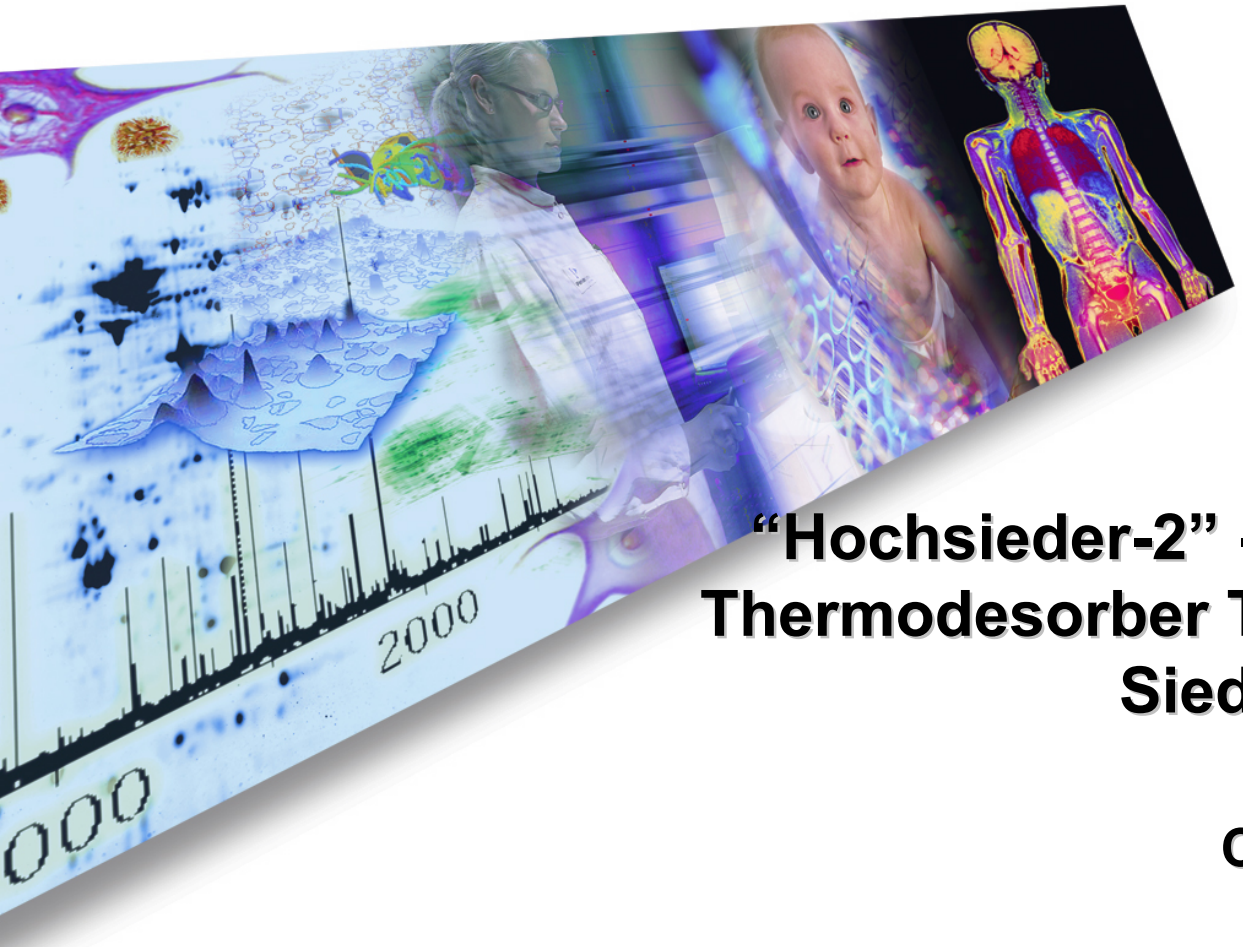
PerkinElmer®
precisely.



