

SOLUTIONS BY



# BESTIMMUNG VON PAK mittels GPC mit on-line EVAporation und HPLC-FLD-Messung

## **Bestimmung von PAK mittels GPC mit on-line EVaporation und HPLC-FLD-Messung**

### Grundlage der Methode

Extrahierte Proben, z. B. Lebensmittel, werden vollautomatisiert mit dem FREESTYLE GPC mit anschließender on-line Evaporation im EVAporations-Modul bearbeitet und fertig zur Injektion in ein HPLC-Glas abgefüllt.

### Vorgehensweise

Der extrahierte, getrocknete und filtrierte Rohextrakt wird auf 10,0 mL eingestellt und in einem 16 mL Probenvorlageglas mit Deckel/Septum verschlossen in das FREESTYLE-System gestellt.

Dort wird die Probe anhand der im Methodenreport vorgestellten Methode (s. Seite 4) abgearbeitet.

Dies läuft in Kürze dargestellt folgendermaßen ab:

Über eine kalibrierte Probenschleife werden 5,0 mL auf die GPC-Säule gegeben. Die Matrix wird abgetrennt und der Hauptlauf mit den PAK on-line, d. h. während die GPC noch aktiv ist, bereits im EVAporations-Modul konzentriert. Nach der Konzentrierung erfolgt ein automatischer Lösungsmittelaustausch zu Acetonitril/1% 1-Butanol. Danach wird die EVAporationskammer gespült, das Konzentrat präzise auf 1,0 mL eingestellt und in ein HPLC-Glas abgefüllt.

Die Messung der Analyten erfolgte auf einer Thermo 3000 Ultimate mit Fluoreszenzdetektor.



### Geräte und Materialien


# APPLIKATIONSNOTE | AN0003

- |  |                                   |
|--|-----------------------------------|
| 1. FREESTYLE BASIC                                 | Best.-Nr. 12663                   |
| 2. FREESTYLE EVAporation                           | Best.-Nr. 13841                   |
| 3. FREESTYLE GPC                                   | Best.-Nr. 12664                   |
| 4. GPC-Säule                                       | Best.-Nr. GPC10011                |
| 5. Rahmen für Rack 11933                           | Best.-Nr. 11920                   |
| 6. Rack für 16 mL-Gläser                           | Best.-Nr. 11933                   |
| 7. Rahmen für Rack 11920                           | Best.-Nr. 11915                   |
| 8. Rack für GC-Gläser                              | Best.-Nr. 11920                   |
| 9. 16 mL-Gläser                                    | Best.-Nr. V016 (100 St./Pkg.)     |
| 10. Schraubverschluss 16 mL-Gläser                 | Best.-Nr. V0016-SL (100 St./Pkg.) |
| 11. Septen   | Best.-Nr. V0016-D (100 St./Pkg.)  |
| 12. GC-Gläser                                      | Best.-Nr. V0001 (100 St./Pkg.)    |
| 13. Crimp-Deckel für GC-Gläser<br>mit Dichtscheibe | Best.-Nr. V0001-B (100 St./Pkg.)  |
| 14. Kühler   | Best. Nr. 12060, 230 V AC, 50 Hz  |
| 15. Ethylacetat/Cyclohexan für die Spurenanalytik  |                                   |
| 16. Aceton p.a.                                    |                                   |
| 17. Acetonitril p.a. mit 1 % 1-Butanol             |                                   |
| 18. Standard Laborglasware und -ausrüstung         |                                   |



On-line Verbindung von GPC  
direkt in die  
EVAporkammer –  
Möglichkeit bis auf 0,2 mL  
präzise einzuengen.

## Parametrierung der Methode im FREESTYLE-System

	
LCTech FreeStyle - Bericht zu Methoden: GPC -> EVA Datum: 08.10.2014 Zeit: 10:07:09	
Name: PAK_Flex.fmt	
GPC - Methode: PAK.gpc	Online =====>
EVA - Methode: PAK50mL_Flex.evp	
GPC:	Typ: Schleifen-Überfüllung
Aufgabe der Probe:	aus Glas / Gläsern Transfer Geschw.: 10 ml / min.
Volumen der Probenschleife:	5 ml
Fluss:	5 ml/min
Min. Druck:	0.3 bar
Max. Druck:	12 bar
Vorlaufzeit:	30 min.
Hauptlaufzeit:	20 min.
Nachlaufzeit:	0.2 min.
UV Aufzeichnung:	AUS
Säule:	D25_1.cfm
Methode der Fraktionierung:	GPC Pumpe AUS
Liste der Aufgabegläser:	Nr.: 1 1 x 5.5 ml --> Type1@18 Sediment-Position: 0 mm
Liste der Ergebnisgläser:	Nr.:1 1 x 240 ml --> Type1@240 Abfall: nein Online: ja
EVA:	Temperatur Wasserheizung 40 °C Temperatur Zapfenheizung 50 °C
Probenaufgabe: Online von GPC oder SPE Prozess Batchvolumen = Grenze, ab der der Konzentrationsprozess beginnt: 5 ml (fix) + Wartezeit: 10 min. Vakuum während der GPC Online - Probenaufgabe: 200 mbar	
Phase 1 - Konzent. bis Schwelle: 1 ml Vakuum absolut: 180 mbar Spülvolumen nach Phase 1: 5 ml Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 8 (Acetonitril-Butanol)	
Überspringe Phase 2	
Zeitüberwachung für Vakuumprozess: nein	
zur Trockene: nein	
Abblasen Stickstoff: nein	
Entnahme Aliquot: nein	
Lösemitteltausch: ja	
Bei Erreichen von Schwelle: 2 ml	
Lösemittelzugabe pro Austausch: 5 ml Lösung aus Port: 8 (Acetonitril-Butanol)	
Anzahl Lösemittelaustausch: 1 Endvolumen nach Austausch: 0.5 ml	
Vakuumstartwert: 180 mbar abs. Vakuumgradient: -20 mbar/min Vakuumendwert: 100 mbar abs.	
Spülen, Auffüllen und Transfer in Gläser:	
Spülvolumen Ende: 0.5 ml	Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 7 (Acetonitril)
Auffüllen bis Volumen:	<input type="text" value="1 ml"/> Art des Mischvorgangs: Aufsaugen u. Ausstossen
Konzentrat: in Gläser	
Nr.: 1 1 St.	Typ: Type1@1 ml Volumen pro Glas: 1 ml
Abfüllen Quantitativ: nein	
1. Reinigung	
Spülvolumen: 5 ml	Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 7 (Acetonitril)
2. Reinigung	
Spülvolumen: 5 ml	Spülschritte: 1 x Lösung aus Port: 1 (EA/CH)

