

6. Doktorandenseminar

des Deutschen Arbeitskreises für Analytische Spektroskopie
(DAAS) in der GDCh-Fachgruppe Analytische Chemie

20. - 21. September 2021

TAGUNGSBAND

Grußwort

Liebe Teilnehmerinnen und Teilnehmer des Doktorandenseminars,

wir begrüßen Sie herzlich zum 6. Doktorandenseminar des Deutschen Arbeitskreises für Analytische Spektroskopie (DAAS) in der GDCh-Fachgruppe Analytische Chemie. Wir freuen uns, dass wir das Doktorandenseminar für Sie ausrichten dürfen.

In diesem Jahr haben sich über 50 Teilnehmer angemeldet und es erwarten uns interessante Vorträge von Promovierenden aus den Bereichen Element- und Isotopenanalytik, Nanopartikel- und Mikroplastikanalytik, Bio- und Umweltanalytik sowie zu anderen spannenden Themen der Atom- und Molekülspektrometrie.

Die drei besten Vorträge werden mit Preisen ausgezeichnet. Alle Teilnehmerinnen und Teilnehmer sind am Nachmittag des zweiten Seminartages aufgefordert, die Vorträge der Promovierenden zu bewerten. Ihre Stimme zählt.

In diesem Jahr dürfen wir eine Vielzahl von Berufseinsteigern begrüßen, die ihre Karrierewege vorstellen und den Promovierenden über ihren Alltag in der Chemieindustrie, in einer Unternehmensberatung, bei einem Gerätehersteller oder in einer Forschungseinrichtung berichten. Wir freuen uns besonders, dass Frau Dr. Brandt-Bohne den ersten Seminartag mit einem Vortrag zum Thema Wissenschaftskommunikation eröffnet und dass Frau Brenner den zweiten Seminartag mit einem Workshop zum Thema Karriereberatung startet. Sie wird dann parallel zum Vortragsprogramm Einzelgespräche und Interviewtrainings mit den Vortragenden durchführen und wertvolle Hinweise zur ersten Bewerbung geben.

Neben dem wissenschaftlichen Programm wird es in den Pausen die Möglichkeit geben, sich zumindest virtuell auszutauschen und neue Kontakte zu knüpfen. Nutzen Sie dazu das Tool Gather und treffen Sie uns mit ihrer Kaffeetasche an der virtuellen Kaffeear.

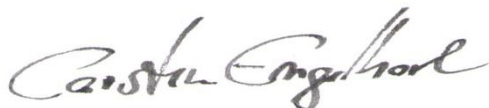
Abschließend möchten wir allen Sponsoren und Spendern herzlich für die Unterstützung des Doktorandenseminars danken.

Wir wünschen Ihnen ein spannendes Doktorandenseminar und beste Gesundheit.

Mit freundlichen Grüßen



Annika Schardt
für das Organisationsteam



Prof. Carsten Engelhard
für den AK DAAS und die Universität Siegen

Welcome

Dear participants,

We would like to welcome you to the 6th graduate student meeting of the German Working Group for Analytical Spectroscopy (DAAS) in the GDCh Division of Analytical Chemistry. We are pleased to host the online meeting for you.

This year, more than 50 participants have registered and we can expect interesting talks from graduate students in the fields of elemental and isotopic analysis, nanoparticle and microplastic analysis, bio- and environmental analysis as well as other exciting topics in atomic and molecular spectrometry.

Prizes will be awarded to the three best presentations. All participants are invited to rate the graduate students' presentations in the afternoon of the second day of the seminar. Your vote counts.

This year, we are pleased to welcome a large number of young professionals who will present their career paths and tell the graduate students about their everyday life in the chemical industry, in consulting, at a scientific instrument manufacturer or at a federal research institute.

We are particularly pleased that Dr. Brandt-Bohne will open the first day of the seminar with a talk on science communication and that Ms. Brenner will start the second day of the seminar with a workshop on career counseling. Ms. Brenner will be available to us for the entire day and, parallel to the lecture program, will conduct one-on-one coaching and interview training with graduate students and provide valuable advice on the first job application.

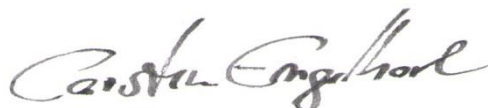
In addition to the scientific program, there will be the opportunity to exchange ideas and make new contacts, at least virtually, during the breaks. Please use the tool Gather and meet us with your coffee cup at the virtual coffee bar.

Finally, we would like to thank all sponsors and donors for their support of the meeting.

Sincerely



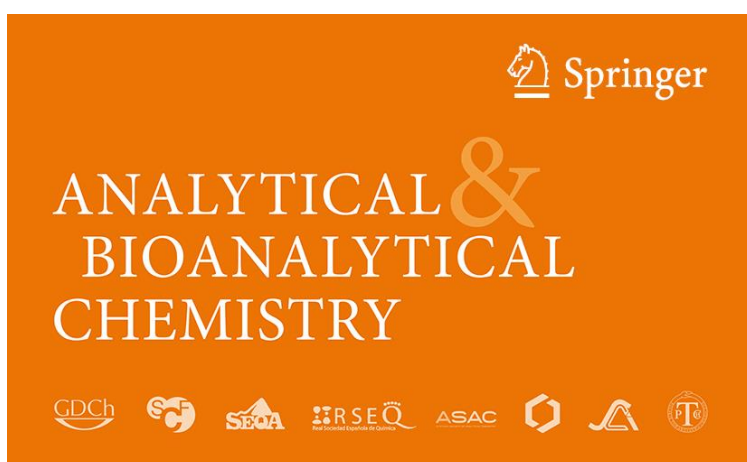
Annika Schardt
for the organizing team



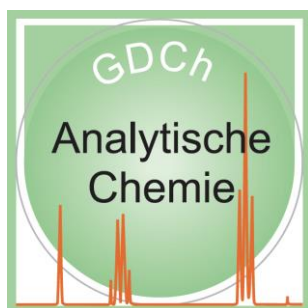
Prof. Carsten Engelhard
for the AK DAAS and the University of Siegen

Sponsoren

An dieser Stelle sei noch einmal allen Firmen und Sponsoren gedankt, die durch ihre großzügige Unterstützung auch in diesem Jahr wieder zum Gelingen des 6. Doktorandenseminars des Deutschen Arbeitskreises für Analytische Spektroskopie beigetragen haben.



GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER



Ebenso danken wir allen eingeladenen Sprechern für ihre Teilnahme und auch den Firmen und Organisationen, die ihren Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern die Teilnahme am Doktorandenseminar ermöglichen:

- Dr. Darya Mozhayeva und Dr. Martin Wende
BASF SE
- Dr. Maria Viehoff, Dr. Kevin Eckey und Dr. Ulrich Engel
Merck KGaA
- Dr. Christopher Kuhlmann
Shimadzu Deutschland GmbH
- Dr. Marvin Birka
Thescon GmbH
- Dr. Björn Meermann
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
- Dr. Torsten Vielhaber
Westfälische Wilhelms-Universität Münster

Außerdem möchten wir uns bei den Vertretern der Industrie bedanken, die uns einen Einblick in ihr Unternehmen und neueste Entwicklungen geben:

- Dr. Sabine Mann
S-Prep GmbH
- Dr. Derrick Quarles
Elemental Scientific Inc.
- Dr. Jakob Bierwagen
AHF analysentechnik AG
- Dr. Yvonne Schober
Agilent Technologies Sales & Services GmbH & Co. KG

Programmübersicht

Donnerstag, 16.09.2021	
10:00 - 11:00	Technik-Test für Vortragende (optional)
14:00 - 15:00	
17:00 - 18:00	

Montag, 20.09.2021	
08:30 – 09:00	Einführung <i>gather.town</i> für Teilnehmer (optional)
09:00 – 09:30	Morning Coffee – Foyer in <i>gather.town</i>
	<i>Vortragsraum</i>
09:30 – 09:45	Begrüßung – Prof. Carsten Engelhard
09:45 – 10:30	IL 1: Dr. Ulrike Brandt-Bohne „Warum Wissenschaftskommunikation sich lohnt und wie sie gelingen kann“ Chair: Maximilian Heide
10:30 – 11:10	Doktorandenvorträge Session A Chair: Maximilian Heide
	A1 <u>Carla Kirschbaum</u> , K. Greis, R. Young, E. M. Saied, G. Meijer, G. von Helden, B. L. J. Poed, S. J. Blanksby, C. Arenz, K. Pagel “Gas-Phase Infrared Spectroscopy in Superfluid Helium Droplets Localizes Sites of Unsaturation in Lipids”
	A2 <u>Sebastian Imperiale</u> , K. Morozova, M. Scampicchio „Optimierung einer HPLC-HRMS Methode für Targetanalyse von Milchfetten“
11:10 – 11:30	Kaffeepause
11:30 – 12:00	IL 2: Dr. Martin Wende und Dr. Darya Mozhayeva „Die Elementanalytik der BASF - Überblick und Einstieg“ Chair: Annika Schardt
12:00 – 12:40	Doktorandenvorträge Session B Chair: Annika Schardt
	B1 <u>Catharina Erbacher</u> , N. Flothkötter, M. Macke, C. D. Quarles, M. Sperling, J. Müller, U. Karst „A fast and automated separation and quantification method for bromine speciation in enzymatically digested DNA samples via IC-ICP-MS”
	B2 <u>Dariya Tikhmetova</u> , S. Faßbender, B. Meermann „Coupling of Capillary Electrophoresis with multicollector ICP-MS for species-specific isotope analysis of sulfur”
12:40 – 13:10	IL 3: Dr. Torsten Vielhaber „Der Klinische Chemiker – Naturwissenschaftler in der Labormedizin“ Chair: Annika Schardt
13:10 – 14:15	Mittagspause

