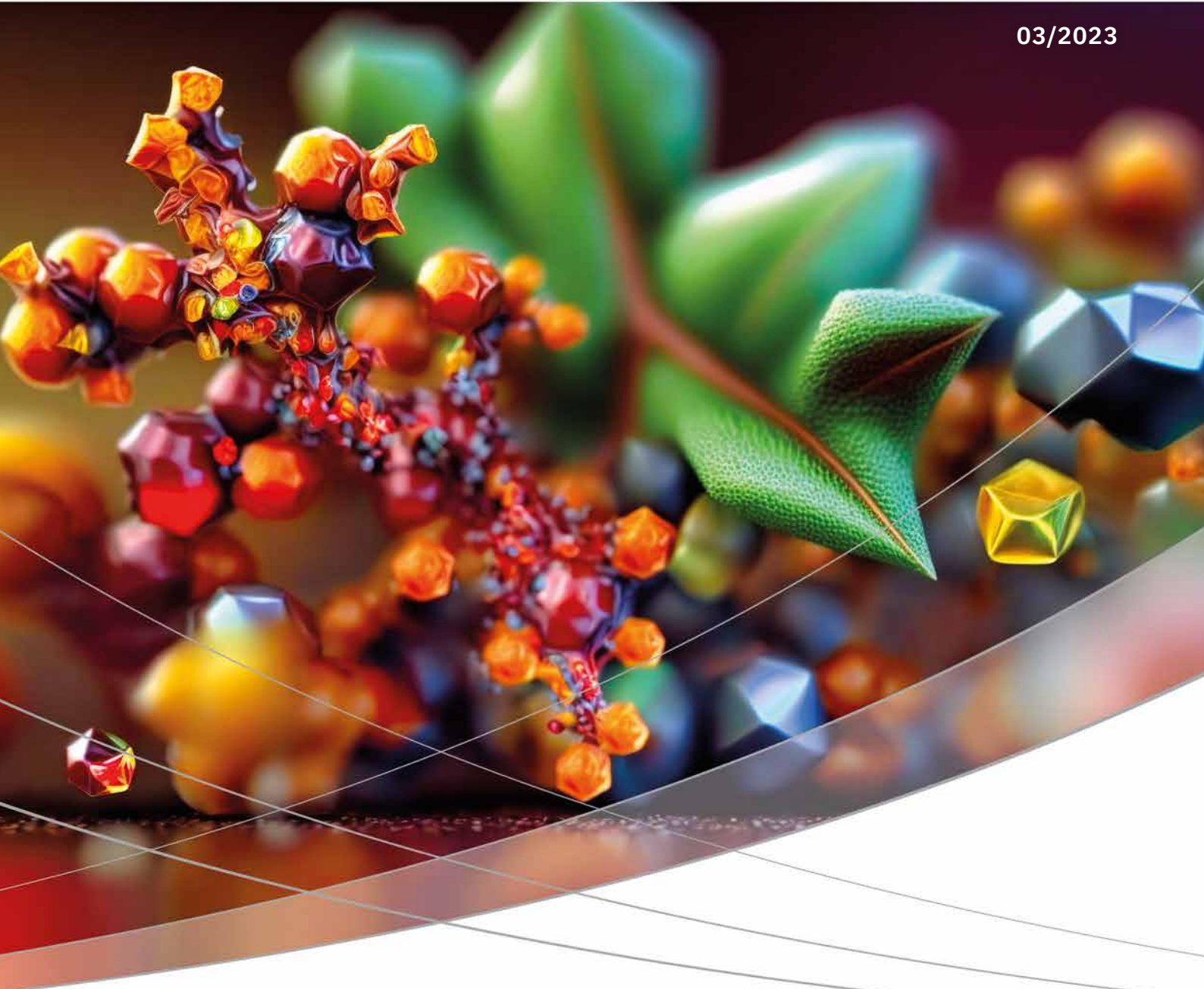


secrets of science

magazine

03/2023



Den Emissionskreislauf schließen

Die Rolle der TOC-Analyse im Streben nach CO₂-Neutralität

Warum altern Akkus?

