

Kationenbestimmung mit automatischer Verdünnung



Urs Spörri, Zofingen, 25.05.2023

bichsel

Laboratorium Bichsel



- Hersteller von Infusionslösungen und vielen weiteren Nischenprodukten
- Gehört seit 2019 zur Galenica Gruppe
- Insgesamt an den beiden Standorten Interlaken und Unterseen ca 350 Mitarbeiter
- Ich arbeite in der QC als Laborleiter



Verwendete Geräte



- Kationen IC Compactflex 930 ohne Supression
- Leitfähigkeitsdetektor
- 858 Sampleprocessor inkl ext Mischkammer
- 2* 800 Dosino

Wie funktioniert die automatische Verdünnung?

- Sampler



- IC



Automatische Verdünnung Kationen IC



Anforderung:

Folgende 4 Kationen müssen basisliniengetrennt bestimmbar sein

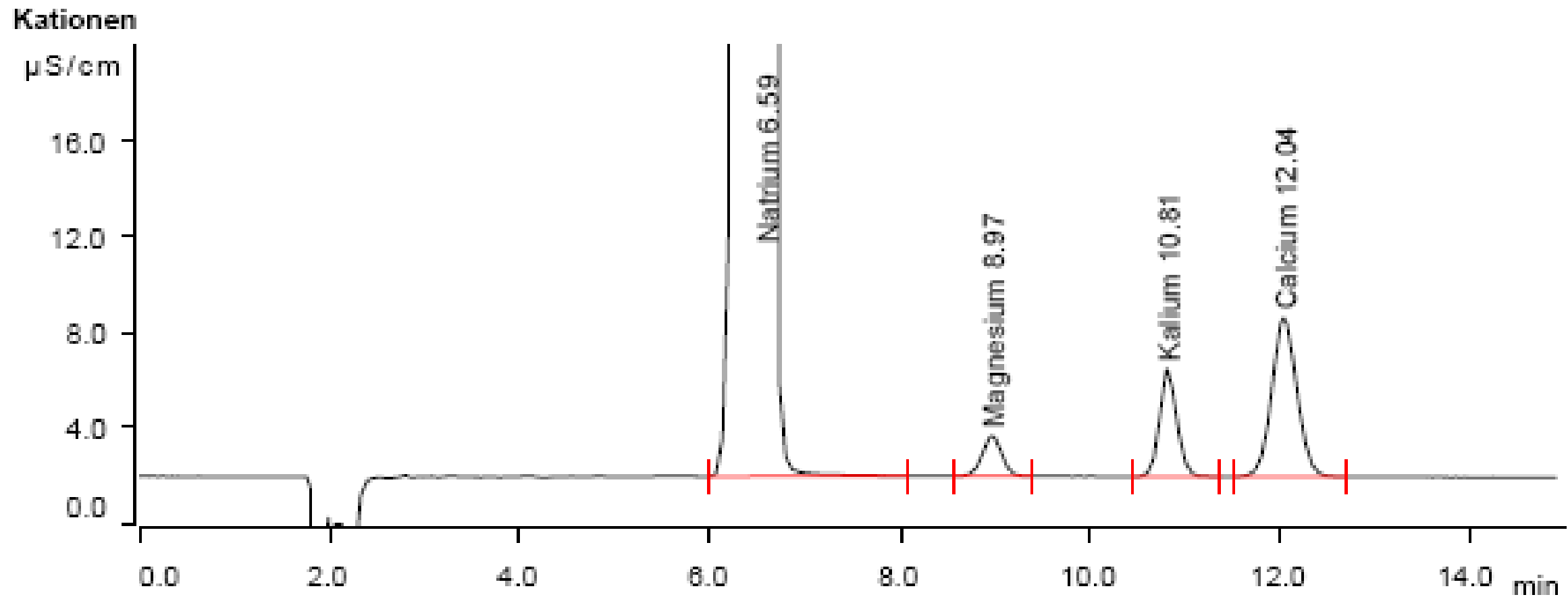
- Natrium Gehalt 60.0 – 160.0 mmol/L
- Kalium 1.00 – 4.00 mmol/L
- Calcium 1.00 – 4.00 mmol/L
- Magnesium 0.200 – 0.800 mmol/L

Alle 4 Kationen sollen parallel in Ihrer jeweiligen Konzentration innerhalb 15 min gemessen werden.

Lösung:

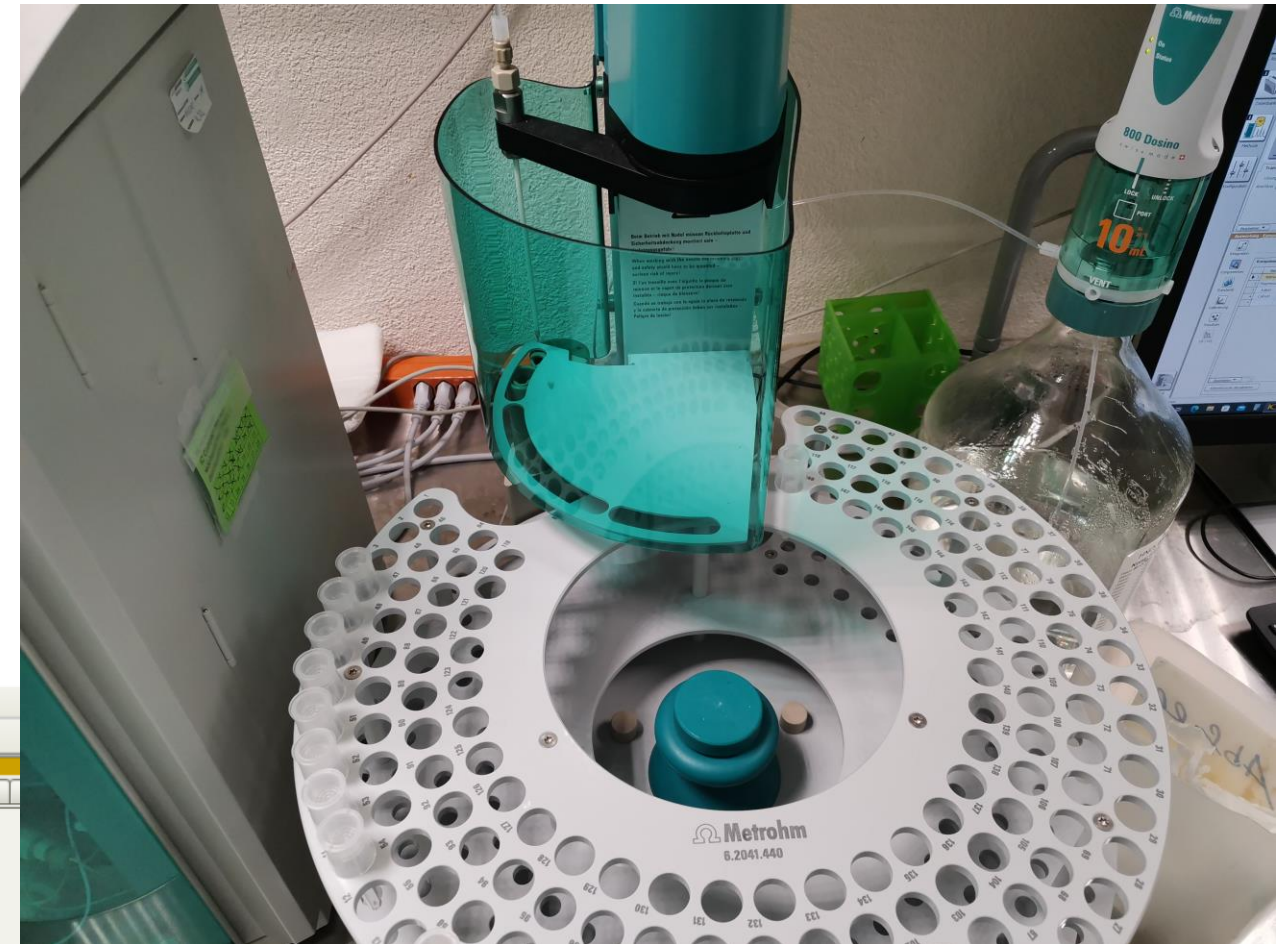
- Aufgrund der hohen Natriumkonzentration wird standardmässig 10-fach inline verdünnt
- Verwendete Säule C6 250 mm
- Eluent Salpetersäure 6.8 mmol/L
- Einige geprüfte Lösungen haben eine höhere oder tiefere Konzentration als die links definierten Gehälter, für diese wird mehr oder weniger als 10-fach verdünnt gemessen.
- Maximale Verdünnung gemäss unserer Validierung sind 80-fach

Beispielchromatogramm



Herausforderungen

- Fehlverdünnung bei hohen Konzentrationen mit grosser Verdünnung



MagIC Net 4.0 - Kationen ohne logische Verdünnung

Datei Bearbeiten Ansicht Hilfe

Arbeitsplatz

Datenbank

Zeitprogramm

Hauptprogramm	calibration	direct injection	dilution	rinsing needle	Dosino prep	Probentransfer	Dilution_2_3	Spülung Probenweg
Zeit	Gerät	Modul	Befehl	Parameter			Kommentar	Nr.
	858 Professional Sample Processor 1	Turm	Schwenken	Externe Position 1				132
	Transferdosino		Ansaugen	Port 1, Volumen 0.05 mL, Geschwindigkeit 1.0 mL/min				133
	858 Professional Sample Processor 1	Turm	Lift	Arbeitsposition				134
	858 Professional Sample Processor 1	Turm	Drehen (Rack)	Rackposition 148				152
	858 Professional Sample Processor 1	Turm	Lift	Arbeitsposition				154
*								

Weitere Herausforderungen unabhängig von der automatisierten Verdünnung



- Wirkstoffe (Tetracain, Methacholin, etc)
- 1.) Wirkstoffpeak nach 15 min → zus Option RT 30 resp 60 min laufen zu lassen.
- 2.) Säulengift (Bsp. Methacholin): Eluent ersetzen und Gerät mit 20% Acetoneluent spülen

- Messung von Natriumgehalt in Proben welche zusätzlich Trometamol enthalten