14:15 – 14:45	IL 4: Dr. Maria Viehoff und Dr. Kevin Eckey „Berufsbilder bei Merck“ Chair: Annika Schardt
14:45 – 15:45	Doktorandenvorträge Session C Chair: Annika Schardt
	C1 <u>Svenja B. Seiffert</u> , A. Vennemann, E. Niehaves, S. Kröger, M. Wiemann, U. Karst „A calibration approach for the spatially and size-resolved analysis of CeO ₂ nanoparticles in tissue sections using LA-splICP-MS“
	C2 <u>Ilona D. Nordhorn</u> , A. Vennemann, M. Wiemann, U. Karst “Analysis of silver and gold nanoparticles in tissue samples by means of laser ablation-single particle ICP-MS”
	C3 <u>Marcus von der Au</u> , S. Faßbender, M. Chronakis, B. Meermann „ID-MDG-ICP-ToF-MS für die Größenquantifizierung von Nanopartikeln“
15:45 – 16:00	Kaffeepause
16:00 – 16:30	IL 5: Dr. Marvin Birka „Berufseinstieg und Karriere im Consulting – Als Chemiker bei Thescon die Zukunft mitgestalten“ Chair: Manuel Heinelt
16:30 – 17:00	Industrie Session 1 Chair: Manuel Heinelt
	I1 Dr. Sabine Mann "Dienstleistung, Wissenschaft, Außendienst und Familie – ein etwas anderer Weg in der analytischen Chemie"
	I2 Dr. Derrick Quarles " microFAST Single Cell – Complete and automated solution for single cell and nanoparticle ICPMS applications"
17:00	Schlusswort
18:00	Abendveranstaltung

Dienstag, 21.09.2021		
08:30 – 09:00	Morning Coffee	Foyer
		Vortragsraum
09:00 – 10:00	Workshop für Berufseinsteiger Doris Brenner "Demonstrate your strengths – how to successfully present yourself on the job market" Chair: Annika Schardt	
10:00 – 10:30	DAAS Preisverleihung Laudatio: Dr. Wolfgang Buscher, Dr. Ulrich Engel Vortrag des Preisträgers Dr. Gerrit Renner "Robuste Analytik von Mikroplastik – Methodenentwicklungen von Probenvorbereitung bis zur Auswertung" Chair: Prof. Carsten Engelhard	
10:30 – 10:50	Kaffeepause	
10:50 – 11:50	Doktorandenvorträge Session D Chair: Manuel Heinelt	
	D1	<u>Lennart Gehrenkemper</u> , F. Simon, M. von der Au, B. Meermann „Detection of PFAS pollution in environmental samples – A Fast & sensitive PFAS sum parameter method using HR-CS-GFMS“
	D2	<u>Ole Klein</u> , T. Zimmermann, D. Pröfrock „Enhanced detection of technologically critical elements in sediment digestions via ICP-MS/MS utilizing N ₂ O as a reaction gas“
	D3	<u>Karolin Sommer</u> , M. Sperling, U. Karst „Analysis of the Interaction of Gd-based Contrast Agents with Humic Substances via ICP-MS“
11:50 – 12:20	IL 6: Dr. Björn Meermann „Von Elementspezies, Isotopen und Zellen oder: wie kommt man eigentlich von Westfalen nach Berlin?“ Chair: Maximilian Heide	
12:20 – 13:20	Doktorandenvorträge Session E Chair: Maximilian Heide	
	E1	<u>Sven Winkler</u> , N.-H. Bings „Erprobung der <i>halo</i> -FAPA als Anregungsquelle für die organische Molekülspektrometrie“
	E2	<u>Marcel Macke</u> , J.-C. Müller, R. M. R. Olivier, A. U. Steinbicker, U. Karst “Investigating the Wash-Out Effect of Intravenous Iron During Perioperative Cell Salvage Using Complementary Approaches of Speciation Analysis”
	E3	<u>Adelina-Elisa Dinter</u> , B. An, N. Wurzler, A. Koerdt, B. Meermann „Development of a single cell-ICP-ToF-MS-method for multielement analysis of MIC organisms grown on solid steel samples“

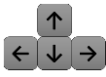
13:20 – 14:30	Mittagspause
14:30 – 15:00	Workshop Dr. Ulrich Engel und Dr. Martin Wende „Welcome to the "dark side" of Analytics - we have cookies!" Chair: Manuel Heinelt
15:00 – 16:00	Doktorandenvorträge Session F Chair: Manuel Heinelt
	F1 <u>Daniel Paszek</u> , J. G. Deichmann, N. H. Bings, M. Baßler „Entwicklung eines on-chip-DOD-Aerosolgenerators für die Probenzuführung in der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie“
	F2 <u>Anera Kazlagic</u> , F. F. Russo, J. Vogl, G. J. G. Gluth, D. Stephan „Towards developing a sample preparation procedure for Sr ($^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$) isotope analysis in cement“
	F3 <u>René Klauer</u> , A. Fels und N.-H. Bings „Erprobung einer elektrothermischen Verdampfungseinheit mit beheizbarer Wolframwendel für die Zuführung von komplexen Proben in der ICP-MS“
16:00 – 16:10	Wahl der besten Vorträge (Stimmabgabe)
	Gruppenbild
16:10 – 16:20	Kaffeepause
16:20 – 16:50	Industrie Session 2 Chair: Annika Schardt
	I3 Dr. Jakob Bierwagen " Was kommt danach? Berufsbild eines Physikochemikers in einem KMU"
	I4 Dr. Yvonne Schober " Agilent Technologies – Transforming Labs That Transform the World"
17:20 – 17:50	IL 7: Dr. Christopher Kuhlmann „Von der Uni in die Wirtschaft – Abschluss geschafft, und was jetzt?“ Chair: Maximilian Heide
17:50	Preisverleihung und Verabschiedung

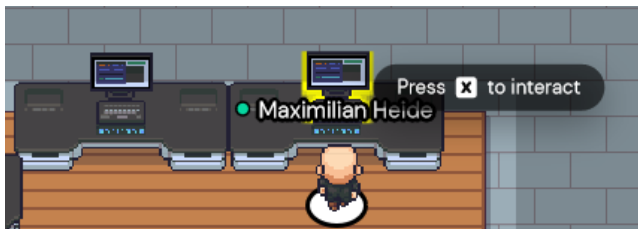
Dienstag, 21.09.2021		
08:30 – 09:00	Morning Coffee	
		Foyer
		Vortragsraum
09:00 – 10:00	Workshop für Berufseinsteiger Doris Brenner "Demonstrate your strengths – how to successfully present yourself on the job market" Chair: Annika Schardt	
		Workshop Raum
Ab 10:30 Uhr	Einzel-Coaching für Berufseinsteiger	
10:30 – 11:00	W1	Doris Brenner & Promovierende/r
11:00 – 11:30	W2	Doris Brenner & Promovierende/r
11:30 – 12:00	W3	Doris Brenner & Promovierende/r
12:30 – 13:00	W4	Doris Brenner & Promovierende/r
13:00 – 13:30	W5	Doris Brenner & Promovierende/r
13:30 – 14:00	W6	Doris Brenner & Promovierende/r
14:00 – 14:30	W7	Doris Brenner & Promovierende/r
15:00 – 15:30	W8	Doris Brenner & Promovierende/r
15:30 – 16:00	W9	Doris Brenner & Promovierende/r
16:10 – 16:40	W10	Doris Brenner & Promovierende/r
16:40 – 17:10	W11	Doris Brenner & Promovierende/r

Allgemeine Hinweise

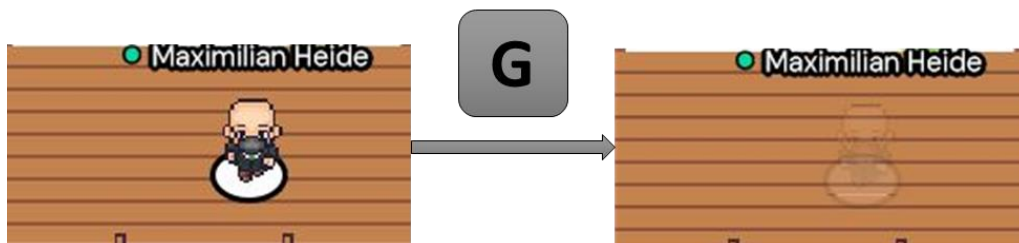
Virtueller Tagungsort gather.town - Tutorial

Um das Doktorandenseminar trotz seines virtuellen Charakters etwas immersiver zu gestalten, wird die Plattform **gather.town** genutzt. Hier besteht die Möglichkeit, sich in einem frei gestaltbaren Raum mit einem Avatar zu bewegen und dabei aktiv mit anderen Teilnehmern sowie der Umgebung zu interagieren. Hinzu kommt, dass in einem gewissen Interaktionsradius ein Videochat mit den anderen Teilnehmern ermöglicht wird. Im Folgenden werden die wichtigsten Steuerungselemente erläutert.

