomatisiert mittels GERSTEL-MPS. Die Analyten werden im GERSTEL-KaltAufgabeSystem (KAS) fokussiert, durch Erhöhung der Temperatur auf die GC-Säule überführt, dort aufgetrennt und anschließend mittels eines Massenspektrometers detektiert.

währleistet. Infolge der Thermodesorption des gesamten Twisters werden nicht nur aliquote Teile, sondern die angereicherten Analyten in ihrer Gesamtheit auf den GC überführt, was in Kombination mit einem nachweisstarken Triple-Quadrupol-Massenspektrometer niedrigste Bestimmungsgrenzen im Sub-ng/L-Bereich für Wasserproben von nur 100 mL gewährleistet. Weiteres Plus der Twister-Technologie: Die Gesamtmethode bedarf nur eines deutlich reduzierten Einsatzes konventionell üblicher, zum Teil umwelttoxischer Lösemittel – was sich insbesondere im Bereich der Analyse von Oberflächenund Grundwasser als sinnvoll und nachhaltig erweist.

Referenzen

- [1] RICHTLINIE 2000/60/EG DES EUROPÄISCHEN PARLA-MENTS UND DES RATES vom 23. Oktober 2000 zur Schaffung eines Ordnungsrahmens für Maßnahmen der Gemeinschaft im Bereich der Wasserpolitik
- [2 RICHTLINIE 2008/105/EG DES EUROPÄISCHEN PARLA-MENTS UND DES RATES vom 16. Dezember 2008 über Umweltqualitätsnormen im Bereich der Wasserpolitik und zur Änderung und anschließenden Aufhebung der Richtlinien des Rates 82/176/EWG, 83/513/EWG, 84/156/ EWG, 84/491/EWG und 86/280/EWG sowie zur Änderung der Richtlinie 2000/60/EG
- [3] RICHTLINIE 2013/39/EU DES EUROPÄISCHEN PARLA-MENTS UND DES RATES vom 12. August 2013 zur Änderung der Richtlinien 2000/60/EG und 2008/105/EG in Bezug auf prioritäre Stoffe im Bereich der Wasserpolitik
- [4] Manfred Sengl und Sonja Krezmer, Keine Frage der Größe: Pestizide und SHKW effizient nachweisen, GERSTEL Aktuell 41 (2010) 16-19 (www.gerstel.de/de/GA41-Pestizide-shkw.htm [20. 03. 2018])



Effizienz gesteigert, Nachweisgrenze und Lösemittelverbrauch gesenkt: Das Landeslabor Schleswig-Holstein setzt bei der Wasseranalytik auf grüne GERSTEL-Technologie.

m Rahmen einer Geräteausschreibung erhielt GERSTEL die Möglichkeit, im Landeslabor Schleswig-Holstein in Neumünster vorstellig zu werden. Das Unternehmen überzeugte und erhielt den Zuschlag für die Lieferung eines GC-MS/MS-Komplettsystems lent Technologies), ausgestattet mit den GERSTEL-Komponenten: MultiPurposeSampler (MPS) mit Twister-Option (Stir Bar Sorptive Extraction, SBSE), ThermalDesorptionUnit (TDU) und KaltAufgabeSystem (KAS). GERS-TEL Aktuell wollte mehr über die Entscheidung des Landeslabors Schleswig-Holstein erfahren und sprach dort mit Udo Diedering, chemisch-technischer Assistent (CTA) in der Abteilung "Umweltmonitoring".

GERSTEL Aktuell: Herr Diedering, Ihr Arbeitgeber, das Landeslabor Schleswig-Holstein, hat sich von GERSTEL mit einer GC-MS/MS-Komplettlösung ausrüsten lassen. Der im Paket enthaltene MultiPurpose-Sampler (MPS) ist insbesondere für die Twister-Analytik ausgestattet. Für welche Art von Analysen nutzen Sie das System?

Udo Diedering: Wir untersuchen damit Grund- und Oberflächengewässer sowie Wasserproben aus Nord- und Ostsee und deren Zuflüssen, vor allem der Elbe, auf Pestizidrückstände und andere Schadstoffbelastungen.

Wie haben Sie diese Analyse bislang durchgeführt?

Bis vor wenigen Jahren haben wir die Analyten überwiegend mittels Flüssig-flüssigextraktion aus den Wasserproben mit Isohexan im 2-L-Messkolben ausgerührt bzw. über Festphasenmaterial angereichert. Analysiert haben wir mittels GC/MSD bzw. GC/ECD.

