

Phönix Black SAS

Schnelle und automatisierte Bestimmung der Sulfatasche



www.sulfatasche.de

Bakterien lassen den Mais besser wachsen

Nano contra Corona?

Wie aktivierte T-Zellen die Leber zerstören

Seite 14

Seite 24

Seite 26

Liebe Leserin, lieber Leser



Wenn von Wasserenergie die Rede ist, denken wir in der Schweiz an Hochdruckturbinen und Flusskraftwerke. Doch im Lake Kivu im Kongo bedeutet «Energie aus dem Wasser» etwas ganz anderes. Dort wird seit fünf Jahren Methan aus 260 Meter Tiefe gefördert und über Generatoren zur Stromversorgung genutzt. Auch hierzulande speichern die Seen riesige Mengen an Methan, allerdings ist die Konzentration deutlich geringer. Dennoch wäre die Schweiz für die Methangewinnung aus Gewässern prädestiniert. Der Grund dafür sind nicht zuletzt die vielen Stauseen. Sie produzieren grosse Mengen von Methan, das bisher ungenutzt in die Atmosphäre entweicht. Im Beitrag auf Seite 15 gehen wir der Frage nach, welches Potenzial zur Gewinnung von Biotreibstoff im Wasser schlummert.

Resistente Bakterien sind ein medizinischer Albtraum. Sie tricksen die Antibiotika aus, indem sie unempfindlich werden oder die Wirkstoffe abbauen. Einige Keime haben auch noch eine andere Überlebensstrategie auf Lager. Sie versetzen sich in einen schlafähnlichen Lockdown, um eine Behandlung mit Antibiotika zu überstehen. Nach Abschluss der Therapie erwachen sie zu neuer Munterkeit und verursachen langwierige Infektionen. Liesse sich hingegen eine Methode finden, welche die Bakterien am Abtauchen in den Dämmerzustand hindert, könnten sie sich den Antibiotika nicht mehr entziehen. Wie man persistente Bakterien in Zukunft besser bekämpfen will, erfahren Sie auf Seite 21.

Ich wünsche Ihnen viel Vergnügen bei der Lektüre.

Elias Kopf

Schnelle automatische Sulfat-Veraschung

Die Sulfataschebestimmung gemäss den internationalen Pharmaregularien ist bedingt durch die einzelnen Arbeitsschritte ein langwieriger Prozess (dauert etwa einen Tag) und zudem für den Operator äusserst unangenehm. Das Probengut (Pharmazeutika) wird dabei in einem Porzellan- oder Platintiegel mit Schwefelsäure versetzt, im Wasserbad erhitzt, danach auf offener Flamme vorverascht und anschliessend im Muffelofen bei ca. 600–800 °C verascht. Neben den aufwendigen Arbeitsschritten ist das Handling mit der abrauchenden Schwefelsäure umständlich und gesundheitsbeeinträchtigend.

CEM hat ein neuartiges automatisiertes Sulfat-Veraschungssystem entwickelt, welches die Spezifikationen der Pharnanormen erfüllt. Neben einer drastischen Zeitverkürzung sorgt ein Absaug- und Neutralisationssystem für sauberes Arbeiten und erhöht besonders den wichtigen Aspekt des Arbeitsschutzes. Die komplette Veraschung inklusive Vorveraschung wird im Phoenix Black SAS durchgeführt. Aus dem Veraschungseinsatz führt ein Quarzrohr zu einer Abscheide- und Neutralisationseinrichtung. Die Rauchgase werden dabei mittels einer Pumpe abgesaugt. Die Veraschungsdauer verkürzt sich

deutlich auf ca. 60 Minuten, ausserdem können mehrere Proben gleichzeitig verascht werden.

www.sulfatasche.de



Bestimmung von Gehalten an Sulfatasche von schäumenden und spritzenden Proben gemäss Pharma-Regularien

Einleitung

Die Sulfatasche-Bestimmung ist ein wichtiger Kontrollparameter bei der Qualitätskontrolle laufender Produktionen und der Eingangskontrolle von Rohstoffen. Problematisch ist jedoch die Zeitintensität der Analyse, da das Ergebnis erst Stunden später vorliegt und somit ein schnelles Eingreifen in die laufenden Produktionsabläufe verhindert. Einen Zeitvorteil schafft die in diesem Artikel vorgestellte Methode mit dem schnellsten Muffelofen der Welt – Phönix Black SAS, die das Ergebnis unter der Berücksichtigung aller relevanten Normen innerhalb von kurzer Zeit liefert. Zudem können kritische Proben, die unter klassischen Bedingungen spritzen und schäumen und somit viel Handarbeit beinhalten, mit dem Phönix Black SAS problemlos schnell und automatisch bearbeitet werden.

