

Anhang B

B.1 Abstract

The chromatomembrane-method (CM-method) is an extraction technique, which has proved to be reliable as an extraction and preconcentration manifold in flow injection analysis (FIA). The trick is that two immiscible phases (polar or gas and non polar) can be induced to flow independently through a block of biporous (macro and micro) PTFE. This principle to promote analyte exchange is realized in the chromatomembrane-cell (CM-cell). Consequently, the application of the CM-cell in the environmental analysis resolves all problems of sample pretreatment more simply and more effectively whenever a preconcentration step by gas-liquid-, liquid-gas- or liquid-liquid-extraction is included.

Except for the application of the CM-cell to extract and preconcentrate components from one phase into another, the CM-cell was also used for:

- fast production of gas mixtures with a constant concentration of one component and
- separation of two immiscible phases.

In addition the contact area in the biporous PTFE block between the macro- and micropores ($64,2 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$) could be determined. Thereby a fast mass exchange is possible.

The executed measurements could acknowledge further the suitable application possibilities of the method for the preparation of gaseous samples by absorption in the CM-cell. Beside the gaseous components in air also aerosols could be absorbed with the CM-cell at the same time. In the presented work, the CM-cell has been linked up with:

- a conductometric detector after gas-liquid-extraction to detect ozone in gas and
- an ionchromatograph (IC) after gas-liquid-extraction to detect sulfur dioxide, nitrous acid, hydrogen chloride and ammonia in gas.

The influences of flow rates and preconcentration times were investigated. The mentioned gas components could be quantitatively determined within the nmol/l range.

The liquid-liquid-extraction with the CM-cell was successfully executed on the basis of the determination of phenol in water. An UV/VIS-spectrophotometer was used for detection.

The advantages of the CM-method are the easy possibility of automation, low detection limits and the use of a very small volume of the samples.

B.2 Eigene Veröffentlichungen

Ein Teil der Ergebnisse dieser Arbeit ist veröffentlicht worden im Rahmen von

Posterpräsentationen:

- ◆ Determination of small quantities of nitrogen oxide compounds in air by ion chromatography using a chromatomembrane cell for preconcentration, International Congress on Analytical Chemistry in Moscow, 15. bis 21. Juni 1997
- ◆ Quantitative Bestimmung von Stickstoffdioxid mit der Chromatomembran-Methode als Probenvorbereitung für die Ionenchromatographie, 3. Doktorandentreffen der Elektroanalytiker im Arbeitskreis Elektrochemische Analysenmethoden der Fachgruppe Analytische Chemie der GDCh in Rostock, 7. Juli 1997
- ◆ Determination of sulphur dioxide in atmospheric air by ion chromatography with chromatomembrane preconcentrating, Ecoanalytica 1998 in Kasnodar, 20. bis 25. September 1998
- ◆ Flow-injection determination of phenol in natural waters with chromatomembrane preconcentrating, Ecoanalytica 1998 in Kasnodar, 20. bis 25. September 1998
- ◆ Die Chromatomembran-Methode: Anwendungsbeispiele für ein neues, automatisierbares Extraktionsverfahren, Umweltagung 1998 der GDCh in Karlsruhe, 27. bis 30. September 1998
- ◆ Die Chromatomembran-Methode: Bestimmung von Luftbestandteilen mit einem neuen, automatisierbaren Extraktionsverfahren, ANAKON'99 in Konstanz, 7. bis 10. April 1999

einem Vortrag:

- ◆ Bestimmung von anorganischen sauren Luftinhaltsstoffen mit der Ionenchromatographie unter Verwendung der Chromatomembran-Methode für die Gas-Flüssig-Extraktion, 4. Doktorandentreffen der Elektroanalytiker im Arbeitskreis Elektrochemische Analysenmethoden der Fachgruppe Analytische Chemie der GDCh in Leipzig, 18. bis 20. Juni 1998

und Veröffentlichungen:

