

Pharmakon Wald

Der Heilkraft von
Bäumen auf der Spur

Genussmittelanalytik

**Durchblick durch
dichten Dampf**

„analytica 2018“

**GERSTEL-Solutions
hoch im Kurs**

Grüne Analytik

**Gefährlicher
Hausstaub**

Materialanalytik

**Typisch
Klebstoff**

Liebe Leserinnen und Leser,

im April 2018 präsentierte sich die Laborbranche wieder einmal auf der „analytica“ in München und stellte Experten wie Ihnen das Neueste vom Neuesten sowie Bestbewährtes in puncto Labor- und Analysetechnik vor. Auch wir waren mit einem Großaufgebot an Fachleuten am eigenen Messestand für Sie vor Ort. Die Resonanz, die wir nicht zuletzt auf unser Programm ausgestellter technischer und applikativer Lösungen für die GC/MS und LC/MS erfahren haben, hat uns überwältigt. Uns ging es letztlich wie der Messegesellschaft München, die von einem neuen Besucherrekord sprechen konnte: Der Wunsch der Anwenderinnen und Anwender, Messempfindlichkeit, Effizienz und Produktivität im Labor zu steigern, führte zu einer bislang noch nicht erreichten Besucherzahl auch an unserem Messestand. Wir sagen: Vielen Dank für Ihr großes Interesse und das von Ihnen entgegengebrachte Vertrauen. Auf den Seiten 8/9 lassen wir die Tage am Stand in Wort- und Bildimpressionen noch einmal aufleben.

Die 55. Ausgabe der GERSTEL Aktuell bietet Ihnen überdies weitere Einblicke in unser Unternehmen und noch so manchen interessanten Lesestoff über Applikationen, bei denen die GERSTEL-Technologie eine zentrale Rolle spielt:

Unser englischer Vertriebspartner, die Anatune Ltd., hat sich mit der Analyse von E-Liquids beschäftigt, was alles andere als trivial ist, wie Camilla Liscio, Applikationsexpertin von Anatune, unterstreicht. Das Resultat ihrer Arbeit, über die Sie ab Seite 4 mehr erfahren, ist in zweifacher Hinsicht beachtlich: Zum einen haben es E-Liquids tatsächlich in sich. Zum anderen liegt nunmehr eine Twister-basierte GC/MS-Methode vor, mit der sich Liquids für E-Zigaretten effizient analysieren lassen.

Auf den „Holzweg“ führt Sie unsere Titelgeschichte. Spaß beiseite: Während man hierzulande durch den Wald



Foto: Heike Wippermann

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

spaziert, um sich in der Natur die Füße zu vertreten, neigt man in Japan dazu, im Wald zu „baden“. Dahinter steht die Annahme, dass von Bäumen eine heilende Kraft ausgeht. Ob das stimmt, erfahren Sie ab Seite 13. Zur Erforschung des Phänomens nutzen Wissenschaftler die Thermodesorptions-GC/MS-Lösungen von GERSTEL.

Ab Seite 17 blicken wir nach Polen und auf ein Problem von besonderer Tragweite.

Es geht um Staub, gewöhnlichen Hausstaub, wie er in jeder Wohnung, in jedem Keller und auf jedem Dachboden zu liegen kommt respektive aufgewirbelt wird. Staub ist nämlich nicht allein ein gefundenes Fressen für Hausstaubmilben und ein Problem für Allergiker. Staub ist zudem ein gefährliches Zwischenlager für zahlreiche gesundheitsbedenkliche flüchtige organische Verbindungen (VOCs).

Zurück nach Deutschland, und zwar ins bayerische Freising, geht's ab Seite 24: Im dort ansässigen Fraunhofer-Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung (IVV) haben sich Professor Andrea Büttner und Philipp Denk die Frage gestellt, was wohl den typischen Klebstoffgeruch ausmacht, und sich auf die Suche nach einer Antwort begeben. So viel vorneweg: Es sind nicht immer nur die verarbeiteten Lösungsmittel.

Ach, bevor wir es vergessen: Im September 2018 wurde der beziehungsweise wurden die Träger des diesjährigen „Mülheim Water Awards“ bekannt gegeben; der mit 10.000 Euro dotierte Preis wurde von der Rheinisch-Westfälischen Wasserwerksgesellschaft und GERSTEL ausgelobt und vom IWW Zentrum Wasser koordiniert. Eindrücke u. a. von der Preisverleihung erhalten Sie ab Seite 20. Unser Exklusivinterview mit der Preisträgerin Dr. Ulrike Braun von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) in Berlin auf Seite 22/23 vermittelt tiefergehende Einblicke.

Viel Vergnügen bei der Lektüre wünscht Ihnen die Geschäftsführung der GERSTEL GmbH & Co. KG



Es lebe der Sport

Ausdauersport, in Maßen betrieben, wirkt sich positiv auf Herz, Kreislauf und Wohlbefinden aus. Mit Kolleginnen und Kollegen gemeinsam an den Start zu gehen, fördert zudem den Teamgeist. Im Mai 2018 haben sich Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter das „SamplePrep for Winners“-Trikot von GERSTEL übergezogen und an der zweiten Auflage des Mülheimer Firmenlaufs beteiligt (l. Bild). Die 5,4 Kilometer lange Strecke kann für einen ungebübten



Läufer zur Herausforderung werden. Die GERSTELaner im Siegertrikot haben sie mit Bravour gemeistert.

Bis ins Viertelfinale schafften es die „GERSTEL Kickers 67“ (r. Bild), die Fußballelf des Unternehmens, beim 4. Obstbaron-Cup, an dem Firmen aus der Ruhr-Region teilnehmen. Künftig wird auch freitags trainiert, um beim nächsten Wettbewerb eine bessere Gesamtplatzierung zu erlangen. Glück auf!

Lesen Sie in dieser Ausgabe:

Genussmittelanalytik

Durchblick durch dichten Dampf

E-Liquids dürfen wie klassische Tabakerzeugnisse keine unabsehbaren Gesundheitsrisiken für den Verbraucher bergen.

Die Analyse von E-Liquids ist jedoch nicht trivial, sondern erfordert die richtige Strategie. Seite **4**

Rückblick auf die „analytica 2018“

GERSTEL-Lösungen hoch im Kurs

Wenn es um die Automatisierung der Probenvorbereitung in der GC/MS und LC/MS geht, setzen die Analysenlösungen von GERSTEL international Maßstäbe. Auf der „analytica 2018“ verzeichnete das Unternehmen einen neuen Besucherrekord. Seite **8**

Eberhard-Gerstel-Preis (EGP) 2018

Temperaturprogrammierte HPLC mit Mikrofluidik-Chips

Die geringe thermische Masse in der Lab-on-a-Chip-Technologie ermöglicht bislang unerreicht schnelle isokratische Trennungen, sogar in reinem Wasser. In seinem Gastbeitrag erläutert Dr.

Josef Heiland, Träger des diesjährigen EGP, die Hintergründe der temperaturprogrammierten HPLC mit Mikrofluidik-Chips. Seite **10**

Luftgetragene Wirkstoffe

Pharmakon Wald

Wissenschaftler untersuchen die gesundheitsfördernde Wirkung natürlicher flüchtiger organischer Verbindungen (NVOCs). Sie sehen darin die Chance, natürliche Heilstätten nach Maß zu kreieren. Hierbei hilft ihnen die Thermodesorptions-GC/MS. Seite **13**



Grüne Analytik

Gefährlicher Hausstaub

Weil sie die Gesundheit gefährden, sind Phthalate in der Umwelt analytisch nachzuverfolgen. Im Zuge einer umfangreichen Literaturrecherche wurde untersucht, welche Methode bei der Analyse von Luftproben die besten Resultate liefert. Seite **17**

3. Mülheimer Wasseranalytisches Seminar (MWAS 2018)

Mülheim Water Award 2018 verliehen

Die Analyse von Mikroplastik und die Qualität von Wasser stehen u. a. im Mittelpunkt der diesjährigen Preisvergabe. Seite **20**

Interview

„Kleine Dinger“ heißgemacht

GERSTEL Aktuell im Gespräch mit Dr. Ulrike Braun (BAM) über die Mehrwerte der automatisierten Thermogravimetrischen-GC/MS-Analyse von Mikroplastikpartikeln. Seite **22**

Materialanalytik

Typisch Klebstoff

Auf der Suche nach den Ursachen des oft als penetrant empfundenen Klebstoffgeruchs sind Forscher fündig geworden: Schuld sind nicht allein die verarbeiteten Lösungsmittel. Seite **24**

Unternehmensporträt: FLAVOLOGIC GmbH

GERSTEL-Partner in Sachen Aromanalytik. Seite **26**

Editorial Seite **2**

News Seiten **3, 12, 19**

Vorschau auf die GERSTEL Aktuell 56 Seite **27**

Impressum Seite **28**

Foto: Guido Deufßing



Holger Gerstel und Eberhard G. Gerstel (v. l.) überreichen im Beisein von GDCh-Chairman Dr. Martin Vogel und der Juryvorsitzenden Priv.-Doz. Dr. Katja Dettmer-Wilde den mit 2.000 Euro dotierten EGP an Dr. Josef Heiland.

Dr. Josef Heiland erhält den Eberhard-Gerstel-Preis 2018

Für seine in der Fachzeitschrift *Analytical Chemistry* erschiene Publikation „Temperature Gradient Elution and Superheated Eluents in Chip-HPLC“ [1] wurde der Wissenschaftler und Erstautor Dr. Josef Heiland mit dem Eberhard-Gerstel-Preis (EGP) 2018 ausgezeichnet. Die vom Arbeitskreis Separation Science der Fachgruppe Analytische Chemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) ausgelobte und von der GERSTEL GmbH & Co. KG mit 2.000 Euro gesponserte Auszeichnung erfolgte auf der diesjährigen „analytica conference“, die zeitgleich mit der Laborfachmesse „analytica 2018“ in München stattfand.

In seiner ausgezeichneten Arbeit stellt der Preisträger das innovative Konzept der Temperaturprogrammierung in der Mikrochip-HPLC vor. Diese Technik ist der geringen thermischen Massen in der Lab-on-a-Chip-Technologie wegen sehr leistungsfähig und vielversprechend. Sie ermöglicht unerreicht schnelle isokratische Trennungen, auch in reinem Wasser, und eröffnet den Zugang zu anderen umweltfreundlichen Eluenten wie superkritischem Kohlendioxid und auch Ethanol (s. S. 10).

Die Idee zu dem von GERSTEL gestifteten Preis entstand 2007 anlässlich des 40. Jubiläums des Unternehmens, das zu den weltweit führenden Anbietern von Systemen und Lösungen für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS zählt. Mit dem Eberhard-Gerstel-Preis würdigt der Arbeitskreis Separation Science eine herausragende, in einem international angesehenen Fachjournal publizierte oder von diesem angenommene wissenschaftliche Arbeit auf dem Gebiet der analytischen Trenntechniken.

In 2018 wurde der Eberhard-Gerstel-Preis zum inzwischen fünften Mal vergeben. Um den Preis, der nach dem Firmengründer Eberhard Gerstel (1927-2004) benannt ist, können Wissenschaftler aus dem In- und Ausland sich bewerben oder vorschlagen werden. Die Wahl des Preisträgers erfolgt durch eine fünfköpfige, international besetzte Fachjury. Die Ausschreibung des nächsten Eberhard-Gerstel-Preises erfolgt 2019.

Referenz

[1] J. J. Heiland, C. Lotter, V. Stein, L. Mauritz, D. Belder, Temperature Gradient Elution and Superheated Eluents in Chip-HPLC, *Anal. Chem.* 89 (2017), 6, 3266-3271, <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.analchem.7b00142>



Genussmittelanalytik

Liquids für E-Zigaretten analysieren

Für E-Liquids gilt wie für klassische Tabakerzeugnisse: 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.

Von Guido Deußing

Beflügelt von der Annahme, ihr Gebrauch sei weniger schädlich als der Konsum klassischer Zigaretten oder vergleichbarer Tabakerzeugnisse, ist der Absatz elektronischer Zigaretten in den letzten Jahren weltweit deutlich gestiegen. Ob E-Zigaretten harmloser sind, ist

nicht abschließend geklärt und die Antwort darauf spielt auch für die folgende Betrachtung keine Rolle. Einzig die Tatsache zählt, dass E-Zigaretten bzw. die darin zu verdampfenden aromatisierten Flüssigkeiten, sogenannte Liquids, ebenso streng zu untersuchen sind wie her-



kömmliche Zigaretten und Tabakwaren: Jede einzelne Formulierung ist zu registrieren unter Vorlage analytischer Daten und einer toxikologischen Risikobewertung. So schreibt es das Tabakerzeugnisgesetz (TabakerkerG) vom 4. April 2016 vor, das auf der europäischen Tobacco Products Directive (TPD; 2014/40/EU) fußt.

Problemfelder Konzentration und Zusammensetzung

In einer E-Zigarette werden die Liquids elektrisch verdampft. Hierzu verfügen E-Zigaretten über eine Stromquelle und ein elektrisches Heizelement zum Verdampfen der Flüssigkeit sowie eine Kartusche, die die zu verdampfende Flüssigkeit (Liquid) enthält. E-Zigaretten produzieren folglich keinen Rauch, sondern ein Aerosol, das eingeatmet wird. Die Geschmacksnoten der E-Liquids sind mannigfaltig; Hersteller können auf eine Bandbreite Tausender Aromen zurückgreifen.

„Analytisch sind Liquids eine Herausforderung“, sagt Camilla Liscio, Applikationsexpertin der Anatune Ltd. im englischen Cambridge. Erstens verlange die TPD sowohl eine Charakterisierung der Flüssigkeit als auch der resultierenden Emission, sprich des Dampfes. Zweitens stellten Liquids, obgleich nur aus wenigen Bestandteilen zusammengesetzt, eine komplexe Matrix dar, die das instrumentalanalytische System verschmutzen und die Qualität und Reproduzierbarkeit der Analysendaten beeinträchtigen könne. Nicht zuletzt fordere die TPD den Nachweis vieler Analyten, die sich nicht nur aus physikalisch-chemischer Sicht erheblich voneinander unterscheiden, sondern auch hinsichtlich ihrer jeweilig vorliegenden Konzentration.

Analytische Flexibilität sicherstellen

Um Anwendern die nötige Flexibilität bieten zu können, alle Anforderungen zu meistern, welche die TPD vorschreibt, hat sich Camilla Liscio auf die Suche nach einer passenden Analysenstrategie gemacht. Auf der Hand

lag der Einsatz der Gaschromatographie, gekoppelt an die Massenspektrometrie (GC/MS), da Liquids Inhalationszwecken dienen und sich leicht durch Erhitzen verflüchtigen lassen. Fraglich war indes, welcher Probenvorbereitungs- beziehungsweise Probenaufgabetechnik der Vorzug zu geben sei, sagt Camilla Liscio.

Die Applikationsexpertin testete unterschiedliche Extraktionstechniken und verglich die Resultate der Messungen sowohl untereinander als auch mit den Ergebnissen der Analyse nach Standard-Flüssiginjektion über einen herkömmlichen Split-Splitless-Injektor. Das von ihr genutzte Analysensystem bestand aus einem GC 7890B mit einem 7010 Triple-Quadrupol (Agilent Technologies); Probenvorbereitung und Probenaufgabe erfolgten automatisiert mit einem online an das GC/MS-System gekoppelten MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) in der Dual-Head-Variante, sprich versehen mit zwei Roboterarmen, die mit jeweils unterschiedlich dimensionierten Spritzen arbeiten können, um eine rasche Abwicklung der Probenvorbereitung und Probenaufgabe ohne Unterbrechung gewährleisten zu können.