Regularien

Die Bestimmung der bei der Verbrennung von organischen Subs-



Abbildung 1: Keine Vorveraschung mehr nötig



Abbildung 2: Phönix Black SAS

tanzen auftretenden Rückstände zählt schon seit neun Jahrzehnten zu den elementaren Reinheitsprüfungen von Arzneistoffen. Bereits das DAB 5 (Deutsches Arzneimitteibuch) von 1910 und das DAB 6, das 1926 in Kraft trat, enthielten weitgehend gleichlautende Vorschriften zur Durchführung von Analysen zur Bestimmung des Aschegehaltes. Mit dem dritten Nachtrag zum DAB 6 wurde 1959 die Prüfung der Sulfatasche als neue Analysenmethode in die pharmazeutischen Laboratorien eingeführt. Analoge Entwicklungen fanden beim Japanischen Arzneimitteibuch, bei den amerikanischen Vorschriften USP und beim Europäischen Arzneibuch Ph. Eur. statt. Die Bestimmung des Sulfatasche Gehaltes hat sich seitdem bei Eingangskontrollen von Rohstoffen und bei der Qualitätssicherung von laufenden Produktionen einen Platz als wichtige analytische Kenngrösse gesichert. In den letzten Jahren wurden auch für Mineralölprodukte, Kautschuk, PVC, Elastomere und eine Vielzahl von Kunststoffen die Sulfatasche als wichtige Analysenmethode zur QS vorgeschrieben (DIN 53568, Teil 2

sowie ISO 247, Rubber – Determination of ash).

Klassische Analytik wie zu Liebigs Zeiten

Die schwarze Masse kocht und brodelt. Das weisse Porzellanschälchen vibriert leicht auf dem Tisch aus Draht (Abb.1). Die gelblich gefärbten Flammen heizen ihm ordentlich ein. Feucht ist die Luft und rundherum regnet es pechschwarzen Russ. Diese eher unheimliche Szene beschreibt nichts anderes als den relativ einfachen Prozess der Sulfatveraschung. Unter Veraschungen versteht man per Definition die thermische Zersetzung kohlenwasserstoffhaltiger Produkte, wobei die anorganischen Bestandteile zurückbleiben.

Die Sulfataschebestimmung ist bedingt durch die einzelnen Arbeitsschritte ein mühseliger und langwieriger Prozess und zudem für den Bediener äusserst unangenehm. Das Probengut wird dabei in einem Porzellan- oder Platintiegel mit Schwefelsäure versetzt, danach auf offener Flamme vorverascht und anschliessend im kon-

ventionellen Muffelofen bei ca. 600 °C bzw. 800 °C (je nach Vorschrift) verascht. Neben den aufwendigen Arbeitsschritten (dauert bis zu 12 h) ist das Handling mit der abrauchenden Schwefelsäure äusserst umständlich und gesundheitsbeeinträchtigend. Durch unterschiedliche Bediener wurden auch schwankende Ergebnisse bei Mehrfachbestimmungen beobachtet. Nach der Beendigung des Schwefelsäureabrauchens sind vielfach aufwendige Reinigungsarbeiten am Abzug vorzunehmen. Besonders bei schäumenden, quellenden und spritzenden Proben muss der Anwender die Reaktion beobachten, rechtzeitig den Tiegel von der Flamme wegziehen und warten, bis die Probe wieder weiterbearbeitet werden kann. Verpasst der Anwender den richtigen Moment, schäumt die Probe aus dem Tiegel und die bisherige Arbeit ist zu verwerfen – spricht: die Analyse muss von vorn beginnen.

Die Alternative

Eine Alternative bezüglich der Schnelligkeit, des Arbeitsschutzes,



Abbildung 3: Phönix Black SAS Tiegel einsetzen

der Automatisierung für kritische Proben und des Bedienerkomforts stellt das CEM-Sulfat-Veraschungssystem Phönix Black SAS (Abb. 2) dar. Die komplette Veraschung inklusive Vorveraschung wird im Veraschungssystem Phönix Black SAS durchgeführt, d. h. einfachstes und vor allem sicheres Handling für den Anwender. Durch die «Ofen-im-Ofen-Technik» des Phönix Black SAS in Kombination mit einer Absaugung der Schwefelsäuredämpfe aus dem Veraschungseinsatz wird eine doppelte Absaugung der teilweise toxischen Verbrennungsprodukte gewährleistet. Die Veraschungsdauer verkürzt sich deutlich auf ca. 60 Minuten bei gleichzeitiger Veraschung von bis zu 20 Proben (Abb. 3). Dabei wird die Probe im Tiegel mit H_2SO_4 ver-