GC-MS-Analyse von Fluorophosphaten als potenzielle Frühindikatoren für geminderte Akku-Qualität

Ein Garant für Reinheit

SCD-Nachweis von Spuren Mengen an Schwefelverbindungen in Wasserstoffkraftstoff



Den Emissionskreislauf schließen
Die Rolle der TOC-Analyse im Streben nach CO₂-Neutralität Seite 20

Die fünf Kategorien in der „Secrets of Science“

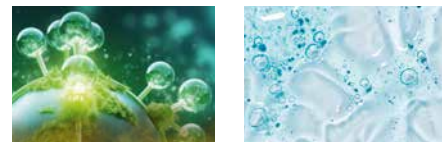
SWITCH ON
Erfahren Sie mehr über unsere Produkte und Applikationen sowie aktuelle Themen.

MOVE ON
Wir begeben uns auf Neuland: neue Anwendungen und Einsatzgebiete unserer Systeme und neue Konfigurationen für Applikationen.

ON SHOW
Shimadzu vor Ort: Berichte zu Events, Ausstellungen und Seminaren.

VOICES
Hier kommen unsere Kunden zu Wort in Interviews, Gastbeiträgen und Kommentaren.

HANDS-ON
Servicethemen sowie Tipps und Tricks zu unseren Geräten (Funktionen, Wartung etc.).



Ein Garant für Reinheit
SCD-Nachweis von Spuren Mengen an Schwefelverbindungen in Wasserstoffkraftstoff

Umweltfreundliche und gesundheitlich unbedenkliche Materialien für die regenerative Medizin
Behandlung von infizierten Wunden mit dehnbaren und antibakteriellen Auflagen

04

08



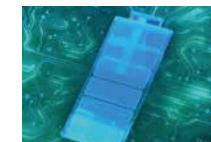
Metallfrei zu besseren Ergebnissen – inerte LC-Säulen
Neue Lösung für die Analyse von kritischen Komponenten

12



Drei neue Top-Performer
AIRsight FTIR-/Raman-Mikroskop, Brevis GC-2050 und AIMsight Infrarotmikroskop

17



Warum altern Akkus?
GC-MS-Analyse von Fluorophosphaten als potenzielle Frühindikatoren für geminderte Akku-Qualität

26



Kritische Masse: Studien zur Behandlung von altersbedingtem Muskelschwund
Erforschung der Aminosäuren im Blutplasma mittels LC-MS/MS

31



Kupferflaschen: (un)gesunder Trend?
Bestimmung der Konzentration des Spurenelements Kupfer mit dem Shimadzu AA-7800

36



Veranstaltungen

40



Sie machen den Unterschied – probieren Sie es aus.
Setzen Sie Ihre wissenschaftlichen Fähigkeiten dort ein, wo es darauf ankommt.

www.shimadzu.eu/career



Newsletter
Aktuelle Nachrichten von Shimadzu direkt in Ihr Postfach mit den Shimadzu Europa Updates.

Jetzt registrieren!



Ein Garant für Reinheit

SCD-Nachweis von Spuren Mengen an Schwefelverbindungen in Wasserstoffkraftstoff



Omar Mayorga, Shimadzu Europa GmbH

Im Hinblick auf das Ziel der CO₂-Neutralität bis 2050 dürfte Wasserstoff als Brennstoff ein großes Potenzial haben, da bei seiner Verbrennung kein CO₂ freigesetzt wird. Bekanntlich kann der Katalysator der Brennstoffzelle beschädigt werden, wenn Verunreinigungen von Schwefelkomponenten im Wasserstoff vorhanden sind. Für Schwefelverbindungen ist in der Norm ISO 14687-2 eine Nachweisgrenze von 4 ppb Gesamtschwefel festgelegt. In diesem Artikel wird erläutert, wie Schwefelverbindungen im niedrigen ppb-Bereich mithilfe eines Nexis GC-2030 mit Schwefel-Chemilumineszenz-Detektor (SCD) und einem Gasprobenventil effektiv gemessen werden konnten. Zudem ermöglicht das MicroJet-Kryofallensystem hervorragende Chromatogramme, sogar in Anbetracht der großen Probenmenge, die in den Detektor eingespritzt wird.