Extraktionstechniken im Vergleich

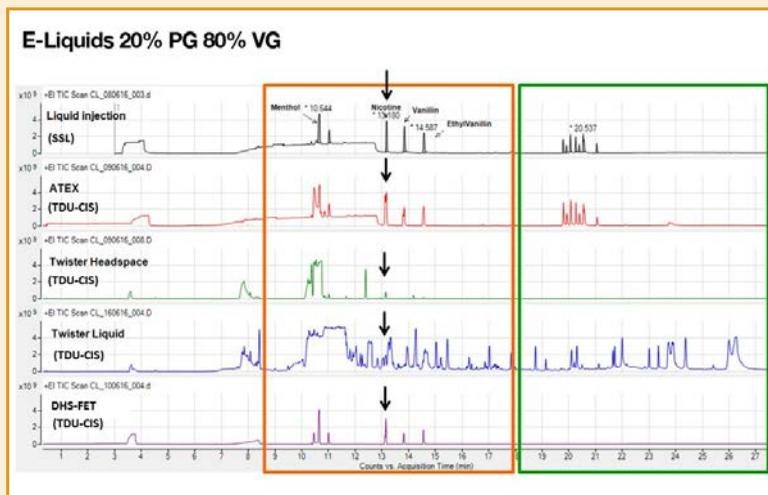
Der MPS war mit unterschiedlichen Optionen für eine umfassende Probenvorbereitung ausgestattet. Das Analysensystem verfügte laut Camilla Liscio über eine ThermalDesorptionUnit (GERSTEL-TDU) für die thermische Desorption sowie ein KaltAufgabeSystem (GERSTEL-KAS) zur Fokussierung der Analyten vor der Chromatographie im GC-Inlet. Ferner war der MPS mit der Option Automated TDU-LinerEXchange (GERSTEL-ATEX) ausgestattet und damit in der Lage, Flüssigkeiten mit einem hohen Anteil weniger gut verdampfbarer, GC-belastender Matrixbestandteile, wie sie in Liquids zu erwarten sind, in Mikrovials zu applizieren, die wiederum in vom MPS automatisch auszuwechselnden TDU-Glaslinern eingesetzt wurden. Deren



Das für die hier beschriebene Studie verwendete Analysensystem.

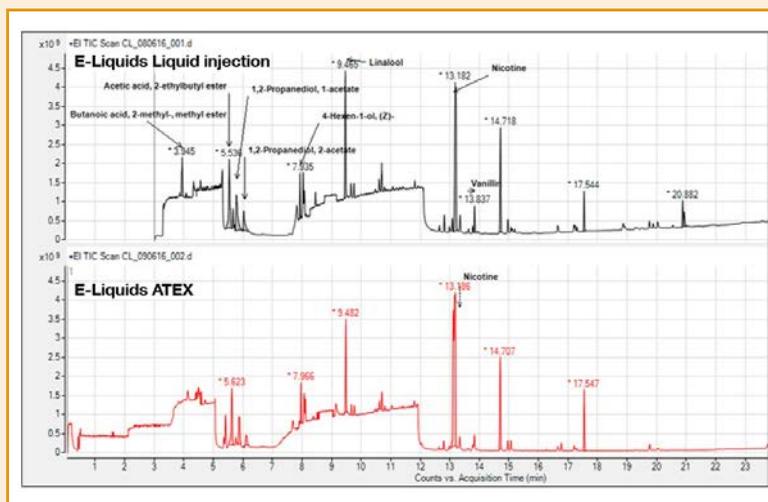
Foto: Anatune Ltd.

Quelle: Anatum Ltd.



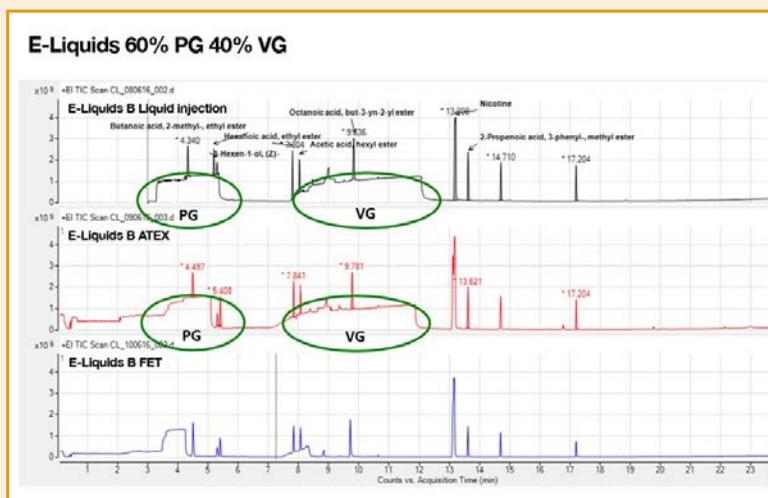
Vergleich der Total-Ionen-Chromatogramme (TICs), erzeugt unter Verwendung der im Beitrag beschriebenen Extraktionstechniken. Von oben: Standard-Flüssiginjektion, ATEX, Headspace-SBSE, klassische SBSE (flüssig) sowie Vollverdampfung (FET) mittels DHS-Option. Die TICs zeigen im orange markierten Teil Ähnlichkeiten. Der Nikotinpeak ist mit einem Pfeil hervorgehoben.

Quelle: Anatum Ltd.



TIC der Analyse einer E-Liquid-Probe (60 % Propylenglycol [PG] / 40 % pflanzliches Glycerin [VG]) unter Verwendung einer Standard-Flüssiginjektion (oben) und ATEX (unten).

Quelle: Anatum Ltd.



TIC der Analyse einer E-Liquid-Probe (60 % PG, 40 % VG) nach SSL (oben), ATEX (Mitte) und FET-DHS (unten).

Thermodesorption erfolgte in der TDU: Die flüchtigen Bestandteile gelangen ins GC/MS-System, die schwerer flüchtigen Matrixbestandteile bleiben im Mikroviel zurück – und der Injektor und das GC/MS-System frei von Kontaminationen.

Das Analysengerät war laut Camilla Liscio für die dynamische Headspace-Analyse zur Vollverdampfung (Full Evaporation Technique, FET) der E-Liquids und Anreicherung der Analyten auf einem mit Tenax gepackten Liner konfiguriert. Ebenso möglich war die Analyse der E-Liquids vermittels der Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) sowohl auf klassische Weise als auch in der Headspace-Variante:

Bei der klassischen SBSE durchmischt ein speziell beschichtetes Rührstäbchen für Magnetrührer – der GERSTEL-Twister – die Probe und reichert dabei die Analyten in seinem Sorptionsmantel (hier: Polydimethylsiloxan, PDMS) an; anschließend wird der Twister der Probe entnommen, trocken getupft, in Glasliner überführt und für die nachfolgende Thermodesorptionsanalyse in einem speziellen Probentray untergebracht. Bei der Headspace-SBSE wird der Twister im Dampfraum des Vials oberhalb der Probe platziert. Die Analyse der Headspace-Twister erfolgt analog zur klassischen SBSE.

Zur Analyse kamen verschiedene E-Liquids mit unterschiedlichen Gehalten der Hauptbestandteile Propylenglycol (PG) und pflanzliches Glycerin (VG). Liquids enthalten zudem Wasser, Aromen und optional Nikotin. Für die DHS und ATEX dosierte Camilla Liscio 1 µL Probe unverdünnt in ein Headspace- (DHS) bzw. Mikroviel (ATEX); für die SBSE wurde jeweils 1 mL unverdünnte Probe in 9 mL Reinstwasser vorgelegt. Gerührt wurde die Probe bei der klassischen SBSE bei Raumtemperatur für die Dauer von zwei Stunden. Für die Headspace-SBSE wurde das Vial für zwei Stunden lang auf 40 °C temperiert.

Die Thermodesorption der Probe im TDU erfolgte temperaturprogrammiert [Start 40 °C – 600 °C/min – 250 °C (5min)]; die Analyten wurden bei 10 °C im KAS fokussiert und temperaturprogrammiert [10 °C – 12 °C/s – 250 °C (3 min)] mit einem Splitverhältnis von 1:100 auf die GC-Säule (HP 5MS UI 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm) überführt. Der Säulenfluss betrug 1 mL/min. Der GC-Ofen

wurde von 40 °C mit 10 °C/min auf 250 °C aufgeheizt, fünf Minuten auf der erreichten Endtemperatur gehalten und wieder auf die Ausgangstemperatur heruntergekühlt. Die Ionenquelle des Massenspektrometers (High Efficiency Source, Agilent) wurde im Elektronenstoßmodus (EI) bei 250 °C verwendet. Zur Aufnahme kompletter Massenspektren wurde der erste Quadrupol im Full-Scan-Modus betrieben.

Unterschiede werden deutlich

„Die untersuchten Techniken zeigen jeweils im ersten Teil des Chromatogramms von Probe zu Probe ein ähnliches Muster, auch bei Variation von PG und VG. Der Nikotinpeak ist deutlich sichtbar“, schildert Camilla Liscio. Der Vergleich der Messergebnisse nach SSL und ATEX ergab keine bemerkenswerten Unterschiede bei der Analyse. Der Unterschied sei, sagt Camilla Liscio, dass ATEX die Kontamination des GC-Einlasses wirksam minimiere, folglich die Robustheit des Systems erhöhe und eine bessere Reproduzierbarkeit der Daten gewährleiste.

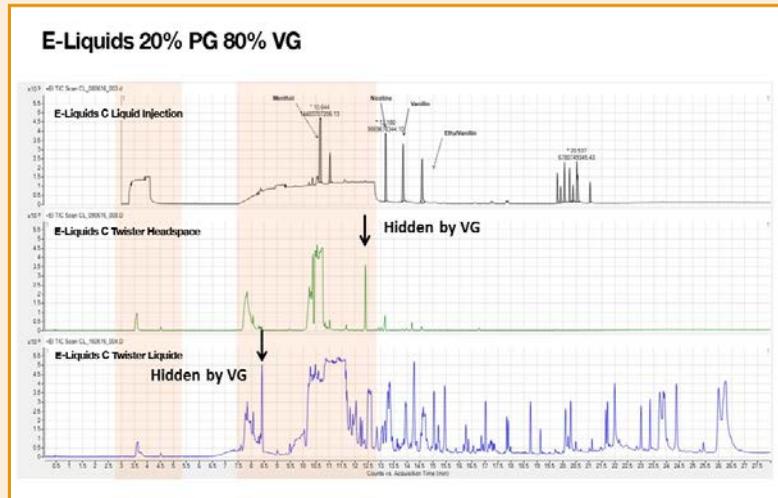
Sowohl bei der SSL als auch bei der ATEX übten die PG und VG einen Einfluss aus, der sich durch eine vergleichsweise hohe Basislinie im ersten Teil des Total-Ionen-Chromatogramms (TIC) bemerkbar mache. Eine Verbesserung der Basislinie brächte die Vollverdampfung (FET) mittels DHS-Option, jedoch würden höher siedende Komponenten diskriminiert.

Der Einsatz der SBSE mit dem Twister als Extraktionsmedium hat laut Camilla Liscio die besten Resultate geliefert: „Aufgrund ihrer Selektivität zeigt die SBSE grundsätzlich eine signifikant bessere Grundlinie im Chromatogramm.“ Sie habe einige Signale enttarnen können, die zuvor durch Koelution mit der Matrix verborgen geblieben waren, schildert die Applikationsexpertin. Im Vergleich überzeugte ferner die klassische (Flüssig-) SBSE gegenüber der Headspace-SBSE, da der in der Probe rührende Twister insbesondere auch weniger flüchtige Komponenten habe extrahieren können. „Das Twister-Resultat sah äußerst vielversprechend aus“, bringt es die Applikationsexpertin von Anatune auf den Punkt: „Wir konnten die Zielanalyten, unter anderem Nikotin, identifizieren, das Grundlinienrauschen reduzieren und gleichzeitig zuvor im Grundrauschen verdeckte Analyten detektieren und identifizieren.“



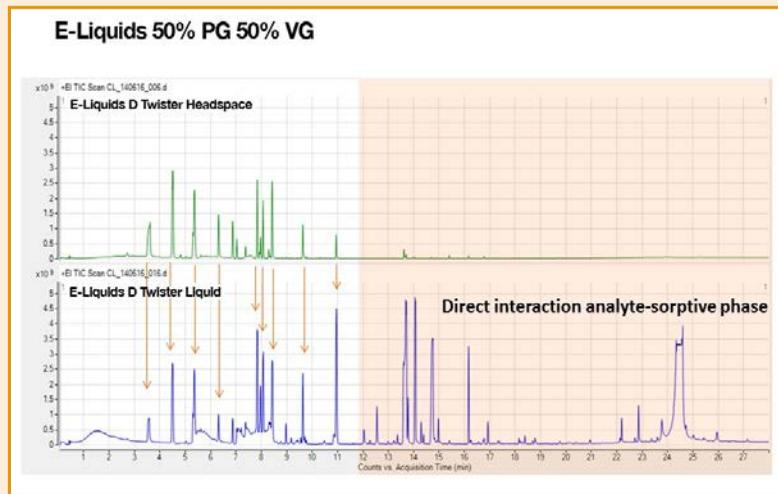
Foto: istock / ECummings00

Liquids für E-Zigaretten gehören wie klassische Tabakprodukte untersucht, stellen aber Laboratorien ob ihrer Zusammensetzung vor eine analytische Herausforderung.



