

LABO

7-8/2021

Juli/August 2021

Fit for Lab



IM FOKUS:

■ HPLC-ANWENDERWISSEN

■ LEBENSMITTELANALYTIK



Bild: Gerhard Seybert/stock.adobe.com

Liebe Leserinnen und Leser,

im August liegt bei LABO wieder ein Fokus auf lebensmittelanalytischen Themen und der HPLC. Lesen Sie zum Beispiel über Einsatzmöglichkeiten der FT-NIR-Spektroskopie zur Kontrolle von Rohstoffen und Lebensmittelprodukten sowie dazu, welche Vorgehensweise für die Farbbestimmung aus Messungen mit Spektralphotometern auch an inhomogenen Proben helfen kann. Ein Autor stellt vor, wie durch die Integration der Daten aus der europäischen Pestiziddatenbank im LIMS ein Abgleich von Analyseergebnissen automatisiert erfolgen kann. Und erfahren Sie, wie die Eignung von Laboren, die z. B. Pestizide und andere Rückstände in Lebensmitteln analysieren, beim Unternehmen QS Qualität und Sicherheit geprüft wird, wenn diese Labore in diesem Bereich dort als anerkanntes Labor geführt werden. Die Autorinnen schildern, wie solche Laborkompetenztests ablaufen und bewertet werden.

HPLC im Einsatz: Verschiedene Untersuchungen und Ergebnisse werden in unserer Rubrik „HPLC-Anwenderwissen“ vor-

gestellt. Doch was, wenn es bei den Laboruntersuchungen nicht so glatt läuft und die Ursache eines Problems gefunden werden muss? Hierzu und zu vorbeugenden Maßnahmen hat ein Autor konkrete Tipps für Sie und gibt einen kleinen Leitfaden zur Vorgehensweise beim Troubleshooting in der HPLC.

Ein Mangel an Fachpersonal wird auch bei den Laborberufen beklagt. Mögliche Ursachen hierfür nennt Dr. Oliver Zschenker im LABO-Interview. Der Schulleiter an der Berufsfachschule School of Life Science berichtet aus seiner Erfahrung als Ausbilder von Biologisch-Technischen Assistenten und Assistentinnen und zeigt verschiedene Umstände auf, die seiner Ansicht nach zu den Ursachen von Nachwuchsmangel in dieser Berufssparte zählen.

