

Geräteausstattung des Labors für Instrumentelle Analytik

Prof. Dr. Ingo Tausendfreund

Gaschromatografie mit Massenspektrometrie (GC-MS)



Das Labor für Instrumentelle Analytik der W-HS verfügt über insgesamt fünf Gaschromatografen von denen drei mit einem Massenspektrometer gekoppelt sind. In Gaschromatografen werden verdampfbare Substanzgemische in die einzelnen Bestandteile getrennt. Massenspektrometer sind dann in der Lage, die getrennten Bestandteile anhand ihres Massenspektrums zu identifizieren. Das Massenspektrum einer Substanz ist ähnlich charakteristisch wie der Fingerabdruck beim Menschen.

An der W-HS sind drei verschiedene GC-MS-Geräte im Einsatz, die für unterschiedliche Anwendungen eingesetzt werden können.

GC-System 1: Headspace-GC-MS

Die zu testende Probe wird in eine Glasfläschchen (Vial) gegeben und verschraubt. Das Fläschchen wird erwärmt und dabei geschüttelt. Hierbei verdampfen Stoffe mit besonders niedrigen Siedetemperaturen und reichern sich in der Gasphase des Kopfraums (Headspace) des Vials an. Eine kleine Menge dieses Gases wird in das GC-MS gegeben und dort analysiert.

Anwendungen:

- **Achtung, Verkehrskontrolle!** Labormessung des Blutalkoholgehaltes.
- **Brandstiftung oder technischer Defekt?** Suche nach Spuren von Brandbeschleunigern (z. B. Benzin) in Brandschutt.

GC-System 2: Flüssiginjektion-GC-MS

Die zu testende Probe wird in einem Lösemittel gelöst und in ein ca. 300 °C heißes Verdampfungsrohr gegeben. Die Probenbestandteile werden hierbei gasförmig, vom Gaschromatografen voneinander getrennt und vom Massenspektrometer identifiziert. Auch die Menge einer Substanz lässt sich so feststellen.

Anwendungen:

- **Aufdecken von Betäubungsmittelmissbrauch.** Messung von Drogen in Urin, Blut und Haaren.
- **Alles Bio?** Kontrolle von Lebensmitteln auf Pestizide und andere Gifte.

GC-System 3: Pyrolyse-GC-MS

Nicht alle Proben lassen sich verdampfen, ohne dass sie sich dabei zersetzen. Proben von Kunststoffen zum Beispiel. Bei der Pyrolyse-GC-MS werden kleine Mengen einer zu untersuchenden Substanz auf sehr hohe Temperaturen erhitzt, so dass sich ihre großen Moleküle in kleinere Bruchstücke aufspalten (pyrolysieren). Diese kleinen Molekülbruchstücke werden vom Gaschromatografen voneinander getrennt und mit dem Massenspektrometer identifiziert.

Anwendungen:

- **Recycling von Kunststoffen.** Identifikation der im Gelben Sack gesammelten Kunststoffe.
- **Giftige Dämpfe.** Überprüfung der Unbedenklichkeit von Isolationsmaterial im Brandfall.

Flüssigkeitschromatografie mit Massenspektrometrie (LC-MS)

An der W-HS werden außer Gaschromatografen (GC) auch Flüssigkeitschromatografen (HPLC) mit Massenspektrometern eingesetzt. Gaschromatografen können immer nur dann eingesetzt werden, wenn sich die zu messenden Substanzen verdampfen lassen, ohne dass sie sich dabei zersetzen. Für die Analyse (fast) aller anderen organischen Substanzen wird die Flüssigkeitschromatografie (HPLC) verwendet. Für diese Analyse muss die Probe in einem Lösemittel gelöst werden. Die HPLC zerlegt dann die Probe in ihre Bestandteile. Diese Trennung erfolgt aber nicht wie bei GC in der Gasphase, sondern in der Flüssigphase. Die

voneinander getrennten Bestandteile werden im Anschluss von einem Detektor gemessen. Der derzeit leistungsfähigste Detektor ist das Massenspektrometer. Wenn eine HPLC mit einem Massenspektrometer als Detektor arbeitet, wird dies als LC-MS bezeichnet.

LC-MS-Systeme 1 und 2: Flugzeitmassenspektrometer (time of flight, TOF)

Das Labor für Instrumentelle Analytik besitzt zwei Flugzeitmassenspektrometer. Nachdem die HPLC die Probenbestandteile voneinander getrennt hat, werden diese im Massenspektrometer ionisiert. Die entstandenen Ionen werden mit einer sehr hohen Geschwindigkeit von bis zu 100.000 Metern pro Sekunde in ein Rohr geschossen. Wie schnell ein Ion genau ist, hängt von seiner Masse (genaugenommen von seinem Masse-Ladungs-Verhältnis) ab. Schwere Ionen fliegen langsamer als leichte Ionen. Sie brauchen für den Flug durch das Rohr länger. Ihre genaue Flugzeit wird vom Massenspektrometer auf Pikosekunden genau bestimmt und in die exakte Masse umgerechnet. Auf diese Weise lassen sich über die exakte Masse die Summenformeln auch von bislang unbekanntem Inhaltsstoffen ermitteln.



Anwendungen:

- **Metabolomics.** Stoffwechselprodukte von Zellen, Organismen und Menschen werden erforscht, um die Wirkung von Arzneimitteln zu untersuchen und Krankheiten frühzeitig zu erkennen.

- **Umweltanalytik.** In Trinkwasser, Böden, Nahrungsmitteln, Blut und Urin wird nach belastenden organischen Schadstoffen gesucht.

LC-MS-System 3: Triplequad-Massenspektrometrie

Während bei einem TOF die Flugzeit von Ionen bestimmt wird, lassen Quadrupol-Massenanalytoren die Ionen mit elektrischen Feldern durch vier Metallstäbe taumeln. Auf diese Weise können die Ionen nach ihrer Masse (genaugenommen nach ihrem Masse-Ladung-Verhältnis) getrennt werden. In einem Triplequad werden drei solcher Massensanalytoren miteinander kombiniert. Das erlaubt die Bestimmung sehr geringer Konzentrationen organischer Stoffe.

Anwendung:

- **Parabene frei?** Parabene werden in vielen Kosmetikartikeln verwendet, um diese haltbarer zu machen. Manche Produkte werden damit beworben, dass sie frei sind von dieser umstrittenen Substanzklasse. Doch sind sie das wirklich. Mit einer HPLC und einem Triplequad als Detektor überprüfen die Studierenden der W-HS, ob die Kosmetikartikel richtig deklariert sind.

Beispiele aktueller Forschungen an der W-HS:

- **Ein giftiges Erbe.** In einer aktuellen Forschung untersuchen die Studierenden der W-HS giftige Fluorchemikalien, die zum Beispiel zur Herstellung von Verpackungen verwendet werden und nun das Trinkwasser belasten. Die Nachwuchswissenschaftler testen, ob es möglich ist, die Fluorchemikalien in Böden so zu binden, dass diese nicht mehr mit dem Regen in das Grundwasser gelangen.
- **Auf ein langes und gesundes Leben.** Mit Hilfe der Flugzeitmassenspektrometrie und Triplequad-Massenspektrometrie wird von den Studierenden in biologischen Proben nach Stoffen gesucht, die für die Erneuerung geschädigter Zellen verantwortlich sind. In Experimenten konnte gezeigt werden, dass die Lebenserwartung von Labormäusen durch die Gabe solcher Stoffe deutlich gesteigert wird. Intelligenter wurden die Mäuse auch.