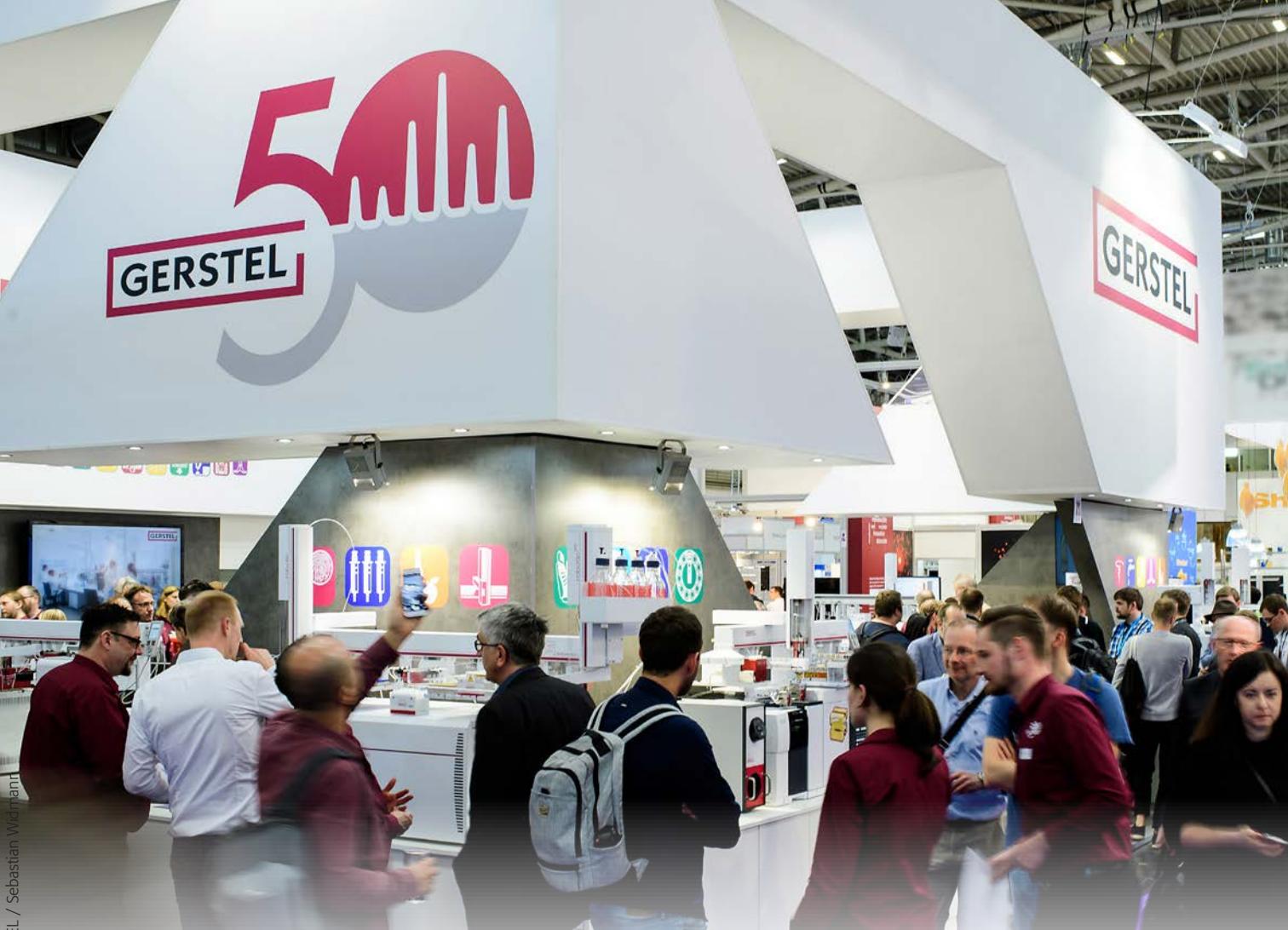
Quelle: Anatune Ltd.

TIC der Analyse einer E-Liquid-Probe (20 % PG, 80 % VG) nach SSL (oben), Headspace-SBSE (Mitte) und Flüssig-SBSE (unten).



Quelle: Anatune Ltd.

TIC der Analyse einer E-Liquid-Probe (50 % PG, 50 % VG) nach Headspace-SBSE (oben) und Flüssig-SBSE (unten).



Fotos S. 8/9: GERSTEL / Sebastian Wichmann

GERSTEL auf der „analytica 2018“

GERSTEL-Lösungen hoch im Kurs

Wenn es um die Automatisierung der Probenvorbereitung in der GC/MS und LC/MS geht, setzen die Analysenlösungen von GERSTEL international Maßstäbe. Das zeigte sich auch auf der diesjährigen „analytica“ in München. Das Unternehmen verzeichnete einen neuen Besucherrekord an seinem Messestand.

Von Guido Deußing



Beste Beratung statt blumiger Worte: GERSTEL-Experten sprechen Klartext und begreifen ihren Service als Dienst am Anwender.

Der Wunsch, Messempfindlichkeit, Effizienz und Produktivität im Labor zu steigern, führte zu einer bisher nie erreichten Besucherfrequenz am GERSTEL-Messestand. Das Augenmerk der zahlreichen Anwender richtete sich einmal mehr auf die Neuheiten im Bereich der automatisierten Probenvorbereitungstechnologie auf Basis des GERSTEL-MultiPurposeSamplers (MPS). Unter anderem stieß die neue automatisierte SPE 2 unter Anwendung von 1-, 3- und 6-mL-Standard-SPE-Kartuschen in Verbindung mit der neuen Solvent Filling Station (SFS 3) auf großes Interesse. Die Möglichkeit, Sequenzen auf einfachste Weise mittels Barcodes zu generieren („Sequence by Barcode“), wurde ebenfalls zum Publikumsmagneten. Und auf den MPS-Workstation-basierten GERSTEL-MixtureMaker hatten nicht nur Anwender aus dem Bereich „Aroma- und Duftstoffe“ ein



Gute Stimmung am Messestand. Das gesamte GERSTEL-„analytica“-Team bedankt sich für Ihren Besuch und freut sich bereits auf 2020.

Auge geworfen, sondern auch jene aus Laboratorien, die ihre eigenen Standards automatisiert und nachvollziehbar in Eigenregie generieren möchten.

Große Aufmerksamkeit genoss das breite Angebotspektrum von GERSTEL-Lösungen für die Thermodesorptions-Analytik. Einen besonderen Blickfang bot hierbei der neue GERSTEL-Thermodesorber TD 3.5⁺, der den Einsatz konventioneller 3,5-Zoll-TD-Röhrchen auch aus Stahl ermöglicht. Die Standbesucher interessierten sich in besonderer Weise auch für die neue GERSTEL-DHS^{Large} 3.5⁺, ein vollautomatisches mikroskaliertes, emissionskammerbasiertes Analysensystem unter anderem für die Bestimmung von Materialemissionen.

Als Schmankehl erwies sich das GERSTEL-PyroVial, das Pyrolysevorgänge in einem speziellen Probenvial bei maximal 800 °C erlaubt und mit dem es möglich wird, auf einfache, sehr handliche Weise nicht nur GC/MS-Analysen durchzuführen, sondern ebenso Pyrolysefragmente mittels LC/MS automatisiert zu analysieren.

Eine große Nachfrage verzeichnete das GERSTEL-Team am Messestand hinsichtlich applikationsspezifischer Analysenlösungen. Ausgestellt waren GERSTEL-Komplettlösungen für den Nachweis von 3-MCPD, 2-MCPD und Glycidol in Speiseöl nach Standardmethoden, MOSH/MOAH, AMPA/Glyphosat in Lebensmitteln und Umweltpollen, THC und deren Metaboliten sowie Opioiden und Kokain nebst deren Metaboliten in Blutserum. Nicht zuletzt war auch die Nachfrage bezüglich der von GERSTEL entwickelten SBSE-basierten vollautomatisierten Methode für die Wasseranalytik gemäß EU-Wasserrahmenrichtlinie (Water Framework Directive) erwartungsgemäß hoch.

Das ganze GERSTEL-Messteam bedankt sich bei allen Standbesuchern für das große Interesse. Auch auf der nächsten „analytica“ vom 31. März bis 3. April 2020 sind wir wieder für Sie vor Ort. Sollten Sie so lange nicht warten wollen, nehmen Sie einfach Kontakt mit uns auf und vereinbaren Sie einen Gesprächstermin. Wie Sie uns

Die „analytica“ erweist sich als wichtige Plattform zum Austausch des Unternehmens mit Anwenderinnen und Anwendern aus dem In- und Ausland.



Auch auf knifflige Sachfragen finden GERSTEL-Experten eine Antwort.

bzw. den für Sie zuständigen Ansprechpartner erreichen, erfahren Sie unter www.gerstel.de. Wenn Sie regelmäßig mehr von und über GERSTEL erfahren möchten, abonnieren Sie doch unseren elektronischen Newsletter. Darin informieren wir Sie in gebotener Kürze über technische und applikative Neuheiten, Veranstaltungen und Schulungstermine – einfach per E-Mail. Der Link <http://bit.ly/2mqn7Wg> führt Sie ohne Umweg zum Anmeldeformular auf unserer Homepage.



MOSH/MOAH-Lösung: ein technisches Highlight am GERSTEL-Messestand.

Temperaturprogrammierte HPLC mit Mikrofluidik-Chips

In seiner mit dem Eberhard-Gerstel-Preis 2018 ausgezeichneten Arbeit stellt Dr. Josef Heiland das innovative Konzept der Temperaturprogrammierung in der Mikrochip-HPLC vor. Die geringe thermische Masse in der Lab-on-a-Chip-Technologie bedingt ihre Leistungsfähigkeit. Sie ermöglicht bislang unerreicht schnelle isokratische Trennungen, sogar in reinem Wasser, und eröffnet den Zugang zu anderen umweltfreundlichen Eluenten wie superkritischem Kohlendioxid und Ethanol. In seinem Gastbeitrag erläutert Dr. Josef Heiland die technischen Hintergründe.

Die moderne instrumentelle Analytik steht vor vielfältigen Herausforderungen. Sei es durch die Begrenzung der Probe in Art und Umfang oder im Hinblick auf die Dauer der Analyse. Mit dem Ziel einer grünen und nachhaltigen Chemie spielen zunehmend auch ökologische Aspekte eine Rolle, gerade bei kontinuierlich laufenden Prozessen in der instrumentellen chemischen Analytik.

Ein weitverbreitetes „Arbeitspferd“ hierbei ist die Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC), mit der sich auch komplexe Substanzgemische mittels Verteilungsgleichgewichten zwischen verschiedenen Phasen in ihre Einzelkomponenten auftrennen lassen.

Praktisch umgesetzt wird die Trennung mittels in Stahlröhren verpresster Silikapartikel, über die kontinuierlich eine mobile Phase gefördert wird. Moderne Entwicklungen gehen hin zu immer kleineren Dimensionen der Trennsäulen. In der Mikro- und Nano-LC wird derzeit mit Partikeldurchmessern im Bereich von 1,5 bis 3 μm gearbeitet.

Neben geeignetem Phasenmaterial wird eine miniaturisierte Säule verwendet, meist in Form ummantelter Glaskapillaren. Vor allem bei sehr limitierten Probenmengen – beispielsweise im Bereich der „omics“-Forschung – sind solch kleine Säulendimensionen von großem Nutzen, da sie, im Gegensatz zu konventionellen Systemen, das Verdünnen der Probe unterbinden.

Mikroelektronik als vergleichbares Konzept

Die Güte der Auftrennung eines Gemisches in seine Einzelkomponenten hängt bei dieser Technik allerdings stark von der Schärfe der Probenbande am Säulenkopf ab. Wird die Probe bei Eintritt in das Trennbett stark verzerrt, ergeben sich unterschiedliche Verweildauern innerhalb einer Substanzfraktion. Dieser Sachverhalt wirkt sich negativ auf die maximal zu erreichende Trennleistung

aus. Einen vielversprechenden Lösungsansatz hierfür bietet die sogenannte Lab-on-a-Chip-Technologie, bei der ein zweidimensionales Netzwerk aus Kanälen im Bereich von etwa 10 bis 500 μm im Durchmesser in ein planares Substrat (hier Borosilikatglas, 45 x 10 x 2.2 mm Außenmaß) aufgebracht wird.

Das dem Konzept der Mikroelektronik vergleichbare System erlaubt es, verschiedene Prozesse eines chemischen Labors auf einem Mikrochip ablaufen zu lassen; daher die Bezeichnung Lab-on-a-Chip-Technologie.

Neben vielfältigen Anwendungsgebieten, etwa in der chemischen Synthese und der allgemeinen chemischen Analytik, können die analytischen Trenntechniken in besonderer Weise von dieser innovativen Technologieplattform profitieren. Im Gegensatz zu kapillarbasierten Systemen erlaubt die Lab-on-a-Chip-Technologie einen totvolumen- und damit verdünnungsfreien Transfer von Probenbanden. Die kleinen Dimensionen führen in der HPLC zu höchst effizienten Trennungen.

Temperatur beeinflusst Trennleistung

Von besonderem Interesse ist in der HPLC seit Längerem die Einführung der Trenntemperatur als aktiver Parameter zur Optimierung der Trennleistung. Durch Erhöhung der Temperatur lassen sich physikalische Eigenschaften wie Diffusion und Viskosität positiv beeinflussen. Damit werden Austauschgleichgewichte beschleunigt und der Fließwiderstand der mobilen Phase gesenkt. Konventionelle Analysensysteme verfügen allerdings über große thermische Massen, was eine schnelle und homogene Temperaturverteilung im System erschwert.

Der Einsatz einer auf μm -Dimensionen reduzierten Technik, wie sie in der Mikrofluidik zur Anwendung kommt, ermöglicht durch vorteilhafte Skaleneffekte eine nahezu unverzügliche (instantane) Äquilibration der



Foto: Dr. Josef Heiland

Dr. Josef Heiland



Foto: Guido Deuling

Dr. Josef Heiland (3. v. l.), Träger des diesjährigen Eberhard-Gerstel-Preises, am GERSTEL-Messestand auf der „analytica 2018“, umringt von den Repräsentanten der Gesellschaft Deutscher Chemiker Prof. Dr. Werner Engewald (l.) und Priv.-Doz. Dr. Katja Dettmer-Wilde (2. v. l.) sowie der Geschäftsführung von GERSTEL, die den Preis alle zwei Jahre stiftet: (v. r.) Ralf Bremer, Holger Gerstel und Eberhard G. Gerstel.

Temperatur in der Trennsäule. Hierzu wurde ein effizienter und leistungsfähiger Säulentermostat entwickelt, der bei einer maximalen Heizrate von bis zu 5 K/s in einem Bereich bis 200 °C arbeitet. Zwei unabhängige Heizregelkreise sind im direkten thermischen Kontakt mit der 35 mm langen Trennsäule. Das polymerbasierte Design ist auf kleinste thermische Massen optimiert und umschließt die Trennsäule vollständig, wobei die Heizelemente je nur in 1,1 mm Abstand zum Trennbett angebracht sind. Durch den unmittelbaren Wärmetransfer

ermöglicht das System einen unvergleichlich effizienten Gebrauch von Temperaturgradienten in der HPLC und stellt damit eine ökologische wie ökonomische Alternative zu herkömmlichen Lösungsmittelgradienten dar. Eine Testmischung aus sieben polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs) konnte in weniger als 20 Sekunden basisliniengetrennt werden, was in dieser Geschwindigkeit mittels eines Lösungsmittelgradienten nicht möglich war.

EGP-Jury unter neuer Führung

Vom Arbeitskreis Separation Science der GDCh-Fachgruppe Analytische Chemie wurde in diesem Jahr zum fünfnten Mal der Eberhard-Gerstel-Preis (EGP) für eine herausragende wissenschaftliche Arbeit auf dem Gebiet der analytischen Trenntechniken ausgeschrieben. Benannt nach Eberhard Gerstel, dem Gründer der GERSTEL GmbH & Co. KG in Mülheim an der Ruhr, wird der mit 2.000 Euro dotierte Preis seit 2010 auf der alle zwei Jahre in München stattfindenden „analytica conference“ verliehen. Die Idee zu diesem von GERSTEL gestifteten Preis entstand vor mehr als zehn Jahren anlässlich des 40. Firmenjubiläums; GERSTEL ist einer der weltweit führenden Anbieter von Systemen und Lösungen für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS. In diesem Jahr hat der Initiator und bisherige Vorsitzende der Jury, Prof. Dr. Werner Engewald, die Leitung der EGP-Jury an Priv.-Doz. Dr. Katja Dettmer-Wilde übergeben. Nach dem Chemiestudium und der Promotion an der Universität Leipzig sowie einem Postdoc-Aufenthalt an der Universität von Kalifornien/USA ist Dr. Katja Dettmer-Wilde seit 2006 am Institut für Funktionelle Genomik der Universität Regensburg tätig, wo sie die Arbeitsgruppe Metabolomics leitet. Habilitiert ist Dr. Katja Dettmer-Wilde seit 2016 und gehört dem erweiterten Vorstand des Arbeitskreises Separation Science in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) an.

