Tipps & Tricks
von den Experten

Vorwort

Um aus Ihren Geräten die volle Leistung herauszuholen, sind Tipps und Empfehlungen aus der Praxis eine grosse Hilfe. Diese Tipps & Tricks machen Ihre tägliche Arbeit im Labor leichter, sicherer und nachhaltiger.

Nutzer dieser Tipps & Tricks können sich auf die Laborexperten bei BÜCHI verlassen. Einige dieser Experten werden in diesem Leitfaden vorgestellt. Sie helfen Ihnen mit nützlichen Tipps aus ihrer eigenen Laborerfahrung. Dabei geben Sie auch einen Einblick, was sie an ihrer Arbeit motiviert, und verraten Ihnen ihr persönliches Motto.

Am Ende des Leitfadens finden Sie nähere Informationen über Supportmaterialien von BÜCHI.

Schön, dass Sie sich die Zeit nehmen unseren Leitfaden zu lesen. Wir sind sicher, dass Sie den einen oder anderen nützlichen Tipp zur erfolgreichen Bewältigung Ihrer Aufgaben im Labor finden werden.

Die BÜCHI Labortechnik AG mit ihrem Stammhaus in Flawil (Schweiz) ist ein führender Lösungsanbieter in der Labortechnologie für F&E, Qualitätssicherung und Produktion weltweit.

Seit 1939 bietet BÜCHI einem breiten Spektrum von Branchen wie Pharma, Chemie, Nahrungsmittel & Getränke, Futtermittel, Umweltanalytik und Hochschulen passgenaue Lösungen an. Mit unserem weltweiten Netzwerk von 20 Tochtergesellschaften und Supportzentren, sowie mehr als 70 qualifizierten Vertriebspartnern, sind wir stets in Ihrer Nähe – wo auch immer Sie sich befinden.

Impressum

Herausgeber: BÜCHI Labortechnik AG, CH-9230, Schweiz
© 2017 by BÜCHI Labortechnik AG

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil dieser Publikation darf ohne schriftliche Genehmigung des Herausgebers nachgedruckt, vervielfältigt oder in irgendeiner Form oder durch elektronische oder mechanische Verfahren – jetzt bekannt oder später erfunden – genutzt werden, einschliesslich Fotokopieren und Aufzeichnen oder in Systemen für die Speicherung und Abfrage von Informationen.

Inhalt

Vorwort	2
Chantal Ulmer – Tipps für die Rotationsverdampfung	4
Urs Hartfelder – Tipps für die Parallelverdampfung	5
Maren Sander – Tipps für die klassische Extraktion	6
David Vinzent – Tipps für die Stickstoffbestimmung	7
Aurélie Demont – Tipps für die Gefriertrocknung	8
Chantal Ulmer – Tipps für Schmelzpunkt und Siedepunktnt	9
Maren Sander – Tipps für die Hochdruck-Lösungsmittelextraktion	10
David Vinzent – Tipps für die SO_2-Bestimmung	11
Estefanía Pérez Fernández – Tipps für die NIR-Spektroskopie	12
Weitere Leitfäden und Handbücher	13
Produkte und Lösungen von BÜCH	14
Industrielle Lösungen	15

Setzen Sie sich mit uns in Verbindung
application@buchi.com

Die Expertin
Chantal Ulmer

Mein Motto

Es geht nicht um das Problem, sondern um die richtige Methode zum Finden der Lösung.

Über meine Arbeit

Nach meiner Lehre studierte ich Chemie an der FHNW in Basel. Anschliessend sammelte ich Erfahrungen in unterschiedlichen Analyselaboren und in einem auf Extraktion spezialisiertem Unternehmen. Deshalb verstehe ich die Probleme und Bedürfnisse der Kunden, da ich in ihrer Rolle war. Bei BÜCHI gefällt mir die Vielfalt der Proben. So lerne ich viele verschiedene Branchen und Applikationen kennen.

Produkte

Als Marktführer in der Rotationsverdampfung liefert BÜCHI eine komplettes Portfolio von Geräten:
· Rotavapor® R-300 und R-100
· Vakuumpumpen
· Umlaufkühler
· Kontrolleinheiten und Glaswaren

Proben

Aprikosenpüree, Thymianextrakt, ätherische Öle, aromatische Pflanzen, Chromatographiefraktionen, Alkohol mit Pflanzenextrakten für Gin usw.

Rotationsverdampfung

Der BÜCHI Rotavapor® steht für lange Lebensdauer, lange Wartungsintervalle und hohe Verfügbarkeit.

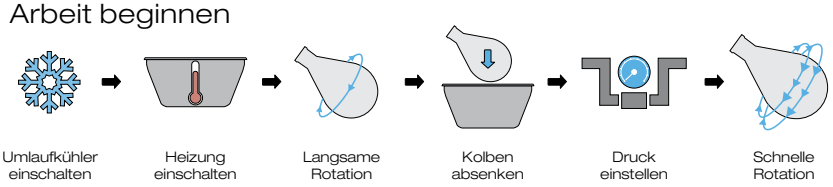
Tipp 1: Gerät nach jedem Gebrauch reinigen und trocknen

Reinigen: Kondensator spülen – hierzu etwas Aceton oder Ethanol durch die obere Öffnung einträufeln und das Reinigungs-/Lösungsmittel durch den Rotavapor destillieren. Anschliessend Auffangkolben und Verdampferkolben entleeren.
Trocknen: Pumpe mehrere Minuten auf Dauerbetrieb stellen.

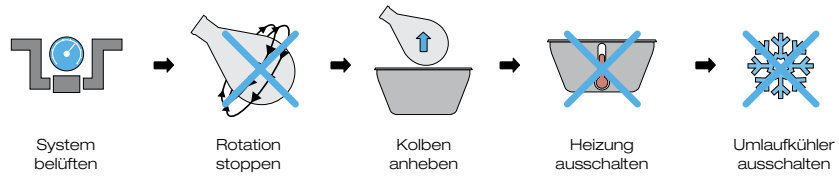
Tipp 2: Wie beginne und beende ich die Arbeit?