Eine interessante Lektüre wünscht



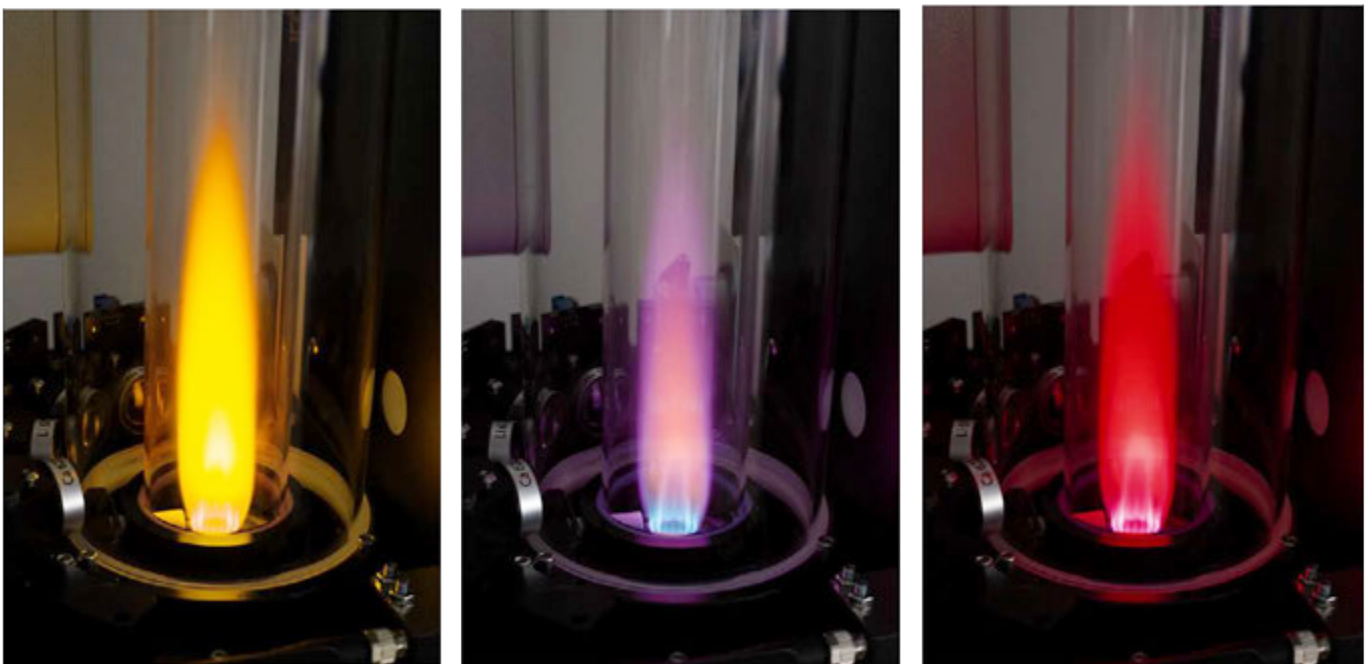
Dr. Barbara Schick
CHEFREDAKTEURIN

bschick@weka-businessmedien.de

Alkali- und Erdalkalielemente analysieren

Ein Ausflug in die Atomemissionsspektroskopie

Neben einigen exemplarischen Einsatzbereichen beschreiben die Autoren das Verfahren der Atomemissionsspektroskopie (AES) und vergleichen es mit anderen Verfahren zur Elementanalyse.



Flammenfarben von Natrium (links), Kalium (Mitte) und Lithium (rechts). Bild: A.Krüss Optronik

Aktuell werden Elementanalysen vielfach mit Verfahren wie AAS, ICP-OES, Titration oder mit ionenselektiven Elektroden durchgeführt. Jetzt zeichnet sich ein Wandel ab, und die bewährte Messtechnologie der AES-Flammenphotometrie löst diese häufig sehr teuren und zeitaufwändigen Techniken ab. Durch konsequente Modernisierung der Gerätetechnik der AES (Atomemissionsspektroskopie) und auch vor dem Hintergrund sicherheitstechnischer Konzepte erschließen sich für viele Anwender neue und weitere Anwendungsfelder – von der automatisierten Wareneingangskontrolle bis hin zur Qualifizierung von FFP-Masken nach DIN EN 149.

AES eignet sich insbesondere für die quantitative Bestimmung von Alkalimetallen wie Natrium (Na), Kalium (K) und Lithium (Li) und Erdalkalimetallen wie Calcium (Ca). Die Messung mittels Flammenphotometer erfolgt dabei für diese Elemente

simultan in einem Arbeitsschritt. Das Grundprinzip der AES kennt man aus dem Chemielabor: Bringt man Alkali- oder Erdalkalimetalle in eine sehr heiße Flamme, erscheint eine für das jeweilige Element charakteristische Flammenfarbe. Bei der atomemissionsspektroskopischen Messung wird die Analysensubstanz als wässrige Lösung auf Knopfdruck angesaugt und mittels Druckluft als Trägergas feinst vernebelt (Aerosol). Danach wird sie in eine schwach leuchtende Flamme gesprüht. Durch die thermische Anregung der Flamme leuchten die Atome – jedes Element emittiert Licht mit einer charakteristischen Wellenlänge. Diese Strahlung wird durch einen je nach Element passenden optischen Filter selektiert, so gelangt jeweils nur Licht einer Wellenlänge auf den entsprechenden Photodetektor. Standardmäßig werden mehrere Detektoren gleichzeitig eingesetzt, so ist die simultane Bestimmung mehrerer

Elemente möglich. Je höher die Konzentration eines Elementes, umso höher ist seine ausgestrahlte Lichtmenge. Über die Leuchtdichte wird die Konzentration der Messlösung bestimmt. Moderne AES-Flammenphotometer berechnen automatisch die notwendigen Kurvenanpassungen, die nichtlineare Effekte ausgleichen und hohe quantitative Präzision ermöglicht. Der reine Messvorgang dauert nur wenige Sekunden pro Probe, und mehrere Elemente können dabei simultan erfasst werden.

Die AES ist nicht nur ein schnelles, sondern auch ein wirtschaftliches Verfahren. Dies liegt zum einen an dem geringen Verbrauch der benötigten Standards und Gase sowie am unkomplizierten sowie verschleißarmen Messbetrieb. Bei alternativen AAS-Messungen kann beispielsweise allein der Wechsel der dort eingesetzten Hohlkathoden-Lampe recht teuer sein. In der AES verwendete Brenngase wie Propan oder Acetylen hingegen sind relativ günstig und einfach in der Handhabung. Zudem entfällt die bei alternativen Verfahren zuweilen nötige Entsorgung gefährlicher Reagenzien und Reaktionsprodukte. Die Tabelle zeigt einen Vergleich der AES mit anderen Messverfahren in Bezug auf verschiedene Parameter und Aspekte.