- Zum Bewegen werden  oder  genutzt.
- Um mit Objekten zu interagieren **X** drücken, dies wird auch eingeblendet. Über diese Funktion kann auch ein Link zu einem Zoom-Meeting geöffnet werden, um z.B. im Main Conference Room einem Vortrag zu folgen.



- Im Falle einer Blockade durch andere Personen kann durch Drücken und Halten von **G** in den Geistermodus gewechselt werden. In diesem Modus kann der Avatar durch andere Teilnehmer „hindurchlaufen“.
- Im linken Bereich der gather.town-Oberfläche ist folgende Leiste zu finden





Einstellungen: Hier können persönliche Einstellungen (Kamera, Mikrofon, ...) angepasst werden.

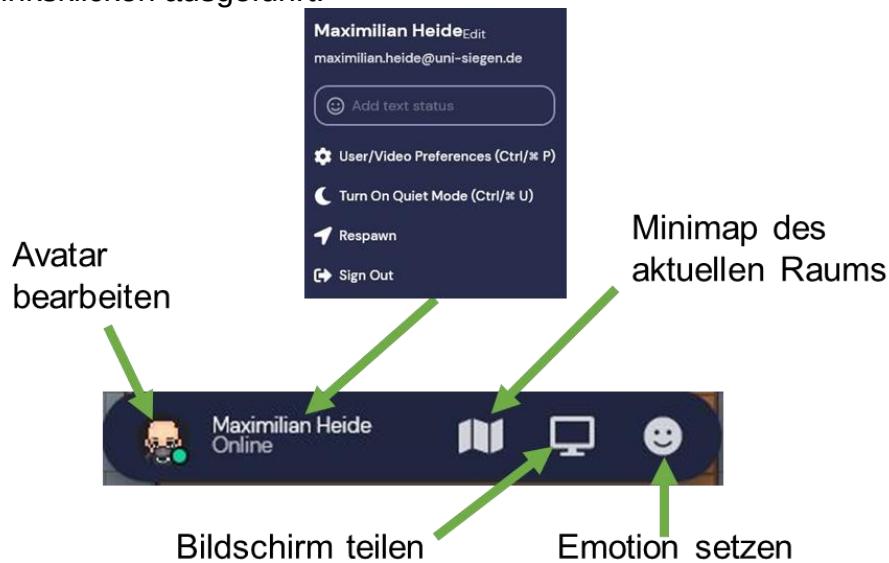
Baufunktion: Für Teilnehmende unwichtig.

Kalenderfunktion: Hier kann ein Kalender eingebettet werden.

Chat: Hier können Nachrichten an alle oder an Einzelpersonen gesendet werden.

Teilnehmende: Hier werden alle Teilnehmenden im virtuellen Raum angezeigt. Dies hilft, mit bestimmten Teilnehmern direkt zu interagieren.

- Unten in der Mitte der gather.town-Oberfläche findet man eine Statusleiste. Die Funktionen, die durch die grünen Pfeile gekennzeichnet sind, werden durch Linksklicken ausgeführt.



- Rechts unten gibt es eine Übersicht über die eigene Präsenz, in der das aktuelle Kamerabild gestreamt wird und in der man die Kamera und das Mikrofon jeweils ein- und ausschalten kann.



Bei zusätzlichen Fragen oder Problemen, die durch dieses kurze Tutorial nicht geklärt werden können, sind wir natürlich immer für euch da und versuchen diese schnellstens zu bearbeiten.

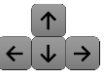
Hinweis: Nach bisherigen Tests haben die gängigen Browser, sprich Google Chrome, Mozilla Firefox, Microsoft Edge, Safari, tadellos funktioniert. Bei anderen Browsern können wir keine Erfahrungswerte angeben, deshalb sprechen wir eine Empfehlung für die oben genannten Programme aus.

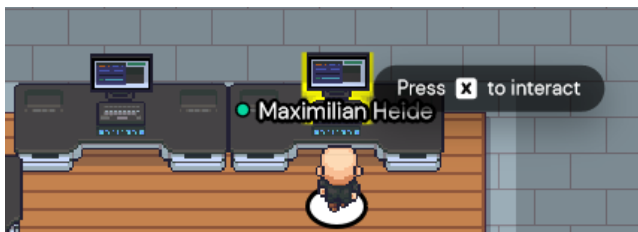
Zoom: Während des Seminars werden die einzelnen Programmpunkte extern auf Zoom abgehalten. Die Zoom-Räume können über gather.town via Interaktion betreten werden. Wichtig für die Teilnehmenden ist, die aktuellste Zoom-Version herunterzuladen, um einen reibungslosen Ablauf gewährleisten zu können.

Virtual meeting place gather.town - Tutorial

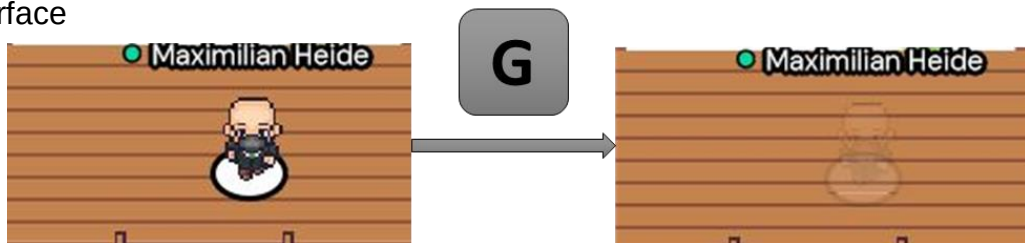
In order to make the graduate student seminar more immersive, we use the **gather.town** platform. It provides the possibility to move around in a freely configurable space with an avatar and to actively interact with other participants and the environment. In addition, a video chat with other participants is made possible within a certain radius.

In the following, the main control features will be explained:

- To move around, use  or .
- To interact with objects, press **X**, which is also indicated, when you are close to the object. Via this function you can also open Zoom links, e.g. to follow a lecture in the main conference room.



- In case of a blockage by other avatars, press and hold **G**, which will initiate the ghost mode. In this mode, it is possible to walk through other avatars.
- The following control panel can be found in the left area of the gather.town user interface



Settings: Personal settings can be adjusted (camera, microphone, ..).

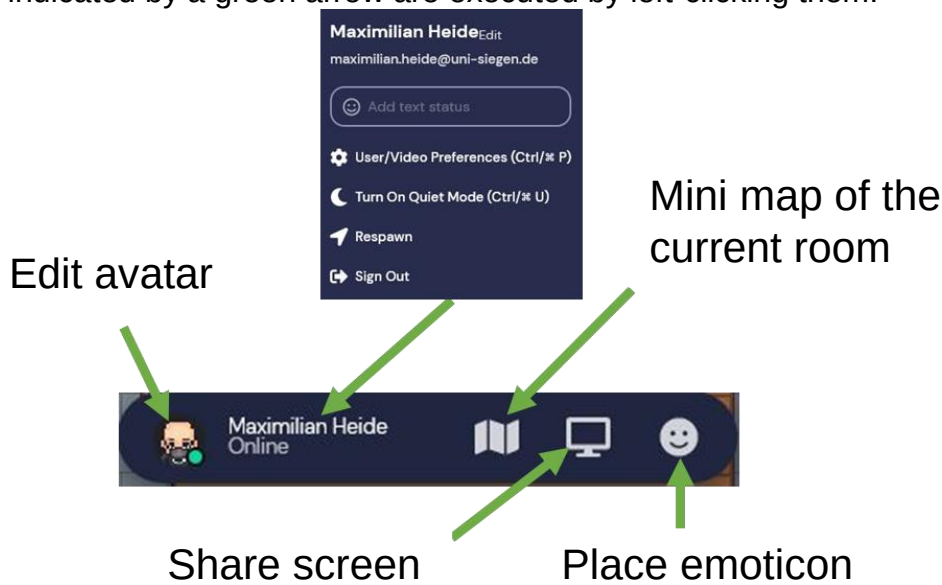
Building function: Not of interest for participants.

Calendar: A calendar can be embedded here.

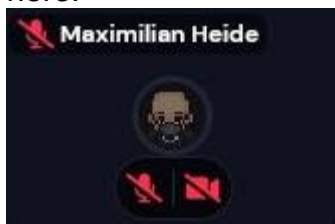
Chat: Messages may be sent to individuals or all participants.

Participants: All participants in a virtual room are shown here. This may help to interact directly with certain individual participants.

- At the bottom center of the gather.town interface is a status bar. The functions indicated by a green arrow are executed by left-clicking them.



- At the right bottom is an overview of your own virtual presence, which streams the current camera image. Camera and microphone can be switched on and off here.