Was hat Sie bewogen, sich für ein GERSTEL-System zu entscheiden?

Wenn Umweltqualitätsnormen für ausgewählte Parameter eine Bestimmungsgrenze von < 1,0 ng/L fordern, unsere vorliegende Analysentechnik aber bei 1-20 ng/L an ihre Grenzen stößt, ist es an der Zeit zu modernisieren.

Und Sie haben sich für die automatisierte Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) entschieden.

Uns ging es vorrangig darum, die Leis-

tungsfähigkeit der Umweltanalytik im Landeslabor zu steigern. Wir haben uns informiert, welche Technologien am Markt unseren Vorstellungen am nächsten kommen. Wir haben Applikationsberichte gelesen, im Übrigen auch in der GERSTEL Aktuell, und uns die Twister-Analytik in der Praxis angesehen. Anschließend haben wir GERSTEL unsere "Wunschliste" kritischer Substanzen wie Irgarol, Triclosan oder Cypermethrin übergeben und im Demolabor des Unternehmens Testmessungen durchführen lassen. Die Resultate waren sehr überzeugend.

Was hat Sie beeindruckt?

Der Twister deckt den Applikationsbereich ab, der uns interessiert. Außerdem überzeugten uns die vielen applikationsrelevanten Aspekte, die im Twister stecken.

Welche haben Ihre Kaufentscheidung beeinflusst?

Die Möglichkeit der Automatisierung und die Empfindlichkeit der Analytik. Die Proben, die wir messen, sind in der Regel nicht sehr hoch belastet. Komponenten, die in Konzentrationen < 1 ng/L vorliegen, konnten wir zum Beispiel früher nicht nachweisen. Mit dem neuen System sind derartig niedrige Bestimmungsgrenzen jetzt einfach zu erreichen – mit ausreichend Spielraum nach unten.

Gibt es weitere Punkte, die Sie überzeugt haben?

Die einfache Handhabung des Twisters und die Tatsache, dass wir unseren Lösemittelverbrauch auf ein Minimum reduzieren konnten. Denn die Twister-Analytik erfordert keine Probenaufbereitung mehr im herkömmlichen Sinn: Sie lassen den Twister in der Probe rühren, entnehmen den Twister, überführen ihn auf den MPS und alles Weitere läuft automatisch ab.

... die beste Probenvorbereitung ist keine Probenvorbereitung.

Richtig! Sie reduzieren mit der SBSE die Zahl potenzieller Fehlerquellen auf ein absolutes Minimum. Obendrein ist die Anreicherung mit dem Twister sehr effizient. Denn neben einer Konzentrierung der Analyten wird kaum Matrix angereichert, wodurch die Analyse zusätzlich sehr sensitiv ist.

Wie haben Sie die Tauglichkeit der Methode in Bezug auf Ihre Anwendung überprüft?

Wir haben GERSTEL einen Standard geschickt und darum gebeten, eine Kalibrierung über das gesamte Verfahren anzufertigen. Wir waren erstaunt darüber, wie linear sich die Kalibriergeraden dargestellt haben.

Wie lange hat es gedauert, bis Ihnen das Ergebnis der Messung vorlag?

Das weiß ich nicht mehr genau, aber es ging schnell. Zufriedenstellend schnell sogar.

Und bis das System hier bei Ihnen im Labor installiert wurde und Sie selbst daran arbeiten konnten?

Vom Aufstellen des Systems bis zum Vorliegen einer validierten Methode vergingen weniger als drei Monate.

Wie war die Unterstützung von GERSTEL währenddessen?

Dem Grunde nach nicht nötig. Ich glaube, ich habe ein-, zweimal den Service in Mülheim an der Ruhr angerufen, ansonsten war keine Unterstützung erforderlich. Das war mir allerdings bereits früh klar.



GERSTEL-Vertriebsbeauftragte Nuray Westerhoff (I.) zum Besuch bei Udo Diedering im Landeslabor Schleswig-Holstein.

Wie meinen Sie das?

Ich kannte die MassHunter-Chromatographie-Software bereits von einem GC-MS/MS-System, das wir ein Jahr zuvor erworben hatten. Das erleichterte mir den Umgang mit der Technik. Dadurch, dass die GERSTEL-MAESTRO-Software, mit der die GERSTEL-Module gesteuert werden, in die MassHunter-Software integriert ist, ist die Bedienung insgesamt sehr einfach – auch für einen Anwender, der die MAESTRO-Software nicht kennt.

