Metrohm Deutschland

Erweiterte inline-Automationsmöglichkeiten in der Flüssigchromatographie

Neue Möglichkeiten des Probenhandlings

Heutzutage ist für viele Analytiklaboratorien die Automation ihrer Analysen zu einem wichtigen Anliegen geworden. Mit dem Robotic Sample Processor wird die Automation in der Ionenchromatographie (IC) weiter ausgebaut. Dadurch werden neue Möglichkeiten des Probenhandlings und der inline-Probenvorbereitung eröffnet.

Die Probe wird auf den Probenwechsler gestellt, die Analyse per Mausklick gestartet und schon kurze Zeit später liegt das Ergebnis vor. Neben der Probenvorbereitung sind auch die Kalibrierung und das Liquid Handling der Probe vollständig automatisiert. Das spart Zeit und Kosten. Zudem garantiert ein automatisiertes Chromatographie-System reproduzierbare und präzise Resultate, die einschließlich der Probenvorbereitung vollständig rückverfolgbar sind.

Inline-Probenvorbereitung in der IC

Die Verringerung der Nachweisgrenze der zu bestimmenden Analyten gewinnt zunehmend an Bedeutung. Diesem Trend kann durch Anpassung der Gerätetechnik Folge geleistet werden. Eine Möglichkeit ist die Auswahl eines geeigneten Detektors, eine andere die Steigerung des aufgegebenen Injektionsvolumens. Eine zu hohe Belastung der Trennsäule kann durch eine geeignete inline-Probenvorbereitung vermieden werden. Folgende inline-Probenvorbereitungstechniken zur Matrixentfernung [1] sind in der Literatur beschrieben und werden in der Praxis angewandt:

- Inline-Dialyse
- Inline-Ultrafiltration
- Inline-Matrixeliminierung

Inline-Verdünnung

Die intelligente Verdünnung stellt eine weitere interessante Möglichkeit der inline-Probenvorbereitung dar. Ziel ist es, eine automatische, aufgrund der Kalibrierfunktion errechnete, Verdünnung der Originalprobe zu realisieren. Die Probe kann ohne manuelle Vorbehandlung auf das Probenrack des Probenwechslers gestellt werden. Nach einer ersten Messung (eventuell mit einem vom Anwender vorgegebenen Verdünnungsfaktor) erfolgt bei Überschreitung des Kalibrierbereiches eine weitere Injektion mit automatisch ermitteltem Verdünnungsfaktor. Die Konzentrationen der zu bestimmenden Proben liegen somit immer im optimalen Messbereich. Eine weitere Technik, die dieses Feature erlaubt, ist die intelligente Partial-Loop-Injektion. In diesem Fall wird das Injektionsvolumen automatisch berechnet und führt so zu optimalen Analysenergebnissen. Mit Hilfe der aus Titration und Liquid Handling bewährten Dosinotechnologie lassen sich alle Verdünnungs- und Transferschritte mit äußerster Präzision durchführen.

Intelligente Partial-Loop-Injektionstechnik (MIPT)

Mit dem nun neu vorgestellten Probenwechsler 815 Robotic Soliprep for LC können weitere komplexe Aufgabenstellungen mittels inline-Probenvorbereitung durch noch mehr Flexibilität gelöst werden. Basis sind die in der Titration etablierten Probenwechsler 814 USB Sample Processor und 815 Robotic USB Sample Processor XL, sowie die darauf basierende Versionen des 815 Robotic Soliprep für Titrationsanwendungen [2]. Alle diese Probenwechsler stehen neu auch für IC-Applikationen zur Verfügung.

Mit dem 815 Robotic Soliprep for LC ist die vollautomatische Probenvorbereitung für feste und flüssige Proben möglich. Arbeitsschritte wie Zerkleinern, Homogenisieren, Extrahieren, Filtrieren oder Verdünnen werden vollständig automatisiert durchgeführt werden (Abb. 2 und 3).