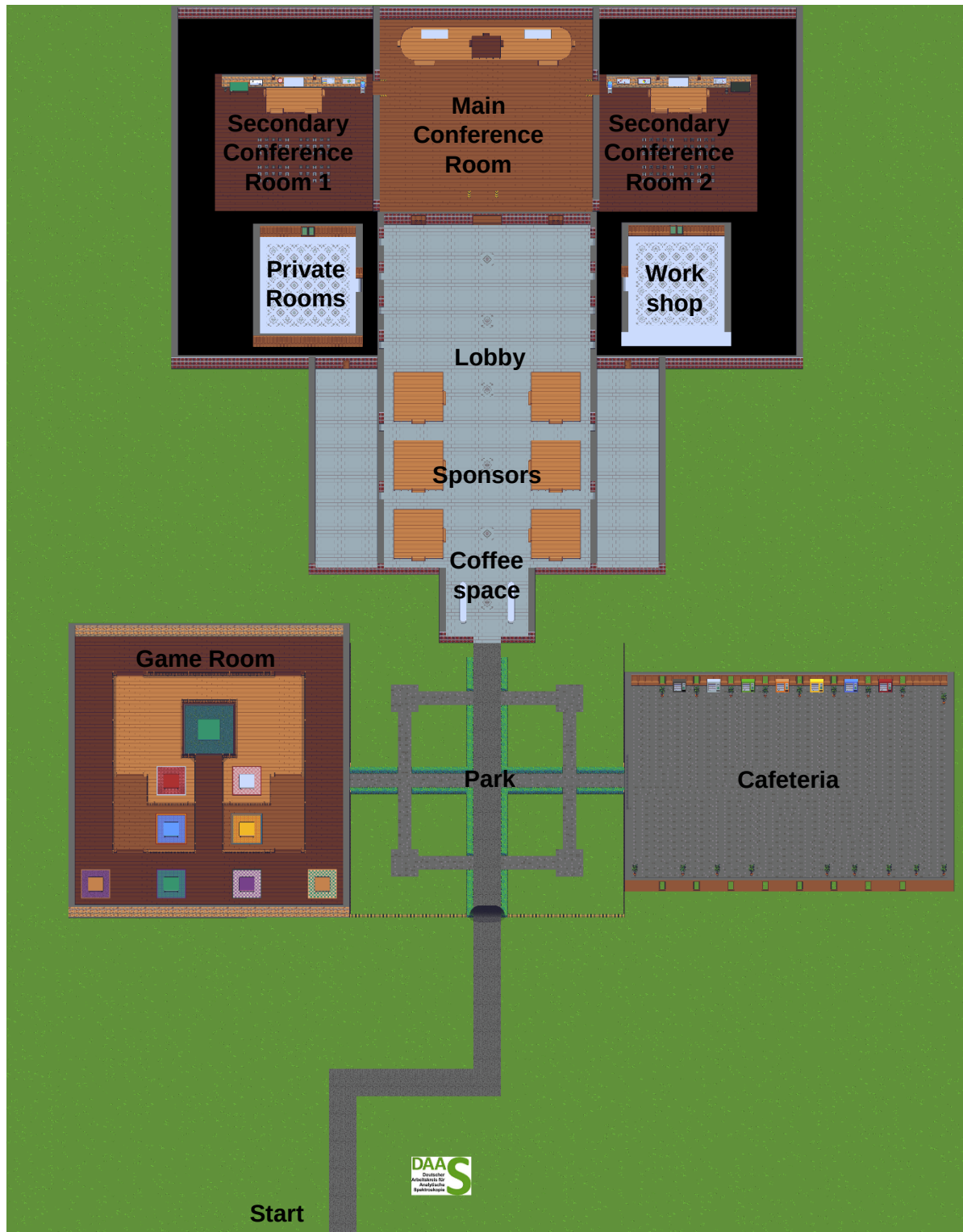
If you have further questions or problems, which are not covered by this short tutorial, please contact us and we will help to clarify them.

Note: We tested the common browsers Google Chrome, Mozilla Firefox, Microsoft Edge, and Safari and everything worked smoothly. We therefore recommend to use one of them to join the seminar.

Zoom: The individual lectures and workshops during the seminar will take place via Zoom. Zoom meetings can be entered by interaction with a corresponding link in the conference rooms in gather.town (see above). It is important to use the most current version of Zoom to ensure smooth operation.

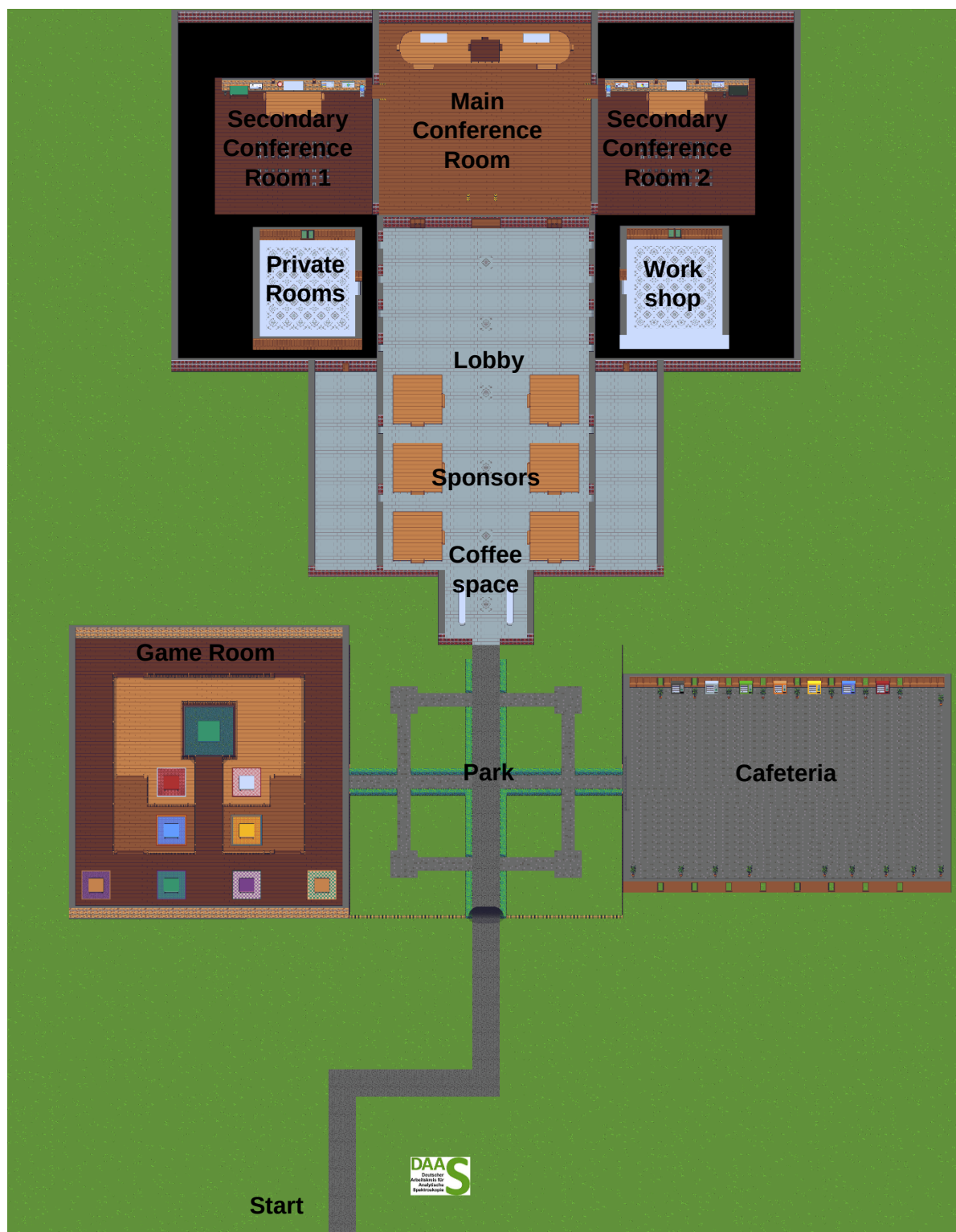
Mini Map GatherTown

Um sich schnell zurecht zu finden, kann man hier den virtuellen Campus der Konferenz vorab anschauen. Neben den Hörsälen und Workshop-Räumen gibt es eine Lobby, in welcher sich die Sponsoren und auch eine kleine Kaffeebar befinden. Zusätzlich gibt es Räume für abgegrenzte Zusammenkünfte von kleineren Gruppen.



Mini Map GatherTown

To find your way around quickly, you can take a look at the virtual campus of the conference here. In addition to the lecture halls and workshop rooms, there is a lobby, in which the sponsors and a small coffee bar are located. In addition, there are rooms for separate meetings of smaller groups.



Ansprechpartner Organisation

Annika Schardt, M. Sc.

Tel.: +49 (0) 271 740-4190

E-Mail: Annika.Schardt@uni-siegen.de

Maximilian Heide, M. Sc.