Mehr Durchsatz bei gleicher Trennleistung

Einen weiteren Mehrwert dieser Herangehensweise bedeutet die Steigerung des Durchsatzes bei gleichzeitigem Erhalt der Trennleistung. Untersucht und bestätigt wurde dieser Sachverhalt im Rahmen isothermer Trennstudien im Bereich von 30 bis 80 °C. Neben der erfolgreichen Kopplung mit der Massenspektrometrie (MS) wurde auch der Aspekt der „grünen Chromatographie“ untersucht: Die erhöhte Temperatur wirkt sich günstig auf die Lösungsmittelviskosität aus, sodass sich anderenfalls unzugängliche, jedoch ökologisch nachhaltige Lösungsmittel wie Ethanol oder auch reines Wasser zum effizienten Betrieb der Mikrochip-HPLC verwenden lassen. Der innovative Ansatz der Lab-on-a-Chip-Technologie im Zusammenspiel mit der Hochtemperatur-HPLC bietet ein breites Anwendungsspektrum für weitere Untersuchungen, insbesondere auch für die Verwendung superkritischer Fluide als mobile Phase.

Referenz

- [1] J. J. Heiland et al., Temperature Gradient Elution and Superheated Eluents in Chip-HPLC, *Anal. Chem.* 89 (2017), 6, 3266-3271, <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.analchem.7b00142>

Laborausstattung



Technologie-Upgrade leicht gemacht

Wer seine Ziele im Labor effizient, sicher und zuverlässig erreichen will, kommt auf Dauer nicht an Veränderungen vorbei. Dabei geht es nicht darum, Trends hinterherzulaufen. Vielmehr geht es darum, zur rechten Zeit das Richtige zu tun – wie zum Beispiel in die Jahre gekommene Analysengeräte und Laborroboter auszutauschen.

Von Michael Gröger

Die Erfahrung zeigt, dass der MultiPurposeSampler (MPS) seinen Dienst über Jahre hinweg in den unterschiedlichsten Anwendungsbereichen effizient und zuverlässig verrichtet. Der Fortschritt geht weiter und eröffnet demjenigen neue Chancen und Möglichkeiten, der für Veränderung bereit ist. Was halten Sie davon, wenn Sie Ihren in die Jahre gekommenen MPS in den wohlverdienten Ruhestand schicken und Platz schaffen für Neues? Mit einem Autosampler der neuen MPS^{robotic}-Serie mit einer erweiterten Funktionalität sichern Sie nicht nur bereits bestehende Aufgaben dauerhaft effizient zu meistern, sondern sind auch in der Lage, auf

künftige

Gestalten Sie aktiv die Zukunft Ihres Labors – wir unterstützen Sie dabei

einfügen, Sequenzen einfach aus Barcodes generieren und vieles mehr.

Sie überlassen uns Ihren alten Sampler (Baujahr 2011 oder früher) und wir zahlen Ihnen beim Kauf eines Autosamplers der neuen MPS^{robotic}-Serie 2.000 Euro. Das Angebot gilt für Bestellungen, die bis Ende 2019 in Auftrag geben werden. In Zahlung genommen werden GERSTEL-MPS und baugleiche Modelle anderer Hersteller.

Wir freuen uns auf Ihre Kontaktaufnahme.

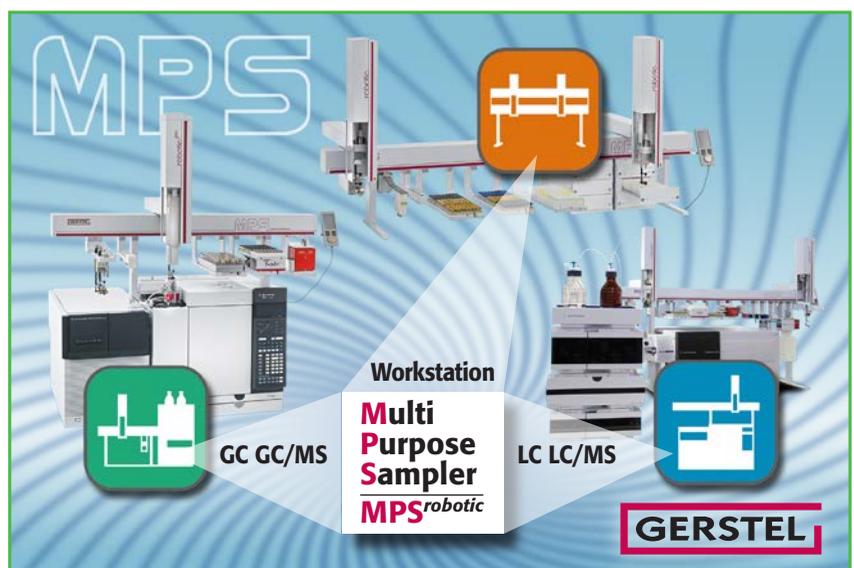
Ihren lokalen Ansprechpartner finden Sie unter www.gerstel.de.



Michael Gröger

zukünftige Herausforderungen gelassen und souverän zu reagieren – weil Sie Ihr System jederzeit bei Bedarf mit einzigartigen GERSTEL-Modulen und -Technologien erweitern können.

Gleichzeitig bewegen Sie sich auf bekanntem Terrain, da Sie auch die neuesten Mitglieder der MPS-Familie mit der GERSTEL-MAESTRO-Software steuern. Das bedeutet für Sie: einfache und fehlervermeidende Handhabung, Probenvorbereitung per Mausclick, Proben in laufende Sequenzen



A lush, misty forest scene with a stream flowing over mossy rocks. The forest is dense with green foliage, and the atmosphere is hazy and serene. The stream is the central focus, with water cascading over large, moss-covered boulders. The surrounding vegetation is vibrant and varied, including ferns and large-leafed plants. The overall mood is peaceful and natural.

Luftgetragene Wirkstoffe

Pharmakon Wald

Mit der Thermodesorptions-GC/MS der heilenden Kraft von Bäumen auf der Spur

Bereits ein kurzer Aufenthalt im Wald soll eine heilende Wirkung haben. 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 auf Maß zu kreieren.

Von Guido Deußing

Haben wir nicht alle die Erfahrung gemacht, dass ein Spaziergang durch Wald und Flur wahre Wunder wirken kann, vor allem wenn man unter Druck steht, gestresst ist und den Kopf mit allem Möglichen voll hat? Kaum in den Wald eingetaucht, fällt die Anspannung ab, fühlt man sich freier, frischer, lebendiger. Wer meint, diese Wahrnehmung sei Einbildung oder eine Sinnestäuschung, der irrt! Bereits ein kurzer Aufenthalt im Wald, die Rede ist von nicht mehr als fünf Minuten pro Tag, soll sich Forschern zufolge nachweislich positiv auf das mentale Wohlbefinden auswirken [1].

Eine große Bedeutung wird hierbei jener Pflanzenform zugeschrieben, die den Begriff „Wald“ per definitionem mit Bedeutungsgehalt versieht: den Bäumen. Allein der Anblick eines Baumes könne die Stimmung aufhellen und den Körper stärken. Das haben Wissenschaftler aus Pennsylvania bereits 1984 beobachtet: Krankenhauspatienten, die von ihrem Krankenlager aus Bäume sehen konnten, zeigten eine schnellere und bessere Wundheilung und brauchten auch weniger Schmerzmittel als Patienten, denen die Aussicht auf Bäume verstellt blieb [2].

Dem Phänomen auf der Spur

Weltweit wurden Studien über die Wirkung von Bäumen und Wäldern auf die Gesundheit beziehungsweise Genesung durchgeführt. Bemerkenswert: Allein das Vorhandensein eines Waldes in der Nachbarschaft soll einen nachweislichen Wohlfühleffekt auf die Anwohner ausüben. Wie groß dieser Effekt ist, könnte von der Baum-

dichte abhängen: Kanadische

Wissenschaftler sind der Auffassung, je mehr Bäume in einer Wohngegend stünden, desto niedriger sei das Risiko für die Menschen dort, an Herz und Kreislauf, Bluthochdruck oder Diabetes zu erkranken [3].

Dr. Qing Li (s. Buchtipp S. 16) von der Nippon Medical School in Tokio kommt nach der Analyse von Gesundheitsdaten der japanischen Bevölkerung zu dem Resultat: Wer in einer walddreichen Region

lebt, stirbt seltener an den Folgen von Krebs als jemand, der in waldkargen Gefilden beheimatet ist. Bäume können laut Dr. Lis Schlussfolgerung in der Lage sein, das Immunsystem zu stärken und die Bildung von Killerzellen anzuregen, die für die Abwehr schädlicher Keime und von Krebszellen zuständig sind [4, 5].

Ganzheitliche Sichtweise ist angezeigt

Die Untersuchung der Präventivwirkung von Wäldern auf Zivilisationskrankheiten beflügelte an japanischen Universitäten die Etablierung des jungen Forschungsbereichs „Waldmedizin“. Die gewonnenen Erkenntnisse flossen inzwischen ein in die alternative Heilmethode des „Waldbadens“; das japanische Wort dafür lautet „Shinrin-yoku“ [6, 7]. „Waldbaden“ meint im Grunde nichts anderes als einen kurzen, geruhsamen Ausflug in den Wald, der unter bestimmten Voraussetzungen [8] die Stimmung aufhelle, Stress entgegenwirke und das Immunsystem stärke.

Fokus auf flüchtige organische Verbindungen

Dass ein Aufenthalt an frischer Luft unter günstigen klimatischen Bedingungen heilsam sein kann, ist beileibe keine Neuigkeit. Das ahnte man bereits in der Antike. Im 19. Jahrhundert propagierten Ärzte wie Hermann Brehmer (1826-1889) die Wirksamkeit von Luftkuren bei Erkrankungen wie Tuberkulose [10]. Was aber verleiht einem Wald die Kraft, Wohlbefinden und Gesundheit zu fördern?

Kim Geonwoo und Kollegen von der Kyūshū-Universität in der japanischen Stadt Fukuoka haben sich diese Frage gestellt und versucht, eine wissenschaftlich fundierte Antwort zu finden. Ohne Frage spielen der Sauerstoffgehalt und auch das vorherrschende Mikroklima im Wald eine wichtige Rolle. Bei ihrer Forschung konzentrierten sich die Wissenschaftler jedoch insbesondere auf die Emissionen natürlicher flüchtiger organischer Verbindungen (NVOCs)[9].





Waldreiches Japan

Japan zählt – auf die Landmasse bezogen – zu den waldreichsten Ländern der Erde. Es ist zu 68 Prozent mit Wald bedeckt. Das bedeutet Platz 15 im weltweiten Wald-Ranking, hinter Surinam (Platz 1 mit 95 %) und Bhutan (84 %), aber vor Schweden (67 %), Brasilien (56 %), Russland (50 %), Österreich (47 %), Kanada (34 %), der Schweiz (32 %) und Neuseeland (31 %). Deutschland rangiert mit rund 32 Prozent Waldanteil nur knapp über dem weltweiten Durchschnitt von 30 Prozent. Bezogen auf die Gesamtwaldfläche relativiert sich das Bild: Russland führt die Liste mit 8,2 Mio. km² an, gefolgt von Brasilien (4,9 Mio. km²) und Kanada (3,5 Mio. km²). Japan landet hier mit 250.000 km² Wald auf Rang 23, Deutschland auf Platz 47 (114.000 km²), Österreich mit knapp 39.000 km² auf Platz 80, die Schweiz auf Rang 117 (12.500 km²). Quelle: Wikipedia



GERSTEL K. K., Tokio

Flüchtige organische Verbindungen (Volatile Organic Compounds, VOCs) ist die Sammelbezeichnung für organische Stoffe, die leicht verdampfen (flüchtig sind) bzw. schon bei niedrigen Temperaturen (z. B. Raumtemperatur) als Gas vorliegen. Manche VOCs, etwa in Form von Materialemissionen, beeinträchtigen nachweislich das Wohlbefinden und können Kopfschmerzen, Müdigkeit, Schleimhautreizungen, Atembeschwerden, sogar Depressionen hervorrufen [11]. Vergleichbares gilt für Emissionen von Schimmelpilzen, sogenannte Microbial Volatile Organic Compounds (MVOCs) [12]. Dass VOCs indes auch positive Effekte auf das Wohlbefinden und die Gesundheit ausüben können, ist ebenfalls hinlänglich bekannt und Grundlage zum Beispiel von Aromatherapien unter Einsatz ätherischer Öle.

Pharmakologische Emissionen

NVOCs werden von Pflanzen als sekundäre Metaboliten produziert und emittiert, um sich etwa vor Krankheitserregern oder Fressfeinden zu schützen. Zu den NVOCs zählt zum Beispiel die Gruppe der Terpene, die sich formal vom Isopren ableiten. Terpene wie α -Pinen oder Limonen gehören zu den Phytonzyden [9], was bedeutet, dass diese Verbindungen eine antibiotische Wirkung haben. Kampfer sei bekannt für seine unter anderem antikanzerogene und Husten lindernde, Cedrol für seine den Blutdruck senkende Wirkung, schreiben Geonwoo et al. Viele Terpene werden als Geruchs- oder Geschmacksstoffe in Parfümen und kosmetischen Produkten eingesetzt oder erfüllen in der Weihnachtszeit jene Wohnräu-

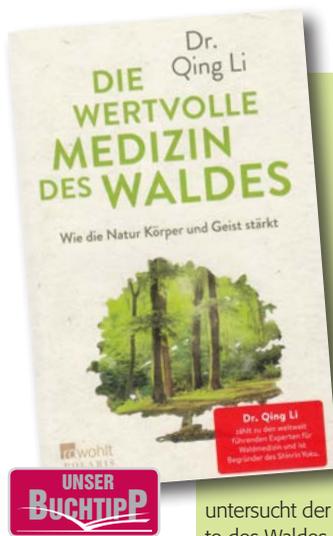
me, in denen eine Naturtanne als Christbaum aufgestellt ist, die bekanntlich in großer Menge geruchsintensive VOCs emittiert.

Auf, zum fröhlichen Probesammeln

Kim Geonwoo und Kollegen machten sich auf in den universitätsnahen Kasuya Research Forest, einen landschaftlich schönen, gut gepflegten Stadtwald von annähernd 500 Hektar Größe, der den Bürgern der Stadt als Ort der Naherholung dient und den Wissenschaftlern der Universität zu Forschungszwecken. Ziel war es, die Emission von NVOCs zu bestimmen – und zwar nicht die von Nadelbäumen, was aufgrund der bei Tannengehölz bekannt hohen Emission von VOCs nahegelegen hätte, sondern jene von immergrünen Laubbäumen. Die Forscher hatten ihr Augenmerk auf Lorbeergewächse der Gattung *Cinnamomum camphora* (Kampferbaum) und *Machilus thunbergii* gerichtet. Beide Gewächse finden sich in größerer Zahl im Kasuya Research Forest und beiden wird eine therapeutische Wirkung insbesondere bei Erkältungskrankheiten nachgesagt [9].

Um Aufschluss über die Emission von NVOCs beider Gewächse zu erhalten, nahmen Geonwoo und Kollegen Proben an Stellen im Kasuya Research Forest, die jeweils von der einen oder anderen Gewächsart dominiert werden. (In ihrer Publikation geben die Wissenschaftler dezidiert Auskunft über die Besonderheiten der Plätze und des Baumwuchses.)