Die richtige Reihenfolge der Aufgaben verbessert Betriebssicherheit und Handhabung.

Arbeit beginnen

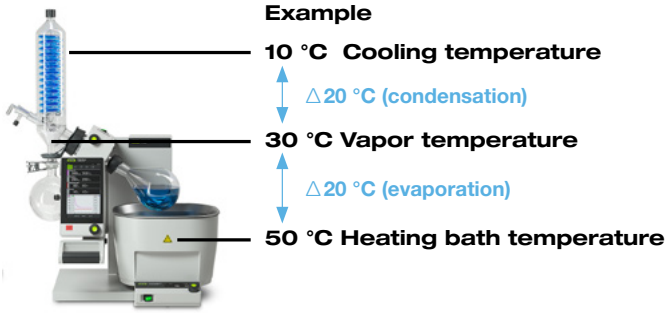


Arbeit beenden



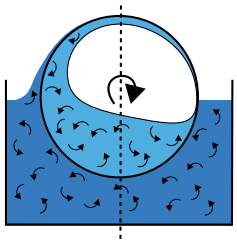
Tipp 3: Regel «Delta 20» anwenden

Für eine sichere und optimale Verdampferleistung wenden Sie die Regel «Delta 20» an. Um das Sieden des aufgefangenen Destillats bei Umgebungstemperatur zu vermeiden, empfiehlt sich eine Siedetemperatur von etwa 30 °C.



Tipp 4: Rotationsgeschwindigkeit erhöhen

Die Rotation vergrössert erheblich die Verdampfungsoberfläche und fördert die Verwirbelung der Probe und die Durchmischung im Heizbad. Stellen Sie die Rotationsgeschwindigkeit auf Maximum, um die Destillationsgeschwindigkeit zu erhöhen und gleichzeitig den Siedeverzug, sowie die Schaumbildung zu verringern. Bei hochviskosen Proben und beim Trocknen von Pulvern empfehlen wir die Rotationsgeschwindigkeit niedrig zu halten.



Auswirkungen der Rotationsbewegung

Der Experte
Urs Hartfelder

Mein Motto

Ich verdampfe nicht immer. Aber wenn ich es tue, dann parallel.

Über meine Arbeit

Ich habe Chemie an der ETH Zürich studiert und einen Abschluss als Ph.D. gemacht, mit Fokus auf heterogener Katalyse und Spektroskopie. In meiner Zeit bei BÜCHI habe ich mit fast allen unseren Geräten gearbeitet. Gegenwärtig konzentriere ich mich auf Parallelverdampfung und NIR-Spektroskopie.

Produkte

- Syncore® Analyst: Minimierte Kreuzkontamination, maximierte Ausbeute
- Syncore® Polyvap: Bis zu 96 Proben parallel
- Multivapor™ P-6 und P-12: Ideal zur Optimierung der Effizienz
- Kontrolleinheit I-300 Pro

Proben

Polychlorierte Biphenyle in Abwasser, Pestizide in Tierfutter, polyzyklische aromatische Verbindungen in Wasser, Ethylcarbamat in Portwein usw.

Parallele Verdampfung

Der BÜCHI Syncore® Analyst dampft mehrere Proben gleichzeitig auf ein definiertes Restvolumen ein. Ein gekühlter Appendix verhindert das Verdampfen des Restvolumens und schützt die Analyte.

Tipp 1: Vor der Verdampfung

Stellen Sie sicher, dass ausreichend Wärmeträgermedien in das Syncore®-Rack gefüllt werden.
Um die Effizienz bei der Arbeit mit einem Restvolumen von 1 mL oder 0,3 mL zu verbessern, stellen Sie sicher, dass sie die passenden Appendix Isolierhüllen verwenden.

Wählen Sie das Syncore®-Rack und die Glaswaren passend für Ihr Arbeitsvolumen – ein zu hoher Füllungsgrad kann die Rotationsgeschwindigkeit begrenzen, was sich nachteilig auf die Verdampfungsrate auswirkt und zu einem Siedeverzug führen kann.

Kühlen Sie das Vorlagegefäss, zum Beispiel mit dem gekühlten Vorlagegefäss von BÜCHI, um ein Nachsieden im Auffanggefäss zu vermeiden. Besonders bei tiefsiedenden Lösungsmitteln wie Dichlormethan und Hexan, begrenzt das Nachsieden die Verdampfungsrate.

Tipp 2: Verdampfungsbedingungen

Die meisten Verdampfungen können effizient mit einer Heizblocktemperatur von 65 °C und einer Kühltemperatur von 10 °C durchgeführt werden. Die Rotationsgeschwindigkeit muss ausreichend hoch eingestellt werden, um hohe Verdampfungsraten zu erreichen und einen Siedeverzug zu verhindern. Für die meisten Konfigurationen sind 280 Umdrehungen pro Minute ein guter Ausgangspunkt.

Im Routinebetrieb automatisiert ein vorprogrammierter Druckgradient an der Kontrolleinheit I-300 Pro die Druckregelung und gewährleistet gleichbleibende Verdampfungsbedingungen.

Tipp 3: Methoden für die Überführung vom Rotavapor® zum Syncore®

Die folgenden Druckgradienten werden als Ausgangspunkte für jedes Lösungsmittel empfohlen. X ist der am Rotavapor® verwendete Druck.

Die Heizblocktemperatur am Syncore® muss 5 °C höher sein als die Wasserbadtemperatur des Rotavapor®.

Zeit [min]	Druck [mbar]
0	X + 500
4	X + 150
9	X + 50
19	X
Ende der Verdampfung	X
Verdampfung + 2 Minuten	Atmosphärendruck

Die Expertin
Maren Sander

Mein Motto

Extraktion ist viel mehr als das Zubereiten von Tee!