Tel.: +49 (0) 271 740-4190

E-Mail: Maximilian.Heide@uni-siegen.de

Ansprechpartner Sponsoren

Prof. Carsten Engelhard

Tel.: +49 (0) 271 740-2040

E-Mail: ce@uni-siegen.de

Universität Siegen

Department Chemie und Biologie

Adolf-Reichwein-Str. 2

57076 Siegen

E-Mail: doktorandenseminar2021@uni-siegen.de

Internet: <https://daas-doktorandenseminar.de/>

Abstracts Vorträge

A1: Gas-Phase Infrared Spectroscopy in Superfluid Helium Droplets Localizes Sites of Unsaturation in Lipids

C. Kirschbaum, K. Greis, R. Young, E. M. Saied, G. Meijer, G. von Helden,
B. L. J. Poad, S. J. Blanksby, C. Arenz and K. Pagel

Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Abteilung Molekülphysik,
Faradayweg 4-6, 14195 Berlin

and

Freie Universität Berlin, Institut für Chemie und Biochemie, Arnimallee 22, 14195
Berlin

Lipids are essential biomolecules occurring as edible oils, scaffolds of cell membranes, and hormones. Their structural variety is as vast as their manifold functions, and it is a well-accepted fact that minute structural alterations can crucially influence the biological functionality of a lipid. Lipid analysis must therefore cover all levels of complexity down to the structural details and distinguish between isomers. One very important feature in the structure of unsaturated lipids is the position of C=C double bonds, which influences health and disease. However, mass spectrometry alone cannot distinguish between double bond isomers. Gas-phase infrared (IR) spectroscopy, on the other hand, is a structure-sensitive technique that can reveal subtle structural differences between ions of identical mass. To increase the spectral resolution, analyte ions can be embedded in superfluid helium droplets that act as cryostats preventing ion heating. As C=C vibrations are neither intense nor diagnostic for the position of double bonds, the concept of double bond sensors was developed. Inspired by sphingolipids, which carry a primary amine as an intrinsic probe, covalent and non-covalent double bond sensors were tested for their ability to localize sites of unsaturation in fatty acids.^{1,2} The performance of the most promising derivatization strategy was showcased for lipid extracts from different cancer cell lines expressing varying levels of fatty acids with unusual double bond positions.

- (1) Kirschbaum, C.; Saied, E. M.; Greis, K.; Mucha, E.; Gewinner, S.; Schöllkopf, W.; Meijer, G.; von Helden, G.; Poad, B. L. J.; Blanksby, S. J. et al. Resolving Sphingolipid Isomers Using Cryogenic Infrared Spectroscopy. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2020**, *59*, 13638-13642.
- (2) Kirschbaum, C.; Greis, K.; Lettow, M.; Gewinner, S.; Schöllkopf, W.; Meijer, G.; von Helden, G.; Pagel, K. Non-Covalent Double Bond Sensors for Gas-Phase Infrared Spectroscopy of Unsaturated Fatty Acids. *Anal. Bioanal. Chem.* **2021**, *413*, 3643-3653.

A2: Optimierung einer HPLC-HRMS Methode für Targetanalyse von MilCHFetten

S. Imperiale, K. Morozova und M. Scampicchio

Freie Universität Bozen, Fakultät für Naturwissenschaften und Technik,
Universitätsplatz 5, 39100 Bozen

Milchfett ist eine komplexe biologische Matrix. Sie setzt sich aus vielen verschiedenen Fettklassen zusammen, welche jeweils aus zahlreichen unterschiedlichen Lipidspezies bestehen. Triglyceride (TAGs) sind dabei die meistvertretene Lipidklasse in Milchfett. Die Analyse von Milchfett mittels HPLC-HRMS kann Auskunft über die Beschaffenheit des Milch-Lipidoms geben. Der Umfang an erhaltenen Informationen und die Erfassung von Targetmolekülen innerhalb des Milch-Lipidoms bringt jedoch große Herausforderungen mit sich. Aus diesem Grund wurden in dieser Arbeit die Messparameter des Q-Exactive Orbitrap Massenspektrometers gekoppelt mit HPLC für die Targetanalyse von TAGs in Milch optimiert. Die Auswirkungen der Auflösung (17500, 35000, 70000 und 140000) und des automatic gain control (AGC) Targets (2×10^4 , 2×10^5 , 1×10^6 und 3×10^6) auf die Injektionszeit und die Anzahl von erfassten Scans pro Peak wurden für das Referenz-TAG Trimargarin untersucht. Daraufhin wurde der Effekt variierender Flussrate (150-300 $\mu\text{l}/\text{min}$) auf die Peak-Form und die Trimargarin-Acquisition über das HPLC System untersucht. Die optimalen Messparameter wurden bei einer Flussrate von 200 $\mu\text{l}/\text{min}$, einer Auflösung von 35000 und einem AGC-Target von 2×10^5 erreicht. Anschließend wurden die optimierten HPLC-HRMS Parameter zur Analyse eines Milchfett-Extraktes herangezogen. Eine optimale Erfassung des Milch TAG-Profiles konnte dadurch erzielt werden. Die in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse können als Unterstützung Lipidomic gestützter Workflows fungieren und darüber hinaus auf andere Matrices übertragen werden.

Wir bedanken uns bei der EU für die finanzielle Unterstützung des EFRE-1129 Projekt Heumilch (CUP: H36H19000000007).

B1: A fast and automated separation and quantification method for bromine speciation in enzymatically digested DNA samples via IC-ICP-MS

C. Erbacher, N. Flothkötter, M. Macke, C. D. Quarles, M. Sperling, J. Müller und U. Karst

University of Münster, Institute for Inorganic and Analytical Chemistry,
Corrensstr. 28/30, 48149 Münster

Recently, there has been a rising interest in using DNA in material sciences, which has led to the question of whether DNA is able to transfer electrical charges. This is of particular relevance for the implementation in nanotechnological applications like molecular wires. Therefore, a fast and automated separation and quantification method for bromide and the artificial nucleoside 5-bromo-2'-deoxyuridine (5-BrdU) via hyphenation of ion exchange chromatography (IC) and inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) is presented in this study. The analysis of these two species is relevant to monitor the transfer of electrons along metal-mediated DNA base pairs. 5-BrdU, which is implemented into the DNA sequence, releases bromide upon one electron reduction after efficient electron transfer along the DNA. The concentrations of 5-BrdU and bromide in enzymatically digested DNA samples can therefore be used as a marker for the efficiency of electron transfer along the DNA helix. A large number of samples was analyzed using an automated IC system. This platform enables time-efficient external calibration by inline dilution of a stock solution. Due to the fast separation of the two bromine species in less than 90 s, the developed method is suitable for screening applications with a multitude of samples. Despite the isobaric interferences and a low degree of ionization for bromine detection via ICP-MS the method has a limit of detection of 30 ng/L which is approximately an order of magnitude lower than a comparable method using reversed phase high performance liquid chromatography and ICP-MS.

B2: Coupling of Capillary Electrophoresis with multicollector ICP-MS for species-specific isotope analysis of sulfur

D. Tukhmetova, S. Faßbender, B. Meermann

Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Division 1.1 – Inorganic Trace Analysis, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

Sulfur is present in all proteins, in peptides and several other important biomolecules. Species-specific isotopic analysis of sulfur could offer detailed understanding of (bio)chemical and physiological processes. Therefore, efficient separation techniques coupled with reliable detection is required to measure slight variations in isotope ratio values in complex biological samples. As a proof of concept, capillary electrophoresis was coupled on-line with multicollector ICP-MS (CE/MC-ICP-MS) to separate naturally present sulphate from river water. Stable interfacing between CE and ICP was developed to provide reliable measurement. Open-source R programming language was used to perform automatic evaluation of transient signals in terms of isotope ratios to choose most suitable one among four known approaches. The on-line method was compared with traditional off-line method of separating analyte from matrix with ion exchange chromatography followed by MC-ICP-MS. Repeatability of the sulfate- $\delta^{34}\text{S}$ value obtained with the on-line method was only two times higher than the off-line one, 0.57‰ (2SD) and (0.30‰, $n = 68$), respectively. Furthermore, the method is extended for the application for complex biological samples. This study includes initial results of analysis of animal blood serum to determine sulfur isotope ratio variations in Albumin fraction. The CE parameters of blood serum separation were modified to be compatible with MC-ICP-MS. Mass bias caused by instrumental mass discrimination is corrected externally by sample-standard bracketing procedure using matrix-match standard. The method presented in this study contributes to better understanding of the link between isotope ratio (δ) values and certain diseases in animal as well as in human body and might be a powerful diagnostic tool in the future.

C1: A calibration approach for the spatially and size-resolved analysis of CeO₂ nanoparticles in tissue sections using LA-splCP-MS

Svenja B. Seiffert, Antje Vennemann, Erik Niehaves, Sabrina Kröger, Martin Wiemann, Uwe Karst

Advanced Materials & Systems Research, Elemental Analysis, BASF SE,
Carl-Bosch-Straße 38, 67056 Ludwigshafen am Rhein

Nowadays, nanomaterials are used in a wide range of applications such as consumer products, medical applications and in the field of catalysis. In the latter, automotive industries utilize CeO₂ nanoparticles due their special redox properties. Markable amounts of CeO₂ nanoparticles may thus be released into ambient air *via* the exhaust gases, posing a potential risk to human health. Several animal studies demonstrated that CeO₂ nanoparticles induce acute and chronic lung inflammation and, once in the blood circulatory system, are distributed in remote organs.

However, the distribution and size of CeO₂ nanoparticles in remote organs are not well understood as classical analytical methods provide limited information. They often only allow to obtain either the size of nanoparticles *via* tissue digestion or spatially resolved information. Here, we overcome this bottleneck by using laser ablation and single particle inductively coupled plasma-mass spectrometry (LA-splCP-MS) to investigate dissolution or aggregation by sizing and localizing of CeO₂ nanoparticles directly in tissue sections. Additionally, microsecond dwell times allow to distinguish between signals for dissolved material and nanoparticles, thus leading to improved particle resolution.