Wasserstoff spielt als Brennstoff in verschiedenen Industriezweigen eine zentrale Rolle beim Übergang von fossiler Energie zu umweltfreundlichen Alternativen. Er gilt beim Verbrauch in einer Brennstoffzelle als sauberer Brennstoff, da er nur Wasser freisetzt. Gewonnen wird er aus einer Vielzahl lokaler Ressourcen wie Erdgas, Kernkraft, Biomasse und erneuerbaren Quellen wie Sonnen- und Windenergie. Dank dieser Eigenschaften ist er ein geeigneter Brennstoff für das Transportwesen und die Stromerzeugung, kann also in Fahrzeugen, Häusern und als tragbare Stromversorgung in vielen weiteren Anwendungsbereichen eingesetzt werden.[1]

Die unterschiedlichen Arten von Wasserstoff: grau, blau und grün

Je nach industrieller Produktionsmethode wird Wasserstoff in drei verschiedene Gruppen eingeteilt: grauer Wasserstoff, die am häufigsten produzierte Art, wird aus Erdgas gewonnen, wobei die Bezeichnung „grau“ auf den hohen Anteil von CO₂ zurückzuführen ist; blauer Wasserstoff belastet die Umwelt weniger mit Kohlendioxid, da das bei seiner Herstellung entstehende CO₂ aufgefangen und gespeichert wird; grüner Wasserstoff wird auf eine ganz andere Art und Weise hergestellt, nämlich mittels Elektrolyse angetrieben durch erneuerbare Energien. Somit entstehen an keiner Stelle des Produktionszyklus schädliche Gase. Eine der bemerkenswertesten Eigenschaften von grünem Wasserstoff ist, dass er aus Wasser hergestellt werden kann. Da Wasser auf der Erde im Überfluss vorhanden ist, könnte grüner Wasserstoff in Zukunft zu einer nahezu unbegrenzten Energiequelle für die Menschheit werden.[2] →



Abbildung 1: Nexis GC-2030 ausgestattet mit einem Detektor SCD-2030, einer Ventilbox LVO-2030 und einer MicroJet-Kryofalle

Vermeidung von Verunreinigungen im Wasserstoff

Unabhängig vom Herstellungsverfahren kann es zur Verunreinigung des Wasserstoffs mit verschiedenen Stoffen kommen, die sich auf die in Brennstoffzellen verwendeten Katalysatoren schädlich auswirken, die Leistung beeinträchtigen und die Lebensdauer begrenzen. Dazu gehören unter anderem CO, CO₂ und Kohlenwasserstoffe, aber auch organische Schwefelverbindungen. Viele der nachteiligen Auswirkungen sind umkehrbar. Schwefelverbindungen jedoch stellen ein besonderes Risiko dar, da sie Katalysatorgifte sind und starke Metall-Schwefel-Bindungen bilden [3], die zu irreversiblen Schäden führen. Mit dem äußerst empfindlichen und zuverlässigen Nexis SCD-2030 von Shimadzu, einem Schwefel-Chemilumineszenz-Detektionssystem der nächsten Generation, lässt sich dieses Risiko verringern. Dank seiner erstklassigen Stabilität und der ausgezeichneten äquimolaren Reaktion liefert das System absolut zuverlässige Ergebnisse und verbessert die Produktivität im Labor.

In der vorliegenden Publikation wird ein Ventilsystem vorgestellt, das an einen Gaschromatographen (GC) mit Schwefel-Chemilumineszenz-Detektion (SCD) angeschlossen ist. Um die Bestimmungsgrenze zu erreichen, wurde die Probe vor der Detektion mit einer kryogenen Kühlfalle mittels Flüssigstickstoffkühlung fokussiert (Abbildung 1).

Ergebnisse

Carbonylsulfid (COS) wurde in unterschiedlichen Konzentrationen analysiert. So konnte eine Kalibrierungskurve mit einer niedrigsten Konzentration von 1,3 ppb erstellt werden, was weit unter den in der ISO-Norm festgelegten 4 ppb liegt.

