



# Fraunhofer

ICT

FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR CHEMISCHE TECHNOLOGIE ICT

## UMWELT ENGINEERING – ANALYTIK





## HPLC-ANALYTIK

Für die HPLC-Analytik stehen vier Geräte mit DAD-, RID-, MS-Ion-Trap- sowie ELSD-Detektoren zur Verfügung. Neben Kohlenhydraten, Alkoholen, Aminen und Aldehyden lassen sich di-tetramere Ligninspaltprodukte nachweisen, MS-MS-Experimente durchführen und Säureamide über Lichtstreuung analysieren

---

### Flüssigchromatographie

---

Im Bereich der Flüssigchromatographie ist das Labor mit HPLC-Systemen der Fa. Agilent Technologies aus der Serie 1100, Serie 1200 (bis 400 bar) und Serie 1200 RR HT (bis 600 bar) ausgestattet.

---

### Massenspektrometrie

---

Die Massenspektrometrie nutzt verschiedene Detektoren für die Analytik von Monosacchariden, Disacchariden, Alkoholen, Aminen, Phenolen, Aldehyden und Ketonen, Furanen, Furانونen, halogenierten polaren Verbindungen sowie Carbonsäuren und bi-funktionellen Verbindungen. So steht neben den klassischen Detektoren wie RID (Brechungsindex) und DAD (Dioden-Array-Detektor) auch ein Verdampfungs-Lichtstreuendetektor (ELSD) und für massenspektrometrische Untersuchungen eine MS Ion Trap der Serie 6330 (Agilent Technologies) zur Verfügung.

Die MS-Ion-Trap ermöglicht neben der routinemäßigen Molmassenbestimmung (Scanbereich: 50 bis 2.200 bzw. 100 bis 4.000 amu, Auflösung: 0.3 amu) und Substanzidentifikation, Haupt- und Nebenproduktspezifikationen und der Identifikation funktioneller Gruppen auch die Generierung von strukturspezifischen Daten durch »Kollision Induzierte Dissoziation (CID)« mit angeregtem Helium. Es können je nach Zielsubstanz, Empfindlichkeit und Kollisionsergie MS<sup>2</sup>- bis MS<sup>10</sup>-Experimente durchgeführt werden.

So ist es unter anderem möglich, aromatische oligomere Ligninspaltprodukte (dimer, trimer, tetramer) in monomerreichen Ligninspaltölen durch Kopplung einer spezifischen SEC-Säule mit der MS Ion Trap zu identifizieren. Als Ionenquellen stehen APESI (positiv und negativ) und Multi-Mode-APESI/APCI (positiv und negativ) zur Verfügung. Weiterhin bietet dieses MS-System eine schnelle direkte Analyse von gelösten Substanzen durch Infusionstechniken. Während der direkten Infusions-MS-Analytik sind ebenfalls MS<sup>n</sup>-Experimente möglich.

---

### Auftrennung komplexer Gemische

---

Für die Auftrennung komplexer Gemische, zum Beispiel aus wässrigen Fermentationslösungen der Biotechnologie, werden unterschiedliche Säulen (stationäre Phasen: Ionenaustauscher, Umkehr-Phasen, Mixed-Mode-Umkehrphasen, eingebettete polare Gruppen in Umkehrphasen) sowie Techniken der chemischen Kopplung mit chromophoren Molekülen (Derivatisierung) eingesetzt. Im Bereich der Biomassehydrolyse können Monomierzucker simultan mit ihren Abbauprodukten analysieren.



## GPC/SEC-ANALYTIK

Die mit Lichtstreu-, Viskositäts- und RI-Detektor kombinierte GPC wird für die Bestimmung der Molmassenverteilung in Polyamiden, Polyestern sowie für Lignine verwendet. Als Lösungsmittel kommen THF und HFIP zum Einsatz.