Genauigkeit und Nachweisgrenzen

Die AES für Laboranwendungen ist auf den ppb- bis ppm-Bereich optimiert. Geräte der FP8000-Serie von A.Krüss Optronic haben einen Messbereich von 0,01 mg/l bis zu 4 500 mg/l und erreichen Genauigkeiten von 1 %. Durch die Integration von Autosampler und Diluter eignen sich die Modelle FP8600 und FP8700 (Bild auf S. 36) als vollautomatische Geräte für den 24/7-Betrieb mit hohem Messaufkommen; je nach Modell können ca. 60 – 120 Proben/Stunde gemessen werden. Die Prozessvariante FP8500 kombiniert die Eigenschaften des FP8400 mit einer Kalibrationsautomatik, um einen vollautomatisierten 24-Stunden-Messbetrieb zu ermöglichen. Sie wird für

Messungen bei kontinuierlichen Flüssigkeitsströmen oder präzisen Aerosolmessungen eingesetzt.

Komplexe Laboranalytik erfordert in der Regel zeitintensive Schulungen der Mitarbeiter und eine sorgfältige Methodenerstellung. Die AES hingegen benötigt nur einen geringen Trainingsaufwand, denn die Messtechnik ist unkompliziert und speziell die Geräte der FP8000-Serie besitzen automatisierte Sicherheitsmechanismen und eine intelligente Messdatenauswertung. Durch die Verwendung selbst angesetzter Kalibrierstandards mit frei wählbaren Konzentrationen können Messmethoden auf den Konzentrationsbereich und die Zusammensetzung der Proben maßgeschneidert werden.

Bei alternativen Messverfahren (z. B. AAS) können giftige Gase entstehen, deren Absaugung und Entsorgung garantiert werden muss. Bei Verwendung von Natrium-Titratoren ist eine aufwändige chemische Laborinfrastruktur und speziell geschultes Personal erforderlich, denn notwendige Reagenzien und Reaktionsprodukte (Flusssäure, $\text{NH}_4\text{F}/\text{HF}$) sind stark giftig. AES-Geräte hingegen können in normalen Laborräumen ohne aufwendige Schutzmaßnahmen betrieben werden und erzeugen ausschließlich einfach zu entsorgenden wässrigen Abfall sowie geringe Mengen CO_2 .

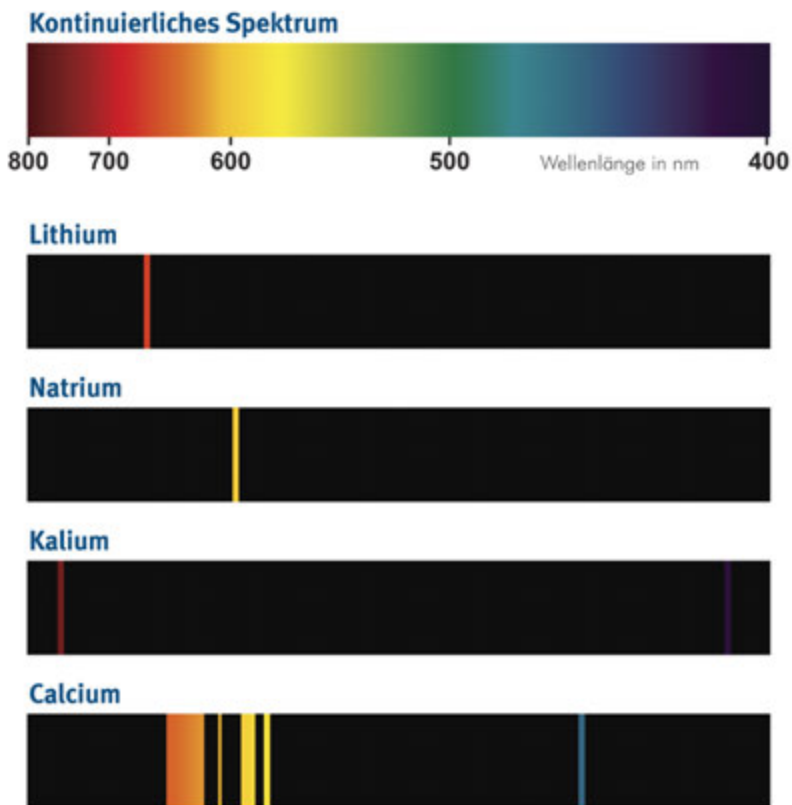
Einsatzgebiete in der Lebensmittelanalytik und mehr