- ◆ H. Erxleben, L.N. Moskvina, T.G. Nikitina, J. Simon: Determination of small quantities of nitrogen oxides in air by ion chromatography using a chromatomembrane cell for preconcentration, *Fresenius J. Anal. Chem.* **361** (1998) 324
- ◆ J. Simon, C. Bloch, H. Erxleben, A. Kirchhoff: Die Chromatomembran-Methode: Anwendungsbeispiele für ein neues automatisierbares Extraktionsverfahren, *GIT Spezial - Separation* **1/99** (1999) 20
- ◆ H. Erxleben, J. Simon, L.N. Moskvina, L.O. Vladimirovna, T.G. Nikitina: Automated procedures for the determination of ozone and ammonia contents in air by using the chromatomembrane-method for gas-liquid-extraction, *Fresenius J. Anal. Chem.* **366** (2000) 332
- ◆ H. Erxleben, J. Simon, L.N. Moskvina, T.G. Nikitina: Photometric determination of phenol with a flow-injection analyzer that includes a chromatomembrane-cell for sample preconcentration by liquid-liquid-extraction, *Journal of Flow Injection Analysis*, in Arbeit.

B.3 Verwendete Geräte und Chemikalien

Geräte	Firma	Abschnitt
6-Blatt-Scheibenrührer	Janke & Kunkel	4.1
Drehzahlmesser, Ika-Thron DZM1	Janke & Kunkel	4.1
Rührkessel	Pyrex	4.1
Thermostat B 3	Haake	4.1
Leitfähigkeitsmeßzelle LF 323	WTW	4.1
UV/VIS-Spektrometer Lambda 2	Perkin Elmer	4.1,4.2,5.2
Pumpenmodul FIAS 300 mit einem		
8-Kanal-16-port-Ventil	Perkin Elmer	4.1,4.2,5.2
Durchflußküvette, 1 cm Schichtdicke,		4.1,4.2,5.2
Kammervolumen 18 µl	Perkin Elmer	4.1,4.2,5.2
Schlauchpumpe IPS	ismatec	4.1,5.2
Pumpschläuche	ismatec	4.1,4.2,5.1,5.2
Atomabsorptionsspektrometer	UNICAM	4.2
pH-Meter CG 824	Schott	4.2,5.1
Thermometer	Brand	4.2,5.1
Magnetrührer IKA-COMBIM AG RCT	Janke & Kunkel	4.2,5.1
	KG IKA Werk	
Ionenchromatograph 690.0030	Metrohm AG	5.1
IC Anionensäule PRP-X100	Metrohm AG	5.1
Pulsationsdämpfer 6.2620.050	Metrohm AG	5.1
Filter Einheit 6.2821.000	Metrohm AG	5.1
Schreiber, Kompensograph III	Siemens	5.1
HPLC-Pumpe	Bischof	5.1
Ionenchromatograph "Zvet-3006"		5.1
IC Kationensäule PRP-X100		5.1
Schlauchpumpe Guldener Vario Perpex II	Werner Meyer	5.1
	Luzern	
Schlauchpumpe Abimed, minipuls 3	Gilson	5.1
Diverse Vollpipetten	Brand	4.1,4.2,5.1,5.2
Diverse Meßkolben	Brand	4.1,4.2,5.1,5.2
Diverses Labormaterial	neoLab	4.1,4.2,5.1,5.2
FIALab-3000	Alitea	A
	Instruments	
Chemikalien	Firma	Abschnitt
Benzoylchlorid, p.a.	Fluka	4.1
Chlorbenzol, p.a.	Merck	4.1
Natriumhydroxid, p.a.	Merck	4.1
Mangan-Standardlösung, p.a.	Merck	4.2
Natriumdiethyldithiocarbaminat (Na-DDTC),	Merck	4.2
p.a.		
Chloroform, p.a.	Merck	4.2,5.2
Konzentrierte Salpetersäure, p.a.	Merck	4.2
Ammoniumacetat, p.a.	Merck	4.2

