

Fotogeschichte einer modernen Routine-Analytik Vom Zerkleinern über den Mikrowellenaufschluss bis zum Ergebnis der Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektrometrie in rund 20 Minuten

Die CLB hat schon wiederholt auf ein Seminar zur Elementanalyse hingewiesen, dass die Firmen Retsch mit Labormühlen und –brechern, CEM mit Mikrowellen-Aufschlussgeräten sowie Agilent mit einem Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektrometer (MP-AES) durchführen. Jetzt wollte die Redaktion die vielversprechende Ankündigung zum Seminar einmal selbst testen. Immerhin soll nicht nur ein breites Themenspektrum vermittelt, sondern vor allem auch ein Praxisteil geboten werden, bei dem die Teilnehmer ihre eigenen Proben vor Ort zerkleinern, aufschließen und analysieren lassen können. Als Probe diente mir Pfefferkörner, und dann wurde die Analyse dieser Pfefferprobe als Fotogeschichte dokumentiert. Ergebnis: Nach rund 20 Minuten lag die Elementanalyse des Pfeffers vor. Und hier die Fotostory...



Schon der Eingangsbereich des Frankfurter Innovationszentrums (FIZ) in Uni-Nachbarschaft signalisierte mit seinem DNA-Brunnen und dem Tank für flüssigen Stickstoff: Hier geht es ums Lernen und um Praxis. Und so fing auch das Seminar für die Teilnehmer an: Mit Theorie. Die blieb jedoch nicht grau, sondern wurde durch praktische Analytik hinterlegt. Ich hätte dafür zwar gerne ein Mineral mitgebracht, aber Dr. Ulf Sengutta von CEM verwies auf die eingeschränkte Labortechnik, die im FIZ zur Verfügung stand und Aufschlüsse mit Flusssäure verhinderte (Fotos und Texte: Kickuth).

So gab es dann also Pfefferkörner für die Analyse. Die Anlieferung erfolgte übrigens in einer „Eppendorf Tube 5.0“ ml, einer Größe, die nagelneu im Sortiment ist.



Das Zerkleinern überlies man der Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200 von Retsch. Es gibt sie mit verschiedenen Rotoren, Ringsieben und Kassetten. Mit 18 000 Umdrehungen in der Minute rotierte die moderne „Küchenreibe“, und nach nur 20 Sekunden...



... ritsch - ratsch sozusagen ;-)) lagen die Pfefferkörner als Pulver im Mikrometer-Korngrößenbereich vor ...

... wurden zum Wiegen in einen Plastikbeutel abgefüllt und unter einem Abzug (nicht im Bild) auf eine Einwaage von 100 mg gebracht und mit 50 ml Salpetersäure aufgefüllt. So ging es dann zur Station für Mikrowellenaufschlüsse.

