



Harmonisches Zusammenspiel mit Erkenntnisgewinn

Gaschromatografie im Methodenverbund

Johannes Schweer, Oliver Gehrmann

Bei der Suche nach Materialfehlern sowie der Qualitäts- und Ergebniskontrolle bedarf es weit mehr als nur moderner Analyseinstrumente. Denn ohne das eingespielte Ensemble aus Mensch und Maschine lassen sich keine stimmigen Ergebnisse erzielen. Ist zudem eine Vielfalt von Methoden in der Analytik zentral verfügbar, so können neue Fragen schnell und effizient beantwortet werden.

Autor: Dr. Johannes Schweer, Leiter Materialanalytik, Oliver Gehrmann, Unternehmenskommunikation, Currenta GmbH & Co. OHG, Leverkusen

Wenn Ronnie Kammann im Dormagener Polymer-Labor der Currenta seinen Gaschromatografen einsetzt, geht es ihm darum, mit weitverbreiteten Analysemethoden zum Auftrennen von Gemischen neue Antworten auf individuelle Kundenfragen zu finden. Er kennt sein Instrument genau und weiß, was technisch möglich ist und ab wann er auf den Methodenverbund seiner Currenta Analytik-Kollegen zurückgreifen sollte.

Besonders spannend findet der Polymeranalytiker die Vielfalt der Problemlösungen, die sich mit dem Gaschromatografen entwickeln lassen, wie die folgenden drei Beispiele zeigen.

GC/MS-Analyse

So war zum Beispiel die Ursache einer Materialvergilbung im Kautschuk zu klären, die nach Umstellung auf ein anderes Antioxidans aufgetreten war. Da bereits geringste Mengen farbgebender Substanzen die Materialfarbe verändern können, galt es, organische Substanzen im Spurenbereich (oft <5 mg/kg) nachzuweisen. Zu diesem Zweck wurde die Probe zunächst extrahiert, anschließend aufkonzentriert und mithilfe sehr empfindlicher GC/MS (Gaschromatografie/Massenspektrometer) untersucht. Dabei konnte das für die Gelbfärbung verantwortliche Molekül identifiziert werden.

Das intensiv gelb gefärbte Chinoid war beim Produktionsprozess entstanden. Zusammen mit dem Kunden wurde diese Verbindung dann durch gezielte Alterungsexperimente weiter isoliert. Das Problem konnte schließlich durch den Einsatz alternativer Antioxidantien behoben werden.

Headspace-GC

Bei einem anderen Kundenauftrag sollte ein besonders effizientes Analyseverfahren gefunden werden, das in der Lage ist, 40 Komponenten quantitativ aus einem Tropfen zu bestimmen. Neben einer hohen Trennleistung mussten dabei deutliche Siedepunktunterschiede ($-4\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $230\text{ }^{\circ}\text{C}$), hohe Polaritätsdifferenzen sowie Einzelkalibrierungen für jede Komponente berücksichtigt werden. Ronnie Kammann fand als Lösung die Totalverdampfung in der Headspace-GC. Ermöglicht wurde dies vor allem durch neue Säulenmaterialien, mit denen sich nahezu alle Zielkomponenten vollständig trennen ließen.

Kernspinresonanz-Spektroskopie

Im dritten Kundenbeispiel hatten sich bei einer chemischen Reaktion sowohl eine Flüssig- als auch eine Festphase gebildet und es stellte sich die Frage, in welcher Phase sich das gewünschte Produkt befindet? Das IR-Spektrum des Feststoffes zeigte schnell und eindeutig, dass es im Feststoff nicht entstanden war. Die Flüssigphase untersuchte Kammann mithilfe der GC/MS. Das MS-Spektrum zu einer Substanz offenbarte in diesem Fall zwei mögliche chemisch sinnvolle Strukturen. Durch Kombination mit der 2D-NMR (Kernspinresonanz-Spektroskopie) im Rahmen des Methodenverbunds der Currenta Analytik konnte die Antwort gefunden werden. Es war in keiner Phase die gewünschte Hauptkomponente entstanden, sondern lediglich eine ähnliche Struktur gleicher Molmasse. Daraufhin optimierte der Kunde sein Verfahren. Jetzt kann er die gewünschte Verbindung synthetisieren.

www.analytik.currenta.de



01 Mithilfe der Headspace-GC können 40 Komponenten in einem Tropfen quantifiziert werden

02 Ronnie Kammann am Gaschromatografen im Dormagener Polymeranalytiklabor

03 Sollten im Laufe einer Analyse weitere Verfahren erforderlich sein, kann Currenta dank des Methodenverbunds diese oft „inhouse“ schnell und flexibel anbieten

Currenta Analytik

Currenta bietet einen umfassenden analytischen Service für Forschung, Entwicklung und Produktion in der Industrie. Das Methodenspektrum reicht dabei von standardisierten Qualitätsprüfungen bis hin zur anspruchsvollen Strukturanalytik. Basismethoden wie Elementanalytik und Chromatografie werden ergänzt durch moderne Kopplungstechniken und durch spezielle Verfahren wie die Oberflächenanalytik. Dank methodischer Vielfalt, moderner Labortechnik, höchsten Qualitätsstandards und kompetenter Beratung kann das Joint Venture von Bayer und Lanxess analytische Fragestellungen in verschiedensten Arbeitsbereichen lösen. Dazu gehören zum Beispiel die Agrochemie, Festkörper- und Oberflächenanalytik, Industriechemikalien/Qualitätsprüfungen, Methodvalidierung, Pharma, Polymere, Reach/Consulting, Regulatorische Studien (GLP), Spektroskopie/Strukturaufklärung, Stabilitätsprüfungen und Umweltanalytik. Die Currenta-Labors sowie alle eingesetzten Verfahren erfüllen alle erforderlichen und gebräuchlichen Qualitätsstandards (DIN EN ISO/IEC 17025, GMP, GLP).