Denken Sie, dass das neue GC-MS/MS-System mit MPS und Twister-Option Sie produktiver sein, Sie effizienter arbeiten lässt?

Ich würde sagen, ja. Wobei wir nicht unbedingt Zeit einsparen. Die Analysendauer lässt sich vermutlich verkürzen und doch braucht sie ihre Zeit. Vielleicht gelingt es uns dennoch absehbar, den Probendurchsatz zu erhöhen, eventuell sogar zu verdoppeln.

Das ist doch ganz beachtlich.

Wichtiger ist, dass der Twister uns Raum zum Experimentieren gibt und Neues ausprobiert werden kann. Schließlich entfällt das bislang notwendige Cleanup der Probe. Wir haben jetzt die Möglichkeit, weiteres Optimierungspotenzial zu erschließen, die Methode anzupassen, zu verbessern und auch auf andere Analyten anzuwenden.

Welche zum Beispiel?

Auf meiner Liste steht die Verbindungs-

gruppe der polychlorierten Biphenyle (PCBs), DDT könnte ein Kandidat für den Twister sein, Organozinnverbindungen wären auch denkbar. Ob PAKs geeignet sind, muss sich noch herausstellen.

Welches Fazit ziehen Sie in Bezug auf die Twister-Technologie im Bereich der Wasseranalytik?

Aus eigener Erfahrung kann ich sagen, dass sich der Twister in Verbindung mit der Thermodesorptions-GC/MS in unserem Anwendungsfeld der Untersuchung von Grund- und Oberflächengewässern bewährt hat bei der Analyse von Pestizidrückständen. Die Art der Analytik fördert die Produktivität des Labors und die Kreativität der Mitarbeiter, weil sie uns Spielraum bietet, vermeintlich bewährte Methoden zu hinterfragen und Neues auszuprobieren. Nicht zuletzt: Als Labor, dessen Aufgabe es ist, Schadstoffbelastungen in der Umwelt zu untersuchen und nachzuweisen, sollten wir nicht mehr Abfall und Schadstoffe produzieren, als unbedingt erforderlich ist. Die Twister-Technologie kommt ohne Lösemittel aus, außerdem kann man mit ihr zum Teil lösemittelintensive Extraktionsverfahren substituieren. Mensch und Umwelt werden geschont, die Arbeit wird effizienter. Der Twister macht diesbezüglich grüne Analytik.

Herr Diedering, vielen Dank für das Gespräch.

Das Interview führte Guido Deußing.

GERSTEL expandiert und sucht Sie!

Wir sind ein weltweit tätiges mittelständisches Unternehmen mit Sitz in Mülheim an der Ruhr, das hochwertige und einzigartige Systeme für die Gasund Flüssigkeitschromatographie entwickelt, produziert und vertreibt. Zum nächstmöglichen Zeitpunkt suchen wir kompetente Unterstützung für unser Team.

Sie sind ein ausgewiesener Verkaufsexperte. Ein Profi in Sachen Kundenpflege und -kontakt. Sie suchen eine verantwortungsvolle, abwechslungsreiche Aufgabe mit Platz für Kreativität und Eigeninitiative? Nutzen Sie die Chance! Wir expandieren und suchen zum nächstmöglichen Zeitpunkt zur Verstärkung unseres erfahrenen und dynamischen Vertriebsteams in unserem Technischen Büro in München einen versierten

Vertriebsbeauftragten (w/m)





Sie haben Freude daran, komplexe technische Zusammenhänge so zu erklären, dass Anwender sofort verstehen und richtig nachvollziehen können, worauf es bei der Handhabung und Bedienung einer analytischen Hard- und Software ankommt? Nutzen Sie die Chance! Wir expandieren und suchen Sie nächstmöglich als versierten, hoch motivierten

Technischen Redakteur (w/m)

Ihre Aufgabe: Als Teil eines erfahrenen Redaktionsteams erstellen und pflegen Sie unsere Hard- und Software-Handbücher. Sie recherchieren die erforderlichen Informationen und bereiten sie gesetzeskonform und zielgruppengerecht auf. Illustrationen erstellen Sie auf Grundlage von 3-D-Konstruktionszeichnungen. Sie sind beteiligt an der Einbindung unseres Dokumentationsbestands in unser Redaktionssystem und wirken bei der Erstellung und Pflege einer konsistenten Terminologie mit.