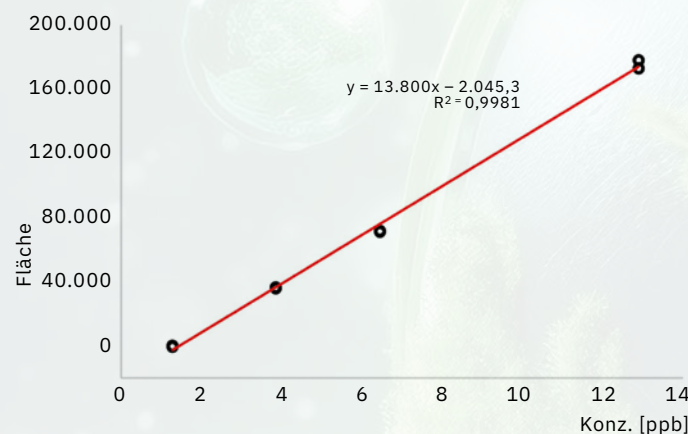


Abbildung 2: Kalibrierungskurve für Carbonylsulfid

Diese Kalibrierungskurve zeigte eine ausgezeichnete Linearität innerhalb des Bereichs bis zu 12,9 ppb, wie in Abbildung 2 zu sehen ist.

Zur Bestimmung der Reproduzierbarkeit der Analysemethode wurde ein 3,9-ppb-COS-Standard zehnmal injiziert. Anhand der Berechnung der relativen Standardabweichung (%RSD) für Peakflächen und -konzentrationen lässt sich die Zuverlässigkeit des Systems erkennen (Tabelle 1). Sowohl die Flächen- als auch die Konzentrationsreproduzierbarkeit lagen unter 2 %, wodurch eine zuverlässige Detektion und Quantifizierung der Schwefelverbindungen bei niedrigen Konzentrationen gewährleistet ist.

Zur Gewährleistung einer langfristigen Stabilität wurde dem System mithilfe von tert-Butylmercaptan (TBM) ein zusätzlicher interner Standard hinzugefügt.

Nr.	Fläche	Konz. [ppb]
1	51.151	3,879
2	50.914	3,861
3	52.193	3,958
4	51.838	3,931
5	51.800	3,928
6	50.768	3,850
7	50.815	3,854
8	50.716	3,846
9	50.557	3,834
10	50.300	3,814
Durchschnitt	51.105	3,876
%RSD	1,23	1,23

Tabelle 1: Reproduzierbarkeit von zehn aufeinanderfolgenden Messungen eines 3,9-ppb-COS-Standards

In diesem Fall wurde die gleiche Verbindung als Zielkomponente analysiert. Wie aus dem Chromatogramm in Abbildung 3 hervorgeht, konnte das TBM mit einer Konzentration von 1,07 ppb (erster Peak nach etwa 6 Minuten) erfolgreich quantifiziert und auch effektiv als interner Standard verwendet werden (zweiter Peak nach etwa 10 Minuten).

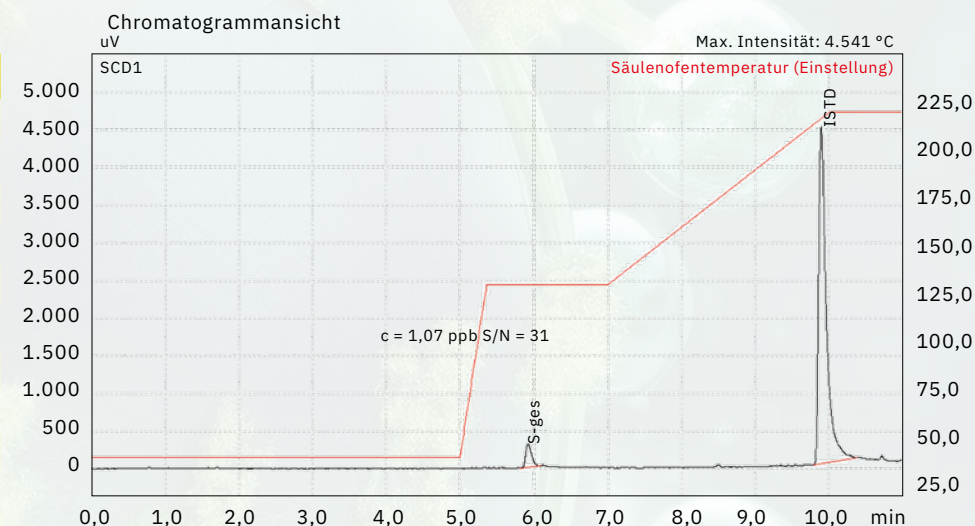


Abbildung 3: Analyse von TBM mit einem internen Standard

Weichenstellung für die Quantifizierung des Gesamtschwefelgehalts in Wasserstoffen

