

LC en GC niet meer zonder PC



De **personal computer** deed 30 jaar geleden zijn intrede en is sindsdien onmisbaar op het lab. Ook de chromatografie profiteerde daar sterk van. Een senior analyticus blikt samen met zijn junior collega terug: 'Alleen chemische kennis is niet meer voldoende.'

SHURAILA STOPPEL

Als de digitale revolutie ergens veel invloed heeft gehad, dan is het wel op het lab. Vooral de gaschromatografie (GC) en de vloeistofchromatografie (LC) profiteerden van de intrede van de PC. Chromatograaf en computer zijn geïntegreerd. En de onderzoeker wil en kan niet meer zonder.

"De autosampler levert bijvoorbeeld enorm veel voordelen op", vertelt Sicco Brandsma enthousiast. Hij is junior onderzoeker en chromatografiespecialist bij afdeling Chemie en Biologie van het Institute of Environmental Studies (IVM) van de VU in Amsterdam. Hij doet veel onderzoek naar brandvertragende stoffen

die in allerlei meubilair zitten en na verloop van tijd naar de voedselketen kunnen lekken. Hij is niet anders gewend dan te werken met computergestuurde chromatografen. "Je zet op vrijdagmiddag een serie van honderd monsters klaar en als je

'Onderzoekers moesten de pieken uitknippen en wegen'

maandagochtend terugkomt, heeft het apparaat alles gemeten. Met de autosampler kun je dag en nacht doormeten. Dat is toch wel een groot voordeel van een computergestuurd apparaat."

Maar de invloed van de computer reikt verder dan systeembediening. Informatie opzoeken en berekeningen maken kostte in het pre-computertijdperk veel meer tijd.

Jacob de Boer werkt als hoogleraar bij dezelfde vakgroep als Brandsma. Hij doet onderzoek naar contaminanten, onder andere in dierlijk materiaal, van vis tot ijsbeer. Hij herinnert zich het computerloze tijdperk nog al te goed. "Om informatie over de te scheiden stoffen op te zoeken, zat ik wel eens de hele dag in de bibliotheek", vertelt De Boer. "Dat gaat nu veel sneller." Het analyseren van tien monsters op bijvoorbeeld DDT en PCB kostte vroeger drie weken; nu kan dat in één week.



De IBM 5150 uit 1981: 'de pc die de wereld veranderde'.

- De software die de fabrikanten bij de chromatografiesystemen leveren, bevat een eigen bibliotheek waarin je gemakkelijk informatie kunt vinden over de betreffende componenten. En ook op internet is veel chromatografieinformatie te vinden. Er bestaan zelfs fora waarop chromatografiegebruikers problemen en kennis met elkaar delen.

DESKUNDIG

De Boer blikt terug op zijn begintijd in het lab: "Berekeningen deden we met de hand. Aan de chromatograaf zat een recorder. Wij maten met een liniaal de pieken op die de recorder tekende en rekenden de oppervlakte uit. Later kregen we gelukkig een integrator, een voorloper van de computer. Dat was al een verbetering, want die berekende die oppervlaktes automatisch. Gelukkig heb ik net niet de tijd meegemaakt dat de onderzoekers de pieken die de recorder uitprintte, moesten uitknippen en wegen."

"Het voordeel in die tijd was wel", vervolgt De Boer, "dat je een bepaald gevoel bij de pieken ontwikkelde. De feitenkennis zat meer in je hoofd. Iets wat overigens niets met een grotere deskundigheid te maken heeft."

Het chromatogram dat uit de printer rolt, is nog steeds niet zomaar door een leek te lezen, ook al zet de computer op de print boven piek A dat het component 1 is. Als men een andere stof in de chromatograaf inbrengt, is piek A volgens de computer nog steeds gelijk aan component 1 terwijl dat dan niet zo is.

'Iedereen moet klein onderhoud kunnen uitvoeren'

De onderzoeker maakt namelijk zelf het programma en bepaalt hoe de ene of ander component heet. Er is chromatografische kennis nodig om zo'n programma te maken.

De deskundigheid is tegenwoordig zelfs uitgebreid. Brandsma: "Je chemische kennis alleen is niet meer voldoende. Je hebt ook kennis van computers nodig. En ik had eerlijk gezegd nooit zo'n affiniteit met computers. Nu moet ik wel."

