

Probenvorbereitung im analytisch chemischen Labor

Verschiedene Anwendungsbeispiele



► Peter Krebs,
Deutsche Metrohm



► Eric van der Heijden,
Deutsche Metrohm

Die Analytik in chemischen Laboratorien ist in der heutigen Zeit geprägt von hocheffizienten, nachweistarken Analysenverfahren. Es sind dies spektroskopische Verfahren, chromatographische Methoden oder Kopplungstechniken wie LC-MS, ICP-MS oder auch „einfache“ Methoden wie Titration, Dichtemessung oder Viskositätsbestimmungen. All diese Analysenverfahren sind aufgrund eines rasanten technischen Fortschritts und verschärfter Wettbewerbsbedingungen in einem hohen Maße optimiert. Viele Verfahren schöpfen heute alle technischen Möglichkeiten aus. Dank der auf die Methodik nahezu perfekt entwickelten und speziell den Verfahren angepassten Softwaresteuerungsmöglichkeiten, bleiben in Bezug auf die Bedienung dieser Analysensysteme kaum Wünsche offen.

Wo liegt zukünftig das Potenzial die tägliche Routinearbeit im Laboralltag weiter zu vereinfachen und zu verbessern? Wo ist das schwächste Glied, wenn es darum geht, den Weg der zu analysierenden Probe vom Probeneingang bis zum optimalen Bereitstellen der Analysenergebnisse zu finden?

Die Praxis sieht häufig noch so aus, dass Laboranten, Techniker und z.T. auch Akademiker einen großen Teil Ihrer Arbeitszeit im Labor investieren, um Proben zu homogenisieren, zu filtrieren und Verdünnungsreihen anzusetzen.

Der Laboralltag ist also geprägt von hochmoderner Analytik neben teilweise antiquierten Probenvor-

bereitungstechniken. Genau diese Lücke möchte Metrohm mit seinen neuen Robotic Soliprep Systemen schließen.

Anwendungsbeispiele

Für die Automation der Probenvorbereitung hat Metrohm drei Varianten von Robotic Soliprep Systemen

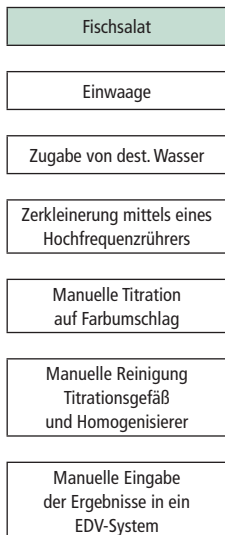


Abb. 1: Manuelle Probenvorbereitung

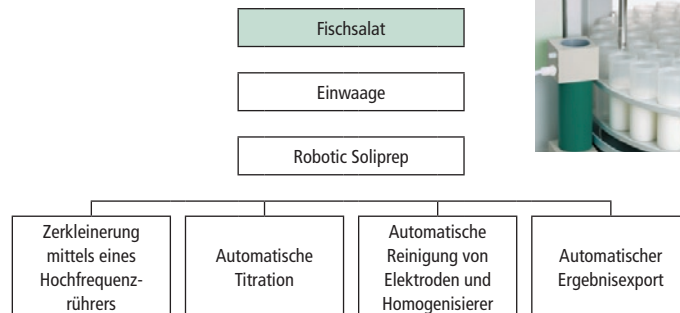


Abb. 2: Probenvorbereitung mittels Robotic Soliprep Titration



entwickelt, die jeweils unterschiedliche Aufgabenstellungen lösen können. Alle Systeme lassen sich einfach über die Laborautomations-Software tiamo („titration and more“) steuern.

Zur Veranschaulichung der Funktionalität sind die verschiedenen Varianten nachfolgend anhand von Beispielen aus der Praxis erläutert, wobei durch Kombination und Erweiterungen auch weitere Optionen möglich sind.

Automatisches Homogenisieren von Proben

Beispiel: Titrimetrische Bestimmung des Säure- und Salzgehaltes in Fischsalaten

Die analytische Aufgabenstellung ist relativ einfach. Sobald eine ho-

mogenisierte Probe vorliegt, kann der Säuregehalt durch Titration mit Natronlauge gegen eine pH-Elektrode exakt bestimmt werden. Die Bestimmung des Salzgehaltes (Natriumchlorid) erfolgt durch eine Fällungstitration mit Silbernitratlösung gegen eine Silber-Elektrode. Wie aber muss vorgegangen werden, um eine quantitative Überführung der Säure und des Salzes in die Titrationsvorlage zu gewährleisten? Traditionell werden nachfolgende Schritte manuell durchgeführt.

Die in Abbildung 1 beschriebenen Schritte müssen für jede Probe manuell wiederholt werden. Auch die Automation der Titration führt nur zu einer begrenzten Entlastung des Laborpersonals, muss doch weiterhin jede Probe mit Wasser aufgefüllt, der Ultra Turrax in jedes Gefäß

eine definierte Zeit gehalten und die homogenisierte Probe anschließend manuell oder automatisch mit einem Titrator titriert werden.