Über meine Arbeit

Ich liebe das Extrahieren von Proben aller Art mit dem SpeedExtractor. Ich habe eine Menge verschiedener Proben extrahiert: Barbie, Eier, Fisch, Garn, gefährliche Abfälle, Gelatine, Geleebonbons, Gemüse, Gesteinskerne, Kenafsaat, Kosmetika, Leder, Mayonaise, Milben, Molkereiprodukte, Nylon, Öl, Polyethylen, Quark, Stents, Textilien, Tinte, Wasser aus dem Zürichsee, Weisheitszähne (nein, nur ein Scherz), Wolle, Xylol.

Produkte

- SpeedExtractor E-914 und E-916, Extraktionssystem B-811
- Extraktionseinheiten E-812 und 816, Hydrolyseeinheit E-411 und E-416, Mixer B-400

Proben

Klassische Fettextraktion für Proben wie Schokolade, Müsli, Haustiernahrung, Futtermittel, Kartoffelchips, Kuchen, Kekse usw.

Klassische Extraktion

Extraktionsverfahren – Soxhlet, Heissextraktion und kontinuierliche Extraktion – werden weitestgehend in Branchen angewendet, die sich mit Nahrungsmitteln, Futtermitteln, Umwelttechnik, Textilien, Polymeren und Abfall befassen. Die Fettbestimmung einer Schokoladenprobe umfasst drei Schritte: Homogenisierung, Hydrolyse und Extraktion.

Tipp 1: Was tun, wenn die Ausbeute zu hoch ist?

- Verwenden Sie saubere Lösungsmittel.
- Nach der Extraktion wird der Becher mit dem Fett in einem Trockenschrank getrocknet. Trocknen Sie bis zu einem konstanten Gewicht.
- Manche Fette und Öle sind sehr wärmeempfindlich (z. B. Sonnenblumenöl). Trocknen Sie solche Proben bei niedrigerer Temperatur und unter reduziertem Druck in einem Vakuumtrockenschrank.

Tipp 2: Was tun, wenn die Ausbeute zu niedrig ist?

- Probenverlust bei der Hydrolyse: Spülen Sie das Aufschlussglas sorgfältig, um die gesamte Probe in die Probengläser zu überführen. Für eine optimale Ausbeute spülen Sie mit Wasser bei 50 °C. Wenn das Wasser zu warm ist, kommt es zu einem Verlust von Fett. Wenn das Wasser zu kalt ist, wird die Probe unvollständig überführt.
- Unvollständige Extraktion: Die Extraktionszeit ist zu kurz. Wenden Sie die empfohlene Zeit an. Der Niveausensor ist zu hoch oder zu niedrig eingestellt. Es sammelt sich zuviel Lösungsmittel im oberen Bereich der Probe.
- Unterschiedliche Bechertemperaturen: Lassen Sie alle Becher vor dem Wiegen die gleiche (Umgebungs)Temperatur erreichen.

Tipp 3: Was tun, wenn die Ergebnisse in einem grossen Bereich schwanken?

Inhomogene Proben oder eine zu geringe Probenmenge können schwankende Ergebnisse verursachen. Homogenisieren Sie Proben mit Stössel und Mörser oder mit dem BÜCHI Mixer B-400. Die empfohlene Probenmenge hängt vom ungefähren Fettgehalt ab. Erhöhen Sie bei sehr inhomogenen Proben (z. B. Salami) die Probeneinwaage.

Fettgehalt [%]	80 – 100	50 – 80	20 – 50	10 – 20	<10
Probeneinwaage [g]	0.7 – 1.0	1 – 1.5	1.5 – 3.5	3.5 – 7	7 – 10

Tipp 4: Wann ist für die Fettextraktion eine Hydrolyse notwendig?

Wenn Fett gebunden oder in Zellen eingeschlossen ist, ermöglicht die Hydrolyse das Freisetzen des Fettes und die nachfolgende Extraktion. Auch Normen können vor der Extraktion eine Hydrolyse vorschreiben. Bei verarbeiteten Proben, denen Fett oder Öl hinzugefügt und zugemischt wurde, ist eine Hydrolyse normalerweise nicht erforderlich.

Der Experte
David Vinzent

Mein Motto

Es geht nichts über die guten alten Standardmethoden!

Über meine Arbeit

Nachdem ich mehrere Jahre in der Nahrungsmittelindustrie gearbeitet hatte, studierte ich Nahrungsmittel- und Getränketechnologie. Die Erfahrungen, die ich während dieser Zeit sammelte, helfen mir, die Bedürfnisse der Kunden im Tagesgeschäft zu verstehen.

Produkte

Alle Stickstoffbestimmungsgeräte bieten hohe Leistung für ihre Klasse und sind sicher zu bedienen. Hier eine kleine Auswahl der Angebote von BÜCHI:

- Aufschluss: KjelDigester K-446 und K-449, SpeedDigester K-425, K-436 und K-439
- Destillation: KjelMaster K-375, KjelFlex K-360, KjelSampler K-376 und K-377, Destillationsgeräte K-350 und K-355

Proben

Tetanustoxin, Milchpulver, Salami, Haustiernahrung, Futtermittel, Abwasser, Bier, Kosmetika, Düngemittel, Heilmittel, Boden usw.

Stickstoffbestimmung

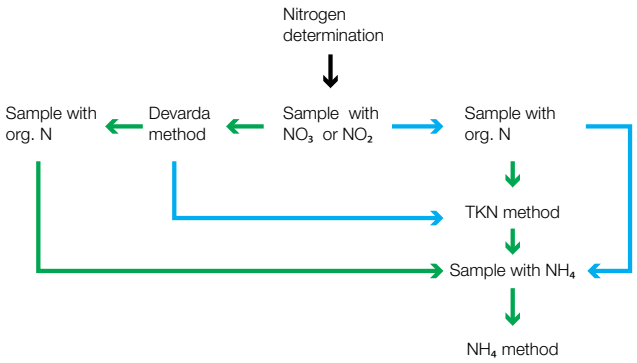
Gesamt-Kjeldahl-Stickstoff (TKN) und TKN Plus (TKN+) sind etablierte Methoden zum Bestimmen von organisch gebundenem Stickstoff einschliesslich Nitrat und Nitrit.