### Synthetische Polymere und natürliche Makromoleküle

Die Charakterisierung neuartiger synthetischer Polymere sowie natürlicher Makromoleküle erfolgt hauptsächlich über eine GPC-Anlage der Fa. PSS. Ausgestattet ist diese Anlage mit einem Brechungsindexdetektor, einem Viskositätsdetektor (Fa. PSS, Online Viskosimeter ETA 2010) und einem Lichtstreuendetektor (Fa. PSS, SECcurity on-line Multi angle light scattering detector SLD7000). Als Lösungsmittel wird klassisch THF eingesetzt und für spezielle schwer lösliche Polymere HFIP. Für das mittelpolare Lösungsmittel THF kommen SDV-Säulen in einem Trennbereich von 100 bis 1.000.000 Da zum Einsatz, realisiert über drei in Reihe geschaltete Säulen. Mit diesen Säulen werden Molgewichtsverteilungen von Harzen, Latex und Polystyrolen bestimmt. Speziell für den niedermolekularen Molmassenbereich (zum Beispiel Lignine) werden Mikrosäulen eingesetzt, die eine geringe Porengrößenverteilungen aufweisen und damit Trennungen im Bereich von 200 bis 5.000 Da ermöglichen.

### Polare Polymere

Für polare Polymere wie Polyester, Polyamide und natürliche Polymere wie Polylactide werden PFG-Säulen (polar modifiziertes Silicat) verwendet, die besonders für fluorierte Lösungsmittel geeignet sind. Zum Einsatz kommt hier das Hexafluoroisopropanol als Lösungsmittel. Auch mit diesen Säulen steht ein Trennbereich von 100 bis 1.000.000 Da zur Verfügung.

- 1 HPLC mit ELSD.
- 2 LC-MS Ion Trap.
- 3 HPLC-Injektor.



## GC-ANALYTIK

In unserem GC-Labor werden komplexe Fragestellungen aus dem Bereich der Biomassekonvertierung (Fette, Öle, Lignine) sowie der chemisch-katalytischen Synthese neuer Materialien aus nachwachsenden Rohstoffen bearbeitet.

### Fettsäureanalytik

Es liegen umfangreiche Erfahrungen aus der Untersuchung diverser heimischer pflanzlicher Öle (Senfkernöl, Krambeöl etc.) hinsichtlich ihrer Zusammensetzung vor. Für die Separation steht eine spezielle Säule zur Isomeren-Trennung genauso wie zur Trennung von gesättigten und ein- bzw. mehrfach ungesättigten Säuren zur Verfügung. Der Nachweis dieser Säuren bzw. Triglyzeride erfolgt über Derivatisierung mit TMSH. Abgerundet wird das Profil durch die Bestimmung von Fettkennzahlen (Iodzahl, Säure- und Verseifungszahl, Peroxidzahl). Schwerpunkt der Untersuchungen ist die Verlaufskontrolle von Fettsplaltungen und Umesterungen.

### Ligninanalytik

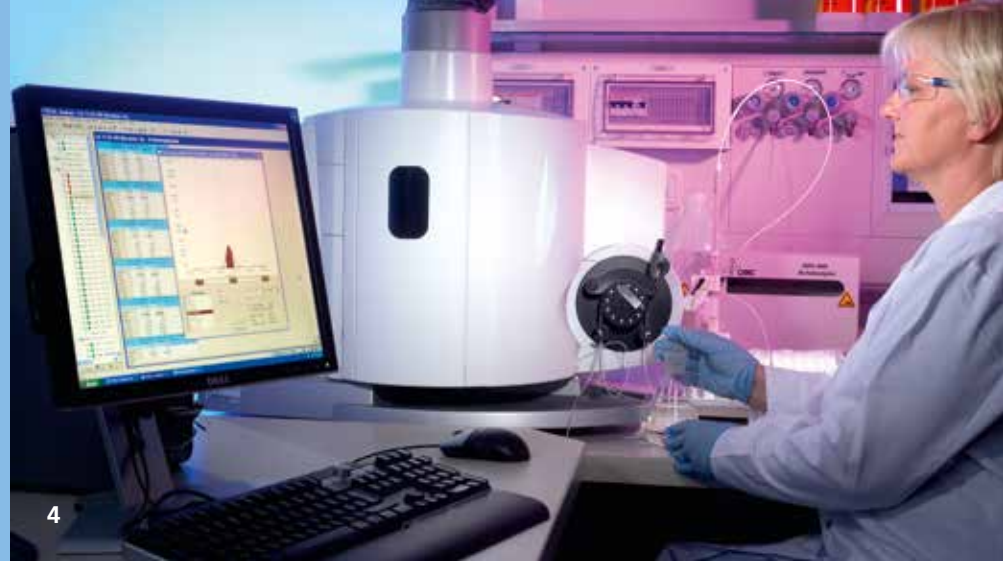
Zur Verfolgung von Lignin-Abbaureaktionen sowie deren Folgereaktionen (monomere Alkoxyaromaten) wurde eine umfassende GC-Analytik aufgebaut, die eine exakte Verlaufskontrolle der Spaltungsversuche ermöglicht. So werden unter anderem routinemäßig 55 monomere Ligninspaltprodukte in komplexen Gemischen von Ligninspaltölen identifiziert und quantitativ bestimmt.