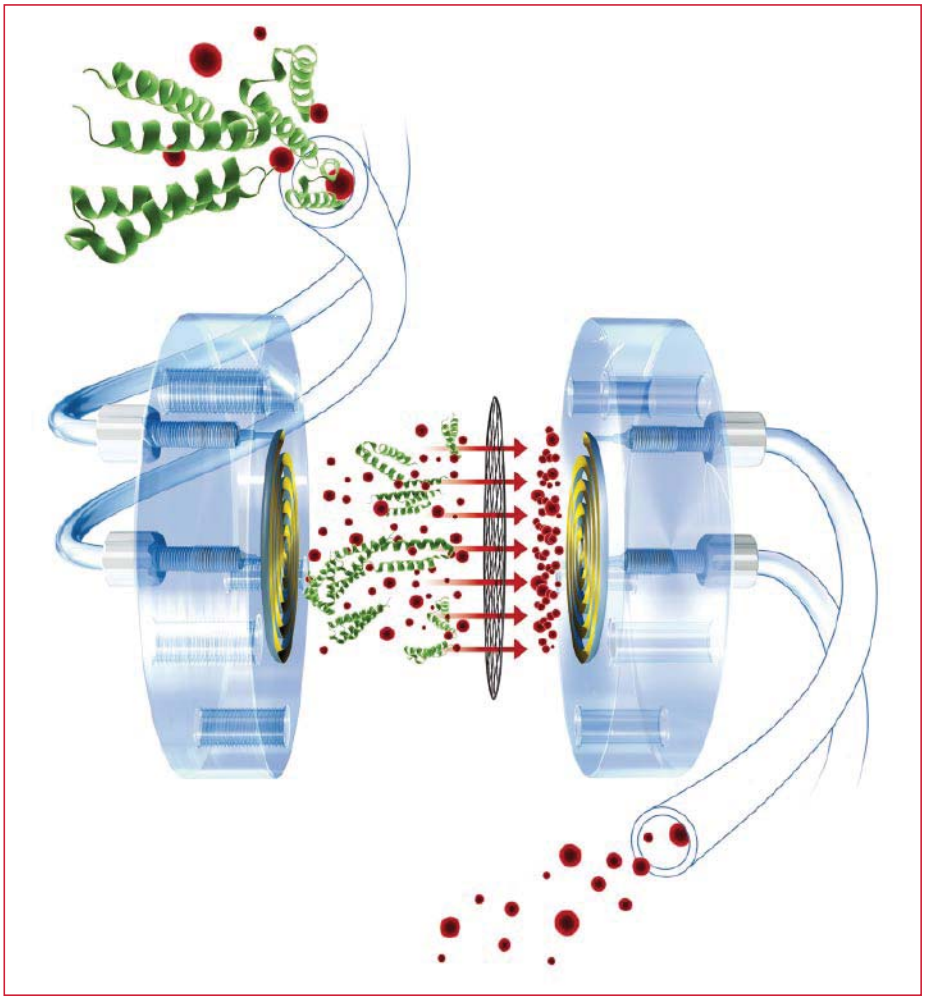

Abb. 2: Inline-Dialyse: Die Ionen werden von der Matrix abgetrennt. Die Trennsäule wird nicht belastet

Die so vorbereiteten Proben werden direkt zum Ionenchromatographen transferiert und anschließend injiziert. Durch die Inline-Anbindung der Probenvorbereitung an das Analysensystem ist kein manueller Eingriff des Anwenders mehr notwendig. Beispielsweise können so Inhaltsstoffe und Verunreinigungen in Tabletten, Tierfutter, Sedimenten oder auch Lebensmitteln einfach und sicher analysiert werden. Die flexible Auswahl des Probenracks, das über verschiedene Einsätze für Probenbecher, Festphasenextraktionskartuschen, Spritzenfilter und -kanülen verfügt, stellt einen weiteren Vorteil des Systems dar (Abb. 4). Hier sind auf Kundenwunsch maßgeschneiderte Lösungen möglich. Dadurch kann der Anwender eigene Gefäße einsetzen und reduziert so Kosten für Verbrauchsmaterial.

