

Durchsatzoptimierung komplexer Analyseverfahren

Intelligentes Zeitmanagement im Labor



► Marco Nestola,
Lehrstuhl für Analytische Chemie,
Ruhr-Universität Bochum



► Dr. Peter Zinn,
Lehrstuhl für Analytische Chemie,
Ruhr-Universität Bochum



► Thomas Blenkers,
Axel Semrau GmbH & Co. KG

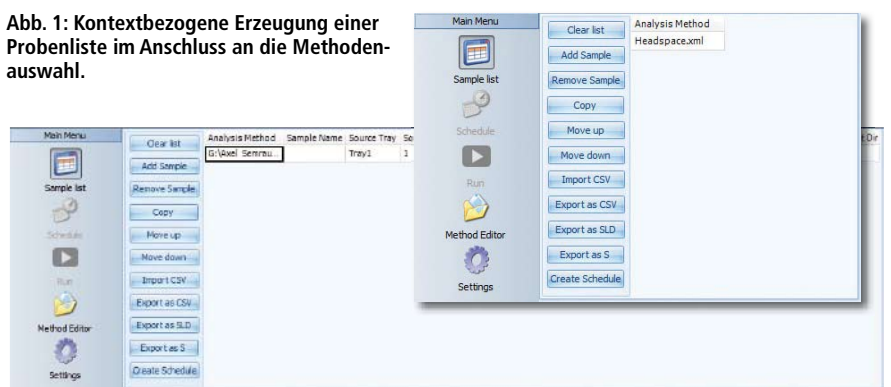
Viele chromatographische oder spektrometrische Untersuchungsverfahren im Bereich der instrumentellen Analyse sind heutzutage durch Verwendung von Autosamplern in Kombination mit nachgeschalteten Analysatorsystemen vollständig automatisierbar. Während sich die einzelnen Verfahren im Detail unterscheiden, kann trotzdem ein einheitliches Bearbeitungsmuster ausgemacht werden. Typische Bearbeitungsmuster beginnen jeden Analysenzyklus mit der Probenvorbereitung, danach werden die Proben dem Analysatorsystem übergeben und im letzten Schritt wird die Analyse durchgeführt. Bei Nutzung konventioneller Gerätesteuerungssysteme steht dabei während der Probenvorbereitung und Analyse der Autosampler in vielen Fällen lange Zeit still, um auf die vollständige Beendigung der jeweiligen Aktion zu warten. Die Vorbereitung weiterer Proben, die auf Wartepositionen bis zum Ende des aktuellen Analysenzyklus verharren, ist auf diese Weise ausgeschlossen. Daher soll die von uns entwickelte Softwarelösung Chronos vorgestellt werden, die nicht an diese Restriktion gebunden ist und sich durch weitere interessante Features für die praktische Anwendung auszeichnet.

Zeit ist Geld. Die wirtschaftliche, effektive Nutzung von aufwendigen Analysatorsystemen sollte daher hohe Priorität besitzen. Im Vergleich zu anderen Gerätesteuerungssystemen nutzt Chronos vorhandene Wartezeiten, um den Probendurchsatz, etwa von GC- oder GC/MS-Systemen zu steigern. Während der Autosampler bei Verwendung anderer Steuerungssoftware in Wartezeiten z. B. bei Derivatisierungen oder Temperierungen und in Analysezeiten still steht, organisiert Chronos quasi parallele Abläufe der Probenvorbereitungen. Das Analysatorsystem

wird so wesentlich besser ausgelastet – höherer Probendurchsatz in derselben Zeit ist das Ergebnis bei gleichzeitiger präziser Einhaltung der Zeitmargen jeder einzelnen Probenvorbereitung.

Die Durchsatzoptimierung ist nicht die einzige Stärke von Chronos. Das benutzerfreundliche Interface minimiert kontextbezogen die nötige Anzahl der veränderbaren Parameter. Relevante Werte werden tabellarisch erfasst und können vom Anwender variabel verändert werden. So lässt sich in etwa durch die „Vial Increment“ Funktion eine komplette Probenlis-

Abb. 1: Kontextbezogene Erzeugung einer Probenliste im Anschluss an die Methodenauswahl.