Die Schwefel-Chemilumineszenz-Detektion des Nexis SCD-2030 ermöglicht den selektiven Nachweis des Gesamtschwefelgehalts in Gasen ohne den Einfluss von Wasserstoff als Matrix der Probe. Schwefelverbindungen können mit einer Bestimmungsgrenze von weniger als 4 ppb nachgewiesen werden, was die Vorgaben der ISO/DIS 14687 und DIN EN 17124 übertrifft. Für die nahe Zukunft ist die Analyse von Proben mit mehr als einer Verbindung geplant, wodurch das große Potenzial des Systems für die Quantifizierung von Gesamtschwefelverbindungen in Wasserstoffkraftstoff weiter untermauert wird.

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



Umweltfreundliche und gesundheitlich unbedenkliche Materialien für die regenerative Medizin

Behandlung von infizierten Wunden mit dehnbaren und antibakteriellen Auflagen



Anna Michalicha, Prof. Dr. Anna Belcarz, Medical University of Lublin

Trotz der intensiven Entwicklungsarbeiten im Bereich der Biomaterialien stellt die Wundbehandlung weltweit eine große Herausforderung und in allen Ländern eine enorme finanzielle Belastung dar. Auch im 21. Jahrhundert ist die Medizin noch immer mit der Schwierigkeit konfrontiert, dass herkömmliche Wundauflagen die Wundheilung zwar fördern, jedoch nicht so effizient wie erwartet. Intelligente Hydrogel-Wundauflagen, wie etwa stimulierend-responsive und selbstheilende Materialien, könnten zur Lösung dieses Problems beitragen. Die Entwicklung eines Prototyps für Wundauflagen mit antimikrobiellem Potenzial, der auf Veränderungen des pH-Werts in der Umgebung reagiert und sich flexibel und zeitsparend wechseln lässt, wäre der nächste wichtige Meilenstein auf diesem Gebiet.

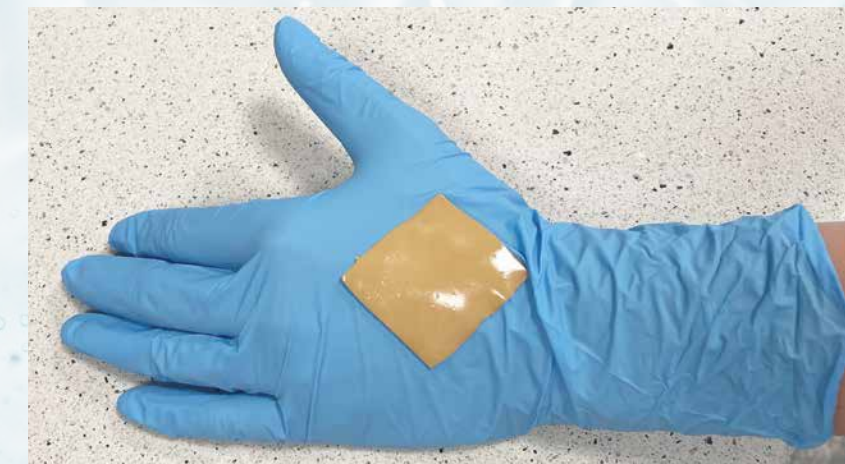
Auflagen für hartnäckige Wunden – Verbesserung bestehender Lösungen mit natürlichen Komponenten

Wir alle haben schon mindestens einmal in unserem Leben eine Wunde mit einem Verband versorgt. Derartige Produkte sind allseits bekannt und begleiten uns seit unserer Kindheit. Wundauflagen dienen der Behandlung einer Vielzahl von Wunden, von völlig harmlosen bis hin zu infizierten und lebensbedrohlichen Wunden. Eine der größten Schwierigkeiten, mit denen die Medizin auch im 21. Jahrhundert noch konfrontiert ist, besteht darin, dass herkömmliche Wundauflagen (z. B. Verbände, Schäume, Hydrogele) die Wundheilung zwar fördern, jedoch nicht so effizient wie erwartet. Eine weitere große Herausforderung im Bereich der Entwicklung und Verbesserung von Wundauflagen ist das zunehmende Problem der Bakterienresistenz gegenüber herkömmlichen Medikamenten (vor allem Antibiotika), die zur Behandlung von Infektionen eingesetzt werden.