Mithilfe von Minipumpen zogen sie in 1,5 Meter Höhe Luft durch mit Tenax TA und Carbotrap B gefüllte



Dr. Qing Li Die wertvolle Medizin des Waldes

Wie die Natur Körper und Geist stärkt

Jeder weiß, wie gut es tut, durch einen Wald zu spazieren. Allerdings wissen die wenigsten, welchen positiven Effekt die Natur auf unsere körperliche und seelische Gesundheit ausübt. Dr. Qing Li hat in seinen Studien festgestellt, dass es für unsere Gesundheit essenziell ist, Zeit in der Natur zu verbringen. Seit 30 Jahren

untersucht der Forstwissenschaftler und Mediziner die Wirkkräfte des Waldes. Die Resultate seiner Studien führten zu der von ihm entwickelten Shinrin-yoku-Methode, was übersetzt so viel bedeutet wie „Wandeln im Wald“, mit der man sich die Heilkraft des Waldes zunutze machen kann, etwa um den Blutdruck zu senken, die Schlafqualität zu verbessern, das Konzentrationsvermögen zu fördern und das Krankheitsrisiko zu minimieren. Wie Wald wirkt und wie man sich die Kraft der Bäume für das eigene Wohlergehen erschließt, darüber berichtet Dr. Qing Li in seinem Buch „Die wertvolle Medizin des Waldes“, das als deutsche Erstausgabe im August 2018 im Rowohlt Polaris Verlag erschienen ist. 320 Seiten, ISBN 978-3-499-63401-7, EUR 16,99 (D), EUR 17,50 (A)

Adsorbensröhrchen. Ein Gesamtprobenvolumen von 15 Litern wurde mit einer Flussrate von 150 mL/min für die NVOC-Messung gesammelt. Anschließend wurden die Adsorbensröhrchen bei $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$ gelagert und innerhalb von 48 Stunden mittels Thermodesorptions-Gaschromatographie-Massenspektrometrie (TD-GC/MS) analysiert.

Für die Thermodesorption der Analyten verwendeten Geonwoo et al. ein ThermalDesorptionSystem (GERSTEL-TDS), das an ein GC/MS-System von Agilent Technologies (7890N-5975) gekoppelt war. Die angereicherten NVOCs wurden für drei Minuten bei $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ vom Adsorbens thermodesorbiert und bei $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ im KaltAufgabeSystem (GERSTEL-KAS), auf dem das TDS aufsitzt, cryofokussiert. Das KAS wurde auf $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 min) aufgeheizt und die flüchtigen Analyten anschließend auf eine GC-Säule (HP-INNOWax, 60 m x 0,25 mm, 0,25 μm) überführt. Der GC-Ofen wurde programmiert von $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 min) mit $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ pro Minute auf $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 min) aufgeheizt. Die Temperatur des MSD-Interface betrug $210\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Bei der Analyse richteten Geonwoo und Kollegen ihr Augenmerk auf 20 Monoterpene, darunter unter anderem auf α -Pinen und Camphen, die bekanntlich eine pharmakologische Wirkung besitzen. Bei beiden Baumtypen bestimmten die Wissenschaftler im Rahmen der TD-GC/MS-Analyse insgesamt 18 der NVOCs. Doch während Cinnamomum camphora und Machilus thunbergii ein vergleichbares Komponentenverhältnis aufwiesen, emittierte das Kampfergewächs die größte Gesamtmenge natürlicher flüchtiger organischer Verbindungen (TVOCs). Bemerkenswert waren die von Baum zu Baum gemessenen Konzentrationsunterschiede von α -Pinen ($0,083\text{ ng/m}^3$ [C. camphora] : $0,031\text{ ng/m}^3$ [M. thunbergii]), Camphen ($0,041\text{ ng/m}^3$: $0,014\text{ ng/m}^3$), Campher ($0,359\text{ ng/m}^3$: $0,142\text{ ng/m}^3$) und Cedrol ($0,115\text{ ng/m}^3$: $0,051\text{ ng/m}^3$).

Die freien Emissionen hängen nicht nur von der Pflanzen- und Blattgröße ab, sondern auch von verschiedenen Umweltfaktoren. So stiegen sie im Tagesverlauf mit der Sonneneinstrahlung, sprich der Temperatur, und sanken mit steigender Feinstaubbelastung und Luftfeuchtigkeit.

Bemerkenswert sei auf jeden Fall, schreiben die Forscher, dass die Werte der untersuchten Laubgewächse nicht unerheblich seien, auch wenn Nadelhölzer erwartungsgemäß deutlich höhere NVOC-Konzentrationen emittierten. Die Wissenschaftler empfehlen, ihre Erkenntnisse künftig bei Planung und Anlegung natürlicher Heilräume zu berücksichtigen. Hierbei sollen nicht nur Nadelbäume in Betracht gezogen werden, wie es bislang üblich sei, sondern auch Laubgewächse, wie sie Gegenstand ihrer Studie gewesen seien, unterstreichen Geonwoo et al.

Referenzen

- [1] J. Barton, J. Pretty, What is the Best Dose of Nature and Green Exercise for Improving Mental Health? A Multi-Study Analysis, Environ. Sci. Technol. 44 (2010) 3947-3955, DOI: 10.1021/es903183r, <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/es903183r>
- [2] R. Ulrich, View through a window may influence recovery from surgery, Science 224 (1984) 420-421, DOI: 10.1126/science.6143402, <http://science.sciencemag.org/content/224/4647/420>
- [3] O. Kardan, P. Gozdyra, B. Misis, F. Moola, L. J. Palmer, T. Paus, M. G. Berman, Neighborhood greenspace and health in a large urban center, Scientific Reports 5 (2015) Article number: 11610, doi:10.1038/srep11610, www.nature.com/articles/srep11610
- [4] Q. Li, Die Heilkraft des Waldes – Der Beitrag der Waldmedizin zur Naturtherapie, 2016, <http://bit.ly/2DPn3uT>
- [5] Wikipedia, <https://de.wikipedia.org/wiki/Vagotonie>
- [6] Q. Li, „Forest Medicine“, in: Q. Li (Hg.), Forest Medicine, New York 2012, 1-316
- [7] Q. Li, K. Morimoto, A. Nakadai, H. Inagaki, M. Katsumata, T. Shimizu, Y. Hirata, K. Hirata, H. Suzuki, Y. Miyazaki, T. Kagawa, Y. Koyama, T. Ohira, N. Takayama, A. M. Krensky, T. Kawada, Forest bathing enhances human natural killer activity and expression of anti-cancer proteins, Int. J. Immunopathol Pharmacol 20 (2007) 3-8, www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17903349
- [8] Dr. Qing Li's Empfehlungen zum Waldbaden, www.waldbaden.com/waldbaden/dr-qing-li-s-empfehlungen-zum-waldbaden
- [9] K. Geonwoo, B. J. Park, P. S. Yeon, S. Lee, D. Joung, C. Park, S. Koga, Case Study on the Changes in the Physical Environment in Forest Healing Spaces, J. Fac. Agr., Kyūshū Univ., 61 (2016) 375-381, <http://bit.ly/2RQTZ80>
- [10] www.ewnor.de/jv/548_jv.php
- [11] G. Deußing, Dicke Luft? Wenn Heim und Büro krank machen, GERSTEL Aktuell 44 (2011) 4-7, www.gerstel.de/de/GA44_Emissionen_aus_Baustoffen.htm
- [12] R. Keller, K. Senkiel, W. Butte, Schimmelpilze und deren Sekundärmetabolite (MVOC) in Luftproben unbelasteter Wohnungen, Gefahrstoffe, Reinhaltung der Luft 67 (2007) 77-84

Grüne Analytik

Gefährlicher Hausstaub

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 Metastudie untersucht, welche Methode bei der Analyse von Luftproben die besten Resultate liefert. Die Thermodesorptions-GC/MS erweist sich als Instrument der Wahl [1].

Von Guido Deußing

Die Industrie verbraucht weltweit pro Jahr schätzungsweise rund fünf Millionen Tonnen Phthalsäureester. Hauptabnehmer dieser Stoffgruppe, die landläufig besser bekannt ist unter der Bezeichnung „Phthalate“, ist die Kunststoffindustrie, die sie als Weichmacher einsetzt, um Polymerwerkstoffe flexibler und haltbarer zu machen; PVC ist das wohl bedeutendste Zielpolymer. Auch Konsumgüter und pharmazeutische Produkte können Phthalate enthalten, weil sie die Hautdurchlässigkeit von Cremes fördern, Duftstoffe in Parfüms halten, Nagellacke bruchfester oder Haarsprays elastischer machen, um nur einige Beispiele aus dem Wirkspektrum der Phthalate zu nennen.

Kehrseite der Medaille

Bedauerlicherweise besitzen Phthalate nicht nur positive, sprich: für die Industrie interessante Eigenschaften, sondern sie bergen teilweise auch erhebliche Gesundheitsrisiken. Die Europäische Chemikalienagentur (ECHA) hat einige Phthalate als „besonders besorgniserregende Stoffe“ (SVHCs) eingestuft. Darunter befinden sich Benzylbutylphthalat (BBP), Dibutylphthalat (DBP), Bis(2-ethylhexyl)-phthalat (DEHP) und Diisobutylphthalat (DIBP), die im Juni 2017 als zulassungspflichtige Stoffe

in den Anhang XIV der REACH-Verordnung aufgenommen worden sind [2]. Diisopentylphthalat (DIPP), Bis(2-methoxyethyl)phthalat (DMEP), Dipentylphthalat (DPP) und N-pentyl-isopentylphthalat (PIPP) stehen auf der Kandidatenliste, in besagten Anhang aufgenommen zu werden [2].

Lockere Bindungen

Die Krux mit den Phthalaten ist nicht allein ihrem chemischen Naturell zuzuschreiben, das sie von reproduktionstoxisch über mutagen und kanzerogen bis hormonell wirken lässt, sondern auch der Art, wie die Phthalsäureester in die Polymermatrix eingebettet sind. Sie sind nicht chemisch fest an die Polymermoleküle gebunden, sondern nur physikalisch, also eher locker. Die Polymere werden von den Phthalaten äußerlich umhüllt, sozusagen wie ein molekularer Schmierfilm, und können – ihr Charakter trägt dazu bei – vergleichsweise leicht aus der Matrix entweichen:

Phthalate gehören zu den halbflüchtigen organischen Verbindungen (SVOCs). Die Emission verläuft, abhängig von den Rahmenbedingungen, denen der Werkstoff ausgesetzt ist, mehr oder weniger schnell. Relevante Einflussfaktoren bilden die Umgebungsfeuchtigkeit, ein möglicher manueller oder chemischer Abrieb, Druck und Temperatur.

Die Trennung ist allerdings nur von kurzer Dauer, Phthalate eignen sich nicht fürs Singledasein. Kaum hat sich ein Phthalatmolekül aus der Polymermatrix verdünnt, stürzt es sich schon in die nächste Beziehung: Aus der Folie heraus kontaminiert es das verpackte Lebensmittel oder Medikament; aus dem Blutbeutelssystem flutet es die darin gelagerte Blutkonserve; aus dem Material der Plastikflasche taucht es ein in das darin enthaltene Getränk. Nimmt das Kleinkind Plastikspielzeug mit Phthalaten in den Mund, wird der noch junge menschliche Organismus zum Zielgebiet der zum Teil gefährlichen Weichmacher [3].

Immer auf der Suche

Im Normalfall düstet ein Polymerwerkstoff – eine Fußbodenauslegeware, ein Möbelpolster, ein Duschvorhang – Weichmacher schlichtweg aus und entlässt sie in die Luft. Darin schwebende Staubpartikel werden zur begehrten Lande- und Sammelzone von Phthalaten, mit denen sie im Huckepack große Distanzen überwinden oder sich an Ort und Stelle niederlassen – auf dem Boden, im Regal, auf dem Schrank – und erst dann, Schläfern gleich, gefährlich werden, wenn Staub aufgewirbelt und inhaliert wird.

Ewa Olkowska, Joanna Ratajczyk und Lidia Wolska geben die Adsorption von Phthalaten an Staubpartikeln in einem Durchschnittshaushalt mit bis zu 9,5 Milligramm pro Kilogramm (mg/kg) Staub an. Bezogen auf die Luft geben die Wissenschaftlerinnen von der Medizinischen Universität Gdańsk/Polen einen Wert von 200 bis 8.290 Nanogramm pro Kubikmeter (ng/m³) an [1]. Was bedeutet, dass vor allem jene Lebewesen, die sich in Bodennähe bewegen, einer besonderen Belastung mit Phthalaten ausgesetzt sind, etwa kriechende oder robbende Kleinkinder [4].

Untersuchung tut not

Aufgrund ihrer ubiquitären Verbreitung und der bekannten gesundheitsgefährdenden Wirkung bedarf es einer laufenden Überwachung potenzieller Phthalatbelastungen in der Umwelt, schlussfolgern Ewa Olkowska et al. in ihrem Beitrag im Fachjournal „Trends in Analytical Che-

mistry“ [1]. Bislang fehle es nämlich an hinreichenden Informationen über die Konzentration von Phthalaten in den verschiedenen Ökosystemen, insbesondere in der Luft, um eine dezidierte Risikobewertung vornehmen zu können.

In den zahlreichen Veröffentlichungen zum Thema haben sich die drei polnischen Wissenschaftlerinnen auf die Suche nach dem besten Verfahren zur Bestimmung von Phthalaten in Luft gemacht. Ewa Olkowska et al. zogen nicht nur methodische Gesichtspunkte in Betracht, also solche Faktoren, die Einfluss auf die Empfindlichkeit oder Effizienz der Analyse nehmen, etwa die Möglichkeit der Automatisierung, sondern auch ökologische Aspekte. Es sei heute geboten, insbesondere bei Ermittlung umweltrelevanter Daten, bei der Analytik selbst an Nachhaltigkeit zu denken, lösungsmittelfreie Methoden zu bevorzugen und dem Gedanken der „grünen Chemie“ Rechnung zu tragen, fordern die Wissenschaftlerinnen.

Durch und durch nachhaltig

Ihr historischer Abriss über die Bestimmung von Phthalaten fällt recht kurz aus. Er beginnt mit der Bestimmung von DBP mittels Flüssigextraktion mit einer anschließenden spektroskopischen Analyse der Extrakte, erwähnt beiläufig die gaschromatographische Analyse nach Festphasenextraktion, um dann unvermittelt ins Jahr 2000 zu springen, in dem Tienpont et al. [5] vorschlugen, die von ihnen damals fokussierten Analyten, namentlich Diethylphthalat (DEP) und DBP, aus der Luft auf Tenax anzureichern, anschließend thermisch zu desorbieren und mittels GC/MS zu analysieren. Sie legten damit die Basis einer modernen, lösungsmittelfreien und effizienten Analytik von Phthalaten zusätzlich zu anderen VOCs und SVOCs in Luft.

Zum Desorbieren verwendeten Tienpont et al. ein ThermalDesorptionSystem (GERSTEL-TDS), das mit dem PTV-Injektor (GERSTEL-KAS) des Gaschromatographen verbunden war, um die Analyten vor Aufgabe auf die GC-Säule bei -150 °C zu cryofokussieren. Die Desorption mit dem TDS erfolgte programmiert: 40 °C - 60 °C/min - 300 °C (10 min), die Aufgabe mittels des KAS auf die Trennsäule splitlos mit 60 °C/min auf 300 °C (5 min). Das GC-Programm wurde bei 40 °C gestartet und lief bis 300 °C (20 °C/min). Weitere Modifikationen des angewandten Verfahrens zeigten, schreiben Ewa Olkowska et al., „dass in einer simultanen Analyse sechs bis acht Phthalate in Luftproben zusammen mit PAKs, Alkanen, Cyclohexanen, Alkenen, vier Organophosphatestern und Bis(2-Ethylhexyl)adipat bestimmt werden konnten“.