<table>
<tr><td colspan="3">Gesamtstickstoff</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Gesamt-Kjeldahl-Stickstoff (TKN)</td><td colspan="2">Direktdestillation (DD)</td><td rowspan="2">Nicht detektierbar durch TKN und DD</td></tr>
<tr><td>Ammonium-destillation</td><td>Destillation nach Devarda (Nitrat, Nitrit)</td></tr>
<tr><td colspan="3">Total Kjeldahl Nitrogen Plus (TKN+)</td></tr>
</table>

Die Methoden TKN und TKN+ umfassen einen Aufschluss, dem die Wasserdampfdestillation und Titration folgen.

Tipp 1: Die richtige Bestimmungsmethode wählen

Je nach den Stickstoffquellen der Probe gibt folgendes Flussdiagramm Aufschluss über die verschiedenen Methoden zur Bestimmung des Stickstoffgehalts.



Tipp 2: Optimale Bedingungen für den Aufschluss

Der Aufschluss überführt organisch gebundenen Stickstoff in Ammonium. Für einen vollständigen Aufschluss sind optimale Bedingungen erforderlich. Die typische Probenmenge beträgt 0,125 bis 2 Gramm, je nach N-Gehalt. Abhängig von der Probenart und -menge wird Schwefelsäure zugegeben. Vergessen Sie nicht den Katalysator, der auch K_2SO_4 enthält, um einem Verdampfen der Schwefelsäure entgegenzuwirken.

Temperatur		420 °C
Zeit		90 – 120 min
Schwefelsäure (98 %)	Fett	9,7 mL pro g
	Protein	4,9 mL pro g
	Kohlenhydrate	4,0 mL pro g
Katalysator (Kjeldahl-Tablette)		1 g pro 2 mL
Schwefelsäure		

Tipp 3: Optimale Destillationsbedingungen

Die Destillation muss so vollständig und sicher, aber so kurz wie möglich sein. Empfohlene Bedingungen:

Deionisiertes Wasser 4 mL pro verwendetem mL Schwefelsäure
$NaOH_4$,5 mL pro verwendetem mL Schwefelsäure
Zeit 150 – 240 s

Die Expertin
Aurélie Demont

Mein Motto

Forschung ist ein wenig wie Kochen, ausser dass man kein Rezept hat und nicht abschmecken kann.

Über meine Arbeit

Nach einem Ph.D. in Biotechnologie lernte ich meine neue Herausforderung bei BÜCHI kennen. Die Kombination von Machbarkeitsstudien mit der Entwicklung neuer Applikationen ist immer spannend. Wir arbeiten mit Proben aus der ganzen Welt. Von Mikroorganismen bis zu Diamantpulver – je provokativer die Probe, desto interessanter finde ich sie…

Produkte

Das Angebot von BÜCHI für die Gefriertrocknung:
· Lyovapor™ L-300
· Lyovapor™ L-200
· Lyovapor™ Software

Proben

Hühnerfleisch, sonstige Fleischproben, Bananen, Trüffel, Impfstoffe, Mikroorganismen für Lagerung oder vor Extraktion, Boden für Extraktion usw.

Gefriertrocknung

Applikationen mit den von BÜCHI angebotenen Geräten für die Gefriertrocknung im Labor reichen von der Forschung und Entwicklung bis hin zur Qualitätskontrolle und decken ein breites Spektrum von Marktsegmenten ab. Die Geräte zeichnen sich durch ihre Effizienz und Praxistauglichkeit aus.

Tipp 1: Warum ist Wärme bei der Gefriertrocknung unverzichtbar?

Das Prinzip der Gefriertrocknung beruht auf dem direkten Übergang einer Substanz vom festen in den gasförmigen Aggregatzustand, was als Sublimation bezeichnet wird. Sublimation ist ein endothermischer Prozess, der Energie in Form von Wärme erfordert. Das sublimierende Produkt gibt Wärme ab und wird deshalb abgekühlt. Die erforderliche Sublimationsenergie muss dem Produkt zugeführt werden. Höhere Produkttemperaturen führen zu grösseren Druckdifferenzen und damit zu einem effizienteren Sublimationsprozess. Der zusätzliche Wärmeeintrag beschleunigt die Sublimation und stellt die eigentliche treibende Kraft der Gefriertrocknung dar.

Tipp 2: Schutzmäntel verwenden

Drei verschiedene Quellen von Sublimationsenergie können unterschieden werden:
(1) Geleitete Wärme einer beheizten Stellfläche, (2) Konvektion durch bewegliche Gasmoleküle im Vakuum und (3) Infrarotstrahlung. Jedoch ist geleitete Wärme der am besten regelbare Wärmestrom. Deshalb sind Schutzmäntel zu installieren, um bestmöglich kontrollierbare und reproduzierbare Ergebnisse zu erreichen:

· Fläschchen mit wärmedämmender Umhüllung verwenden.
· Einen äusseren Ring aus leeren Fläschchen bilden.
· Eine leere Stellfläche über den Fläschchen anordnen.

Tipp 3: Mehrere Thermoelemente in Proben

Wenn aus Abschirmungsgründen leere Stellflächen installiert werden, besteht die Möglichkeit, zusätzliche Thermoelemente für die Überwachung der Probentemperatur durch Bohrungen in diesen Stellflächen zu stecken.

Tipp 4: Welche Proben können nicht gefriergetrocknet werden?

