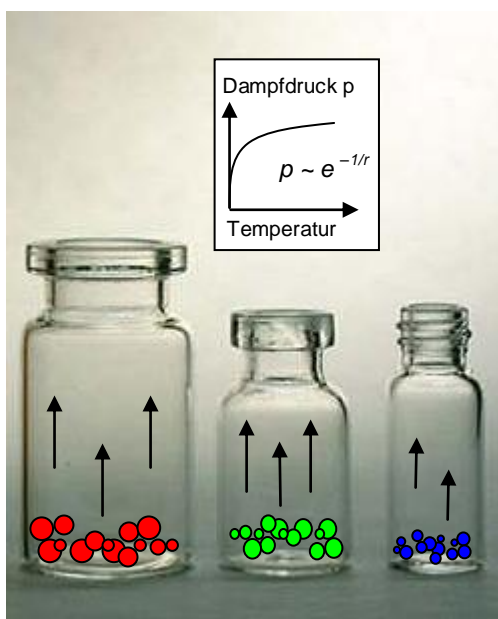


HEADSPACE-TECHNIK IN DER GASCHROMATOGRAPHIE



Unter der Bezeichnung Gaschromatographie (GC) versteht man ein analytisches Trennverfahren zur qualitativen und quantitativen Bestimmung flüchtiger Verbindungen in einem Gasstrom. Ein ganz wesentlicher Teil der gaschromatographischen Apparatur ist der sog. Injektor, in dem die Probe auf die Trennsäule aufgebracht/injiziert wird (vergleiche hierzu auch LCI-Focus 05.2006: Verfahren in der Lebensmittelanalytik – Gaschromatographie).

Für die direkte Einbringung der Probe in den Gaschromatographen müssen leichte Flüchtigkeit und Unzersetzbarkeit der Probenbestandteile vorausgesetzt werden. Enthält eine Probe feste Bestandteile, Salze oder nichtflüchtige Anteile, wird das chromatographische System stark verschmutzt und die nachfolgende Trennung verfälscht.

Das Prinzip der Headspace-Analytik

Eine elegante Möglichkeit, um flüchtige Bestandteile von der nicht oder nur schwer flüchtigen Matrix abzutrennen, ist die sog. Headspace (Kopf- bzw. Dampfraum)-Technik. Dabei befindet sich die Probensubstanz in einer Probenflasche, die durch ein Septum (Gummidichtung) verschlossen ist. In dem Dampfraum über der Probe stellt sich bei meist erhöhten Temperaturen ein Gleichgewicht der flüchtigen Bestandteile zwischen Gasraum und Probe ein, das von der Art und Konzentration der Analyten abhängt. Im simpelsten Fall der sog. statischen Headspace-Analytik wird mit Hilfe einer gasdichten Spritze ein aliquoter Teil des Dampfraums über einer Probe entnommen und direkt in den Injektor des Gaschromatographen eingespritzt. Manche Anwender legen noch ein schwaches Vakuum über der geschlossenen Probe an, um die betreffenden Substanzen besser in den Dampfraum zu überführen.

Eine weitere Headspace-Methode besteht darin, die in den Dampfraum ausgegastene Stoffe an ein hochwirksames Adsorbens, z. B. Aktivkohle, Polysiloxane etc. zu binden. Das Adsorbens befindet sich in besonderen Speichersäulen, die die betreffenden Substanzen aus dem Gasraum fixieren.

Die adsorbierten Substanzen werden anschließend für die eigentliche Analyse bei relativ hohen Temperaturen wieder aus dem Adsorbens ausgetrieben und auf die GC-Säule geleitet.

Eine dynamische Variante der Headspace-Technik ist die sog. Purge-and-Trap-Technik. Hierbei wird im Purge (Austreiben)-Schritt die Probe von einem inerten Strip (Abstreifen)-Gas (z. B. Helium oder Stickstoff) durchströmt. Dadurch werden die flüchtigen Bestandteile aus Feststoffen und Flüssigkeiten fast vollständig ausgetrieben. Sie werden an einem geeigneten Adsorbentmaterial oder in einer Kältefalle gespeichert. Anschließend wird diese Trap (Falle, Adsorber) aufgeheizt und die angereicherten Analyten gelangen auf die Säule zur gaschromatographischen Analyse.

Was wird mit der Headspace-Technik analysiert?

Die Headspace-Technik wird vor allem bei Probenmatrices angewandt, die durch komplizierte physikalische Aufarbeitungsprozesse in ihrer Zusammensetzung verändert werden könnten. Neben der unkomplizierten bzw. überflüssigen Probenaufarbeitung ist ein zusätzlicher Vorteil der Headspace-Technik, dass eine Überladung der Trennsäule und des Detektors durch eine zu große Lösungsmittelmenge ausgeschlossen ist.

In der Praxis findet die Headspace-Technik u. a. Anwendung bei der Analytik von ätherischen Ölen und Aromastoffen in Lebensmitteln, bei der Analytik von Furan in erhitzten Lebensmitteln sowie bei der Bestimmung der Weichmacherverflüchtigung aus Kunststoffen. Ein weiteres wichtiges Einsatzgebiet der Headspace-GC ist die in der Forensik wichtige Analytik des Alkohol-Gehaltes im Blut.

SÜSSWAREN (2006) Heft 6