"Naast kennis van de chemie en de software heb je ook kennis van de apparatuur

zelf nodig", vervolgt Brandsma. "Als een instelling verkeerd staat, moet je de kennis hebben om dat te zien. In ieder geval moeten alle analisten van onze afdeling de chromatografen kunnen bedienen en het hele proces van voorbereiding tot en met analyse kunnen uitvoeren. Ook moet iedereen klein onderhoud kunnen uitvoeren, zoals het vervangen van een liner of een kolom. Maar als een analist het niet zelf kan oplossen, haalt hij er een specialist bij."

Ieder apparaat heeft zijn eigen specialist en die volgt regelmatig cursussen. Brandsma heeft er zelf net een driedaagse cursus in Bremen op zitten. Ook de aanschaf van een nieuw apparaat gaat gepaard met intensieve trainingen voor de gebruikers, want de software van de diverse fabrikanten verschilt nogal. "Als we een nieuw apparaat hebben", zegt Brandsma schamper lachend, "dan gaat de eerste kennismakingsles niet eens over chromatografie, maar alleen over de werking van de software."

DETECTOREN

Daartegenover staat dat de snelheid van de experimenten enorm is toegenomen. Niet de looptijd, want op de run over de capillaire kolom heeft de computer geen invloed. Maar het instellen van het apparaat duurde bijvoorbeeld vroeger langer. De Boer: "Je wist niet altijd direct of je de optimale instellingen te pakken had en moest maar naar de recorder kijken of het klopte. Dat gaat nu veel sneller." Standaardisatie en instellingen zijn opgenomen in het programma. Zodoende is herhaling van een proef na een aantal maanden heel simpel. Het programma zit nog in het systeem en men kan direct weer van start.

Beide onderzoekers zijn het erover eens

Mini-CV Jacob de Boer (1955)

1975 hlo Analytische chemie - Beverwijk/Haarlem
1995 Promotie analytische chemie, VU Amsterdam
2006-heden Hoogleraar milieu-chemie, IVM
2009-heden Plv. directeur IVM



Mini-CV Sicco Brandsma (1976)

2000 BSc Analytische chemie - Hanzehogeschool Groningen
2009 MSc Analytische chemie, VU Amsterdam
2009-heden junioronderzoeker IVM



WAT JE KRIJGT IS WAT JE VRAAGT

Een opdrachtgever wil weten of een bepaalde levering van vis verontreinigd is met vlamvertragers. Deze stoffen zitten onder meer in plastics, verf, isolatiemateriaal en textiel. Ze dienen om die producten te beschermen tegen brand of oververhitting. Maar als deze vlamvertragers in de voedselketen terechtkomen en zich daar ophopen, kunnen ze giftig zijn. Het onderzoek begint met de beredenering waar in de vis deze stoffen zich zouden ophopen. Meestal is dat in de vetlaag. De voorbewerking van het monster begint met homogenisatie. Vervolgens extraheert men de vetten. Dan volgt een eerste opschoningsstap over een gel-permeatiekolom (GPC) om de componenten op grootte te scheiden. De fracties die van deze kolom komen, bevatten diverse componenten in oplosmiddel. De onderzoekers analyseren deze op de GC, waarna ze de pieken identificeren en kwantificeren.



dat de verbeteringen in gevoeligheid ook te maken hebben met verbeterde detectoren. Maar ook die zijn mogelijk gemaakt door de computer. De detectoren zelf zijn beter geworden dankzij computers, en dankzij computers kunnen we de ingewikkelde detectoren beter bedienen.