As no CeO₂ nanoparticles with narrow size distribution are commercially available, a quantification strategy using aqueous dissolved standards and matrix-matched gelatin standards to size and localize CeO₂ in liver and spleen from rats was developed. Analyses were performed after 3 hours, 3 days and 3 weeks following a single intratracheal instillation of 0.6 mg CeO₂ nanoparticles.

Our data indicate increasing particle size over the time. Additionally, hardly any dissolution was observed, thus confirming the chemical stability of CeO₂ nanoparticles in the organism after entering the body *via* the lung.

C2: Analysis of silver and gold nanoparticles in tissue samples by means of laser ablation-single particle ICP-MS

I. D. Nordhorn, A. Vennemann, M. Wiemann and Uwe Karst

University of Münster, Institute of Inorganic and Analytical Chemistry, Corrensstraße
28/30, 48149 Münster

Size distributions analysis by single particle inductively coupled plasma-mass spectrometry (spICP-MS) is widely used to investigate nanoparticle suspensions. Here, information about the particle size and number concentration as well as the elemental composition is obtained. In combination with a laser ablation (LA) system, spICP-MS analysis can be performed directly for solid samples without the need for additional sample preparation steps such as digestion or extraction. Furthermore, the spatial information of the nanoparticle distribution is preserved. As LA-spICP-MS is still an emerging technique, critical parameters and limitations have to be identified. We therefore evaluated the influence of several laser ablation parameters as spot size, scan speed, and laser fluence on the particle size distribution by analyzing gold nanoparticles of known sizes embedded in gelatin. The developed method was then applied to biological samples by analyzing tissue thin sections from rats that were exposed to gold and silver nanoparticles (NP) by intratracheal instillation. AuNP were found to stay intact and do not tend to agglomerate or disintegrate during translocation and within 3 days of capture in the splenic parenchyma. The analysis of AgNP was of special interest as they can be a source of toxic Ag^+ . Monitoring the size distribution can reveal the possible release of Ag^+ from AgNP within the tissue and contribute to the understanding of the toxicity mechanism of AgNP. In our study, we analyzed liver thin sections of rats exposed to AgNP of different size distributions and surface modifications. Our results show that applying LA-spICP-MS for size distribution analysis in extrapulmonary organs is a powerful tool to access the particle translocation from the lungs to remote organs. With this method, the distribution of nanoparticles in organ tissues as well as particle degradation or aggregation can be monitored.

C3: ID-MDG-ICP-ToF-MS für die Größenquantifizierung von Nanopartikeln

M. von der Au, S. Faßbender, M. Chronakis und B. Meermann

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Fachbereich 1.1 Anorganische
Spurenanalytik, Richard-Willstätter-Straße 11, 12489, Berlin

In den vergangenen Jahren ist die Freisetzung von Nanopartikeln in die Umwelt, nicht zuletzt durch ihren rasch anwachsenden Marktanteil, stark gestiegen. Durch die stark abweichenden Eigenschaften von Nanopartikeln gegenüber Bulkmaterialien ist die Erfassung und Bewertung von Nanopartikeln in der Umwelt eine wichtige Fragestellung an die Umweltanalytik.

Eine etablierte Methode zur Erfassung von Art und Größe von Nanopartikeln ist die ICP-MS. Hierbei werden diese als Suspension in das Plasma des Massenspektrometers eingetragen und die Partikel als „Events“ erfasst. Neben dem Einfluss der Matrix, die neben der Überlagerung des Eventsignals auch zur Ionensuppression und damit zur Unterbewertung führen kann, ist auch die Kalibrierung mit ionischen Standards nicht trivial. Hierbei spielt die Transporteffizienz eine große Rolle, da sie bei ionischen Standards einen Einfluss auf die Signalintensität hat, während sie bei Partikeln einen Einfluss auf die Häufigkeit von erfassten Events hat.

Um diese beiden Probleme - Transporteffizienz und Ionensuppression - zu umgehen wurde in dieser Arbeit eine Isotopenverdünnungsmethode (ID) mit einem Microdroplet Generator (MDG) als Eintragssystem gekoppelt an ein ICP-ToF-MS genutzt. Das ICP-ToF-MS hat für die ID den Vorteil, dass in einzelnen Partikeln Isotopenpatterns gemessen werden können.

Am Beispiel von Platinnanopartikeln konnte gezeigt werden, dass es möglich ist über das bekannte Volumen des Tröpfchens, welches durch den MDG erzeugt wurde, mittels Isotopenverdünnung die Größe der verwendeten Partikel korrekt zu bestimmen. Bei dieser Methode entfallen die sonst üblicherweise aufwändig zu bestimmende Transporteffizienz sowie das Ansetzen und Messen einer externen Kalibrierung. Dies macht die entwickelte Methode sehr schnell und robust.

D1: Detection of PFAS pollution in environmental samples –

A Fast & sensitive PFAS sum parameter method using HR-CS-GFMS

L. Gehrenkemper, F. Simon, M. von der Au, B. Meermann

Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Division 1.1 - Inorganic Trace Analysis, Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

The substance class of per- and polyfluorinated alkyl substances (PFAS) comprises more than 5200 organic compounds. PFAS are completely fluorinated on at least one carbon atom. They are associated with negative impacts on human and animal health, are extremely persistent in the environment, and bioaccumulate along food chains. Therefore, PFAS are classified as emerging pollutants. At the same time, their physicochemical properties make them attractive for use in diverse technical applications. They are both hydrophobic and lipophobic and show high thermal as well as chemical resistance due to the strong C-F bond.

First regulations of some PFAS in combination with the technically excellent properties generated an innovation pressure and led to an enormous increase in the number of fluorinated substitution compounds. Due to the increasing complexity of this substance class, target analysis is not able to cover such a variety and multitude of analytes.

Therefore, a suitable PFAS sum parameter method is necessary for an accurate detection of PFAS pollution in the environment, the identification of PFAS hotspots and an evaluation of appropriate remediation measures.

Here we provide insights into the current state of PFAS sum parameter development and present our latest results on method development for the quantitative analysis of PFAS as extractable organically bound fluorine (EOF) in environmental samples using high-resolution molecular absorption spectrometry (HR-CS-GFMS). For this purpose, we optimized the extraction of PFAS from different solid matrices with simultaneous separation of inorganic fluoride. For quantification resulting extracts were measured using a fluorine specific HR-CS-GFMS method. By adding gallium salt solutions as modifiers in HR-CS-GFMS, fluorine can be indirectly quantified very selectively by the *in situ* formation of GaF with low limits of quantification (instrumental LOQ $c(\text{F}) < 3 \mu\text{g/L}$). Here we will show results from real soil samples from sites with and without known contamination.

D2: Enhanced detection of technologically critical elements in sediment digestions via ICP-MS/MS utilizing N₂O as a reaction gas

Ole Klein^{a,b}, Tristan Zimmermann^a and Daniel Pröfrock^a

^a Helmholtz-Zentrum Hereon, Institute of Coastal Environmental Chemistry, Max-Planck Str. 1, 21502 Geesthacht, Germany

^b Universität Hamburg, Department of Chemistry, Inorganic and Applied Chemistry, Martin-Luther-King-Platz 6, 20146 Hamburg, Germany

Technologically critical elements (TCEs) play a key role in modern high- technologies. Thus, the investigation of TCEs as potential new, emerging pollutants is a constantly rising field of interest in environmental research. However, up to now for most TCEs the assessment of potential (eco)toxicological effects on humans and the environment is still hampered by a lack of data. Especially low concentrations of TCEs in environmental matrices ($\mu\text{g kg}^{-1}$ or lower) often result in complex and time-consuming sample preparation. The aim of this study is to develop a new multi-element ICP-MS/MS-based approach for the determination of all key TCEs (Sc, Ga, Ge, Nb, In, Te, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Yb, Lu, Ta) in sediments, thus making this approach available to one of the most important matrices for environmental research. Here N₂O is used as a reaction gas, which enables higher oxide formation for many TCEs compared to the frequently used O₂. Thus, improved selectivity and sensitivity can be achieved resulting in LODs between $0.00023 \mu\text{g L}^{-1}$ (Eu) and $0.13 \mu\text{g L}^{-1}$ (Te) for all analyzed TCEs. Additionally for every TCE, except Te, recoveries between 80% and 112% were obtained for at least one of the analyzed reference materials (GBW 07313, GBW 07311, and BCR-2).

D3: Analysis of the Interaction of Gd-based Contrast Agents with Humic Substances *via* ICP-MS

K. Sommer, M. Sperling, U. Karst

University of Münster, Institute for Inorganic and Analytical Chemistry,
Corrensstr. 28/30, 48149 Münster

Gd-based contrast agents (GBCAs) are the most frequently used class of contrast agents for magnetic resonance imaging. Due to the toxicity of free Gd^{3+} , it is administered in the form of stable complexes to prevent its toxic reactions in the body. Depending on the complexing agent, they are classified as either linear or macrocyclic GBCAs, where the macrocyclic contrast agents are the more stable complexes. Since only a small portion of the administered and excreted GBCAs is eliminated by sewage treatment plants, large amounts of contrast agents are released into the environment. Consequently, GBCAs can be detected in surface and drinking waters, especially in densely populated areas, with their ultimate fate being yet unclear. A class of potential environmental binding partners for GBCAs are humic substances, a mixture of high molecular weight organic compounds formed during the decay of plants.