Die Forscherinnen gehen im weiteren Verlauf ihrer Ausführungen auf Verbesserungen der Analysetechnik ein, die in den darauffolgenden Jahren von den unterschiedlichen Geräteherstellern vorgenommen worden sind und die sich im weitesten Sinne an den Vorgaben orientierten, die das von Tienpont et al. verwendete TDS bereits umsetzt, etwa einen kurzen Probenweg, um kalte Stellen zu vermeiden, an denen Analyten vor der Aufgabe auf die GC-Säule kondensieren und verloren gehen kön-



GC/MS-System von Agilent Technologies, ausgestattet mit einem GERSTEL-TDS und -TDSA-Sampler.

nen, oder die Vermeidung von Ventilen im Probenweg, die einen Verlust von Analyten oder Memory-Effekte begünstigen können.

Summa summarum, schlussfolgern die Wissenschaftlerinnen, sei die an die GC/MS gekoppelte Thermodesorption für die Bestimmung von Phthalaten und anderer VOCs das Maß der Dinge: Nicht nur aus ökologischer Sicht – sie kommt ohne Lösemittel aus –, sondern auch in puncto Empfindlichkeit, denn die angereicherten Analyten können in Gänze auf die Trennsäulen gegeben werden. Obendrein lasse sich die Analytik vollständig automatisieren, was aus heutiger Sicht ein signifikanter Pluspunkt sei, bemerken Ewa Olkowska et al.

Anreichern – aber richtig!

Nicht unerwähnt lassen die Wissenschaftlerinnen die verwendeten Sorbentien, die der Probennahme und Anreicherung der Phthalate dienen. Die Anwendung von Aktivkohle etwa sei gekoppelt an eine Lösungsmitteldesorption unter Einsatz gesundheitsgefährdenden Kohlenstoffdisulfids (CS₂), was nicht nur dem Nachhaltigkeitsgedanken zuwiderlaufe – obendrein ließen sich die Sorbentien nur einmal verwenden. In mühevoller Kleinarbeit haben die Wissenschaftlerinnen die verschiedenen verwendeten Sorbens- und Sammelmateriale aufgelistet, mit denen sich sowohl Luft- als auch Staubproben nehmen lassen. Sie kommen zu dem Schluss, dass von allen verfügbaren Sorbentien Tenax am geeignetsten zu sein scheint, Phthalate aus Luftproben zu isolieren. Dieses Material übe eine moderate Rückhaltekraft auf die Analyten aus, habe nur eine geringe Neigung zur Artefaktbildung, ermögliche das Trappen organischer Verbindungen in einem weiten Flüchtigkeits- und Polaritätsbereich, sei thermisch stabil bis 300 °C und habe aufgrund seiner hydrophoben Eigenschaften eine geringe Affinität zu Wasser. Obendrein ließen sich Tenax-Röhrchen nach einer entsprechenden Konditionierung wiederverwenden.

Referenzen

- [1] E. Olkowska, J. Ratajczyk, L. Wolska, Determination of phthalate esters in air with thermal desorption technique – Advantages and disadvantages, *Trends in Analytical Chemistry* 91 (2017) 77-90, www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165993616304228
- [2] Verzeichnis der zulassungspflichtigen Stoffe (Anhang XIV der REACH-Verordnung) (<http://bit.ly/2RXucv7>)
- [3] G. Deußing, Phthalate – Achtung, Weichmacher, GERSTEL Aktuell 47 (2013) 20-22, www.gerstel.de/pdf/GST_Aktuell_47_20-22_de.pdf
- [4] www.laborpraxis.vogel.de/wie-weichmacher-das-allergierisiko-bei-kindern-erhoehen-a-605680/
- [5] B. Tienpont, F. David, P. Sandra, F. Vanwalleghem, Evaluation of Sorptive Enrichment for the Analysis of Phthalates in Air Samples, *Journal of Microcolumn Separations* 12 (2000) 194-203, <http://bit.ly/2zf3gjt>
- [6] Fragen und Antworten zu Phthalat-Weichmachern, Bundesinstitut für Risikobewertung (www.bfr.bund.de/de/fragen_und_antworten_zu_phthalat_weichmachern-186796.html)



Foto: istock / Frankreporter

News

Schwerpunkt Weinanalytik

Seit 7.000 Jahren trinken wir Menschen Wein. Berechtigterweise gilt das Gärungsendprodukt aus Traubenmost daher auch als bedeutendes und schützenswertes Kulturgut. In der Qualitätssicherung von Wein spielt die instrumentelle chemische Analytik eine sehr wichtige Rolle. Es gilt, die Wertigkeit eines Weines zu überprüfen und festzustellen, Inhaltsstoffe und belastende Kontaminationen zu identifizieren, den Wohlgeschmack und Wohlgeruch sicherzustellen. Seit vielen Jahren bietet GERSTEL ein ausgewähltes Spektrum fundierter Systemlösungen und Applikationen für die Weinanalytik, die vielfach nachgefragt und weltweit eingesetzt werden. Und zwar nicht nur in der Qualitätssicherung und Produktüberwachung, sondern auch und vor allem in der Weinforschung. Ein Blick in die Fachliteratur dieses und letzten Jahres macht das große Spektrum der Anwendungen deutlich, in denen GERSTEL-Technologie zum Einsatz kommt. Wir haben Ihnen der Einfachheit halber eine kurze Auswahl relevanter Publikationen zum Thema zusammengestellt, die auch Ihnen vielleicht bei der Lösung eigener applikativer Aufgabenstellungen hilfreich sein können.

- **Dual solid-phase and stir bar sorptive extraction combined with gas chromatography-mass spectrometry analysis provides a suitable tool for assaying limonene-derived mint aroma compounds in red wine**, M. Picard, C. Franc, G. de Revel, S. Marchand, *Anal. Chim. Acta* 1001 (2018) 168-178, <https://doi.org/10.1016/j.aca.2017.11.074>
- **Determination of ppq-levels of alkylmethoxy-pyrazines in wine by stir bar sorptive extraction combined with multidimensional gas chromatography-mass spectrometry**, Y. Wen, I. Ontañón, V. Ferreira, R. Lopez, J. Food Chem. 255 (2018) 235-241, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.089>
- **Effect of a grapevine shoot waste extract on red wine aromatic properties**, M. J. Ruiz-Moreno, R. Raposo, B. Puertas, F. J. Cuevas, F. Chinnici, J. M. Moreno-Rojas, E. Cantos-Villar, *J. Sci Food Agric.* 2018 Apr 26 [Epub ahead of print], <https://doi.org/10.1002/jsfa.9104>
- **Changes in sparkling wine aroma during the second fermentation under CO₂ pressure in sealed bottle**, R. Martínez-García, T. García-Martínez, A. Puig-Pujol, J. C. Mauricio, J. Moreno, *J. Food Chem.* 237 (2017) 1030-1040, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.06.066>
- **Toasted vine-shoot chips as enological additive**, C. Cebrían-Tarancón, R. Sánchez-Gómez, M. R. Salinas, G. L. Alonso, J. Oliva, A. Zalacain, *J. Food Chem.* 263 (2018) 96-103, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.04.105>
- **Characterization of the key aroma compounds in Chinese Syrah wine by gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry and aroma reconstitution studies**, P. Zhao, J. Gao, M. Qian, H. Li, *Molecules* 2017, 22(7), 1045; <https://doi.org/10.3390/molecules22071045>
- **The contribution of wine-derived monoterpene glycosides to retronasal odour during tasting**, M. Parker, C. A. Black, A. Barker, W. Pearson, Y. Hayasaka, I. L. Francis, *J. Food Chem.* 232 (2017) 413-424, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.03.163>
- **Optimization and validation of an automated DHS-TD-GC/MS method for the determination of aromatic esters in sweet wines**, A. Marquez, M. P. Serratos, J. Merida, L. Zea, L. Moyano, *Talanta* 123 (2014) 32-38, <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2014.01.052>



Bei der Bewertung von Spitzenleistungen muss es nicht immer einen Sieger geben: Den mit insgesamt 10.000 Euro dotierten Mülheim Water Award 2018 teilen sich in diesem Jahr Frau Dr. Ulrike Braun (M.) und ihr Team von der BAM in Berlin mit Dr. Iacopo Borsi (3. v. l.) aus Pisa in Italien. Schirmherr des MWA ist der Oberbürgermeister von Mülheim an der Ruhr Ulrich Scholten (4. v. l.).

3. Mülheimer Wasseranalytisches Seminar (MWAS 2018)

Mülheim Water Award 2018 verliehen

Die Versorgung mit sauberem Trinkwasser ist für die Menschheit existenziell. Verunreinigungen und eine desolante Trinkwasserversorgung können sich langfristig nachteilig auswirken. Es verwundert nicht, dass zwei Projekte, die sich wissenschaftlich mit den genannten Problemfeldern auseinandersetzen, in diesem Jahr während des 3. Mülheimer Wasseranalytischen Seminars (MWAS2018) am 12./13. September 2018 mit dem „Mülheim Water Award“ ausgezeichnet wurden. Gesponsert wird die Auszeichnung von der Rheinisch-Westfälischen Wasserwerksgesellschaft mbH und GERSTEL.

Für die „Entwicklung einer schnellen und robusten Methode für die Analytik von Mikroplastik in Wasser“ wurden Dr. Ulrike Braun und ihr Team von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) in Berlin mit dem „Mülheim Water Award 2018“ ausgezeichnet. Die Analytik von Mikroplastik ist ein derzeit viel diskutiertes Thema, für das bisher vor allem spektroskopische Messverfahren eingesetzt werden, die allerdings in ihrer Durchführung sehr zeitaufwendig sind und kaum quantitative Aussagen zum Gehalt verschiedener Polymere in Umweltproben liefern.

Als komplementäre Methode entlehnte Dr.



Das Foto vereint Sponsoren und Gewinner: (v. l.) Eberhard G. Gerstel, Dr. Erik Dümichen, Holger Gerstel und Dr. Ulrike Braun.

Brauns Kollege Dr. Erik Dümichen ein Verfahren aus der Polymeranalyse, das die Wissenschaftler der BAM sowohl für die sichere Identifizierung als auch zur Quantifizierung umweltrelevanter Mikroplastikpartikel weiterentwickelt und etabliert haben. Die grundlegende Methode der automatisierten GC/MS-gekoppelten thermogravimetrischen Analyse (TGA) mit Trapping

der Pyrolyseprodukte mit dem GERSTEL-Twister erweist sich als revolutionär. Der personelle Aufwand und die benötigte Messzeit je Probe sind gering.

Die Wissenschaftler der BAM teilen sich den „Mülheim Water Award 2018“ und das damit verbundene Preisgeld in Höhe von 10.000 Euro hälftig mit Dr. Iacopo Borsi aus Pisa, Italien. Beide Preisträger wussten

die unabhängige, mit internationalen Wissenschaftlern besetzte Jury in gleicher Weise zu überzeugen. Bei der von Dr. Iacopo Borsi zur Bewertung eingereichten Arbeit „FREEWAT - Free and open source software tool for water management“ handelt es sich um die Entwicklung eines frei verfügbaren Softwareprogramms, das mithilfe einer geografischen Informationssoftware die Bewertung der Wasserqualität in Flüssen, Seen und Grundwasser vereinfacht. Es unterstützt Behörden, Planer und Berater, Herausforderungen im Bereich Wasserressourcenmanagement mit einer innovativen und open-source-basierten Lösung zu begegnen.

Verliehen wurde der „Mülheim Water Award“ während des Mülheimer Wasseranalytischen Seminars (MWAS 2018), das vom IWW Zentrum Wasser am 12. und 13. September 2018 in der Stadthalle Mülheim an der Ruhr unter großer Beteiligung internationaler Experten und Unternehmen ausgerichtet und durchgeführt worden war.

Award-Interessenten aus ganz Europa waren eingeladen, sich in der Zeit vom 1. Dezember 2017 bis 28. Februar 2018 zum Thema „Innovationen für Wassersysteme und Wasseranalytik für eine nachhaltige Wasserwirtschaft und sichere Trinkwasserversorgung“ um den „Mülheim Water Award“ zu bewerben. Insgesamt lagen der Jury letztlich 28 qualitativ hochwertige und preisverdächtige Einsendungen aus 13 Ländern zur Bewertung



Partner bei der Entwicklung und Präsentation der preisgekrönten automatisierten TED-GC/MS-Analyselösung auf dem MWAS 2018: (v. l.) Paul Eisentraut, Caroline Goedecke, Korinna Altmann, Dr. Ulrike Braun und Dr. Eric Dümichen von der BAM. Mit im Bild sind der GERSTEL-Vertriebsbeauftragte für NRW und stellvertretende Vertriebsleiter Jan Garbe-Immelt (2. v. r.) sowie der GERSTEL-Applikationsspezialist Dr. Oliver Lerch (r.).

vor. Die Herausforderung war groß, mussten sich die Bewerbungen doch in einem zweistufigen Auswahlverfahren behaupten.

Träger des „Mülheim Water Award“ sind die RWW Rheinisch-Westfälische Wasserwerksgesellschaft mbH

und die GERSTEL GmbH & Co. KG, beide haben ihren Sitz in Mülheim an der Ruhr. Mit dem Award ausgezeichnet werden Projekte zur praxisorientierten Forschung und Entwicklung und zur Implementierung innovativer Konzepte im Bereich der Trinkwasserversorgung und Wasseranalytik. Mit Einzug von GERSTEL als Sponsor in dieser fünften Runde des „Mülheim Water Award“, wurde die Wasseranalytik erstmals explizit als preiswürdiges Themenfeld genannt.

Der „Mülheim Water Award“ wurde erstmalig im Jahr 2006 verliehen. Im Rahmen der bislang erfolgten fünf Wettbewerbe wurden

insgesamt über 100 Bewerbungen aus 20 verschiedenen europäischen Ländern eingereicht, die das gesamte Spektrum der Wasserwirtschaft abdecken.



GERSTEL-Applikationsexperte Dr. Oliver Lerch stellt den Workshop-Teilnehmern am Stand des Unternehmens auf dem MWAS 2018 u. a. die preisgekrönten GERSTEL-Lösungen zur Analyse von Mikroplastik vor.

Kontakt und weitere Informationen:

Koordinationsbüro des „Mülheim Water Award“

c/o IWW Rheinisch-Westfälisches
Institut für Wasserforschung gGmbH
z. Hd. Herrn Peter Lévai

Tel.: +49 208 40303-435

Fax: +49 208 40303-80

E-Mail: info@muelheim-water-award.com

Internet: www.muelheim-water-award.com

Moritzstraße 26
45476 Mülheim an der Ruhr
Deutschland

„Kleine Dinger“ heißgemacht

Effiziente Mikroplastik-Analytik mit „Mülheim Water Award“ ausgezeichnet

Die Vermüllung der Weltmeere und Binnengewässer wird uns noch lange Zeit beschäftigen. Ein Problem stellen vor allem winzige Kunststoffrückstände dar. Die Belastung der Gewässer mit Mikroplastik in den Griff zu kriegen, verlangt nach effizienten Lösungen. Wichtig ist zu erfahren, woher das Mikroplastik stammt und auf welchen Wegen es in die Gewässer eingetragen wird. Dazu braucht es Analyseverfahren und -methoden, die eine Untersuchung großer Probenzahlen in kurzer Zeit mit hinreichender analytischer Tiefe erlauben. Als vielversprechend erweist sich die GC/MS-gekoppelte automatisierte Thermogravimetrische Analyse. GERSTEL Aktuell sprach mit Dr. Ulrike Braun von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) über das mit dem „Mülheim Water Award 2018“ ausgezeichnete Analyseverfahren.