Die folgenden Probenarten können nicht gefriergetrocknet werden:

· Ölreiche Produkte
· Zuckerreiche Substanzen
· Produkte mit undurchlässiger Haut
· Produkte mit hohem Salzgehalt

Tipp 5: Entfernung zwischen Gefriergerät und Lyovapor™ kurz halten

Um die Zeit für den Probentransfer zu verkürzen und die gefrorene Probe auf Tieftemperatur zu halten, sollte das Gefriergerät und der Lyovapor™-Gefriertrockner im selben Raum aufgestellt sein. Zusätzlich kann eine Leckageprüfung am Lyovapor™ helfen Fehlkonfigurationen und Defekte zu erkennen.

Die Expertin
Chantal Ulmer

Mein Motto

Es geht nicht um das Problem, sondern um die richtige Methode zum Finden der Lösung.

Über meine Arbeit

Nach meiner Lehre studierte ich Chemie an der FHNW in Basel. Anschliessend sammelte ich Erfahrungen in unterschiedlichen Analyselaboren und in einem auf Extraktion spezialisiertem Unternehmen. Deshalb verstehe ich die Probleme und Bedürfnisse der Kunden, da ich ihre Seite kennengelernt habe. Bei BÜCHI gefällt mir die Vielfalt der Proben. So lerne ich viele verschiedene Branchen und Applikationen kennen.

Produkte

Geräte von BÜCHI zur Bestimmung von Schmelz- und Siedepunkten
- M-560: Manueller Betrieb, schnell und einfach.
- BÜCHI M-565: Automatischer Betrieb, arzneibuchkonform.
- Probenverdichter M-569 zur schnellen und effizienten Röhrchenbefüllung.

Proben

Palmöl, Kakaobutter, Lippenstifte, E-Liquids, Syntheseprodukte, Grundchemikalien usw.

Schmelzpunkt und Siedepunkt

Schmelzpunkt und Siedepunkt sind Kennwerte von festen und flüssigen Substanzen. Beide Werte werden für Zwecke der Materialkennzeichnung und Charakterisierung verwendet. Kontaminanten führen zur Schmelzpunktdepression und Änderungen des Siedepunkts. Deshalb können Schmelzpunkt und Siedepunkt für Kontrollen des Reinheitsgrads genutzt werden.

Tipp 1: Die Probe gut mahlen

Ein feines und gleichförmiges Pulver ist Voraussetzung für eine genaue Schmelzpunktbestimmung. Die Proben mindestens 5 Minuten mit Stössel und Achatreibschale gut mischen und mahlen.

Tipp 2: Füllhöhe der Schmelzpunktröhrchen

Die Füllhöhe der Röhrchen beeinflusst erheblich die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Schmelzpunktbestimmung. Eine gleichmässige Füllhöhe von 4 mm und gutes Verdichten der Probe wird empfohlen. Der Probenhalter besitzt eine Markierung für eine Füllhöhe von 4 mm.

Tipp 3: Röhrchenfüllhöhe für Siedepunktbestimmung

Für die Siedepunktbestimmung ist eine Füllhöhe von 10 mm am besten geeignet. Es ist wichtig, dass alle Röhrchen die gleiche Füllhöhe haben.

Tipp 4: Die Siedepunktbestimmung muss bei Umgebungsluftdruck stattfinden

Damit der gemessene Siedepunkt einer Flüssigkeit richtig ermittelt wird, muss der aktuelle Umgebungsluftdruck in den M-565 eingegeben werden. Wenn kein externer Drucksensor verfügbar ist, können stattdessen viele Rotavapor-Geräte mit Vakuumkontrolle zum Bestimmen des Umgebungsdrucks verwendet werden.

Die Expertin
Maren Sander

Mein Motto

Extraktion ist viel mehr als das Zubereiten von Tee!

Über meine Arbeit

Ich liebe das Extrahieren von Proben aller Art mit dem SpeedExtractor. Ich haben eine Menge verschiedener Proben extrahiert: Barbie, Eier, Fisch, Garn, gefährliche Abfälle, Gelatine, Geleebonbons, Gemüse, Gesteinskerne, Kenafsaat, Kosmetika, Leder, Mayonaise, Milben, Molkereiprodukte, Nylon, Öl, Polyethylen, Quark, Stents, Textilien, Tinte, Wasser aus dem Zürichsee, Weisheitszähne (nein, nur ein Scherz), Wolle, Xylol.

Produkte

SpeedExtractor E-916 und SpeedExtractor E-914 sind Teil des breitgefächerten Extraktionsangebots von BÜCHI. Der SpeedExtractor ist schnell, es können bis zu sechs Proben parallel extrahiert werden. Identische Extraktionsbedingungen reduzieren die Anzahl der Replikate. Die fehlersicheren und zuverlässigen Extraktionszellen dichten automatisch ab und garantieren reproduzierbare Ergebnisse.

Proben

Boden, Schlamm, Polymere, Textilien, Hühnereier, Fisch, Thymian, Milchpulver usw.

Hochdruck-Lösungsmittelextraktion

Die Hochdruck-Lösungsmittelextraktion (PSE) ist schnell und hocheffizient, da mit erhöhten Temperaturen und Drücken gearbeitet wird. Mit flexiblen Temperatur-, Druck- und Extraktionszellenparametern ermöglicht der SpeedExtractor optimierte Methoden.

Tipp 1: Trocknen der Proben

Die Extraktion trockener Proben ist äusserst effizient. Deshalb wird das Trocknen der Probe vor der Extraktion empfohlen. Das beste Trocknungsmittel ist dabei Diatomeenerde (DE). Für sehr feuchte Proben ist die Ofentrocknung eine geeignete Alternative. Auch Gefriertrocknung oder Sprühtrocknung sind geeignete Optionen.

Tipp 2: Die Proben immer dispergieren

Das Dispergieren der Probe mit inerten Materialien vermeidet die Aggregation von Probenpartikeln und wird für fast alle Applikationen empfohlen. Die gängigsten verwendeten Dispergiermittel sind Quarzsand und Diatomeenerde. Für die meisten Proben ist ein Gewichtsverhältnis von 1:5 mit Sand und 1:1 mit Diatomeenerde geeignet.