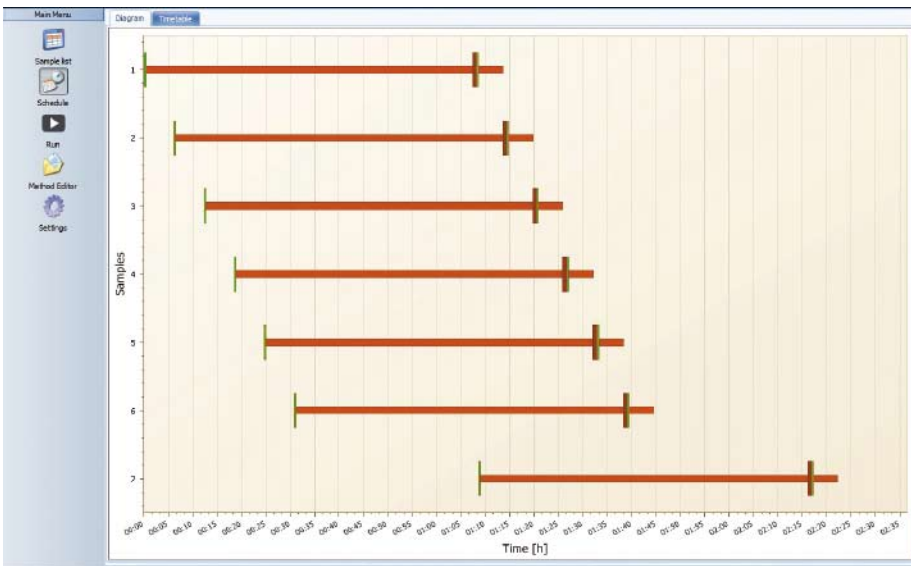


Abb. 2: Visuelle Repräsentation des berechneten Probenablaufschemas zur Bearbeitung von 7 Headspaceanalysen

te auf komfortable Weise mit wenigen Handgriffen erstellen. Feste Parameter, wie Einstichtiefen in Probengläschen, können hingegen im Methoden-Editor bei Bedarf angepasst werden. Abbildung 1 zeigt beispielhafte Fensteranschnitte zur kontextbezogenen Erzeugung von Probenlisten im Anschluss an die Methodenauswahl.

Hat der Benutzer seine Probenliste zusammengestellt, kann er auf Knopfdruck eine grafische Repräsentation der Probenbearbeitung aufrufen. Es lässt sich außerdem die Gesamtdauer, wie auch der aktuelle Fortschritt der Abarbeitung in Realzeit verfolgen. Eine detaillierte tabellarische Ansicht steht ebenfalls zur Verfügung. Abbildung 2 zeigt die Bearbeitung von 7