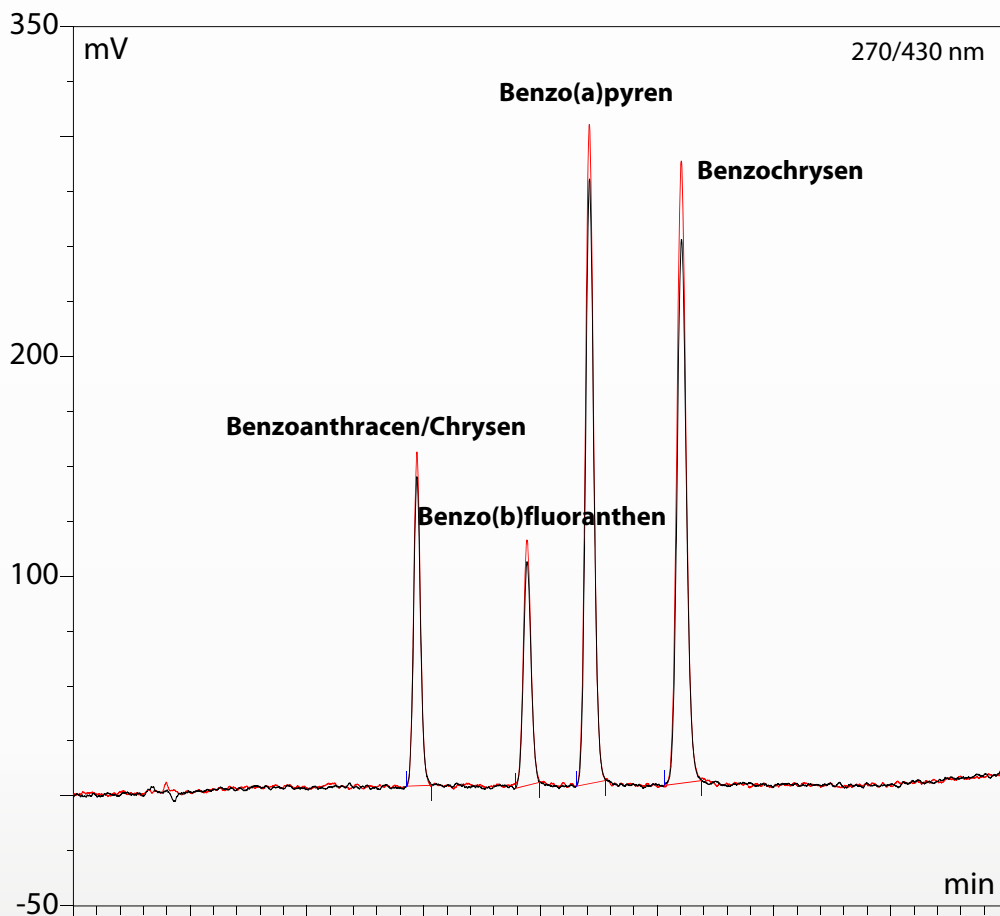
## Ergebnisse

Die Bearbeitung einer Probe inklusive Lösungsmittelaustausch und Überführung in ein GC-Vial dauert nur 1 h 35 min.

Anmerkung: Wird die Probe in einem GC gemessen, reduziert sich die Laufzeit um mindestens 10 Minuten, da der Lösungsmittelaustausch entfällt.

Wiederfindungen eines exemplarischen Experiments (n=3)

Bezeichnung	Wiederfindungen
Benzoanthracen/Chrysen	91 ± 4 %
Benzo(b)fluoranthen	90 ± 4 %
Benzo(a)pyren	85 ± 5 %
Benzochrysen	83 ± 8 %



Die Abbildung zeigt die Überlagerung von zwei Fluoreszenzchromatogrammen eines externen PAK-Standards (rot) und einer bearbeiteten Probe (schwarz).

## Kontakt

LCTech GmbH  
Daimlerstraße 4  
84419 Obertaufkirchen  
Deutschland

Tel.: +49 8082 2717-0  
Fax: +49 8082 2717-100  
E-Mail: [info@LCTech.de](mailto:info@LCTech.de)

[www.LCTech.de](http://www.LCTech.de)  
[www.LCTech-online.com](http://www.LCTech-online.com)

SOLUTIONS BY