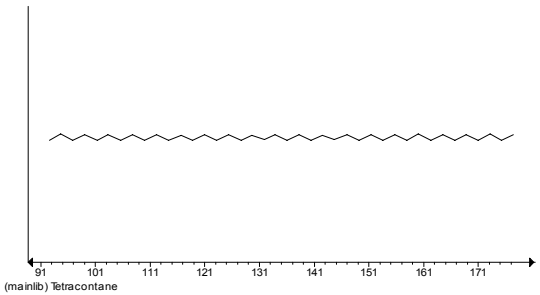
“Hochsieder-2” -- Analyse mit dem Thermodesorber TurboMatrix TD 650 Siedepunkte bis 525°C

ChromSupport, Rodgau

Heiko Helms

Thermodesorbtion zur Analyse hochsiedender Komponenten?

- **Komponenten mit sehr hohen Siedepunkten gelten als problematisch für die Thermodesorbtion**
- **Kalte Stellen führen zu Diskriminierung - Verlust von Analyt**
- **Gefahr von Verschleppung im gesamten Probenweg; Kontamination des Probenweges**
- **Ein Gemisch der n-Alkane bis Tetracontan dient als „Testfall“ für die Eignung der Thermodesorbtion im Einsatz für Hochsieder.**
- **Tetracontan ($C_{40}H_{82}$) : Kp: 525°C**



… eine Auswahl

Anforderungen an die Chromatografie von Alkanen

- **Große, langkettige Moleküle – niedriger Dampfdruck**
- **Das System darf keine kalten Stellen aufweisen**
- **Risiko von Kondensation – und damit von Verlusten**
- **Werden die langkettigen Spezies mit zunehmender Länge diskriminiert?**

Gerätekonfiguration

- **TurboMatrix TD 650**
- **Cold Trap: 1cm desaktivierte Glaswolle, ca. 1.5cm Tenax TA (lt. VDA 278)**
- **Temp. Cold Trap -20°C**

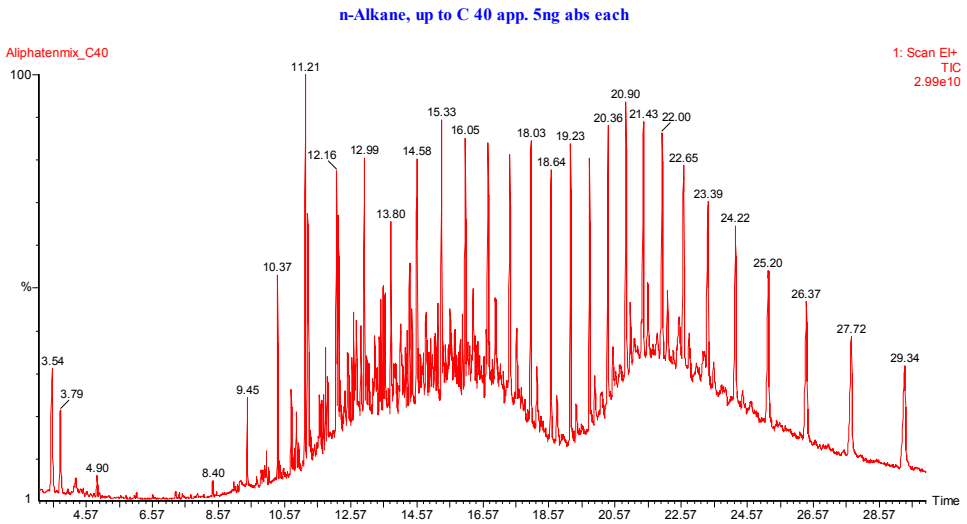
- **Alkanmix als Lösung auf Glaswolle dosiert; Stahlröhrchen**
- **Desorbtion im Backflush, bei 280 °C**