Ihr Profil: Sie besitzen eine abgeschlossene Ausbildung bzw. ein Studium in der Technischen Redaktion/Dokumentation oder verfügen über eine vergleichbare Qualifikation sowie idealerweise bereits Berufserfahrung. Sie haben ein ausgeprägtes Verständnis für technische Zusammenhänge und sind in der Lage, auch komplexe Sachverhalte verständlich darzustellen. Ihr Schreibstil ist standardisiert und übersetzungsgerecht. Sie arbeiten selbstständig, strukturiert und teamorientiert, behalten auch bei zeitgleich verlaufenden Projekten den Überblick, besitzen praktische Erfahrungen im Umgang mit Autoren- und Redaktionssystemen wie Adobe FrameMaker und SCHEMA ST4. Überdies kennen Sie sich aus im Umgang mit Grafik- und Bildbearbeitungsprogrammen wie Adobe Photoshop oder SOLIDWORKS Composer. Sie beherrschen die deutsche Sprache sicher. Gute Englischkenntnisse in Wort und Schrift sind von Vorteil. Und nicht zuletzt schätzen Sie Mülheim an der Ruhr als Arbeits- und Lebensmittelpunkt.

Sie erfüllen die Voraussetzungen und fühlen sich angesprochen? Dann senden Sie uns bitte Ihre aussagekräftigen Bewerbungsunterlagen mit Angabe Ihrer terminlichen Verfügbarkeit und Ihren Gehaltsvorstellungen an:

GERSTEL GmbH & Co. KG · Personalabteilung · Stichwort: Technischer Redakteur Eberhard-Gerstel-Platz 1 · 45473 Mülheim an der Ruhr

Sie haben Elektrotechnik mit Schwerpunkt Mikroelektronik studiert oder wollen nach absolviertem Bachelor Ihr Masterstudium berufsbegleitend abschließen? Sie suchen eine interessante, verantwortungsvolle und abwechslungsreiche Aufgabe? Nutzen Sie die Chance! Wir suchen Sie nächstmöglich zur Verstärkung unserer Forschungs- und Entwicklungsabteilung als

Elektroingenieur (w/m)

Firmware-Programmierung und Hardware-Entwicklung

gerne in Teilzeit, mit dem Ziel einer Vollzeitbeschäftigung nach Abschluss Ihres Masterstudiums.

Ihre Aufgabe: Sie entwickeln im Team Firmware für unsere Mikrocontroller zur Steuerung von Probenvorbereitungsmodulen. Anfangs werden Sie in die Hardware-Entwicklung eingebunden und übernehmen im Team nach Studienabschluss eigene Projekte. Zusammen mit Anwendern sowie Hard- und Software-Entwicklern formulieren Sie die Anforderungen an Neuentwicklungen für Elektronikteilprojekte (Hardund Firmware) und erstellen die projektbezogene Dokumentation.

Ihr Profil: Sie haben einen Bachelor-/Master-Abschluss im Bereich Elektrotechnik, Schwerpunkt Mikroelektronik bzw. Sie streben den Masterabschluss an. Sie haben Erfahrungen mit Embedded Control und C++ als Programmiersprache. Idealerweise besitzen Sie Erfahrungen mit der ARM Cortex-M-Prozessorfamilie und der IAR Embedded Workbench. Sie sind eigeninitiativ, schätzen die praktische Arbeit im Entwicklungslabor in einem interdisziplinär besetzten Expertenteam. Sie beherrschen Englisch in Wort und Schrift und schätzen das Ruhrgebiet als Lebensmittelpunkt.

Sie erfüllen die Voraussetzungen und fühlen sich angesprochen? Dann senden Sie uns bitte Ihre aussagekräftigen Bewerbungsunterlagen mit Angabe Ihrer terminlichen Verfügbarkeit und Ihren Gehaltsvorstellungen an die

GERSTEL GmbH & Co. KG · Personalabteilung · Stichwort: Elektroingenieur Eberhard-Gerstel-Platz 1 · 45473 Mülheim an der Ruhr

Das lesen Sie in der nächsten Ausgabe*



Klebrige Angelegenheit

Klebstoffe riechen halt! Dieser Sachverhalt wird gemeinhin als Tatsache akzeptiert und nur selten hinterfragt. Zu Unrecht, wie sich zeigt. Wissenschaftler haben sich auf die Suche nach den Ursachen des oftmals als charakteristisch wahrgenommenen Klebstoffgeruchs gemacht und herausgefunden: Schuld tragen nicht allein Lösungsmittel.