### Synthesematerialien

Für die Synthese neuer Polymere werden bei uns alle kommerziell beschafften Substanzen genauso auf ihre Reinheit hin geprüft wie die von uns über verschiedene Trenn- und Aufschlußtechniken gewonnenen Ausgangsstoffe (Fraktionen des Tallöls, Fettsäuren, Azelainsäure). Bei der Synthese von Polymerprodukten und Plattformchemikalien erfolgt die Bestimmung des Umsatzes der Reaktion über GC-MS mit mittelpolarer Säule. Beispiele dafür sind die Metathese von langkettigen Dicarbonsäuren und Alkenen aus Fettsäuren sowie die Umsetzung von Aldehyden zu primären Aminen. Stehen diese synthetisierten Produkte zur Verfügung, wird in unserem GC-Labor eine Qualitätskontrolle hinsichtlich des Aufreinigungsgrades durchgeführt.

### Kunststoffe

Zur Charakterisierung der Emission flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) aus Feststoffen (Polymere, Bauteile) stehen uns direkt gekoppelte Thermodesorptions-Techniken zur Verfügung. Kunststoffe können direkt in Quarzglasröhrchen eingewogen, bis max. 300 °C erhitzt und die ausgasbaren Substanz über eine Kryofalle gesammelt und anschließend direkt in das GC-MS-System injiziert werden. Diese Methode ist akkreditiert.



## ELEMENTANALYTIK

Elementaranalysen an anorganischen und organischen Proben erfolgen über MW-Aufschluss und anschließende ICP-OES- sowie über CHNOS- und TOC-Analysatoren.

### Elementaranalyse

Für die direkte Gehaltsbestimmung der Elemente C, H, O, N, S in organischen Feststoffen und Flüssigkeiten wird das Analysensystem Flash EA 1112 (Fa. Thermo Scientific) verwendet. Dieses System ist mit automatischen Probengebern des Typs MAS 200 R ausgestattet. Probeneinwaagen erfolgen ausschließlich mit einer Mikrowaage XP 26 DR (Mettler Toledo). Für flüssige Proben stehen Adsorberprobetiegel zur Verfügung. Besondere Kenntnisse liegen für die Bestimmung der Zusammensetzung von Ligninen aus unterschiedlichen Biomasseaufschlüssen sowie von Klärschlämmen vor. Daneben führen wir unter anderem Elementaranalysen von unterschiedlich beschichteten Mikropartikeln für die Herstellung von neuartigen Säulenmaterialien für GPC/SEC durch. Hierbei ist es häufig notwendig, geringe Schwefelgehalte zu analysieren, was bei uns über eine spezielle Wasserfalle realisiert wird: Schwefel kann somit bis zu einem Gehalt von 0.2 Gew.-% in Feststoffen bestimmt werden.