Tipp 3: Die Extraktionszelle richtig packen

Verschiedene Techniken zum Packen der Zelle reduzieren den Lösungsmittelverbrauch, steigern die Extraktionseffizienz, vermeiden ein Verstopfen der Zelle oder vereinfachen den Reinigungsprozess nach der Extraktion.

1. Standardfüllung einer mit Trocken- oder Dispergiermittel gemischten Probe
2. Sandbett unter der Probe und darüber zum Füllen von Leervolumen
3. Expansionselement bei voluminösen flockigen Proben
4. Oben mit Glaswolle verschlossene Papier- oder Glasfaserhülse

Tipp 4: Die richtige Temperatur wählen

Die Temperatur hat eine hohe Auswirkung auf Geschwindigkeit und Ausbeute der Extraktion. Beginnen Sie bei 20 °C über dem Siedepunkt des Lösungsmittels oder bei 100 °C für Umweltproben. Um eine Zersetzung der Probe zu vermeiden, wählen Sie eine Temperatur von 50 °C für Pflanzenmaterial und andere Naturprodukte und ≤ 100 °C für die Fettextraktion. Stellen Sie die Temperatur für Polymere vorsichtig ein, um ein Schmelzen während der Extraktion zu vermeiden.

Tipp 5: Den richtigen Druck wählen

Ein Druck von 100 bar ist ein guter Ausgangspunkt für ein sehr breites Applikationsspektrum. Stellen Sie für feuchte Proben einen Druck von 150 bar ein.

Der Experte
David Vinzent

Mein Motto

Es geht nichts über die guten alten Standardmethoden!

Über meine Arbeit

Nachdem ich mehrere Jahre in der Nahrungsmittelindustrie gearbeitet hatte, studierte ich Nahrungsmittel- und Getränketechnologie. Die Erfahrungen, die ich während dieser Zeit sammelte, halfen mir, die Bedürfnisse der Kunden im Tagesgeschäft zu verstehen.

Produkte

- Destillationsgeräte K-350 und K-355: Effizienteste Wasserdampfdestillation.
- KjelFlex K-360: Der modulare Aufbau ermöglicht es, den K-360 den Bedürfnissen des Kunden anzupassen und beinhaltet sogar ein Titrationskit.
- Zubehör für die SO_2-Absorption mit zwei Auffanggefässen.

Proben

Garnelen, Wein, Bier, Gewürze, Kräuter, Salzfleisch usw.

SO_2-Bestimmung

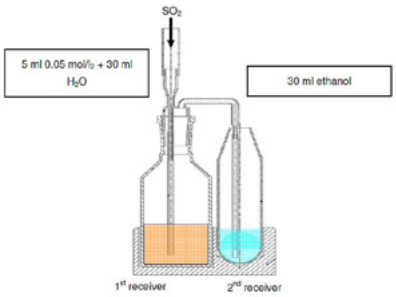
Zur Konservierung von Nahrungsmitteln und Getränken werden häufig Sulfite eingesetzt. Aufgrund der strengen Vorgaben für den Sulfitgehalt, bedarf es häufiger und zuverlässiger Probenbestimmungen.

Tipp 1: Die Methode von BÜCHI anwenden

Die Quantifizierung geschieht über die Umwandlung von Sulfiten in flüchtiges Schwefeldioxid (SO_2), das durch Wasserdampfdestillation von der Probe getrennt wird. Das Iod im Auffanggefäss oxidiert SO_2 und wird verbraucht. Das überschüssige Jod wird anschliessend mit Natriumthiosulfat zurücktitriert.

Tipp 2: Wichtige Merkpunkte

Einige Tipps zum Erreichen einer guten SO_2-Bestimmung:



- Um wiederholbare Ergebnisse zu erhalten, sind homogene Proben notwendig.
- Feststoffproben vor dem Wiegen zu feinem Pulver mahlen.
- Bei Schaumbildung oder starkem Spritzen während der Destillation die Dampfleistung reduzieren oder eine Antischaumtablette zugeben.
- Zum Vermeiden von Korrosion durch HCl ist H_3PO_4 zu verwenden, um SO_2 freizusetzen.
- Destillation sofort starten, um Verlust von Iod und Schwefeldioxid zu verhindern.
- Destillation stoppen, sobald die festgelegte Destillationszeit abgelaufen ist oder wenn der Destillatfüllstand den Hals der Auffangflasche erreicht.

Tipp 3: Optimieren der Ausbeute

Der empfohlene Weg zur optimalen Ausbeute ist die SO_2-Absorption unter Verwendung der Glaswaren von BÜCHI mit zwei Kolben. Das erste Auffanggefäss enthält die Iodlösung und das zweite ist mit Ethanol befüllt, um verdampfendes Iod zu erfassen. Vor der Titration werden beide Behälter vereint.

Tipp 4: Einsparen von Chemikalien und Proben

Erwartete SO_2-Konzentration [mg/kg]	Empfohlene Probeneinwaage [g]
7 – 10	150 – 100
10 – 20	100 – 50
20 – 100	50 – 10
100 – 200	10 – 5
200 – 500	5 – 2
> 500	< 2

Der optimale SO_2-Gehalt pro Bestimmung ist 1 mg. Deshalb richtet sich die optimale Probeneinwaage nach den erwarteten SO_2-Gesamtkonzentrationen.

Tipp 5: Andere Methoden

Dampfdestillationsgeräte von BÜCHI können auch für andere Methoden der Schwefeldioxidbestimmung verwendet werden, wie zum Beispiel für die Monier-Williams-Methode oder für die Methode nach chinesischer Norm (GB-Standard).

Die Expertin
Estefanía Pérez Fernández

Mein Motto

Alles was man braucht, ist … NIR.

