

Intelligente Detektoren zur Chromatographie von Wasserverunreinigungen

R.KRCMA

Die Veröffentlichung analytischer Daten aus dem Bereich der Umweltanalyse hat oft spektakuläre Konsequenzen. Die Verlässlichkeit und Richtigkeit der Ergebnisse ist daher von meist über das eigentliche Untersuchungsgebiet hinausgehender Bedeutung.

Klassische Probleme in diesem Zusammenhang sind:

1. Die positive Identifizierung von Substanzen im Anschluß an die chromatographische Trennung.
2. Die richtige quantitative Bestimmung von nur teilweise aufgetrennten Substanzen.

Die Lösung dieser Probleme kann auf verschiedene Weise versucht werden, z.B. durch mehrdimensionale Chromatographie, off-line Identifizierung nach der Trennung (MS, IR, UV-VIS) oder durch intelligente Detektoren.

Zwei solcher Detektoren, die vor kurzem vorgestellt wurden, der massenselektive Detektor (MSD) und der schnelle spektrophotometrische Detektor, werden hier beschrieben.

HP-5970A Der massenselektive Detektor (MSD)

Die Massenspektrometrie wurde immer als ideale Ergänzung zur Hochleistungschromatographie (Kapillar-GC) angesehen. Die allgemeine Nutzung der GCMS-Kopplung durch die Praktiken

der GC verbreitet sich jedoch aus Kostengründen nur langsam.

Der massenselektive Detektor HP 5970A ist der erste unabhängige Detektor, der - in Kombination mit praktisch jedem Kapillar-Gaschromatographen - alle Möglichkeiten einer GCMS-Kopplung bietet und dies zu einem sehr attraktiven Preis. Es steht sowohl die Möglichkeit einer offenen Kopplung, als auch ein Open Split Interface zur Verfügung.

Das Tischrechner-Datensystem übernimmt die vollständige Kontrolle über das Massenspektrometer. Abstimmung und Einstellung des Gerätes erfolgen über das Autotune-Programm. Der Benutzer kann - muß aber nicht - jederzeit auf alle Parameter zugreifen.

Der Massenbereich des Systems ist von 10-600 (800), die Auflösung ist jeweils 1 AMU. Dies ist praktisch für alle organisch chemischen Anwendungen ausreichend.

Die Datenausgabe (Einzelionenchromatogramme oder normalisierte Spektren) erfolgt über Graphikdrucker.

Peakfinder: Hier werden regelmäßig Spektren aufgenommen, jedoch jeweils nur am Peak-Maximum des Totalionenstromes (oder einer definierten Ionenspur), das Spektren in den Massenspeicher ablegt.

SIM (Single Ion Monitoring): Hier nutzt man die hohe Selektivität und Empfindlichkeit des Massenspektrometers aus, indem man nur das Chromatogramm einzelner charakteristischer Massenbruchstücke verfolgt.

HP-1040A Das spektralphotometrische Detektionssystem für den HPLC

Die Diodenarraytechnologie sowie die fortschrittliche Com-

putertechnik von Hewlett-Packard ermöglichten die Entwicklung dieses Detektionssystems.

Im Bereich von 190-600 nm steht alle 10 ms ein vollständiges UV-Spektrum zur Verfügung. So kann man acht Signale simultan aufnehmen und der Detektor registriert vollautomatisch die Spektren an aufsteigenden und absteigenden Wendepunkten und am Peakmaximum eines Signals. Das Basislinienspektrum wird abgezogen.

Dies ermöglicht in einfachster Weise die Überprüfung von Peaks auf spektrale und chromatographische Reinheit. So gewinnt man zusätzliche qualitative Information.

Diskettenstationen zur Speicherung und Drucker/Plotter zur Datenausgabe ergänzen das System, das über einen extrem benutzerfreundlichen Tischrechner mit Graphikbildschirm gesteuert wird.

Die hier vorgestellten intelligenten Detektoren liefern somit wertvolle und vor allem sichere qualitative Information zusätzlich zur Retentionszeit.

Weiters ermöglichen sie eine sehr selektive Bestimmung einzelner Verbindungen durch geeignete Wahl der Parameter.

Verwendbarkeit für verschiedenste Substanzen (Universelle Selektivität) ist eine weitere besondere Eigenschaft dieser Geräte.

All dies ist für Bereiche, wie z.B. klinische Chemie, Toxikologie und Umweltschutz von besonderer Bedeutung.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Wasser und Abwasser](#)

Jahr/Year: 1984

Band/Volume: [1984](#)

Autor(en)/Author(s): Krcma R.

Artikel/Article: [Intelligente Detektoren zur Chromatographie von Wasserverunreinigungen 241-243](#)