Chemikalien	Firma	Abschnitt
Natriumacetat-Trihydrat, p.a.	Merck	4.2
Eisessig, p.a.	Merck	4.2
Pufferlösungen	Merck	4.2
Acetylen, p.a.	Linde AG	4.2
Natriumthiosulfat, p.a.	Merck	5.1
Kaliumiodid, p.a.	Merck	5.1
Stärke	Merck	5.1
Sauerstoff aus der Druckgasflasche	Linde AG	5.1
Phthalsäure p.a.	Merck	5.1
Natriumhydroxid (30%) suprapur	Merck	5.1
Standardlösungen (SO_4^{2-} , NO_2^- , NO_3^- , Cl^-), p.a.	Merck	5.1
Aceton, p.a.	Merck	5.1
4-Aminoantipyrin, p.a.	Merck	5.2
Kaliumperoxodisulfat, p.a.	Merck	5.2
Natriumhydrogencarbonat, p.a.	Merck	5.2
Kaliumhydroxid-Lösung, p.a.	Merck	5.2
Borsäure, p.a.	Merck	5.2
Sepharose Protein G-Beads	PIERCE	A
Antikörper (Ziege Anti Maus IgG)	PIERCE	A

B.4 Abkürzungen

4-AAP	4-Aminoantipyrin
AAS	Atomabsorptionsspektrometer
CM-Methode	Chromatomembran-Methode
CM-Zelle	Chromatomembran-Zelle
D	Detektor
DDTC	Diethyldithiocarbaminat
FIA	Fließ-Injektions-Analyse
GC	Gaschromatographie
HKL	Hohlkathodenlampe
HPLC	High Pressure Liquid Chromatography Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatography
IC	Ionenchromatograph
ICP	Induktiv gekoppelte Plasmaspektrometrie
J-R-Zelle	Jet-Ring-Zelle
KW	Kohlenwasserstoff
MAK	Maximale Arbeitsplatzkonzentration
PAN	Peroxyacetylnitrat
PTFE	Polytetrafluorethylen
SIA	Sequentielle-Injektions-Analyse
UV	Ultraviolett
VIS	Visible (sichtbar)

B.5 Formelzeichen

Die hier verwendeten Symbole und Formelzeichen entsprechen den Normen DIN 1304, DIN 1945 und DIN EN 1213.

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
A	Phasengrenzfläche	m ²
a	Spezifische Phasengrenzfläche	m ⁻¹
c	Stoffmengenkonzentration	mol/l
CE	Konzentrationseffizienz (Concentration Efficiency)	s ⁻¹
D	Diffusionskoeffizient	m ² /s
DE	Dobsoneneinheit (DE)	10 ⁻³ cm × 1 atm
d	Durchmesser	m
EF	Anreicherungsfaktor (Enrichment Factor)	
f	Frequenz	Hz
f _s	Probefrequenz	h ⁻¹
I	Stromstärke	A
K	Verteilungskoeffizient	
K _C	Zellkonstante	m ⁻¹
k _{eff}	Effektive Geschwindigkeitskonstante	s ⁻¹
k _r	Reaktionsgeschwindigkeitskonstante	s ⁻¹
L	Länge (der Säulenpackung)	m
l	Elektrodenabstand	m
M	Molmasse	g/mol
m	Empfindlichkeit bzw. Steigung der Kalibriergeraden	
n	Stoffmenge	mol
n	Rührerdrehzahl	min ⁻¹
P	Phasen Transfer Faktor (Phase Transfer Factor)	
p	Druck	Pa
p _{PPe}	Druck der polaren Phase am Eingang	Pa
p _{PPA}	Druck der polaren Phase am Ausgang	Pa
p _{UPe}	Druck der unpolaren Phase am Eingang	Pa
p _{UPA}	Druck der unpolaren Phase am Ausgang	Pa
p _C	Kapillardruck	Pa
Δp _{PP}	Druckgradient der polaren Phase in den Makroporen	Pa
Δp _{UP}	Druckgradient der unpolaren Phase in den Mikroporen	Pa
q	Elektrodenoberfläche	m ²
r _K	Kapillarradius bzw. Porenradius	m
R	Widerstand	∠
R	Wiederfindungsrate (Recovery)	%
R ²	Korrelationskoeffizienten	
s	Schätzwert der Standardabweichung	
s ²	Varianz	
T	Absolute Temperatur	K