Die Schwierigkeiten bei der Wundbehandlung entstehen dadurch, dass akute Wunden infolge einer verlängerten Heilung zu chronischen Wunden werden. Infektionen behindern oft die Neubildung von Blutgefäßen und damit den gesamten Prozess der Wundheilung.

Derzeit erfordern Wundauflagen die Zugabe zusätzlicher antibakterieller Wirkstoffe, um eine bakterielle Infektion während des Wundheilungsprozesses wirksam zu bekämpfen. Nanosilber ist eine der derzeit verwendeten Alternativen zu Antibiotika für den antibakteriellen Schutz des Wundheilungsbereichs. Außerdem weisen einige Polymere (z. B. Chitosan) aufgrund ihrer Kationizität und ihrer geringen mechanischen Beständigkeit geringe antimikrobielle Eigenschaften auf. Daher scheint die Entwicklung von Wundauflagen mit starken antibakteriellen Eigenschaften gegenüber einem breiten Spektrum von Bakterien ohne weitere Zusätze von entscheidender Bedeutung zu sein. Der eigentliche Goldstandard für Biomaterialien der neuen Generation ist zudem ihre leichte biologische Abbaubarkeit. Dies ist besonders nützlich bei Patienten mit chronischen Wunden oder Wunden mit längerer Heilungsdauer. →

Abbildung 1: Der Prototyp eines intelligenten Hydrogels



Intelligente Hydrogel-Wundauflagen, wie etwa stimulierend-responsive und selbstheilende Materialien, könnten zur Lösung dieses Problems beitragen. Wundauflagen auf Hydrogelbasis wurden in den letzten Jahrzehnten immer beliebter. Es gibt bereits viele Wundauflagen, die auf natürlichen Polymeren basieren. Sie weisen jedoch viele Einschränkungen auf. Wissenschaftler weltweit arbeiten an der Entwicklung neuer intelligenter Hydrogel-Wundauflagen, die durch selbstheilende Eigenschaften die Probleme im Zusammenhang mit Infektionen, Exsudat und Blutungen in Hautwunden bekämpfen sollen.

Eine mögliche Lösung für dieses Problem ist ein Zweikomponenten-Hydrogel aus Polysaccharid und Tanninsäure (einem Phenolderivat). Beide Inhaltsstoffe werden häufig eingesetzt, unter anderem als Lebensmittelzusatzstoffe, Korrosionsschutzmittel, im Färbeprozess, in alkoholischen und alkoholfreien Getränken, gefrorenen Milchprodukten, Süßigkeiten und Fleischprodukten. Tanninsäure wurde in den 1920er-Jahren als antibakterielles Mittel bei der Behandlung von Brandwunden eingesetzt. Einigen Studien zufolge kann die Anwendung von Tanninsäure bei schweren Verbrennungen die Sterblichkeit von etwa 35 % auf 11 % senken. Seit dem Zweiten Weltkrieg wird Tanninsäure aufgrund des weit verbreiteten Einsatzes von Antibiotika nicht mehr verwendet. In jüngster Zeit wird diese interessante natürliche Verbindung jedoch wieder verstärkt erforscht.

Zweikomponenten-Hydrogel mit antibakteriellen Eigenschaften und blutstillender Wirkung

Dr. Anna Belcarz, Professorin an der Medizinischen Universität Lublin, und Anna Michalicha, Doktorandin an der Doktorandenschule der Medizinischen Universität Lublin, entwickelten im Rahmen ihrer Arbeit an der Konzeption neuer und der Modifizierung bestehender Biomaterialien ein solches Zweikomponenten-Hydrogel. Es lässt sich zu einer dünnen Wundauflage mit einer Dicke von 2 bis 3 mm und hoher Elastizität formen. Die Wundauflage haftet selbstständig auf der Haut, setzt (je nach pH-Wert) Tanninsäure als adstringierendes und antibakterielles Mittel frei und absorbiert eine erhebliche Menge an Exsudat aus der Wunde. Bemerkenswert ist, dass die antibakterielle Aktivität von Tanninsäure unspezifisch ist, weshalb sie gegen alle Bakterien wirkt, auch gegen antibiotikaresistente. Zusätzlich hemmt das neu entwickelte Hydrogel die Blutung aus der Wunde (hämostatische Wirkung). Aufgrund dieser Kombination von Eigenschaften gilt es als vielversprechende Alternative für die Behandlung von offenen, exsudierenden und blutenden Wunden, die anfällig für bakterielle Infektionen sind.