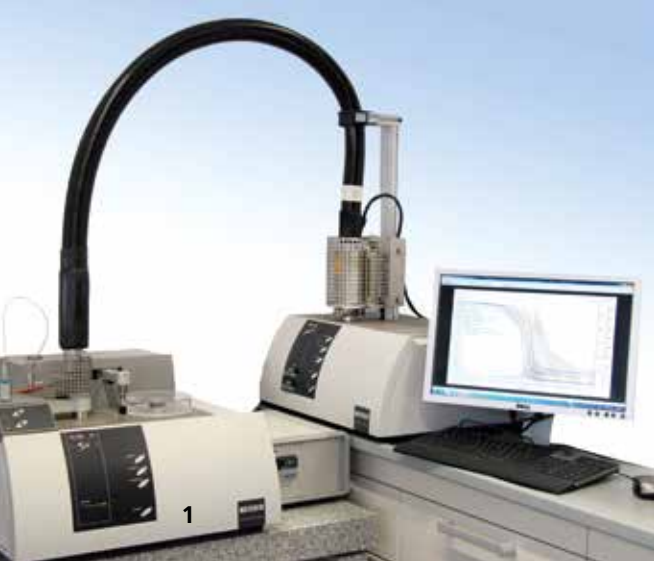
**1+2** Gas-Chromatograph (1)  
mit Thermodesorption (2).

**3** Druckbehälter für den  
Mikrowellenaufschluss.

**4** ICP-OES.

### ICP-OES gekoppelt mit Mikrowellentechniken

Zur quantitativen und qualitativen Analyse von Elementen in festen und flüssigen Proben wird das ICP-OES (Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma) iCAP 6.300 (Fa. Thermo Scientific) verwendet. Das ICP-OES mit radialer Aufstellung der Fackel hat den Vorteil von hohen Linearitätsbereichen und hoher Langzeitstabilität der Messungen. Nach matrixangepasster Kalibrierung ist eine qualitative sowie quantitative Bestimmung einer Vielzahl von Elementen (wie Metallen, Schwermetallen und seltenen Erdelementen) möglich. Hauptsächlich eingesetzt wird die ICP-OES zur Bestimmung der Zusammensetzung von Abfallrestfraktionen, Klärschlämmen, Naturfasern und Wasserproben. Zur Untersuchung des Schwermetallgehaltes von eluierten Proben von Bauschutt steht uns ein Überkopfschüttler Reax 20/8 (Fa. Heidolph) zur Verfügung. Zum Aufschluss von festen Proben verwenden wir die Mikrowelle Multiwave 3.000 (Fa. Anton Paar). Dabei werden die zerkleinerten Proben in geschlossenen, mikrowellentransparenten Druckgefäßen (Quarzglas bzw. PTFE) mit einer Säuremischung auf Temperaturen von etwa 200 °C erhitzt und dabei vollständig zersetzt. Durch die Verwendung eines Rotors mit acht Probenplätzen können mehrere Proben zeitgleich aufgeschlossen werden. Typischerweise werden Salpetersäure- und Königwasseraufschlüsse durchgeführt, es kommen auch Flusssäure oder Wasserstoffperoxid in kleinen Mengen zum Einsatz. Gerade im Hinblick auf Totalaufschlüsse setzen wir unter hohen Sicherheitsbedingungen Flusssäure ein, um auch Silikate wie zum Beispiel in Seegräsern in Lösung zu bringen. Gleichzeitig gehört die Methodenentwicklung zum Leistungsspektrum.



## MATERIALCHARAKTERISIERUNG

Zur Charakterisierung von Kunststoffen, Identifizierung von Materialzusammensetzungen, Ermittlung von Additivgehalten und zum Materialverhalten bei Temperaturerhöhung, bieten wir umfangreiche Probenanalysen mittels Thermogravimetrie-MS und Pyrolyse-GC-MS an.