Das Anwendungsspektrum ist durch viele technische Verbesserungen heute breit gefächert. In den letzten Jahren ist der Einsatz der atomemissionsspektroskopischen Methode in der Lebensmittelanalytik deutlich gestiegen. Ein Einsatzbeispiel ist die Bestimmung des Salzgehaltes über Natrium in Getränken und festen Produkten, die seit 2017 verpflichtend geworden ist. Hier ist mit AES hohe Messgenauigkeit sowie hoher Proben-durchsatz möglich.

Außerdem wird die AES zur Bestimmung des Calciumgehaltes von Separatoren-Fleisch genutzt, um mögliche Knochenreste nachzuweisen

	AES	AAS	ICP-OES	Elektroden	Massenspektrometer
Messbare Elemente	Alkali- und Erdalkalimetalle	Viele	Viele	Ein Element pro Elektrode	Alle
Genauigkeit	Hoch	Hoch	Hoch	Mittel	Sehr hoch
Nachweisgrenzen	ppb bis ppm	ppb bis ppm	ppt bis ppm	ppb bis ppm	ppt und kleiner
Kosten pro Messung	Niedrig	Mittel	Hoch	Niedrig	Sehr hoch
Messgeschwindigkeit	Sehr schnell	Mittel	Mittel	Langsam	Mittel
Multielementmessungen	Ja	Bedingt	Ja	Nein	Ja
Gerätebedienung	Einfach	Anspruchsvoll	Anspruchsvoll	Einfach	Sehr anspruchsvoll
Methodenerstellung	Sehr einfach	Einfach	Komplex	Einfach	Komplex
24/7-Messbetrieb	Ja	Ja	Ja	Bedingt	Bedingt

Messverfahren im Vergleich. Quelle: A.Krüss Optronic



Die thermische Anregung führt zur Abstrahlung von Licht einer bestimmten Wellenlänge, wie diese Spektren für vier Elemente zeigen. Bild: A.Krüss Optronic

(aus veraschten Proben). Hierfür kommt z. B. ein AES-Gerätetyp von A.Krüss Optronic zum Einsatz, der auch mit Acetylen betrieben werden kann und mit dem aufgrund der höheren Flammentemperatur präzise Calcium-Messungen möglich sind. Erwähnenswert sind auch Salzbergwerke, die AES routinemäßig zur Rohstoff- und Abwasserkontrolle verwenden.

Pharmazie und Medizinprodukte

AES wird verstärkt in der Qualitätssicherung der Pharmazie eingesetzt, z. B. bei der Herstellung von Elektrolyten für Infusionslösungen oder bei der Güteermittlung hochreiner Gläser und Vials für die Arzneimittelverpackung (Stichwort Impfflüssigkeiten). Hier hat die Datennachverfolgung und eine „21 CFR Part 11“-Compliance hohe Relevanz. In diesem Zusammenhang ist eine Userverwaltung, individualisierte Rechtevergabe und Audit Trail bei Geräten wichtig, die die Geräte der beschriebenen AES-Geräteserie vorhalten.

Auch die Prüfung von FFP-Masken wird normkonform (DIN EN 149) mittels Flammenphotometer durch Referenzmessung von NaCl-Aerosolen in der Raumluft (Testkammer) umgesetzt. Mit A.Krüss Optronic-Geräten wurden FFP-Maskestests in einem gemeinsamen Projekt mit der Aachener Verfahrenstechnik der RWTH Aachen und dem DWI – Leibniz Institut für Interaktive Materialien durchgeführt.

Die Weiterentwicklungen der technischen Sicherheit, Normkonformität und Automatisierung haben die Atomemissionsspektroskopie (AES) zu einer wirtschaftlichen Methode für die Messung von Alkali- und Erdalkalimetallen gemacht.

AUTOREN

Dr. Cornelia Göbel
Anton Hördt

A.KRÜSS Optronic GmbH, Hamburg
Tel.: 040/5143 17-0
info@kruess.com
www.kruess.com



Bild: A.Krüss Optronic