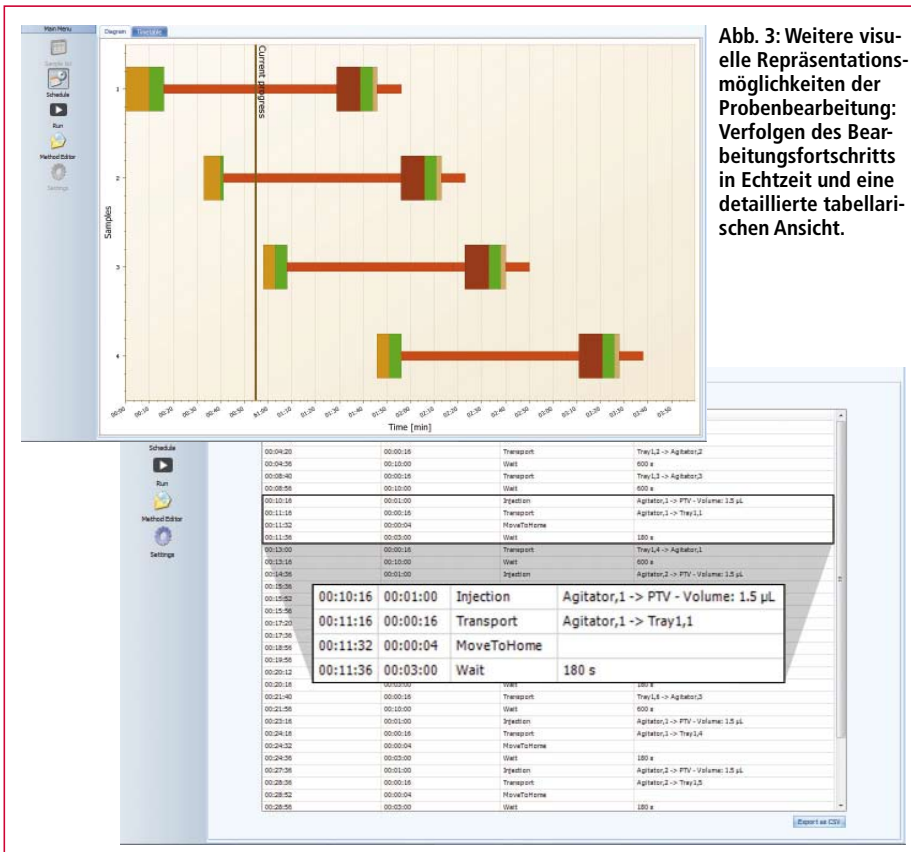


Abb. 3: Weitere visuelle Repräsentationsmöglichkeiten der Probenbearbeitung: Verfolgen des Bearbeitungsfortschritts in Echtzeit und eine detaillierte tabellarische Ansicht.

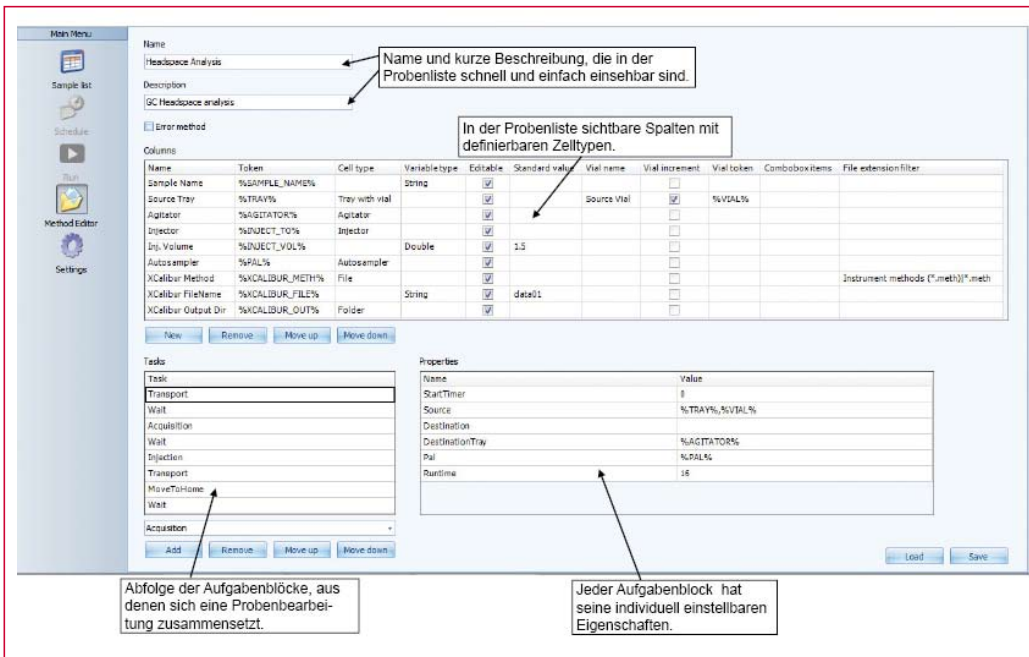


Abb. 4: Methoden-Editor

Headspaceanalysen. Die kleinen senkrechten Balken charakterisieren die jeweiligen Fahrzeiten des Autosamplers. Sie unterteilen die waagerechten Balken des Zeitablaufs in die Temperierungsphase der Probe in einem Agitator mit 6 Probenplätzen und die Phase im Analysator. Die ersten 6 Proben werden systematisch verschachtelt, während die Bearbeitung der siebten Probe zeitlich verzögert werden muss und erst starten kann, nachdem die erste Probe in den Analysator transferiert und der zugehörige Agitatorplatz frei geräumt

wurde. Weit über die Headspace-Analyse hinausgehende mehrstufige Probenvorbereitungsprozeduren nahezu beliebiger Komplexität können mit dem implementierten Algorithmus parallelisiert werden. Abbildung 3 zeigt weitere Visualisierungsmöglichkeiten für den Ablauf der Probenbearbeitung.