Foto: Guido Deufhing



Für das Poster „Wasseranalytik oberhalb des Siedepunktes“ wurde Daniel Dittmann aus dem Team von Dr. Braun als Erstautor mit dem MWAS 2018-Poster-Award (3. Preis) ausgezeichnet. Herzlichen Glückwunsch.

GERSTEL Aktuell: Aus 28 internationalen Bewerbern hat die aus unabhängigen Experten zusammengesetzte Jury zwei Bewerber mit dem „Mülheim Water Award 2018“ ausgezeichnet. Sie und Ihr Team von der BAM gehören zu den glücklichen Gewinnern. Waren Sie überrascht?

Dr. Ulrike Braun: Es war ein zweistufiges Auswahlverfahren. Nachdem wir die erste Stufe erfolgreich erklommen hatten, wuchs die Chance natürlich, den Preis zu bekommen. Aber, um Ihre Frage zu beantworten, ja, wir waren schon ein wenig überrascht, aber vor allem haben wir uns gefreut. Ich freue mich ganz besonders, dass damit auch die Arbeit meiner Mitarbeiter gewürdigt wird: Das sind mein ehemaliger Mitarbeiter Dr. Erik Dümichen, er hatte das Verfahren entwickelt, sowie Paul Eisentraut, der mittlerweile Hunderte Messungen gemacht hat, Dr. Korinna Altmann, die immer den Überblick über alle Messungen behält, und Caroline Goedecke, unsere ständige Qualitätskontrolle!

GERSTEL Aktuell: Die Auszeichnung haben Sie erhalten für ein Verfahren zur Bestimmung von Mikroplastikpartikeln in der Umwelt. Das Thema „Mikroplastik“ ist bereits seit einigen Jahren medial sehr präsent. Den-

ken Sie, dieser Sachverhalt hat die Jury beeinflusst?

Dr. Ulrike Braun: Jede akademische Arbeit lebt von der öffentlichen Wahrnehmung, zumindest in der anwendungsbezogenen Forschung. Grundsätzlich ist unser Umgang mit Kunststoffen denkwürdig und speziell Mikroplastik im Wasser ist aufgrund seiner Tragweite besonders relevant. [Siehe dazu GERSTEL Aktuell 50 (2015) 6-12, www.gerstel.de/pdf/S00135-850-01_GERSTEL_Aktuell_50_de.pdf]

GERSTEL Aktuell: Welche Rolle spielt die Analytik in Bezug auf Mikroplastik?

Dr. Ulrike Braun: Wir brauchen ein Analyseverfahren, mit dem sich die Belastung der verschiedenen Ökosysteme mit Mikroplastik effizient bestimmen und überwachen lässt. Erst wenn wir sehr genau und zuverlässig wissen, woher, wie und auf welchen Wegen Mikroplastik in die Umwelt eingetragen wird, können wir langfristig geeignete Maßnahmen ergreifen und erfolgreich gestalten.

GERSTEL Aktuell: Die Jury des „Mülheim Water Award“ bringt mit der Entscheidung, Sie und Ihr Team auszuzeichnen, die Überzeugung zum Ausdruck, dass die von Ihnen entwickelte GC/MS-gekoppelte automatisierte Thermogravimetrische Analyse (TGA) wegweisend sein könnte. Würden Sie uns bitte das Verfahren in wenigen Worten beschreiben?

Dr. Ulrike Braun: Die TGA ist ein gängiges Verfahren zur Bestimmung von Kunststoffen: Unter Einfluss hoher Temperaturen wird das zu untersuchende Material zersetzt. Die Zersetzungsprodukte lassen sich anschließend näher untersuchen und charakterisieren. Wir machen das mittels GC/MS; und anhand des resultierenden Signalbilds, sprich des Chromatogramms, sind wir in der Lage, Rückschlüsse auf das untersuchte Polymermaterial zu ziehen. Zu Anfang haben wir die Zersetzungsprodukte in einem Zwischenschritt vor der GC/MS-Analyse offline auf einem GERSTEL-Twister angereichert und dann manuell der Thermodesorptions-GC/MS-Analyse zugeführt. GERSTEL hat dann in unserem Auftrag ein Modul konstruiert und gebaut, mit dem es gelingt, die TGA unmittelbar mit der GC/MS-Analytik zu koppeln und vollständig zu automatisieren. Das war für uns ein wichtiger Schritt, um die Untersuchung einer großen Probenzahl möglich zu machen und eine maximale Produktivität zu erreichen, was für effiziente und aussagekräftige Aufklärungsarbeit sehr wichtig ist. Das

neue Verfahren nennen wir nun Thermoextraktion/desorption-Gaschromatographie-Massenspektroskopie, abgekürzt TED-GC-MS. [Siehe: GERSTEL Aktuell 51 (2016) 9-11, www.gerstel.de/de/GA51_Polymeranalytik.htm.]

GERSTEL Aktuell: Welche Polymere finden Sie bei der Analyse realer Proben am häufigsten?

Dr. Ulrike Braun: Polyethylen (PE) und Polypropylen (PP), das sind die Massenkunststoffe, die vorwiegend zur Herstellung von Verpackungen verarbeitet werden. Auch Polystyrol (PS) findet sich nicht selten.

GERSTEL Aktuell: Lassen sich die Hauptverursacher von Mikroplastik identifizieren?

Dr. Ulrike Braun: Nein, dazu haben wir bisher zu wenig valide Messungen und Erkenntnisse an realen Umweltproben. Aktuelle Schätzungen des UBAs gehen davon aus, dass die überwiegende Menge an Mikroplastik vor allem durch den unsachgemäßen Umgang mit Kunststoffen, insbesondere nach ihrem Gebrauch, entsteht. Die Menge an Mikropartikeln aus Reifenabrieb kann zwar über den Reifenkonsum abgeschätzt werden, bisher existieren dazu aber keine Messdaten, da diese Reifenabriebpartikel nur schwer analytisch zu erfassen sind. Erste Messungen mit der TED-GC/MS zeigen jedoch vielversprechende Daten.

GERSTEL Aktuell: Worin sehen Sie den Mehrwert der TED-GC/MS bei der Mikroplastikanalyse gegenüber den herkömmlicherweise in diesem Applikationsbereich sehr häufig angewandten spektroskopischen Verfahren?

Dr. Ulrike Braun: Das Maß der Geschwindigkeit, mit der ich eine Analyse durchführe, geht leider oft umgekehrt proportional zulasten deren analytischer Tiefe. Die Raman-Mikroskopie gibt dezidiert Auskunft über Form und Größe eines Partikels und auch darüber, ob dessen Oberfläche oxidiert ist. Mit der Mikroskopie kann man auch die Größe und Form der Partikel bestimmen. Das ist vorteilhaft, da keine Fluoreszenz wie bei der Raman-Spektroskopie die Messung stört. Spektroskopische Verfahren bieten eine große Fülle an Informationen pro Probe, sind aber meist sehr arbeits- und zeitintensiv insbesondere in puncto Probenvorbereitung; sie erlauben auch keinen hohen Probendurchsatz. Mit der automatisierten TED-GC/MS hingegen generieren wir sicher und effizient in kurzer Zeit ein hinreichendes Informationsspektrum, und zwar nicht nur in Bezug auf eine Probe, sondern eine große Anzahl von Proben.

GERSTEL Aktuell: Welche Art von Daten erhalten Sie mit der TED-GC/MS?

Dr. Ulrike Braun: Ich erfahre innerhalb kürzester Zeit, um welchen Kunststoff es sich handelt. Da die Proben in der Regel zuvor fraktioniert filtriert wurden, erhalte ich auch die Information über Massengehalte einzelner Größenklassen. Und auch, ob deren Auftreten ein singuläres Ereignis beziehungsweise ein Ausreißer einer einzelnen Messung ist oder ein mengenmäßig relevantes Phänomen von wiederkehrender Natur. In der Gesamtbetrachtung macht es bei Mikroplastik einen gravierenden Unterschied, ob ich eine einzelne Stichprobe aus dem Klärwerk oder aus einem anderen System analysiere oder 20 und mehr Proben analysiere. Mit anderen Worten: Unsere TED-GC/MS ermöglicht eben die Analyse hoher Probenzahlen und erlaubt uns, ein Gesamtbild der Situation im Zeitverlauf zu erstellen, Ursachenforschung zu betreiben und konkrete, zielführende Handlungsschritte aus dem Mikroplastik-Eintrag abzuleiten.

Zur Person

Frau **Dr. Ulrike Braun** hat in Frankfurt am Main Chemie studiert und an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung in Berlin promoviert. Sie beschäftigt sich seit nahezu 18 Jahren mit der thermischen Analyse von Polymeren. Schwerpunkt ihrer Forschung ist die Untersuchung von Degradationsmechanismen mittels Zersetzungsgasanalyse. Seit 2014 ist sie auf dem Gebiet „Mikroplastik“ aktiv.

GERSTEL Aktuell: Von welchen Handlungsschritten sprechen Sie?

Dr. Ulrike Braun: Als Materialwissenschaftlerin und Chemikerin nutze ich die analytischen Informationen, um Materialien, im vorliegenden Fall Kunststoffe, umweltverträglicher oder besser wiederverwertbar zu machen. Denn, wissen wir, wo sich die Hotspots der Einträge befinden, können wir Maßnahmen ergreifen, mit denen sich diese Einträge verhindern oder zumindest minimieren lassen. Die Zahlenwerte, die uns unsere Analytik liefert, helfen dabei, Zusammenhänge herzustellen und Antworten zu finden, zum Beispiel auf die Frage, warum sich auf der einen Flussseite mehr Mikroplastik befindet, ob das mit den hydrodynamischen Verhältnissen im Fluss zu tun hat oder ob es sich um Siedlungsmüll handelt, der hier verstärkt in die Umwelt eingetragen wird.

GERSTEL Aktuell: Derzeit beschäftigen Sie sich mit Ihrem BAM-Team intensiv mit Mikroplastik. Sehen Sie noch weitere Anwendungsfelder für die automatisierte TED-GC/MS Analyse?

Dr. Ulrike Braun: Seit rund 17 Jahren nutze ich die thermoanalytischen Verfahren in Verbindung mit der Zersetzungsgasanalyse, um Kunststoffe zu untersuchen. Ich habe mich zunächst mit Flammschutzmitteln beschäftigt und da ist die TGA eine zentrale Methode. Für mich war wichtig zu erfahren, wie ein Brennstoff in einer Flamme generiert wird und was die Flammschutzmechanismen sind. Thermoanalytische Verfahren in Verbindung mit der Zersetzungsgasanalyse werden nicht nur benutzt, um zu schauen, wie sich ein Material verhält, wenn es erhitzt wird, sondern auch dazu, den ursprünglichen Werkstoff zu charakterisieren. Man schaut sich das Ergebnis an und rechnet anhand der Zersetzungsprodukte zurück, was es zu Beginn mal war. Die automatisierte TED-GC/MS erweist sich in diesem Kontext als Fortschritt. Das Verfahren eignet sich hervorragend zur Charakterisierung von Kunststoffen. Es würde sich als wertvolles Instrument auch zur Analyse von Verbundmaterialien und natürlichen polymeren Werkstoffen erweisen. Mittlerweile versuchen wir, das Verfahren zur Charakterisierung von Aktivkohle der vierten Reinigungsstufe (von Kläranlagen, Anmerk. der Red.) einzusetzen. Die Ideen gehen uns nicht aus.

GERSTEL Aktuell: Vielen Dank für das Gespräch.

Das Interview führte Guido Deußing.

VORSCHAU

In unserer nächsten Ausgabe der GERSTEL Aktuell stellen wir Ihnen die Automatisierung der TED-GC/MS im Detail vor und berichten über die Hintergründe dieser Entwicklung.



Materialanalytik

Typisch Klebstoff

Klebstoffe riechen nun mal! Dieser Sachverhalt wird allgemein als Tatsache hingegenommen und nur selten hinterfragt. Zu Unrecht, wie sich zeigt. Auf die Suche nach den Ursachen für den oftmals als penetrant wahrgenommenen Klebstoffgeruch haben sich Wissenschaftler begeben und herausgefunden: Schuld tragen nicht allein die verarbeiteten Lösungsmittel.

Von Guido Deußing

Klebstoffe sind nicht nur ein wichtiges Utensil in Kitas und Grundschulen bei der Herstellung von Sankt-Martins-Laternen. Klebstoffe finden Anwendung in allen Lebensbereichen: Schuhsohlen, Teppichbodenbeläge, Verpackungen, Dichtungen, Pflasterverbände, Etiketten, Verpackungen, Werkstoffverbände – hier wie dort werden Klebstoffe ihrer buchstäblich verbindenden Eigenschaft wegen eingesetzt.

Was riecht hier bloß so scharf?

Klebstoffe besitzen in der Regel einen mehr oder weniger intensiven Eigengeruch, dessen Art von sensorischen Panels mit Attributen von intensiv bis scharf, von akzeptabel bis unangenehm beschrieben wird. Manchem Kleber entströmt ein Geruch, der ihm eine charakteristische beziehungsweise spezifische Note verleiht. In Verdacht geraten und für den Klebergeruch ursächlich gehalten wurden bislang immer die verwendeten Lösungsmittel. Doch auch lösungsmittelfreie Kleber neigen dazu, streng und scharf zu riechen!

Ogleich weitläufig bekannt ist, dass olfaktorische Parameter nicht nur eine wichtige Rolle für die Akzeptanz eines Produkts aufseiten der Verbraucher spielen, sondern ein intensiver, scharfer Geruch auch auf ein gesundheitsschädliches Potenzial hindeuten kann, wurde bislang wenig in die Erforschung der Geruchswirkung von Klebstoffen investiert. Das zu ändern, haben sich Prof. Dr. Andrea Büttner und ihr Mitarbeiter Philipp Denk vom Fraunhofer-Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung (IVV) im bayerischen Freising auf die Fahne geschrieben. Im Rahmen einer Studie analysierten sie unterschiedliche Acryl-, Methacryl- und Benzylacryl-Klebstoffe und berichteten darüber im International Journal of Adhesion and Adhesives [1].

Geruchsprofil im Fokus

Eines ihrer vorrangigen Ziele sei es gewesen, Aufschluss darüber zu erlangen, welche Komponenten

in den verschiedenen acrylbasierten Klebstoffen störende Gerüche zu verantworten haben. Unter anderem in Acrylklebstoffen hatten spanische Forscher vor einigen Jahren schon olfaktorisch relevante Komponenten identifiziert [2], darunter Methylmethacrylat (scharf, fruchtig), Butylpropionat (erdig, süß), 1-Butanol (medizinisch), Butylacrylat (scharf, fruchtig), ein nicht identifizierter pilzartiger Geruch, Styrol (Benzin, Balsamico), 2-Ethylhexylacetat (scharf), Essigsäure (sauer, essigartig), 2-Ethyl-1-hexanol (grün), Kampfer (kampferartig), 1-Octanol (moosartig, pilzartig), Butansäure (ranzig, käseartig) und Naphthalin (teerartig, Mottenkugeln). Mehr Informationen über die Analyse und Identifizierung von Geruchsbestandteilen in acrylbasierten Klebstoffen habe man allerdings in der Fachliteratur nicht finden können, schreiben die Geruchsforscher. Diese Lücke wollten sie schließen.