Dies sind jedoch nicht die einzigen wichtigen Merkmale für potenzielle Wundauflagen. Dr. Anna Belcarz, Mitentwicklerin der Innovation erklärt: „Wundauflagen, die auf Wunden an verschiedenen Stellen des Körpers aufgebracht werden, sind Druckbelastungen und Quetschungen ausgesetzt. Außerdem müssen sie beim Anlegen an Hals, Ellbogen, Knien, Knöcheln und anderen beweglichen Körperteilen wiederholten Dehnungen standhalten, ohne die Struktur zu beschädigen. Eine der wichtigsten Eigenschaften von Wundauflagen ist daher ihre angemessene mechanische Festigkeit, einschließlich Kompression und Dehnung.“ Zur Bestimmung der Werte dieser Parameter setzt die Fakultät für Biochemie und Biotechnologie der Medizinischen Universität Lublin den Texture Analyser EZ-SX von Shimadzu ein.

„Dieses System eignet sich ideal dafür und ist relativ klein und flexibel“, so Doktorandin Anna Michalicha. „Seine Bedienung ist einfach und intuitiv, die Handhabung schnell erlernbar und die Arbeit damit macht Spaß. Die bei der Messung gewonnenen Daten können anschließend je nach den gewünschten Informationen mehreren Analysen unterzogen werden.“

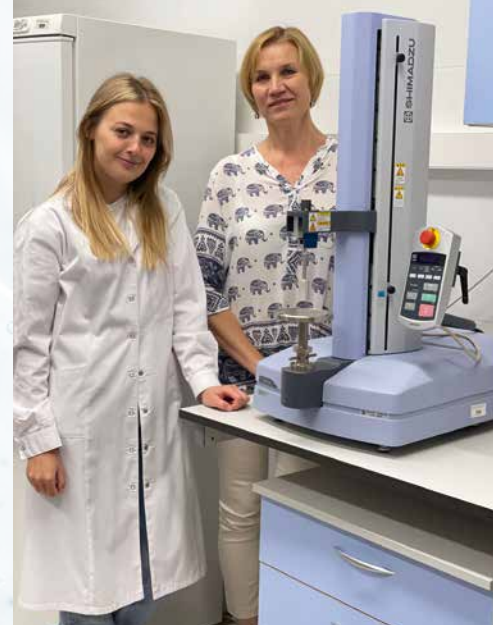


Abbildung 2: Die Entwicklerinnen der intelligenten Wundauflage: Anna Michalicha (links) und Prof. Dr. Anna Belcarz (rechts)

Eine Kooperation mit vielen Vorteilen

Das wissenschaftliche Team hat sich gerade deshalb für eine Zusammenarbeit mit Shimadzu entschieden, weil es um die zahlreichen Vorteile einer Partnerschaft mit erstklassigen Spezialisten weiß, insbesondere für die Wissenschaftler im Einsatz für den medizinischen Fortschritt.

Das Team kann dadurch das Fachwissen angesehener Experten nutzen und sein eigenes Wissen und seine Fähigkeiten kontinuierlich ausweiten, um zu innovativen Lösungen auf dem Gebiet der Biomaterialien beizutragen. Die hochmodernen Systeme haben dabei eine entscheidende Rolle gespielt und diese Ergebnisse erst möglich gemacht.