Bei der Analyse mit dem Robotic Soliprep Titration werden bis zu 59 Proben eingewogen und anschließend vollautomatisch abgearbeitet. Nach der automatischen Wasserzugabe werden die Proben direkt im Probengefäß zerkleinert (Abb. 2). Dieses Vorgehen ist Zeit sparend und minimiert Probenverluste. Wegen der in der Probe enthaltenen unlöslichen Bestandteile muss das Aggregat des Homogenisierers nach der Zerkleinerung gründlich gereinigt werden. Dies verhindert die Verschleppung von Probenlösung und somit die Verfälschung der Analysenergebnisse. Die Reinigung erfolgt vollautomatisch

in der externen Waschstation, während die Probe titriert wird.

Die Reinigung kann durch Eintauchen in eine Reinigungslösung bei hoher Umdrehungszahl oder im Sprühnebel durchgeführt werden.

Neben einer enormen Zeitersparnis führt der hohe Grad an Automatisierung zu einer Verbesserung der Reproduzierbarkeit, da manuell bedingte Fehler weitestgehend auszuschließen sind. Der Einsatz dieses Robotic Solipreps ist immer dann sinnvoll, wenn die messtechnische Bestimmung direkt nach der Homogenisierung der Probe erfolgen kann.

Automatische Filtration homogenisierter Proben

Beispiel: Bestimmung von Paracetamol, Coffein, Propyphenazon in Schmerztabletten

Hier kommt der Robotic Filtration Soliprep als Probenvorbereitungssystem für die HPLC zum Einsatz. Die Tabletten werden automatisch mit Eluens versetzt und mit dem Homogenisierer zerkleinert. Die entstehende Suspension wird noch ein paar Minuten gerührt und anschließend filtriert. Abbildung 3 zeigt den Homogenisierer kurz vor der Eluenzzugabe und Zerkleinerung. Im rechten Gefäß sieht man bereits zerkleinerte Tabletten als Suspension. Diese Suspension wird dann über Einwegfilter in Vials oder PP-Probengefäße auf dem Probenrack (Abb. 4) transferiert und dabei automatisch filtriert.

Das Ablaufschema in Abbildung 5 zeigt eine Darstellung der Probenvorbereitung von Tabletten.

Homogenisieren, Filtrieren und umfangreiches Liquid Handling

Zusätzlich zum vorherigen Beispiel ist es möglich, die Probe noch weiteren Liquid Handling Schritten zu unterwerfen. So kann die Probe



Abb. 3: Homogenisierer kurz vor der Eluenzzugabe



Abb. 4: Aufgabe der Suspension auf den Probenrack und automatische Filtration

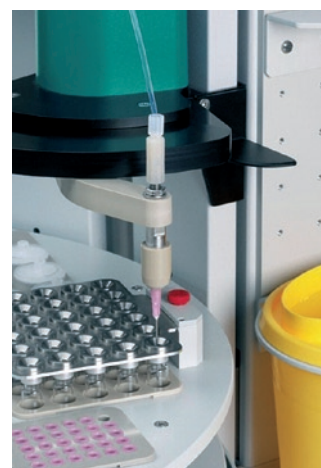


Abb. 6: Die filtrierte Probe wird mittels Kanüle in ein septumverschlossenes Vial gebracht.

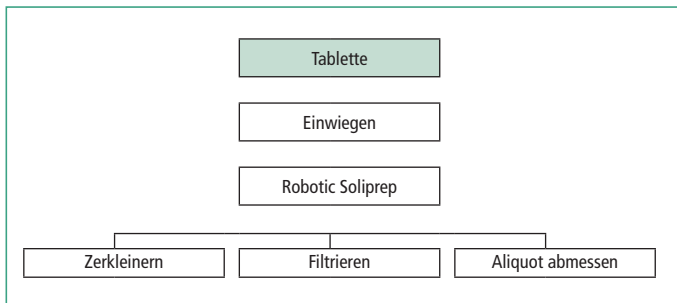


Abb. 5: Probenvorbereitung von Tabletten

nach der Filtration automatisch verdünnt und in verschlossene Vials transportiert werden. Nach dem automatischen Verdünnen wird die filtrierte Probe mittels einer Kanüle in ein septumverschlos-

senes Vial gegeben (Abb. 6). So kann vollautomatisch ein ganzes Rack für ein externes Analysensystem (z.B. HPLC, IC, MS, ICP, AAS, Photometrie, Titration) vollautomatisch vorbereitet werden.

Fazit

Die Robustheit, Präzision und Flexibilität bewährter Robotic Probenwechsler [1] lässt sich nicht nur für die Automation von Bestimmungsserien, sondern ebenfalls für die komplette Probenvorbereitung nutzen. In diesem Beitrag wurde die vollautomatische Homogenisierung, Einwegfiltration, Probenverdünnung und Probenabmessung für nachfolgende analytische Bestimmungen beispielhaft aufgezeigt.

Weitere integrierte Möglichkeiten der Probenvorbereitung sind Matrixeliminierungen über Kartuschensysteme, sowie Ultrafiltration und Dialyse in Durchflusszellen,

wie sie in der IC und HPLC zunehmend eingesetzt werden [2].

Literatur

- [1] Robotic Soliprep 815, Metrohm AG, Herisau 2007, Schweiz
- [2] Probenvorbereitungstechniken für die Ionenchromatographie, Metrohm AG, Herisau 2004, Schweiz

► KONTAKT

Peter Krebs
Eric van der Heijden
 Deutsche Metrohm GmbH & Co. KG,
 Filderstadt
info@metrohm.de
www.metrohm.de