In der am Fraunhofer-Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung durchgeführten Studie ging es darum, die geruchsverursachenden Bestandteile in einer repräsentativen Auswahl handelsüblicher Acrylklebstoffe möglichst umfangreich chemisch zu identifizieren und sensorisch zu charakterisieren. Davon ausgehend, dass nicht alle in der Klebermatrix enthaltenen flüchtigen Verbindungen (VOCs) an der Geruchsbildung beteiligt sind, wählten Büttner und Denk ein Versuchsdesign, mit dem sich sowohl uninteressante Matrixkomponenten abtrennen lassen als auch klar zwischen geruchsverursachenden und nicht geruchsrelevanten Verbindungen unterschieden werden kann, schildern die Wissenschaftler.

Sensorik und Technik gehen Hand in Hand

Zur Bewertung der Klebstoffe kombinierten Büttner und Denk die klassische panelbasierte sensorische Prüfung unter Einsatz sensorisch geschulter Personals mit instrumentell-chemisch-analytischen Methoden. Eine zentrale Rolle spielte hierbei die Gaschromatographie (GC) in Verbindung mit der olfaktorischen Detektion

(O), die geruchsrelevanten Substanzen zu erkennen. Im Anschluss an die GC/O-Analyse erfolgte eine weitere hochauflösende gaschromatographische Analyse (2D), an deren Ende die aufgetrennten flüchtigen Verbindungen simultan sowohl mittels Massenspektrometrie (MS) als auch olfaktorisch, sprich mit der Nase, bewertet und charakterisiert wurden, um geruchsaktive von geruchsinaktiven Substanzen zu unterscheiden. Büttner und Denk verwendeten hierzu einen parallel zum MSD geschalteten GERSTEL-OlfactoryDetektionPort (ODP).

Für die Extraktion der Kleberproben setzten die Wissenschaftler nicht auf klassische Headspace-Techniken oder adsorbensbasierte Ansätze, die dazu neigten, Substanzen nach ihrer Flüchtigkeit und Polarität zu unterscheiden, wie Büttner und Denk in ihrer Studie schreiben. Die Fraunhofer-Forscher isolierten und reinigten die Geruchsstoffe mittels Hochvakuumdestillation (Solvent Assisted Flavor Evaporation, SAFE), wie sie zwecks Aromaanalytik im Bereich der Lebensmittelanalytik häufig zum Einsatz kommt. Die SAFE-Extrakte wurden nach Aufkonzentrierung mittels Vigreux- und Mikrodestillation für die hochauflösenden GC-Verfahren eingesetzt.

Die Trennung der Analyten erfolgte auf Gaschromatographen unterschiedlicher Hersteller, die jeweils mit einem MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) ausgestattet waren, der die Probenaufgabe in das KaltAufgabeSystem (GERSTEL-KAS) automatisiert durchführte. Der Transfer der Probe auf die Säule erfolgte temperaturprogrammiert. Ausgestattet waren die GC-Systeme mit zwei Säulen unterschiedlicher Polarität (2D/GC). Die Identifizierung der geruchsaktiven Verbindungen erfolgte letztlich durch Kombination verschiedener Ansätze: durch Vergleich der Geruchsqualität, der Retentionsindizes sowie mithilfe einer Massenspektrendatenbank unter Bezugnahme auf Referenzverbindungen.

Geruchsverbindungen erstmals entdeckt

Bei ihren Analysen konnten die Wissenschaftler 27 Geruchsstoffe chemisch unterschiedlicher Natur identifizieren, die für die Geruchseindrücke ursächlich sind. Über 20 von ihnen habe man erstmals berichten können, schreiben Büttner und Denk. Die potenten, neu entdeckten Geruchsstoffe sind: 2-Bromphenol, 2-Ethyl-(E)-2-hexenal, 2,3,5-Trimethylpyrazin, 3-Ethylphenol, Acetophenon, Benzylmethacrylat, Borneol, Butylbenzoat, Cumarin, Cumol, Decanal, Ethylbenzoat, Guajakol, Isobornylmethacrylat, o-Kresol, Phenol, Phenyllessigsäure, Phenyllessigsäuremethylester, Propylbenzoat und Sotolon. Andere, bereits zuvor in Klebstoffen beschriebene geruchsaktive Verbindungen, namentlich n-Butanol, Nonanal, Essigsäure, p-Kresol, Vanillin, trans-4,5-Epoxy-(E)-2-decenal und Methylmethacrylat, wurden auch im Rahmen der Studie von Büttner und Denk identifiziert. Ebenso variantenreich wie die nachgewiesenen Geruchsstoffe seien die Geruchseindrücke gewesen, die von stechend, fruchtig, lederartig, rauchig bis schimmelig reichten. „Wenn Produkte besonders stark riechen, kann das

darauf hinweisen, dass bedenkliche Substanzen enthalten sind“, sagt Büttner: In einigen Proben wiesen die Wissenschaftler unter anderem phenolische Verbindungen nach, die im Verdacht stehen, erbgutverändernd zu sein.

Aus dem Resultat ihrer Arbeit leitet die Wissenschaftlerin einen deutlichen Handlungsbedarf ab, was die Verbesserung und Optimierung der Produktentwicklung von Klebstoffen betrifft: „Unsere Analysen zeigen, dass eine Reihe der gefundenen Substanzen eliminiert werden müsste – nicht nur im Hinblick auf die Geruchsbelästigung. Die starken Gerüche können durchaus Kopfschmerzen und Schwindel hervorrufen.“ Grundsätzlich sollte – auch von Verbraucherseite – stets hinterfragt werden, wenn ein Kleber riecht, vor allem wenn es sich um ein lösungsmittelfreies Produkt handelt. Insbesondere dann sei davon auszugehen, dass unerwünschte Kontaminationen oder Kreuzreaktionen im Produkt ursächlich



2D-GC-MS/O-System im Labor von Büttner und Denk

Foto: Fraunhofer IVV

sein können, über deren Gefährdungspotenzial Aufschluss zu erlangen versucht werden sollte. „Unsere Studie zeigt, dass weitere Untersuchungen erforderlich sind, um zu klären, ob diese Geruchsstoffe gemeinsame Bestandteile verschiedener Arten von Produkten sind und wie sie gebildet werden. Dies ermöglicht eine gezielte Entwicklung von Vermeidungsstrategien, um Geruchsprobleme in Klebstoffen zu beseitigen“, schlussfolgern die Wissenschaftler.

Referenzen

- [1] Philipp Denk, Andrea Büttner, Sensory characterization and identification of odorous constituents in acrylic adhesives, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 78 (2017) 182-188, <https://doi.org/10.1016/j.jadhadh.2017.06.020>
- [2] Paula Vera, Blanca Uliaque, Elena Canellas, Ana Escudero, Cristina Nerín, Identification and quantification of odorous compounds from adhesives used in food packaging materials by headspace solid phase extraction and headspace solid phase microextraction coupled to gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry, *Analytica Chimica Acta* 745 (2012) 53-63, <https://doi.org/10.1016/j.aca.2012.07.045>

GERSTEL-Partner in Sachen Aromaanalytik

Damit Anwender und Anwenderinnen einen maximalen Nutzen aus der GERSTEL-Technologie ziehen können, bietet das Unternehmen seinen Kunden Schulungen und Workshops an. Als Referenten verpflichtet GERSTEL international anerkannte Experten. Zwei davon sind Dr. Alexander Hässelbarth und Claudia Geyer, die geschäftsführenden Gesellschafter der FLAVOLOGIC GmbH im bayerischen Vaterstetten. Das Unternehmen feierte jüngst den siebten Jahrestag. GERSTEL Aktuell stellt es Ihnen hier vor.



Foto: GERSTEL

Dr. Martin Schütz (l.) und Nils Geil (r.), GERSTEL-Vertriebsbeauftragte für Bayern, überbringen den FLAVOLOGIC-Geschäftsführern Dr. Alexander Hässelbarth (M. l.) und Claudia Geyer (M. r.) die Glückwünsche der GERSTEL-Geschäftsführung zum siebten Firmenjubiläum.

Dr. Hässelbarth, Experte für Aromachemie und Aromaanalytik, blickt auf eine mehr als fünfundzwanzigjährige Karriere als Labor- und Forschungsleiter in der Lebensmittelindustrie zurück. Seine tiefgreifende Erfahrung in der Entwicklung von GC-Methoden und Verfahren zur Qualitätssicherung zeichnen ihn aus. Diplom-Lebensmittelchemikerin Claudia Geyer, langjährige Teamkollegin von Dr. Hässelbarth, ist spezialisiert auf Methodenentwicklung und Probenvorbereitung im Bereich Aromaanalytik.

Im Oktober 2011 gründeten die beiden die Firma FLAVOLOGIC, die sich auf internationaler Ebene in puncto Aromawissenschaft und Aromaanalyse einen Namen gemacht hat. FLAVOLOGIC versteht sich als Forschungs- und Entwicklungspartner vor allem solcher Unternehmen, deren Schwerpunkt die Herstellung von Lebensmitteln, Getränken, Aromastoffen, Verpackungsmaterialien und

Verbrauchsartikeln ist. „Wir kombinieren das Wissen und die Erfahrung aus verschiedenen Bereichen: Aroma-Chemie, Aroma-Analyse, Aroma-Kreation, Aroma-Technologie und Sensorik“, sagt Dr. Hässelbarth. Seit vielen Jahren stellt der Experte sein Know-how auch in den Dienst von GERSTEL und Anwendern der GERSTEL-Technologie, etwa im Rahmen alljährlich turnusmäßig stattfindender ODP-Workshops in Deutsch und Englisch (Termine 2019 s. u.).

Ob dienstverpflichtet oder im eigenen Unternehmen, FLAVOLOGIC unterstützt Anwender und Laboratorien bei der Suche nach der besten Lösung für analytische Herausforderungen. Das Herz von FLAVOLOGIC bildet ein umfangreich und mit neuester Technologie aus-



Foto: FLAVOLOGIC GmbH

Alexander Hässelbarth am ODP

gestattetes GC-O/MS-Laboratorium; und ohne Frage bildet die olfaktorische Detektion (O) ein Schlüsselinstrument bei der Identifizierung von Aroma- und Duftstoffen. Wissend, welche Herausforderung die sichere Analyse flüchtiger

Verbindungen darstellt, setzt FLAVOLOGIC auf spezielle Probenvorbereitungstechniken, mit denen sich hohe Probenkonzentrationen und Ausbeuten an potenten, auch weniger flüchtigen Verbindungen gewinnen lassen.

Die Bandbreite der Proben, die das Tagesgeschäft von FLAVOLOGIC ausmachen, ist groß und selten einfach. Meist handelt es sich um komplexe Matrices mit einem hohen Öl-, Fett- oder Feststoffgehalt. FLAVOLOGIC kennt die Fallstricke bei der Analyse von beispielsweise Kakao, Nüssen, Milchprodukten oder ätherischen Ölen und liefert seinen Kunden die gewünschten Aromainformationen. Überdies schult und begleitet das Unternehmen seine Kunden bei der Entwicklung effizienter und robuster GC-Methoden und berät bei der Wahl der geeigneten Datenauswertungsstrategie – häufig auch im Auftrag von GERSTEL.

Die nächsten GERSTEL-GC/O-Workshops finden statt vom 7.-19. 9. 2019 (Deutsch) und 24.-26. 9. 2019 (Englisch). Infos/Anmeldung per E-Mail an Thomas_Albinus@gerstel.de

Wechsel im bayerischen GERSTEL-Vertriebsteam

Ab 1. Januar 2019 übernimmt **Nils Geil** (41) als neuer Vertriebsbeauftragter die Betreuung unserer Kunden in Bayern. Vor seinem Wechsel ins GERSTEL-Vertriebsteam war der gelernte Chemielaborant und Technische Kaufmann sowohl als Produkt- als auch Salesmanager bei namhaften, international agierenden Herstellern von Analysegeräten im In- und Ausland beschäftigt.

Dr. Martin Schütz, der bislang diese Position innehat, verlässt GERSTEL Ende 2018 auf eigenen Wunsch, um sich neuen Aufgaben und Herausforderungen zu stellen. Wir bedanken uns bei Herrn **Dr. Martin Schütz** (54) für seine über viele Jahre geleisteten Dienste und wünschen ihm für seinen weiteren Werdegang von Herzen alles Gute.



Nils Geil



Dr. Martin Schütz

Foto: istock / ChaNaWit



Was der Atem verrät

Die Analyse von Blut und Harn ist ein gängiges Prozedere im Rahmen der labormedizinischen Diagnostik. Zunehmend findet auch die Atemluft als Träger therapeutisch relevanter Informationen Beachtung. Eine zentrale Rolle bei der Entwicklung geeigneter Medizintechnik spielt die Thermodesorptions-GC/MS.

Foto: istock / hüttenhoelscher



Das Klopfen im Motor

Auf der Suche nach einem Verfahren, mit dem sich die auf Zapfsäulen angegebene Oktanzahl (ROZ) von flüssigem Ottokraftstoff und damit seine „Klopfbarkeit“ auf effiziente Weise bestimmen lässt, setzen Experten der Hochschule Niederrhein in Krefeld auf eine intelligent automatisierte NMR-Spektroskopie unter Einsatz des GERSTEL-MPS.

Foto: istock / schmuddel



Pestizidverbote effizient überwachen

Die Europäische Union hat den Einsatz dreier Neonicotinoide, die für das Bienensterben verantwortlich gemacht werden, verboten. Die TeLA GmbH hat eine automatisierte HPLC-MS/MS-Methode zum Nachweis einer ganzen Reihe von Neonicotinoiden entwickelt, mit der sich große Probenzahlen schnell und zuverlässig analysieren lassen.

Foto: istock / designer491



Opioide im Harn intelligent automatisiert bestimmen

Die Bekämpfung von Drogendelikten erfordert den Einsatz einer leistungsfähigen und schnellen Analytik. Applikationsexperten von GERSTEL Inc. in den USA haben eine effiziente HPLC-MS/MS-Methode entwickelt, die den angestrebten hohen Probendurchsatz bei der Hydrolyse, Extraktion und Bestimmung von Opioiden im Harn ermöglicht.

* Änderungen vorbehalten.



Zeit für einen Generationswechsel

(Mehr Infos auf Seite 12)

GERSTEL

Aktuell

Herausgeber

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

Redaktion

Redaktionsbüro GDeußing
Guido Deußing (GD)
www.presstextkom.de
guido.deussing@presstextkom.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 · 12/2018



DIALOGPOST

Ein Service der Deutschen Post

ALLEMAGNE Port payé

e-Newsletter



Immer bestens informiert

Abonnieren Sie unseren elektronischen Newsletter! Mit dem GERSTEL-eNewsletter 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 Datenschutzgesetz 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 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 55 sowie die PDF-Dateien vieler weiterer Schriften des Unternehmens zum Herunterladen.



Sollten Sie Fragen zu einem der Beiträge in dieser 55. 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@gerstel.de

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

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

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



Agilent Technologies
Premier Solution Partner

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

S 00 135 - 855 - 01