By using a combined approach of ultracentrifugation and size exclusion chromatography – inductively coupled plasma – mass spectrometry (SEC-ICP-MS), the adduct formation of different GBCAs with humic substances was studied to gain further insight into possible distribution pathways of the contrast agents in the environment.

Ultracentrifugation of GBCA and humic substance mixtures results in the fractionation of compounds of high and low molecular weight and therefore offers the possibility to discriminate between intact GBCAs and Gd-humic substance adducts. The total Gd content in each fraction was determined *via* flow injection-ICP-MS, while SEC-ICP-MS provided information on the Gd-species, present.

This way, the binding behaviour of one macrocyclic and one linear contrast agent was compared in order to assess if humic substances are a feasible environmental binding partner for these compounds and to evaluate the influence of the complexing agent on their adduct formation.

E1: Erprobung der *halo*-FAPA als Anregungsquelle für die organische Molekülspektrometrie

S. Winkler und N.-H. Bings

Johannes Gutenberg-Universität Mainz, Department Chemie,
Duesbergweg 10-14, 55128 Mainz

Analytische Plasmen können in der Spektrochemie sowohl als Ionisations- und Anregungsquellen dienen und stellen somit essenzielle Bestandteile von massenspektrometrischen (MS) wie auch optisch-emissionsspektrometrischen (OES) Analysensystemen dar. Eine plasmabasierte Ionisationsquelle für die MS ist die *flowing atmospheric pressure afterglow* (FAPA), welche auf einer bei Atmosphärendruck realisierten Gleichstromglimmentladung zwischen zwei Elektroden unter kontinuierlichem Heliumfluss basiert, wobei der Probeneintrag in den Bereich hinter der Entladung (*afterglow-region*) erfolgt, was eine sanfte Ionisierung organischer Analyten ermöglicht.^[1, 2, 3] Bei der aktuellen Modifikation der FAPA stellen die Elektroden konzentrische Rohre dar, sodass die Entladung frontal betrachtet einem Heiligenschein ähnelt, woraus sich die namensgebende Bezeichnung *halo*-FAPA ableitet.^[3]

Der entscheidende apparative Vorteil der *halo*-FAPA besteht darin, dass die Probe auch direkt in den Entladungsbereich eingebracht werden kann, wodurch diese auch als Anregungsquelle nutzbar und eine Kopplung mit der OES möglich wird. In orientierenden Experimenten, welche eine Erprobung der *halo*-FAPA-OES für molekülspektrometrische Messungen zum Ziel hatte, konnten im Zuge des direkten Eintrags von organischem Dampf in den Entladungsbereich Emissionsbanden von kohlenstoffbasierten, biatomaren Molekülen beobachtet werden. Dieser Befund könnte prinzipiell die Möglichkeit für den Einsatz der *halo*-FAPA-OES als gaschromatographisches (GC) Detektionssystem für organische Komponenten eröffnen.

Bisherige Forschungsarbeiten zielten daher auf die Erprobung der *halo*-FAPA-OES für den Einsatz als Detektionssystem in der GC ab. In diesem Zusammenhang wurde der Fokus einerseits auf die technisch-apparative Entwicklung und andererseits auf die chemische und apparative Charakterisierung der *halo*-FAPA-OES in Kombination mit der *exponential dilution technique* (EDT)^[4, 5] – welche bereits in der Vergangenheit für die Kalibrierung von gaschromatographischen Detektoren zum Einsatz kam – gelegt. Im Rahmen dieses Konferenzbeitrages sollen zunächst Ergebnisse zur apparativen Entwicklung und Charakterisierung des EDT-*halo*-FAPA-OES-Systems präsentiert werden. Darüber hinaus sollen die im Rahmen der chemischen Charakterisierung gefundenen Abhängigkeiten von molekülstrukturellen und physikochemischen Parametern verschiedener Analyten auf erzielbare Güteziffern der EDT-*halo*-FAPA-OES aufgezeigt und ein Ausblick zur Kopplung des *halo*-FAPA-OES-Systems mit der GC gezeichnet werden.

[1] F. Andrade, J. Shelley, W. Wetze, M. Webb, G. Games, S. Ray und G. Hieftje, *Anal. Chem.*, 2008, **80**, 2646-2653.

[2] J. T. Shelley, J. S. Wiley und G. M. Hieftje, *Anal. Chem.*, 2011, **83**, 5741-5748.

[3] K. Pfeuffer, J. Schaper, J. Shelley, S. Ray, G. C.-Y. Chan, N.-H. Bings und G. Hieftje, *Anal. Chem.*, 2013, **85**, 7512-7518.

[4] J. Ritter und N. Adams, *Anal. Chem.*, 1976, **48**, 612-619.

[5] T. Booher, R. Elser und J. Winefordner, *Anal. Chem.*, 1970, **42**, 1677-1679.

E2: Investigating the Wash-Out Effect of Intravenous Iron During Perioperative Cell Salvage Using Complementary Approaches of Speciation Analysis

M. Macke, J.-C. Müller, R. M. R. Olivier, A. U. Steinbicker and U. Karst

University of Münster, Institute of Inorganic and Analytical Chemistry,
Corrensstr. 28/30, 48149 Münster, Germany

Iron deficiency anemia is one of the most common medical disorders worldwide, and affected individuals who undergo major surgery have an increased risk of postoperative morbidity and mortality. Therefore, supplementation of intravenous iron (IVI) preparations up to one day before surgical intervention is strongly recommended for these patients. Frequently administered iron supplements, such as ferric carboxymaltose (FCM), consist of a nanoparticulate Fe(III)-oxyhydroxide core surrounded by a carbohydrate shell and allow controlled delivery of iron. If high blood loss is expected, additional perioperative cell salvage is employed: blood from the surgical field is collected, washed, and the patient's own red blood cells are re-transfused. However, there is no data on the impact of this practice on short-term IVI supplementation.

In order to assess a potential wash-out effect of IVI by perioperative cell salvage, sensitive and quantitative techniques of speciation analysis are required. In this work, we present the utilization of complementary approaches to determine FCM in the highly complex matrix of serum samples. A method based on size-exclusion chromatography (SEC) was developed, enabling a fast on-line separation of FCM from the Fe-containing blood protein fraction of holo-transferrin in less than 10 min. In combination with quadrupole-based inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS), quantification with species-specific detection limits in the low ng/mL range was achieved. Furthermore, electrospray ionization-mass spectrometry was employed to provide detailed structural information about the compounds of interest.

The presented SEC-ICP-MS method has proven to be a valuable tool for the rapid monitoring of IVI in serum samples. It was finally applied in the context of a medical trial that included a total of 23 patients who underwent elective cardiac surgery with perioperative cell salvage. Quantitative results for blood samples that were obtained before, during, and after surgical procedures indicate a wash-out effect of previously administered FCM.

E3: Development of a single cell-ICP-ToF-MS-method for multielement analysis of MIC organisms grown on solid steel samples

A.-E. Dinter, B. An, N. Wurzler, A. Koerdt, B. Meermann

Bundeanstalt für Materialforschung und Prüfung, 1.1 Anorganische Spurenanalytik,
Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

The latest ICP-MS technology - ICP-ToF (time of flight)-MS – enables the analysis of the multi-element fingerprint of individual cells. The interface between material and environmental analysis thus receives special attention, e.g., when considering corrosion processes. Microbiologically influenced corrosion (MIC) is a highly unpredictable phenomenon due to the influence of the environment, microbial communities involved and the respective electron source. However, the interaction pathway between cells and the metal surface remains unclear.^[1] The development of the MIC-specific ICP-ToF-MS analytical method presented here at the single cell level, in combination with the investigation of steel-MIC interactions, contributes significantly to progress in instrumental MIC analysis and will enable clarification of the processes taking place. For this, a MIC-specific staining procedure was developed. It allows the analysis of archaea at a single cell level and provides information about the interaction of the cells with the staining agent which is extremely scarce compared to other well characterized organisms. Additionally, the single cell ICP-ToF-MS is used for the analysis of archaea involved in MIC of steel. Hence, the possible uptake of individual elements from different steel samples is investigated - the information obtained will be used in the future to elucidate underlying mechanisms and develop possible material protection concepts, thus combining modern methods of analytical sciences with materials.

- [1] B. J. Little, D. J. Blackwood, J. Hinks, F. M. Lauro, E. Marsili, A. Okamoto, S. A. Rice, S. A. Wade, H. C. Flemming, *Corrosion Science* **2020**, 170.