setzt und in den Phönix Black SAS gegeben. Mit dem Start der Methode heizt das Phönix Black SAS auf und hält die gewählte Temperatur präzise für die vorgewählte Zeit konstant. Dabei finden die Vorveraschung und die Hauptveraschung bis zur Gewichtskonstanz im Phönix Black Muffelofen statt. Durch die genauen und reproduzierbaren Temperaturrampen kann ein Überkochen, Verspritzen oder Übersäumen von kritischen Proben verhindert werden. Die besondere Arbeitssicherheit und der Bedienerkomfort des Phönix Black SAS wird durch eine spezielle Absaugtechnik gewährleistet, die CEM auch in anderen Produkten erfolgreich verwendet. Dabei führt aus dem Veraschungseinsatz mit den zu bearbeitenden

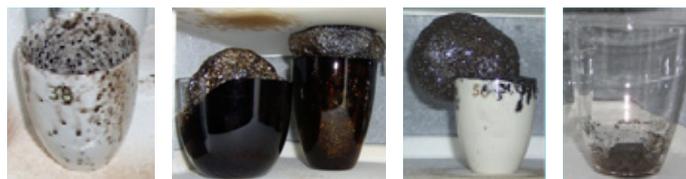


Abb. 4

Abb. 5

Abb. 6

Abb. 7

Abbildung 4: Azelaic acid spritzend

Abbildung 5: Phthalazine Derivat Pilz

Abbildung 6: Phthalazine Derivat schäumend

Abbildung 7: Megestrolacetat problemlos

Proben ein Quarzrohr zu einer Abscheide- und Neutralisationseinrichtung, bestehend aus Waschflaschen und Aktivkohlefilter. Die Rauchgase werden dabei mittels einer Vakuumpumpe abgesaugt und in den Waschflaschen mit NaOH neutralisiert. Der Bediener ist dabei keiner Exposition mit den Verbrennungsprodukten ausgesetzt und durch die Aktivkohlefilter zudem vor Geruchsbelästigungen geschützt. Die Anordnung dieser Neutralisationseinrichtung ist wartungsarm und einfach zu bedienen. Damit werden die Anforderungen der ISO 14000 zur Emissionsverminderung erfüllt. Die Raumluft und somit auch der Anwender werden nicht belastet (Arbeitsschutz) und die Installation braucht unter keinem Abzug zu erfolgen. Für die unterschiedlichen Applikationen steht eine Vielzahl von Zubehör, z. B. spezielle Veraschungstiegel oder eine Temperatur-Kalibriereinheit für die Prüfmittelüberwachung (IQ & OQ) zur Verfügung.

Studie an kritischen Proben

D. C. Hinz und U. Sengutta untersuchten spezielle Proben, die unter klassischen Bedingungen mit Vorveraschung und konventionellem Muffelofen schäumen, spritzen und aus dem Tiegel quellen (Abb. 4 bis 6). Als Modellsubstanzen wur-

den Laktose, Azelaic acid, Megestrolacetat und Phthalazine ausgewählt [1]. Es wurde eine Methode für den Phönix Muffelofen gearbeitet, bei der jede Probe mit Schwefelsäure versetzt wird und direkt bei Raumtemperatur in den Phönix Ofen gegeben wird. Anschliessend wird im Phönix SAS automatisch ohne manuelle Arbeit die Probe mit der Säure langsam auf 550 °C erhitzt und dabei verascht. Danach erfolgt das weitere Aufheizen auf die Endtemperatur von 600 °C und die Veraschung findet bis zur Gewichtskonstanz statt. Alle Modellsubstanzen werden ohne Probenverlust durch spritzen, schäumen oder quellen sanft im Phönix Muffelofen verascht, wie Abb. 7 zeigt.

[1] «Efficiency improvement for sulfated ash determination by microwave muffle furnace», D. C. Hinz und U. Sengutta, Poster Pittsburgh Conference 2007

<https://www.cem.de/produkte/phoenix-black-sas/anwendungsbeispiele/>

CEM GmbH
Carl-Friedrich-Gauss-Str.9
D-47475 Kamp-Lintfort
info@cem.de
Tel. +49 2842-96 44 0
www.sulfatasche.de



www.laborscope.ch

Labortechnik | Verfahrenstechnik | Chemie | Medizin | Biotechnologie