

Einfluss unterschiedlicher Probenaufgabemethoden auf die gaschromatographische Analyse etherischer Öle

Vergleich von Direktinjektion, Headspace und Festphasenmikroextraktion (SPME) am Beispiel des Thymianöls ¹⁾

Methoden der Probenaufgabe

Um die Auswirkungen der Probenaufgabemethode auf das Chromatogramm eines etherischen Öls zu ermitteln, wurden drei gängige Methoden unter identischen chromatographischen Bedingungen miteinander verglichen:

- § Direktinjektion: die flüssige Probe (0,1 µL) wird mit einer Mikroliterspritze manuell aufgegeben.
- § Headspacemethode (HS): die Probe wird mittels Autosampler aus dem Gasraum über dem bei 80 °C temperierten etherischen Öl entnommen.
- § HS-SPME: die Probe wird unter Verwendung einer Festphasenmikroextraktionsfaser aus dem Proben-Dampfraum extrahiert (80 °C, 5 min). Die an der Faser angereicherten Stoffe werden im Injektor des Gaschromatographen bei 250 °C durch Thermo-desorption freigesetzt.

Apparatur

- § GC/MS (Thermo Finnigan) mit Elektronenstoßionisierung (EI)
- § Kapillarsäule DB-5MS (J&W) 60 m, 0,25 mm, 0,25 µm
- § GC/FID mit Headspace-Probengeber (PerkinElmer)
- § SPME-Faser 50/30 µm DVB/CAR/PDMS (Supelco)

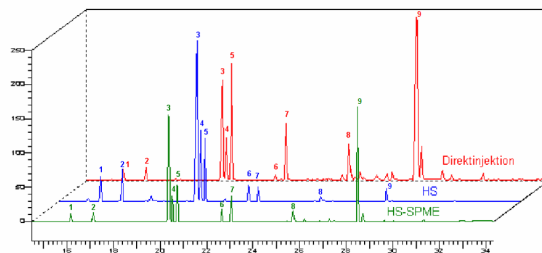


Abb. 1: Vergleich der Chromatogramme

Tab. 1: Hauptkomponenten des Thymianöls

Peak Nr.	Komponente	Retentionszeit [min]	Siedepunkt [°C]
1	-Pinen	16,5	154-156
2	Camphen	17,4	158-159
3	Cymen	20,6	178
4	Limonen	20,8	176-177
5	1,8-Cineol	21,0	176-177
6	Terpinen	22,8	183-186
7	nicht identifiziert	23,2	-
8	Borneol	25,9	210
9	Thymol	28,7	233

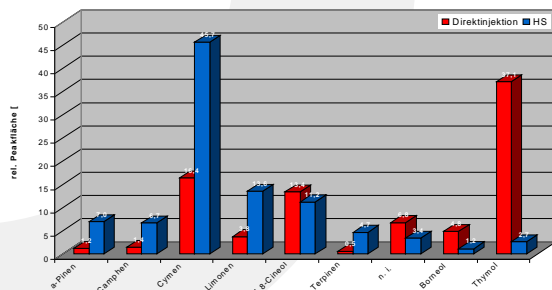


Abb. 2: Vergleich Direktinjektion und HS

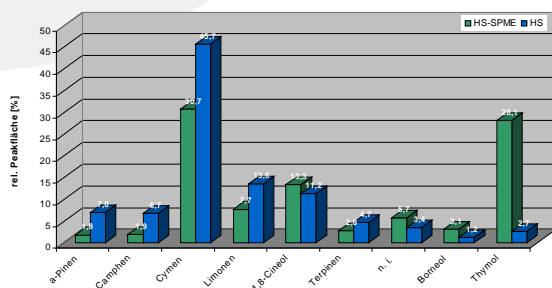


Abb. 3: Vergleich HS-SPME und HS

Ergebnisse

Der Vergleich der Chromatogramme (Abb. 1) zeigt, dass sich bei allen Versuchen die Hauptkomponenten des Thymianöls wieder finden lassen. Die relativen Flächen der Signale variieren jedoch teilweise beträchtlich.

Die Identifizierung der Komponenten des Thymianöls (Tabelle1) erfolgte mittels GC/MS (Spektrbibliothek: NIST 98).

Bei der Headspace-Messung ist eine deutliche Anreicherung der leichtflüchtigen Komponenten im Dampfraum über der flüssigen Probe erkennbar (Abb. 2).

Bei der HS-SPME-Messung lässt sich im Vergleich zur Headspace-Messung eine Anreicherung bzw. Abreicherung bestimmter Komponenten beobachten (Abb. 3). Die verschiedenen Komponenten des Thymianöls besitzen unterschiedliche Affinitäten zu dem verwendeten Fasermaterial. Bei der verwendeten Faser ist die Anreicherung des hochsiedenden Thymols besonders ausgeprägt.

Die Versuche zeigen, dass durch die Festphasenmikroextraktion der Diskriminierung hochsiedender Substanzen bei der Headspace-Probenaufgabe entgegen gewirkt werden kann.

¹⁾ Studentisches Projekt im SS 2003: M. Becker, S. Deerberg, M. Hojczyk, C. Kohlmann, U. Malcharczik, G. Müller, E. Pfaffenrot, D. Schmitz, G. Unkelbach



Fachhochschule
Bonn-Rhein-Sieg

Ansprechpartner

Prof. Dr. Wolfgang Fink, Dr. Peter Kusch
Fachbereich Biologie Chemie und Werkstofftechnik
Tel. 02241/865-568
wolfgang.fink@fh-brs.de
peter.kusch@fh-brs.de