Neben der Automation von komplexen Arbeitsabläufen bietet der 815 Robotic Sample Processor auch mehr Flexibilität bei der Probenanzahl. Es besteht die Möglichkeit bei Bedarf Probenracks mit einem Fassungsvermögen von mehr als 200 Proben einzusetzen. So können automatisierte Ionenchromatographie-Systeme im Dauerbetrieb arbeiten und der Probendurchsatz deutlich gesteigert werden. Zusätzlich wurde die Möglichkeit einer eventuell notwendigen Kühlung der Proben realisiert.

Bei einem hohen Probendurchsatz ist eine automatisierte inline-Eluentherstellung sinnvoll. Dies realisiert Metrohm ebenfalls mit der bewährten Dosinotechnologie. Dabei wird mit einem Dosino ein vorhandenes Eluent-Konzentrat mit Reinstwasser verdünnt, gemischt und der Eluentflasche zugeführt.

Auch für spezielle Probenvorbereitungstechniken, wie Combustion Ion Chromatography „CIC" (Bestimmung von Ionen nach Verbrennung) oder in der Luftanalytik angewandte Techniken, wie Particle Into Liquid Sampler „PILS" (Bestimmung von Ionen, die Luftpartikeln anhaften), gibt es komplette inline-Lösungen. Dabei wird nach der Probenvorbereitung die erhaltene wässrige Lösung direkt in den Ionenchromatographen injiziert (Abb. 5).

Abb. 3: Vollautomatisches Filtrieren

Gerätekombinationen

Die hier beschriebenen Automationsmöglichkeiten können mit verschiedenen IC-Systemen kombiniert werden.

Der Professional IC 850 bietet die Möglichkeit alle Probenvorbereitungstechniken uneingeschränkt zu nutzen. Durch den Vorteil der Modularität können weitere Extensionsmodule, wie z. B. eine zweite Hochdruckpumpe, verschiedene Ventile oder Peristaltikpumpen, zum System ergänzt und somit die Flexibilität der Hardware erweitert werden. Der 850 Professional IC eignet sich speziell dann, wenn es um komplexe, arbeitsintensive Probenvorbereitung und hohe chromatographische Anforderungen geht.

Für die klassische Routineanalytik werden die Compact IC`s 881 pro bzw. 882 plus einge-

Abb.4: Das Probenrack kann beliebig bestückt werden.