- **Trägergas Helium, 1,2ml/min**

- **Clarus 500 GC**
- **PE-5 MS, 30m, 0.25iD, 0.25µm Film**

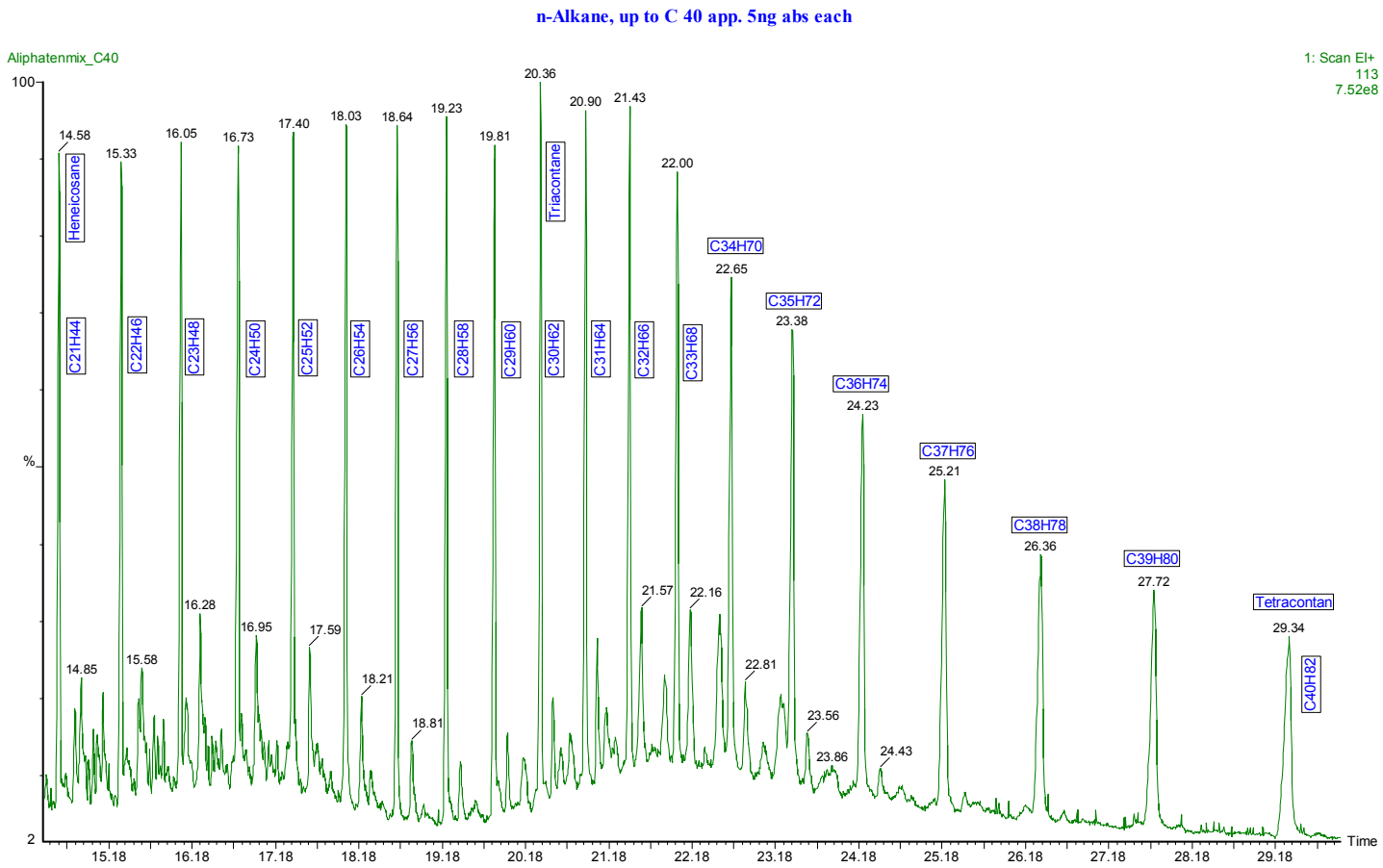
- **Clarus 500 MS (EI)**

N-Alkan Mix – bis Tetracontan, TD 650



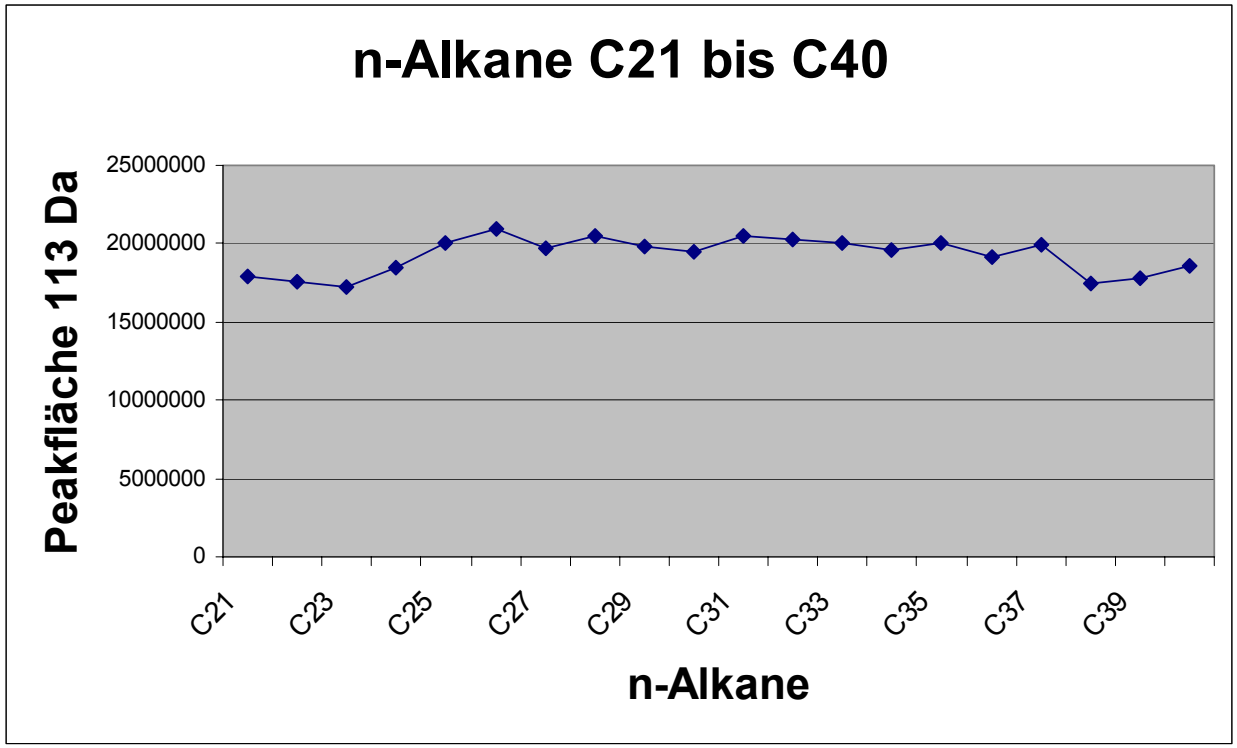
TD-GC-MS (EI)
Fullscan
(Der Mix enthält neben den n-Alkanen auch weiter Aliphaten)

n-Alkane, C21 bis C40, mit Thermodesorbtion -GCMS



Darstellung eines selektiven Fragmentions : 113 Da

Werden höhere Alkane Diskiminiert?



Die n-Alkane in dem verwendeten Mix haben alle die gleiche Konzentration;
Je Komponente wurde 5ng abs. auf die Trennsäule dosiert
Eine signifikante Abnahme der Flächen bzw. ein Trend wird nicht beobachtet.

Zusammenfassung

- **Selbst unpolare Komponenten wie die Aliphaten werden von dem TD 650 bis Tetracontan auf die Trennsäule überführt.**
- **Keine kalten Stellen führen zu Verlust von Analyten**
- **Als Kühlfalle wurde hier Glaswolle/ Tenax TA eingesetzt**

- **Das System ist für unpolare Stoffe im Siedebereich über 500°C geeignet**