Chronos wird standardmäßig mit fertigen Modulen für die gängigen Analyseverfahren ausgeliefert. Diese umfassen Headspace, Flüssiginjektion, SPME und weitere standardisierte Methoden, wie auch das Kohlenwasserstoffbestim-

mungsverfahren nach DIN H53. Der Anwender kann auf diese zurückgreifen, bei Bedarf aber auch an die eigenen Bedürfnisse angepasste Module in Chronos selbst erstellen bzw. erstellen lassen und einbinden. Der umfassende Methoden-Editor steht mit vielen definierbaren Parametern dazu zur Verfügung. Das Startfenster des Methodeneditors ist in Abbildung 4 festgehalten.

Im Gegensatz zur konventionellen Steuerung, bei der zwei separate Probenlisten zu verwalten sind, verbindet Chronos die Liste der Autosamplersteuerung und die des Akquirierungssystems zu einer einzigen, übersichtlichen Liste, was die Archivierung verbessert und zur Vermeidung von Vertauschungsfehlern wesentlich beiträgt.

Derzeit werden Autosampler der PAL-Reihe (s. Abb. 5) der Firma CTC Analytics unterstützt. Durch die Anbindung an Thermo Scientific Xcalibur und die Agilent ChemStation kann auf eine große Anzahl von Analysatorsystemen zurückgegriffen werden. Eine Anbindung an weitere Akquirierungssysteme ist in Arbeit.

Der beispielhaften Zeitersparnis in Abbildung 6 liegt eine Head-



Abb. 5: Autosampler der PAL-Reihe mit Anbindung an ein Trace GC-System von Thermo Scientific

space-Anwendung zur Charakterisierung eines VOC-Testgemisches mit folgenden stationären Zeiten zugrunde:

- Inkubationszeit: 60 Min. bei 75 °C
- GC/MS-Laufzeit: 25 Min.

Im Vergleich zur konventionellen Probenbearbeitung kann für dieses Beispiel mit steigender Analyseanzahl eine maximale Zeitersparnis von ca. 70 % erreicht werden. Je nach Anwendung sind durch Chronos Einsparungen im zweistelligen Prozentbereich ohne Abnahme der Reproduzierbarkeit und Richtigkeit der Ergebnisse möglich.

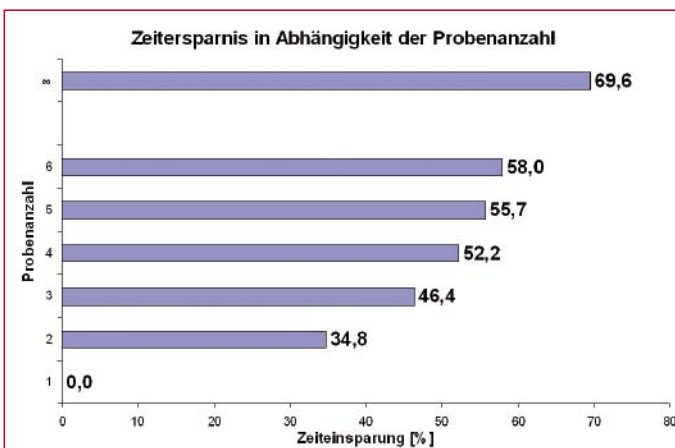


Abb. 6: Beispiel der Zeitersparnis einer Headspace-Analyse mit 60 Min Inkubationszeit und 25 Min GC/MS-Lauf

► KONTAKT

B. Sc. Marco Nestola
Dr. Peter Zinn
 Lehrstuhl für Analytische Chemie
 Ruhr-Universität Bochum
 marco.nestola@rub.de
 peter.zinn@rub.de

Dr. Thomas Blenkers
Dr. Andreas Bruchmann
 Axel Semrau GmbH & Co. KG
 Sprockhövel
 Tel.: 02339/1209-0
 Fax: 02339/6030
 blenkers@axelsemrau.de
 bruchmann@axelsemrau.de