Meine Aufgabe

Von meiner Ausbildung her bin ich Biologin. Durch einen Ph.D. und postdoktorale Studien sammelte ich 10 Jahre lang Erfahrung mit NIR-Applikationen für die Umwelt- und Agrarforschung. Im Juli 2017 ging ich zu BÜCHI, um an NIR-Entwicklungsprojekten zu arbeiten und neue Aspekte dieser faszinierenden und vielseitigen Technologie kennenzulernen.

Produkte

Die Geräte NIRFlex und NIRMaster™ von BÜCHI sind eine gute Wahl für die FT-NIR-Spektroskopie. Spezialisierte Modelle für Qualitätskontrolle, F&E und Direktmessung im Produktionsprozess bieten optimale Applikationsleistungen. Mit NIR können viele Eigenschaften gleichzeitig bestimmt werden.

Proben

Cerealien (z. B. Weizen, Gerste, Reis), Weizenmehl, Palmöl, Olivenöl, Viehfutter, Nassfutter für Haustiere, Milch und Molkereiprodukte (z. B. Milch, Milchpulver, Käse, Joghurt), Fleisch, Chemikalien usw.

Nahinfrarotspektroskopie

Die Nahinfrarotspektroskopie (NIR) die hauptsächlich bei organischen Substanzen angewendet wird, stellt einen effizienten Weg zu schnellen und kostengünstigen Analyseergebnissen dar. Um zuverlässige Ergebnisse zu erreichen, sind robuste Kalibrationen erforderlich. Hier einige Tipps für die Kalibration:

Tipp 1: Proben richtig vorbereiten

Für die genaue Routinevorhersage chemischer und physikalischer Parameter müssen sowohl die Routineproben, als auch die Kalibrationsproben aus derselben Grundgesamtheit stammen. Beispielsweise lässt sich ein Vorhersagemodell für die Ermittlung des Proteingehalts in Weizen nicht für die Ermittlung des Proteingehalts einer anderen Getreideart verwenden. Weiterhin ist zu beachten, dass alle erlaubten Variationen, wie Probenfeuchte, Korngrösse, etc., auf das Kalibrationsmodell mit abgebildet werden. Das Kalibrationsmodell gewinnt so an Robustheit und die Vorhersagen reagieren unempfindlich auf bekannte „Matrixänderungen“.

Tipp 2: Gute Kalibrationsproben wählen

Die Kalibrationsproben müssen, mittels Referenzanalytik, auf ihre Qualitätskriterien hin überprüft werden. Proben, welche dem Qualitätsstandard nicht entsprechen, werden aus der Kalibration ausgeschlossen. Im Idealfall liegen die Kalibrationsproben entlang des gesamten Wertebereichs gleichmässig verteilt vor.

Kalibrationssatz streut zu eng

Guter Kalibrationssatz

Die Hauptkomponentenanalyse ist ein nützliches statistisches Verfahren zum Beobachten der Variationen von Proben.

Tipp 3: Referenzwerte sind wichtig

Zuverlässig NIR-Kalibrationen erfordern zuverlässige Referenzwerte.

- Wenden Sie immer eine etablierte Referenzmethode an.
- Berücksichtigen Sie Standardabweichung und Messungenauigkeit.

Tipp 4: Kalibrieren wie ein Profi

Kalibrationen korrellieren NIR-Spektraldaten mit den Referenzwerten, indem sie statistische Algorithmen wie PCR- oder PLS-Regression anwenden. Datenvorbehandlungen wie die Basislinien- und Streukorrekturen können die Kalibrationsvorhersagen noch deutlich verbessern.

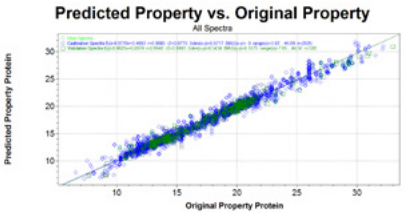


Figure 1: Regression von Vorhersage- und Referenzwerten

Tipp 5: Kalibrationen validieren und überwachen

Validieren Sie Ihre Kalibration durch den Vergleich vorhergesagter NIR-Ergebnisse mit den Referenzwerten eines Satzes stochastischer Proben. Im Idealfall weichen die theoretischen Ergebnisse nicht stark von den Referenzwerten ab.
Auf diese Weise können Sie Ihre Kalibration regelmässig überwachen und gegebenenfalls Korrekturen vornehmen.

Weitere Leitfäden und Handbücher

Wissensdatenbank Kjeldahl
Entschlüsseln Sie die Geheimnisse der Stickstoff- und Proteinbestimmung nach Kjeldahl,
76 Seiten, © 2017
https://secure.viewer.zmags.com/publication/1f5ce3a8#/1f5ce3a8/1

Leitfaden zur Gefriertrocknung
Grundlagen und Applikation
20 Seiten, © 2017
www.buchi.com/lyovapor

Produktivitätshandbuch für die industrielle Verdampfung
Optimieren Sie Ihr System und erzielen Sie bessere Ergebnisse
25 Seiten, © 2017
www.buchi.com/tune

Wegweiser zur Nährwertanalyse
6 Seiten, © 2017
www.buchi.com/guidebook-to-proximate-analysis-by-buchi

Kartuschen in der Flash-Chromatographie – Infografik
Übersicht des breiten Spektrums von Kartuschen, Partikeln und Vorteilen
2 Seiten, © 2017
www.buchi.com/all-in-one

Reveleris® – Erweiterte Flexibilität in der Aufreinigung
Wissenschaftliche Referenzbroschüre
18 Seiten, © 2017
www.buchi.com/reveleris-advanced-flexibility-in-purification

5-Schritt-Anleitung
zu höheren Erlösen in der Futtermittelproduktion
6 Seiten, © 2017
www.buchi.com/nirvantage

Produkte und Lösungen von BÜCHI

Erfahren Sie alles über die Produkte und Lösungen von BÜCHI.
www.buchi.com

Nahinfrarotspektroskopie
www.buchi.com/nirsolutions

Extraktion
www.buchi.com/extraction-solutions

SO_2
www.buchi.com/kjeldahl

Schmelz- und Siedepunkt
www.buchi.com/melting-point

Stickstoffbestimmung
www.buchi.com/kjeldahl

Gefriertrocknung
www.buchi.com/freeze-drying-laboratory

Parallele Verdampfung
www.buchi.com/parallel-evaporation-solutions

Rotationsverdampfung
www.buchi.com/laboratory-evaporation

Hochdruck-Lösungsmittelextraktion
www.buchi.com/products/extraction/speedextractor-e-914e-916

Industrielle Lösungen

Neben Laborprodukten bietet BÜCHI eine Vielzahl von Lösungen für die Industrie zum Bewältigen grösserer Probenmengen.