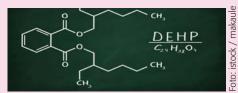
Wohlfühlfaktor Wald

Bereits ein kurzer Aufenthalt im Wald soll heilend wirken. Nur Einbildung? Wohl nicht. Japanische Wissenschaftler sehen in den von Bäumen emittierten natürlichen flüchtigen organischen Verbindungen (NVOCs) wichtige Heilsbringer und in ihrer Arbeit die Chance, natürliche Heilstätten nach Maß zu kreieren.



Vorsicht, E-Zigaretten!

Für elektronische Tabakerzeugnisse gilt wie für ihre klassischen Pendants: Sie dürfen keine unabsehbaren Gesundheitsrisiken für den Verbraucher bergen, was sicherzustellen ist. Die Analyse von E-Liquids ist jedoch alles andere als trivial. Hierfür braucht es die richtige Strategie - und die richtige Technologie.



Additive im Blick

Weil sie von flüchtiger Natur sind und obendrein die Gesundheit gefährden, sind Phthalate, die in vielen industriellen Prozessen zum Einsatz kommen, in der Umwelt analytisch nachzuverfolgen. Wissenschaftler haben im Zuge einer umfangreichen Literaturrecherche untersucht, welche Methode bei der Analyse von Luftproben die besten Resultate liefert.

* Änderungen vorbehalten

Herausgeber

GERSTEL GmbH & Co. KG Eberhard-Gerstel-Platz 1 45473 Mülheim an der Ruhr

Konzeption und Redaktion

Redaktionsbüro GDeußing Guido Deußing (GD) www.pressetextkom.de

Wissenschaftlicher Beirat

Dr. Eike Kleine-Benne eike_kleine-benne@gerstel.de Dr. Oliver Lerch oliver_lerch@gerstel.de Dr. Malte Reimold malte reimold@gerstel.de

Leserservice

Andrea Hamm aktuell@gerstel.de

Grafische Umsetzung

Stefan Paura · Visuelle Kommunikation www.paura.de

ISSN 1618-5900 · 04/2018



e-Newsletter



Immer bestens informiert

Abonnieren Sie unseren elektronischen Newsletter! Mit dem GERSTEL-e-Newsletter informieren wir Sie regelmäßig über unsere technischen und applikativen Neuheiten, Veranstaltungen und Schulungstermine – einfach per E-Mail. Selbstverständlich garantieren wir Ihnen die Sicherheit Ihrer Daten gemäß Datenschutzge-

setz und natürlich geben wir sie auch nicht an Dritte weiter. Wie Sie unseren elektronischen Newsletter abonnieren? Anmeldung unter www.gerstel.de



Im Internet

GERSTEL online: Hinweise zu Produkten, Terminen, Veranstaltungen und Applikationen sowie weitreichende Informationen über das Unternehmen und seine kundenorientierten Lösungen finden Sie im Internet unter www.gerstel.de. Dort finden Sie unter anderem auch die vorliegende GERSTEL Aktuell 54 sowie die PDF-Dateien vieler weiterer Schriften des Unternehmens zum Herunterladen.





Sollten Sie Fragen zu einem der Beiträge in dieser 54. Ausgabe der GERSTEL Aktuell haben oder ergänzende Informationen wünschen, freuen wir uns auf Ihre E-Mail an aktuell@gerstel.de. Umfangreiches Informationsmaterial über die Produkte und Systemlösungen des Unternehmens finden Sie wie gewohnt im Internet unter www.gerstel.de.

www.gerstel.de

GERSTEL GLOBAL ANALYTICAL SOLUTIONS

GERSTEL, Inc., USA +1 410 - 247 5885 sales@gerstelus.com

> GERSTEL Brasil +55 11 5665 8931 gerstel_brasil@gerstel.com

GERSTEL GmbH & Co. KG, Deutschland +49 208 - 7 65 03-0

GERSTEL AG, Schweiz +41 41 - 9 21 97 23 gerstelag@ch.gerstel.com

gerstel@gerstel.de

GERSTEL K.K., Japan +81 3 57 31 53 21 info@gerstel.co.jp

GERSTEL LLP, Singapur +65 6779 0933 sea@gerstel.com







GERSTEL®, GRAPHPACK®, TWISTER® und TWICESTER® sind eingetragene Marken der GERSTEL GmbH & Co. KG. Änderungen vorbehalten. Copyright by GERSTEL GmbH & Co. KG