---

### Thermogravimetrie gekoppelt mit MS (TG-MS)

---

Die Thermogravimetrie (TG) ist eine etablierte Methode zur thermischen Charakterisierung von festen und flüssigen Materialien durch Messung der Massenänderung in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit. Massenänderungen treten bei Verdampfung, Zersetzung, chemischen Reaktionen sowie magnetischen oder elektrischen Umwandlungen auf. Um eine Identifizierung von Stoffen zu ermöglichen, die zu einem bestimmtem Massenverlust eines Materials gehören, steht eine Thermowaage (vakuumdichte Thermowaage NETZSCH TG 209 F1 Iris®), gekoppelt mit einem Massenspektrometer (QMS C Aeolos; Bruker), zur Verfügung. Mit dieser Waage können Untersuchungen im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 1.000 °C mit einer Auflösung von 0,1 µg durchgeführt werden. Für die Analysen stehen zwei Spülgaszugänge und ein Schutzgas zur Verfügung. Das Umschalten zwischen verschiedenen Gasen ermöglicht zum Beispiel neben der Charakterisierung der Polymerzusammensetzung über Pyrolyse unter Inertgas auch eine Oxidation unter synthetischer Luft, um beispielsweise den Rußanteil oder den Anteil an Fasern in Verbundwerkstoffen zu bestimmen. Mit dem vakuumdichten Aufbau der TG 209 F1 Iris ist es möglich, durch Evakuieren und Füllen, eine reine, inerte Atmosphäre zu erhalten. Darüber hinaus sind Messungen unter Vakuumbedingungen durchführbar, um so überlagerte Effekte (zum Beispiel Verdampfung von Weichmachern und beginnende Zersetzung des Polymers) sichtbar zu machen.

---

### Pyrolyse-GC-MS

---

Das Multifunktions-Pyrolyse System (PY-3030D-220) bietet die Möglichkeit, zahlreiche Probenmaterialien ohne vorherige Probenaufbereitung zu charakterisieren. Während der Pyrolyse werden die chemischen Bindungen aufgebrochen, die Probenbestandteile gelangen in die Gasphase und werden durch einen Gaschromatographen getrennt und detektiert. Es stehen sowohl die Single-Shot-Technik, bei der die Probe direkt in den heißen Pyrolyse-Ofen eingebracht wird und dadurch alle Probenbestandteile zeitgleich desorbiert werden, und andere thermische Desorptionstechniken wie zum Beispiel Double-Shot, Multi-Shot (besonders für komplexe Proben geeignet) oder EGA (Evolved Gas Analysis) zur Verfügung.



# TITRATIONSMETHODEN

Titration gehört zu den analytischen Grundverfahren. Im Analytikbereich wird sie hier für die Karl-Fischer-Methode, die Bestimmung von Fettkennzahlen aus Ölen, die OH-Zahl von Polyolen, die Aminzahl aus Polyurethan und andere Summenparameter genutzt.

## Konzentrationsbestimmungen

Um Konzentrationsbestimmungen mit hoher Präzision und hohem Durchsatz durchführen zu können, sind unsere Labors mit Titrierautomaten ausgestattet. Für die Bestimmung der Kennzahlen für Fettsäureanalytik und Polyolsynthesen kommt ein Titrierautomat von Mettler Toledo, der T50 mit automatischer Bürettenerkennung und -dosierung sowie Methodendatenbank, zum Einsatz. Mit diesem System können wässrige wie organische Lösungen titriert werden. Hauptanalysen sind die OH-Zahl in Polyolen, Säure- und Verseifungszahl, Peroxidzahl sowie die Iodzahl von Fetten, Ölen und Fettsäuregemischen. Momentan wird eine Methode zur Bestimmung der Aminzahl etabliert.

## Bestimmung des Wassergehalts (Karl-Fischer-Titration)

Für die Bestimmung des Wassergehaltes in verschiedenen Matrices wie Klärschlämmen, Syntheseprodukten, Biomassen, Polymergranulaten und Syntheseedukten wird mit dem automatischen Titriergerät »Titrand« der Firma Metrohm nach der Karl-Fischer Methodik gearbeitet. Auf diesem System werden außerdem die Ammoniumbestimmung sowie Halogenanalysen durchgeführt.

1 TG-MS.

2 TG mit Thermowaage.

3 Probelösungen für die TOC-Bestimmung.

**Fraunhofer-Institut für  
Chemische Technologie ICT**

Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7  
76327 Pfinztal (Berghausen)

Institutsleiter:  
Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner  
Telefon +49 721 4640-0

**Kontakt**

Dr. Beatrice Tübke  
Telefon +49 721 4640-378  
Fax +49 721 4640-111  
[beatrice.tuebke@ict.fraunhofer.de](mailto:beatrice.tuebke@ict.fraunhofer.de)

[www.ict.fraunhofer.de](http://www.ict.fraunhofer.de)