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
T	Transmission	
t	Zeit	s
t_R	Retentionszeit	s
U	Spannung	V
V	Volumen	l
\dot{V}	Volumenstrom oder Flußrate	ml/s oder cm^3/s
w	Strömungsgeschwindigkeit	m/s
We	Weber-Zahl	
x	Umsatz	
β	Stoffübergangskoeffizient	m/s
δ	Filmdicke der laminaren Grenzschicht	μm
λ	Wellenlänge	nm
θ	Randwinkel bzw. Kontaktwinkel	°
σ	Oberflächenspannung	kg/s^2
σ_{St}	Standardabweichung	
ν	Spezifische Leitfähigkeit	S/cm
κ	Molare Leitfähigkeit	$\text{S} \cdot \text{cm}^2/\text{mol}$
τ	Verweilzeit	s
Φ	Volumenanteil	%
ρ	Dichte	g/ml

B.6 Lebenslauf

Name: Holger Andreas Erxleben
Geburtstag: 07.Juli 1969
Geburtsort: Berlin
Staatsangehörigkeit: deutsch
Familienstand: ledig

Ausbildung

05.1989 Allgemeine Hochschulreife an der Lise-Meitner-Schule, Oberstufenzentrum Chemie, Physik und Biologie (Gymnasiale Oberstufe) in Berlin (Neukölln)
08.1989 bis 07.1990 Lise-Meitner-Schule, Oberstufenzentrum Chemie, Physik und Biologie (Fachoberschule) in Berlin (Neukölln)
07.1990 Chemisch-technischer Assistent
10.1990 bis 11.1995 Technische Universität Berlin
Thema der Diplomarbeit: "Untersuchung zur Spurenbestimmung von Arsen in Gasproben", bei Prof. Dr. G. Schulze, durchgeführt in den GASAG Berliner Gaswerken AG (Berlin), Zusammenarbeit mit und im Auftrag der Ruhrgas AG (Essen)
11.1995 Diplom-Chemiker
02.1996 bis 06.2000 Dissertation an der Freien Universität Berlin (FU Berlin),
Thema: "Die Extraktion in der Fließanalyse mit Hilfe der Chromatomembran-Zelle - Ein Beitrag zur automatisierten Probenvorbereitung für moderne Analysegeräte", bei Prof. Dr. J. Simon

Tätigkeiten

11.1995 bis 01.1996 Ergänzende Forschungen im Anschluß an die Diplomarbeit, durchgeführt in den GASAG Berliner Gaswerken AG (Berlin)
01.1996 bis 02.1998 Freier Mitarbeiter bei dem FachInformationsZentrum (FIZ) CHEMIE GmbH
Beschreibung der Tätigkeit:
Wissenschaftliche Literatur, sowohl in Deutsch als auch in Englisch, wurde gemäß den Bearbeitungsrichtlinien des Chemical Abstracts Service (CAS)/FIZ CHEMIE erfaßt. Als fertiges Produkt wurden Referate in englischer Sprache mit den dazugehörigen Schlüsselwörtern erstellt.
11.1996 bis 07.2000 Wissenschaftlicher Mitarbeiter an der FU Berlin, Betreuung verschiedener Praktika
10.1997 bis 02.1999 Durchführung der Vorlesung über Umweltchemie und -analytik an der FU Berlin
10.1998 Forschungsaufenthalt an der Universität in St. Petersburg, Rußland, bei Prof. Dr. L. N. Moskvina, Thema: "Gas-Flüssig-Extraktion von Ammoniak auf der Basis der Fließ-Injektions-Analyse unter Anwendung der Chromatomembran-Methode"
09.1999 bis 12.1999 Forschungsaufenthalt an der University of Washington in Seattle, USA, bei Prof. Dr. J. Ruzicka und Prof. Dr. G. D. Christian, Thema: "Quantitative Bestimmung von Antikörpern auf der Basis der Sequentiellen-Injektions-Analyse unter Anwendung der Jet-Ring-Zelle"