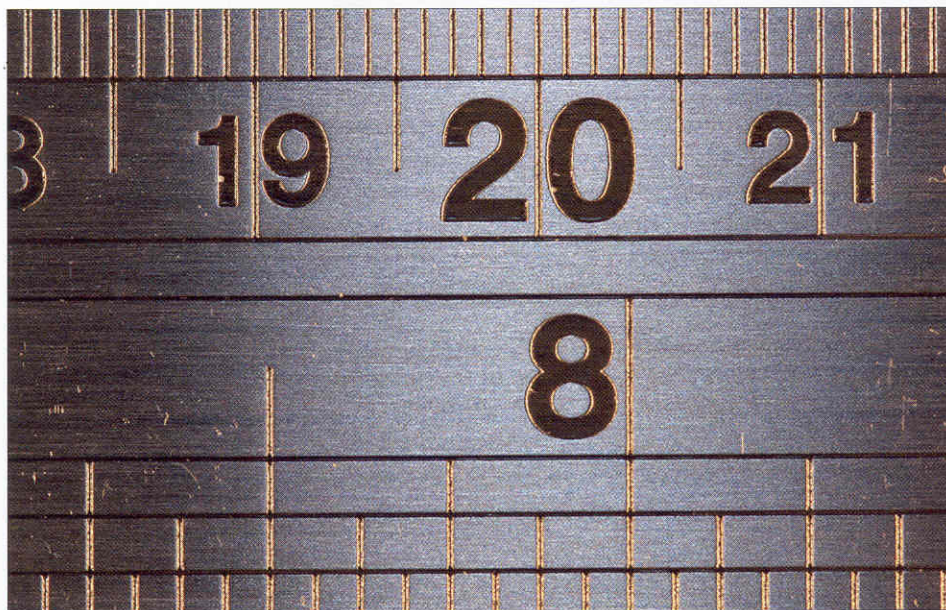
De computer maakte bovendien een complex apparaat als de massaspectrometer betaalbaarder, gebruikersvriendelijker en kleiner. Dat apparaat was vroeger heel ingewikkeld. Het werkte met fotogevoelige platen als detectoren. Nu is het apparaat veel compacter en kun je voor hetzelfde geld een *benchtop* MS krijgen met eenzelfde gevoeligheid. Daardoor raken de *electron capture detector* (ECD) en vlamionisatiedetector (FID) wel wat uit de gratie.

Brandsma vertelt lachend: "We hadden laatst op de afdeling een discussie met Jacob de Boer. Hij wilde een ECD aanschaffen. Logisch, want daar heeft hij zijn sporen mee verdiend. Soms is de analyse met een MS gewoon beter, maar natuurlijk wel duurder. Je haalt nu eenmaal meer data uit een MS dan een ECD."

'Het is dus niet zo dat je verzuipt in de informatie'

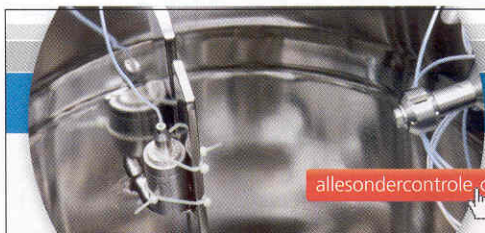
Met de MS blijken er onder een piek bijvoorbeeld nog tien relevante pieken te zitten." De Boer vat samen: "De informatie komt tegenwoordig sneller, is veel complexer en we meten veel gevoeliger. Vroeger maten we net 0,1 mg/kg en konden we een picogram DDT in een kilo vis niet detecteren. Wij vonden toen dat die 0,1 mg/kg niet veel voorstelde, en dat is nu dus een heleboel. Nu vind je meer stoffen en is een picogram per kilogram soms een relevante hoeveelheid." Je moet dus zelf meer inschattingen maken over de relevantie van een gevonden component, aldus de hoogle- raar, en goed afwegen welke informatie je nodig hebt. "Wij doen nu bijvoorbeeld *comprehensive* multidimensionale GC", legt de Boer uit. "Dat is een soort 2D-chromatografie met twee kolommen achter elkaar. En daarachter zit dan een Time of Flight-Massaspectrometer (TOF-MS). Dat levert een woud van pieken op. Zelfs met de computer zijn we een paar dagen bezig met analyseren."

"Maar", vult Brandsma aan, "het is dus niet zo dat je verzuipt in de informatie. Natuurlijk kun je met het zoeken naar onbekende stoffen best nog een tijd zitten puzzelen. En soms meet je zo gevoelig dat je ook meer storingen oppikt. Maar de informatie die je krijgt, is de informatie die je vraagt."



"Wij maten met een liniaal de pieken op die de recorder tekende."

Advertentie



allesondercontrole.com



Ellab. Procesvalidatie.

NL 074 265 77 88
BE 053 80 97 54

gullimex INSTRUMENTS