Rotationsverdampfung

Für die anspruchsvollen Bedürfnisse von Gross- und Produktionslaboren. Anwendung programmierbarer Methoden und Betrieb rund um die Uhr
www.buchi.com/content/industrial-evaporation-solutions

Geräte:
Rotavapor® R-220 Pro
Rotavapor® R-250
und mehr

NIR-Online Lösungen

Für die Prozessregelung in Echtzeit: Überwachung von Schlüsselparametern wie Feuchte, Fett und Protein innerhalb enger Toleranzen
www.buchi.com/content/nir-online-solutions

Geräte:
NIR-Online
NIR-Online Multipointsystem

BÜCHI Tochtergesellschaften:

Europa

Schweiz/Österreich

BÜCHI Labortechnik AG
CH – 9230 Flawil
T +41 71 394 63 63
F +41 71 394 64 64
buchi@buchi.com
www.buchi.com

Benelux

BÜCHI Labortechnik GmbH
Branch Office Benelux
NL – 3342 GT Hendrik-Ido-Ambacht
T +31 78 684 94 29
F +31 78 684 94 30
benelux@buchi.com
www.buchi.com /bx-en

Frankreich

BUCHI Sarl
FR – 94656 Rungis Cedex
T +33 1 56 70 62 50
F +33 1 46 86 00 31
france@buchi.com
www.buchi.com/fr-fr

Deutschland

BÜCHI Labortechnik GmbH
DE – 45127 Essen
T +800 414 0 414 0 (Toll Free)
T +49 201 747 490
F +49 201 747 492 0
deutschland@buchi.com
www.buchi.com/de-de

Italien

BUCHI Italia s.r.l.
IT – 20010 Cornaredo (MI)
T +39 02 824 50 11
F +39 02 57 51 28 55
italia@buchi.com
www.buchi.com/it-it

Russland

BUCHI Russia/CIS
Russia 127287 Moscow
T +7 495 36 36 495
russia@buchi.com
www.buchi.com/ru-ru

Grossbritannien

BUCHI UK Ltd.
GB – Oldham OL9 9QL
T +44 161 633 1000
F +44 161 633 1007
uk@buchi.com
www.buchi.com/gb-en

Deutschland

BÜCHI NIR-Online
DE – 69190 Walldorf
T +49 6227 73 26 60
F +49 6227 73 26 70
nir-online@buchi.com
www.nir-online.de

Amerika

Brasilien

BUCHI Brasil Ltda.
BR – Valinhos SP 13271-570
T +55 19 3849 1201
F +55 19 3849 2907
brasil@buchi.com
www.buchi.com/br-pt

USA/Kanada

BUCHI Corporation
US – New Castle, DE 19720
T +1 877 692 8244 (Toll Free)
T +1 302 652 3000
F +1 302 652 8777
us-sales@buchi.com
www.buchi.com/us-en

Asien

China

BUCHI China
CN – 200233 Shanghai
T +86 21 6280 3366
F +86 21 5230 8821
china@buchi.com
www.buchi.com/cn-zh

Indien

BUCHI India Private Ltd.
IN – Mumbai 400 055
T +91 22 667 75400
F +91 22 667 18986
india@buchi.com
www.buchi.com/in-en

Indonesien

PT. BUCHI Indonesia
ID – Tangerang 15321
T +62 21 537 62 16
F +62 21 537 62 17
indonesia@buchi.com
www.buchi.com/id-in

Japan

Nihon BUCHI K.K.
JP – Tokyo 110-0008
T +81 3 3821 4777
F +81 3 3821 4555
nihon@buchi.com
www.buchi.com/jp-ja

Korea

BUCHI Korea Inc.
KR – Seoul 153-782
T +82 2 6718 7500
F +82 2 6718 7599
korea@buchi.com
www.buchi.com/kr-ko

Malaysia

BUCHI Malaysia Sdn. Bhd.
MY – 47301 Petaling Jaya,
Selangor
T +60 3 7832 0310
F +60 3 7832 0309
malaysia@buchi.com
www.buchi.com/my-en

Singapur

BUCHI Singapore Pte. Ltd.
SG – Singapore 609919
T +65 6565 1175
F +65 6566 7047
singapore@buchi.com
www.buchi.com/sg-en

Thailand

BUCHI (Thailand) Ltd.
TH – Bangkok 10600
T +66 2 862 08 51
F +66 2 862 08 54
thailand@buchi.com
www.buchi.com/th-th

BÜCHI Support-Center:

Südostasien

BUCHI (Thailand) Ltd.
TH-Bangkok 10600
T +66 2 862 08 51
F +66 2 862 08 54
bacc@buchi.com
www.buchi.com/th-th

Naher Osten

BÜCHI Labortechnik AG
UAE – Dubai
T +971 4 313 2860
F +971 4 313 2861
middleeast@buchi.com
www.buchi.com

Lateinamerika

BUCHI Latinoamérica
S. de R.L. de C.V.
MX – Mexico City
T +52 55 9001 5386
latinoamerica@buchi.com
www.buchi.com/es-es

Wir werden weltweit von mehr als 100 Vertriebspartnern vertreten.
Ihren Händler vor Ort finden Sie unter: www.buchi.com