F1: Entwicklung eines *on-chip*-DOD-Aerosolgenerators für die Probenzuführung in der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie

D. Paszek¹, J. G. Deichmann¹, N. H. Bings¹, M. Baßler²

¹Johannes Gutenberg-Universität Mainz, Departement Chemie, Duesbergweg 10-14, 55128 Mainz

²Fraunhofer-Institut für Mikrotechnik und Mikrosysteme IMM, Carl-Zeiss-Str. 18-20, 55129 Mainz

Die Probenzuführung flüssiger Proben in induktiv gekoppelte Plasmen findet in der heutigen Zeit vorwiegend mit pneumatischen Zerstäubern statt. Die Aufgabe solcher Probenzuführungssysteme ist die Konvertierung flüssiger Probenlösungen in ein Aerosol. Das hierbei erzeugte Aerosol besitzt jedoch für die Verwendung mit ICPs keine idealen Eigenschaften, weshalb Sprühkammern zur Optimierung und Filtrierung des Aerosols eingesetzt werden. Dabei entsteht aus dem primären, polydispersen Aerosol ein tertiäres, Aerosol mit geringerer Polydispersität. Neben der nötigen Konvertierung des Aerosols ergeben sich durch die Verwendung von Sprühkammern jedoch auch einige Nachteile: Ein Verlust von bis zu 98 % des Probenmaterials führt zu Empfindlichkeitseinbußen und einem verringerten Nachweisvermögen. Außerdem besteht die Gefahr von Memory-Effekten, was Spülvorgänge zwischen einzelnen Messungen nötig macht und somit die Analysedauer erhöht. [1]

Ein Probenzuführungssystem welches die angesprochenen Nachteile beheben soll, ist der in der Gruppe Bings entwickelte *drop-on-demand*-Aerosolgenerator (DOD). Dieses System arbeitet nach dem *thermal-inkjet*-Prinzip und ist in der Lage, mithilfe von Heizimpulsen eine Gasblase zu erzeugen und so diskrete Tropfen auszustoßen. Über die Frequenz der Heizimpulse lassen sich in beliebiger Dosierate weitestgehend monodisperse Tropfen erzeugen, welche anschließend ins Plasma geleitet werden können. Neben der direkten Erzeugung eines monodispersen Aerosols bietet der DOD außerdem die Möglichkeit der frequenzbasierten Kalibrierung. In früheren Arbeiten konnte dieses Prinzip der Tropfenerzeugung durch Verwendung von modifizierten Druckerpatronen bereits bewiesen werden. [2,3]

Der aktuelle Fokus der Arbeit liegt auf der Entwicklung und Erprobung eines mikrochip-basierten Systems zur Erzeugung des Aerosols. Die Weiterentwicklung des Systems hin zu einem Mikrochip ermöglicht den Betrieb als Durchflussszelle, was zukünftig die Kopplung mit chromatografischen Trennverfahren ermöglichen soll. Aktuelle Herausforderungen bei der Entwicklung sind die Verringerung des Tropfendurchmessers der erzeugten Tropfen und der effiziente Transport des Aerosols ins Plasma. Außerdem spielen technische Aspekte wie die Haltbarkeit der Heizwiderstände und die Viskosität und damit verbundene Stabilität der Probenlösung an der Düse eine Rolle.

[1] N. H. Bings, J. O. Orlandini von Niessen and J. N. Schaper, *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 2014, **100**, 14–37.

[2] J. O. Orlandini v. Niessen, J. N. Schaper, J. H. Petersen and N. H. Bings, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2011, **26**, 1781.

[3] J. O. Orlandini v. Niessen, J. H. Petersen, J. N. Schaper and N. H. Bings, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2012, **27**, 1234.

F2: Towards developing a sample preparation procedure for Sr ($^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$) isotope analysis in cement

¹A. Kazlagic, ¹F. F. Russo, ¹J. Vogl, ²G. J. G. Gluth, ³D. Stephan

¹ Federal Institute for Materials Research and Testing, Division 1.1 Inorganic Trace Analysis, Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin, Germany

² Federal Institute for Materials Research and Testing, Division 7.4 Technology of Construction Materials, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Germany

³ Technische Universität Berlin, Department of Civil Engineering, Building Materials and Construction Chemistry, Gustav-Meyer-Allee 25, 13355 Berlin, Germany

To identify the geographical origin of ordinary Portland cement (OPC) commonly used in concrete structures, its major constituent – OPC clinker – has to be investigated. Clinker is mainly produced from local materials in a rotary kiln at ~1450 °C from two main types of raw materials: calcareous material, typically limestone or chalk, and to a lesser degree argillaceous material, such as clay or shale. Each of these materials contains strontium, an element whose isotopes provide information on the geographical origin. Therefore, clinkers can be considered as specific and unique materials regarding their isotopic signature, particularly the $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ isotopic fingerprint. Besides clinker, whose mass percentage in OPC is about 95 %, about 5 % of cement is gypsum, anhydrite, limestone or other additives. Since those materials also contain strontium, it is very important to gain information on their influence on the final $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ isotopic ratio of cement. Therefore, the development of a suitable sample preparation procedure, which ideally removes the additives and in first approximation returns the $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ isotopic fingerprint of the clinker only is of primary importance. In this research, four different approaches have been tested with the aim of finding the most appropriate sample preparation procedure for Sr isotope analysis in cement. The selection of the most suitable sample preparation procedure is realized by comparing the $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ isotope ratios of fifteen differently prepared OPC samples with those of the corresponding clinker samples. The final goal is to develop a procedure for preparing Portland cement in such way that its $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ratio gives the closest value to the $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ratio of the corresponding clinker, which is the target value.

F3: Erprobung einer elektrothermischen Verdampfungseinheit mit beheizbarer Wolframwendel für die Zuführung von komplexen Proben in der ICP-MS

R. Klauer, A. Fels und N.-H. Bings

Johannes Gutenberg-Universität Mainz, Departement Chemie, Duesbergweg 10-14,
55128 Mainz

Um Proben mit komplexer Matrix, wozu etwa Öle, Metallpulver, Kunststoffe, Blut oder Lebensmittel zählen, hinsichtlich ihres Elementgehalts zu untersuchen, werden diese konventionell in der Regel zunächst mikrowellenassistent aufgeschlossen, bevor sie anschließend beispielsweise mittels ICP-MS analysiert werden. Bei Aufschlüssen wird die Probe jedoch erheblich verdünnt und es besteht eine erhöhte Gefahr der Probenkontamination und des Analytverlusts während der Durchführung. Weiterhin ist dieses Verbundverfahren zeitaufwendig und benötigt zusätzliche Chemikalien, weshalb aus ökonomischen und ökologischen Gründen alternative Verfahren gefragt sind [1].

Die im Arbeitskreis Bings entwickelte elektrothermische Verdampfungseinheit mit beheizbarer Wolframwendel (W-ETV) hat zum Ziel, als Teil eines Direktverfahrens die Probenvorbereitung zu minimieren. Das System basiert auf einem körbchenförmigen Wolframdraht mit Wolframtiegel-Einsatz, in den die Probe eingebracht werden kann. Neben flüssigen Proben sind auch feste Proben entweder durch direkte Einwaage in den Tiegel (*solid sampling*) oder in Form einer Aufschlämmung (*slurry sampling*) zugänglich. Der Draht ist mit einem handelsüblichen Netzteil verbunden und kann nach dem Prinzip der Widerstandsheizung beheizt werden. Durch Variation der Spannung kann ein mehrstufiges Temperaturprogramm eingesetzt werden, das im Idealfall zunächst sowohl das Lösungsmittel entfernt als auch die Probenmatrix vollständig pyrolysiert. Im Anschluss wird das Probenaerosol mithilfe des Argon-Trärgases in das induktiv-gekoppelte Plasma geleitet und massenspektrometrisch analysiert. Durch die kompakte Bauweise des Systems wird außerdem eine Miniaturisierung ermöglicht, die einen einfachen Transport und die Kopplung zu verschiedenen Spektrometern erlaubt. In Kombination mit miniaturisierten Anregungs- und Detektionssystemen ist außerdem eine *on-site*-Analyse denkbar.

Aktuelle Forschungsarbeiten konzentrieren sich auf Speiseöle als Proben, deren Metallgehalt sowohl die sensorische Qualität beeinträchtigt als auch gesundheitlich relevant ist [2,3]. Mithilfe des neuartigen W-ETV-Systems konnte die Einhaltung von Lebensmittelgrenzen für Blei in verschiedenen Speiseölen erfolgreich überprüft werden.

[1] R.C. Machado, D.F. Andrade, D.V. Babos, J.P. Castro, V.C. Costa, M.A. Sperança, J.A. Garcia, R.R. Gamela und E.R. Pereira-Filho, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2020, **35**(1), 54.

[2] E.J. Llorent-Martínez, P. Ortega-Barrales, M.L. Fernández-de Córdova, A. Domínguez-Vidal und A. Ruiz-Medina, *Food Chem.*, 2011, **127**(3), 1257.

[3] J. R. Castillo, M. S. Jiménez and L. Ebdon, *J. Anal. At. Spectrom.*, 1999, **14**(9), 1515.

Impressum

Veranstalter

Universität Siegen
- Analytische Chemie -
Adolf-Reichwein-Str. 2
57076 Siegen
Deutschland

Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V.
Hausanschrift:
Varrentrappstr. 40-42
60486 Frankfurt/Main
Deutschland

Organisation

Prof. Dr. Carsten Engelhard und das Team der Analytischen Chemie

Herausgegeben durch

Universität Siegen
- Analytische Chemie -
Adolf-Reichwein-Str. 2
57076 Siegen
Deutschland

Link zur Veranstaltung

<https://daas-doktorandenseminar.de/>