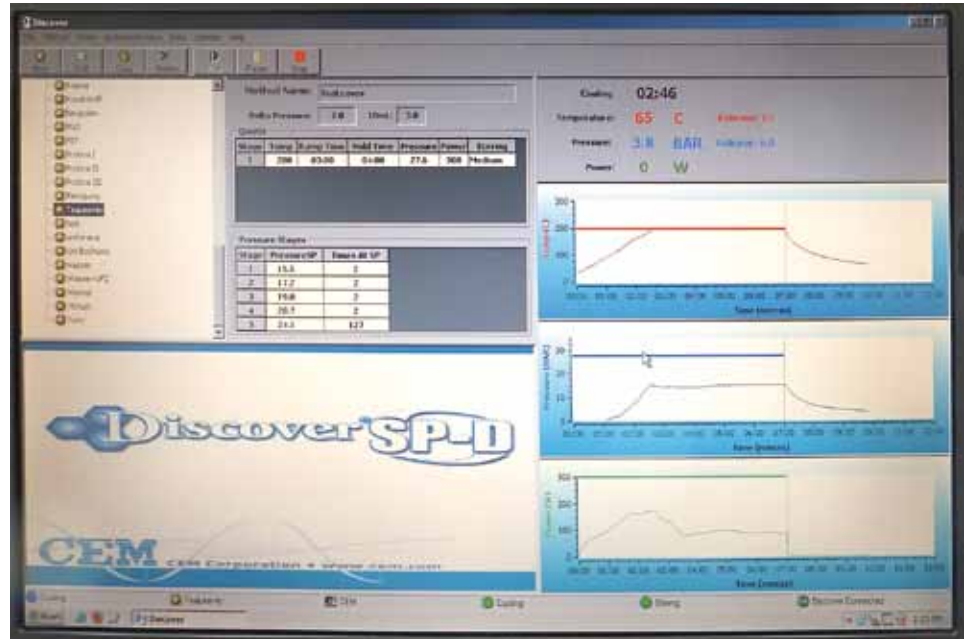


Das Foto rechts zeigt die Probe vor dem Aufschluss, dasjenige ganz rechts ist die Probe nach dem Aufschluss; das Probengefäß ist deutlich gefüllt mit nitrosen Gasen. Zwischen diesen beiden Fotos lagen gerade einmal elf Minuten!

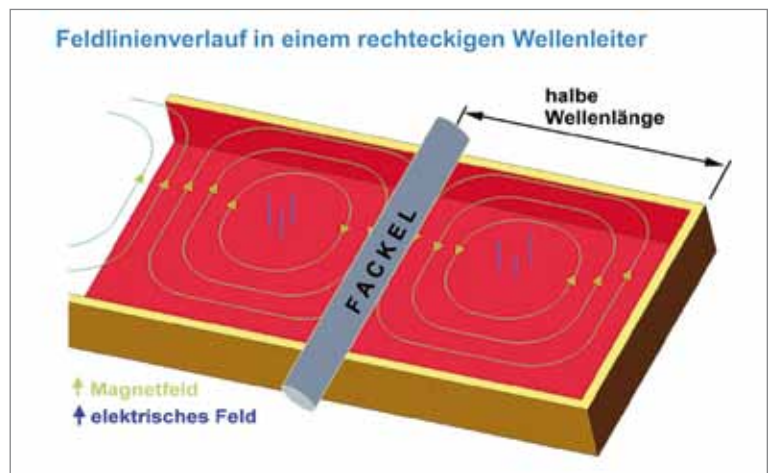
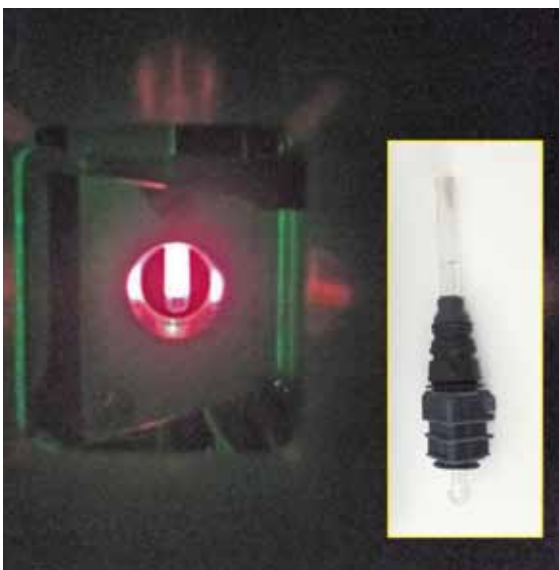
Grundsätzlich bestand für den Aufschluss die Auswahl zwischen den CEM-Geräten Mars 6 (unten links) und dem Discover SP-D (unten rechts). Auch wenn das Mars 6 durch seine Größe und mit seiner Bildschirmanzeige zum Fortgang des Aufschlusses beeindruckt – und für alle Fälle auch Videos zur Bedienung bereit hielt: Das „niedliche“ Discover SP-D verfügt über dieselbe Kerntechnik – und kostet auch einen ähnlich hohen, (niedrigen) fünfstelligen Euro-Betrag. Und es war für die Pfefferanalyse geeigneter. Der Grund: Mit dem Mars 6 lassen sich schnell Reihenaufschlüsse vieler gleichartiger Proben automatisch ausführen. Das Discover SP-D ist darauf ausgelegt, individuelle Einzelaufschlüsse verschiedener Proben schnell durchzuführen. Verfolgen lässt sich das über den angeschlossenen PC. Der Kompressor unter dem Tisch dient dem schnellen Herunterkühlen der heißen Probe mit Druckluft.