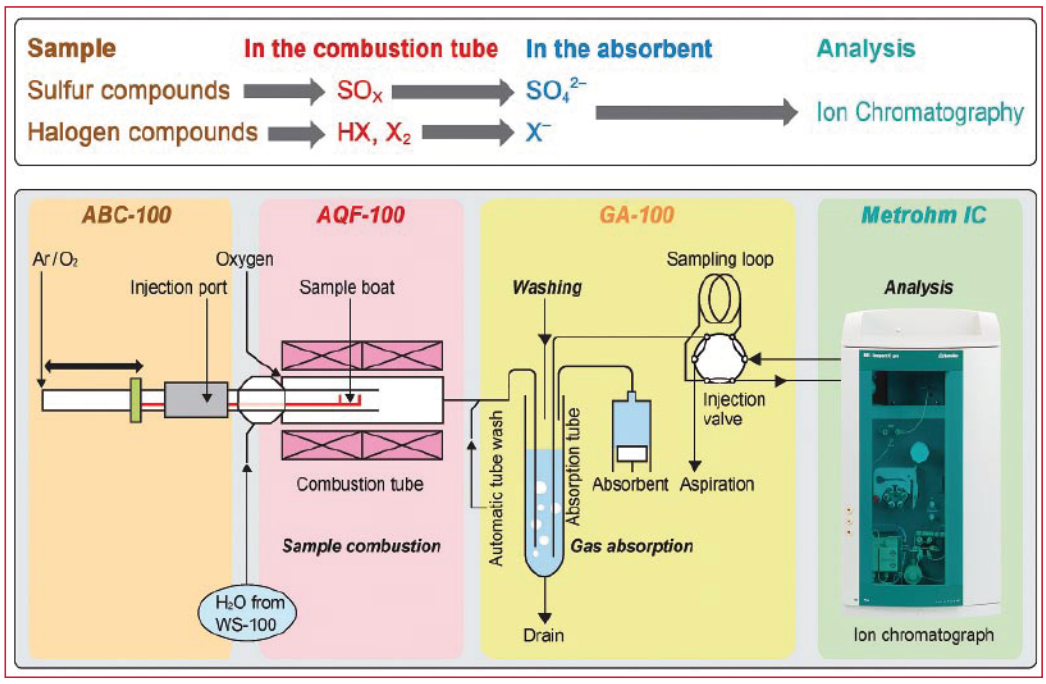

Abb. 5: Combustion IC: Bspw. Öl, Kraftstoff, Kunststoff oder Lack wird im Ofen verbrannt und die entstehenden Gase werden absorbiert. Die Lösung wird in den Ionenchromatographen injiziert und die Ionen bestimmt.

setzt. Diese werden entweder mit einem 863 Compact IC Autosampler oder bei komplexeren Anforderungen, wie große Probenaufkommen, flexible Probengefässe oder inline-Probenvorbereitungstechniken, mit einem 858 Professional Sample Processor kombiniert.

Als einfachste Variante für ein automatisiertes IC-System hat Metrohm auf der Achema 2009 das 883 Basic IC plus Package vorgestellt (Abb. 6). Die Kombination des 883 Basic IC plus und des 863 Compact IC Autosamplers stellt ein preisgünstiges, automatisiertes IC-System für einfache Routineanwendungen dar. Der 883 Basic IC plus ist mit allen intelligenten Funktionen der modernen Metrohm-Ionenchromatographen ausgestattet. Sein Einsatz ist nur in Bezug auf inline-Probenvorbereitungstechniken limitiert. Das Gerät ist für die Ausbildung an Universitäten und Schulen konzipiert. Die spezielle Chromatographie-Software MagIC Net 2.0 Basic ist im Lieferumfang des 883 Basic IC plus enthalten.

Abb. 6: Einstiegsgerät in die Ionenchromatographie: 883 Basic IC plus

Fazit

Intelligente Ionenchromatographiesysteme [3,4] ermöglichen einen sicheren und wirtschaftlichen Analysenbetrieb. Durch die Erweiterung der bestehenden Inline-Probenvorbereitungstechniken mit weiteren neuen Automationsmöglichkeiten wird die Ionenchromatographie noch attraktiver. Das zeitaufwendige manuelle Probenhandling entfällt. Alle Probenvorbereitungsschritte sind rückverfolgbar. Die Analysenergebnisse sind reproduzierbarer, präziser und unabhängig vom Anwender.

Literatur

[1] Bogenschütz, G.; Walter, A.; Kolb, T.: Matrixentfernung mittels Inline-Verfahren in der Ionenchromatographie, GIT Labor-Fachzeitschrift 47, 25–28 (2003)

[2] van der Heijden, E.; Krebs P.: Probenvorbereitung im analytisch chemischen Labor, GIT Labor-Fachzeitschrift 52, 11–13 (2008)

[3] Wille, A.; Bogenschütz G.: Intelligente professionelle Ionenchromatographie, GIT Labor-Fachzeitschrift 51, 2–4 (2007)

[4] Wille, A.; Bogenschütz, G.: Ionenchromatographie in kompakter Form, Labor Praxis 32, 44–46 (2008)

▶ KONTAKT

German Bogenschütz
Abteilungsleiter Ionenchromatographie
Deutsche Metrohm GmbH & Co. KG
Filderstadt
Tel.: 0711/77088-75
Fax: 0711/77088-55
sales@metrohm.de
www.metrohm.de