So stellte sich der zeitliche Verlauf des Mikrowellenaufschlusses von Pfeffer (nach der Methode „Teeblätter“ ;-)) auf dem angeschlossenen PC dar. 15 Sekunden wurde gerührt; die Aufheizphase auf 200 °C betrug dann etwas mehr als zweieinhalb Minuten. Die Temperatur wurde bis zu einer Gesamtzeit von sieben Minuten gehalten, der Druck im Gefäß stieg dabei bis auf ca. 15 bar, da sich der Pfeffer ab ca. 100 °C zersetzte und sich CO₂ entwickelte. Eine Methodenoptimierung wäre auch zwischenzeitlich möglich gewesen. Nach zehn Minuten konnte das Probengefäß, das dann noch 65 Grad aufwies, aus dem Gerät herausgenommen werden. Das erste Mikrowellengerät für Aufschlüsse stellte CEM übrigens 1985 auf der Pittcon vor.



Dann folgte die Analyse der Probe in einem seit etwa zwei Jahren auf dem Markt befindlichen Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektrometer (MP-AES) von Agilent Technologies, dem 4100 MP-AES (Bild links). Das neue System ist in seinen Nachweisgrenzen und seinem dynamischen Bereich (vor allem für Lachgaselemente, z. B. Aluminium, Silicium, Titan, aber auch Calcium und Chrom) nach Herstellerangaben wesentlich besser als Flammen-AAS. Zudem benötigt es keine teuren, brennbaren (Acetylen) oder oxidierenden (Lachgas) Gase, kann unbeaufsichtigt über Nacht laufen. Der Trick des innovativen Geräts: Es verwendet ein Stickstoffplasma – erzeugt über Mikrowellen in einem Hohlleiter – als Anregungsquelle. Und das wird auf ungewöhnliche Art erzeugt. Bislang nutzte man zur Erzeugung eines Mikrowellenplasmas die Energie des elektrischen Feldes der Mikrowellen. Der dabei eingesetzte Hohlraumresonator erschwerte jedoch die Probenzufuhr, und sein Plasma war relativ instabil. Agilent hat sein 4100 MP-AES-Gerät jedoch so aufgebaut, dass für die Plasmaerzeugung die Energie des Magnetfeldes mitgenutzt wird; durch Resonanzfokussierung erhöht es die Feldstärke und optimiert die Plasmazone (Grafik unten; Grafik: Agilent Technologies). Das Ergebnis ist ein robustes, matrixtolerantes Plasma. Das Gerät erzeugt ein toroidales (ringförmigen) Plasmas mit kälterem Zentralkanal (Bild links unten, Aufnahme durch ein kleines Fenster am Gerät; daneben das Foto eines ausgebauten Plasmabrenners). Das führt zu relativ einfachen Spektren mit Atom- statt Ionenlinien. Preislich liegt das Gerät knapp im mittleren fünfstelligen Euro-Bereich.





Unsere Pfefferprobe gelangte über dieses Einlass-System in das MP-AES-Gerät. Dazu wurde ein Teil der sauren Lösung aus dem Mikrowellenaufschluss einfach im Verhältnis 1:9 mit Wasser aufgefüllt. Das Einlass-System nennt sich Multimode Sample Introduction System (MSIS). Neben einer normalen Zerstäuberfunktion hat es nämlich eine Einrichtung zur Hybriderzeugung über Dünnfilmreaktionen für geeignete Elemente (etwa Blei, Germanium, Zinn, Antimon). Beides lässt sich sogar simultan betreiben.

Wer jetzt Interesse gefunden hat, solch ein Praxisseminar selbst zu erleben, hat bald dazu die Möglichkeit; Termine siehe Seite 347.

Nach weniger als zwei Minuten lag das Ergebnis der Pfeffer-Elementanalyse im MP-AES-Gerät vor, grafisch aufbereitet von der Software es Geräts (Na und Ca in einem Foto wenige Sekunden später (kleines Bild in gelbem Rahmen), in dem jedoch eine Systemanfrage die anderen Ergebnisse verdeckte...). Der Grenz-Richtwert für Blei in Küchenkräutern beträgt übrigens 2 mg/kg und wurde damit in dieser Pfefferprobe gerade noch eingehalten. Richtwerte sind nicht toxikologisch abgeleitet; daher führt erst eine mindestens doppelte Richtwertüberschreitung zu einer Beanstandung. Nun ja, und Pfeffer isst man ja auch nicht mit dem Esslöffel...