Die Forschungsergebnisse zeigen, dass die Wundauflage mit einer Kraft von 100 N (d. h. einem Druck von 10 kg) auf etwa 10 % ihrer ursprünglichen Dicke zusammengedrückt werden kann, ohne ihre kohärente Struktur zu verlieren. Lässt die Kraft nach, nimmt sie außerdem wieder ihre ursprünglichen Abmessungen an. Zudem widersteht sie einer reversiblen Dehnung, sogar um mehrere Hundert Prozent, was die Entwickler der Innovation zu der Einschätzung veranlasst, „dass ein Patient sogar auf der angelegten Wundauflage liegen und stehen kann, ohne sie zu beschädigen.“

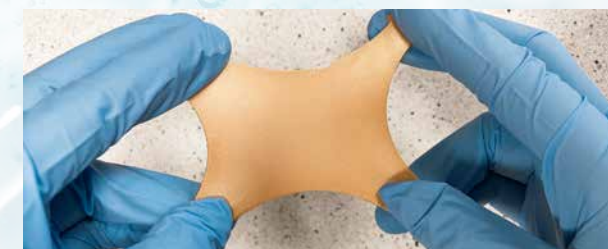
Eine vielversprechende Hydrogelaufgabe ist Gegenstand der vom Nationalen Wissenschaftszentrum in Polen finanzierten Forschung. Seit 2023 sind die Zusammensetzung und die Synthesemethode durch ein Patent des polnischen Patentamtes geschützt.

Ein Schritt in Richtung der nächsten Generation von Heilmitteln

Mit dem Hydrogel aus Curdlan und Tanninsäure lässt sich eine auf den pH-Wert reagierende Wundauflage mit hoher Flexibilität und Dehnbarkeit herstellen. Diese Auflage haftet hervorragend auf der Haut, verfügt über ein verbessertes Wundheilungspotenzial und besitzt eine erhöhte antimikrobielle Aktivität (basierend auf dem allgemeinen Mechanismus der Proteindenaturierung und somit auch bei arzneimittelresistenten Bakterienstämmen wirksam). Sie könnte für die Behandlung von chronischen Wunden und Brandwunden verwendet werden.

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



Metallfrei zu besseren Ergebnissen – inerte LC-Säulen

Neue Lösung für die Analyse von kritischen Komponenten

Dr. Martin Meyer, Shimadzu Europa GmbH

Die steigenden Anforderungen bei der Analyse von biologischem Material, insbesondere in der medizinischen Forschung, haben dazu geführt, dass in den vergangenen Jahren immer mehr Säulen für die Flüssigchromatographie (LC-Säulen) als bioinert vermarktet werden. Das Hauptziel besteht darin, die Metallwechselwirkung zwischen dem Zielmolekül und der Säulenhardware zu verringern. Dies soll zu einer besseren Sensitivität und Reproduzierbarkeit führen. Dieser Artikel beschreibt das Prinzip der Adsorption, wie inerte Säulen diese verhindern können und welche Lösungen Shimadzu anbietet.



Eine große Zahl von LC-Säulen-Anbietern, die inerte Säulen in ihr Portfolio aufgenommen haben, wirbt damit, dass es keine Wechselwirkungen zwischen dem Metall der Säule und den Analyten gibt und somit Analyseergebnisse präziser werden. Im Vergleich dazu sind bei Standard-Edelstahlsäulen Wechselwirkungen zwischen Säulenmetall und Analyten möglich. Der Unterschied zwischen Standard- und bioinertem Säule kann je nach Analyten deutlich sein (Abbildung 1).

Die Prozesse, die zu Adsorptionseffekten am Metall der Säule führen, können in zwei Phänomene unterschieden werden. Zum einen das Herauslösen von Metallionen aus der Säule oder dem System, die sich dann z. B. auf der stationären Phase ablagern und dort zu ionischen Wechselwirkungen führen können. Der zweite Effekt ist die koordinierende Wirkung der positiven Metalloberfläche auf elektronenreiche Analyten. Beide Effekte haben zur Folge, dass ein Teil bestimmter Analyten länger auf der Säule verbleibt oder sich überhaupt nicht von der Säule löst. Dies führt zu Sensitivitätsverlusten oder einer Verschlechterung der Peakform.

Betroffen sind unter anderem Moleküle, die Phosphatgruppen tragen, wie Oligonukleotide und Phosphopeptide. Aber auch Tetracycline und Mykotoxine und andere Moleküle können deutlich unter den Folgen der Metallwechselwirkung leiden.[1, 2] Darüber hinaus können Proteine und Peptide während der Trennung anfällig für metallionenkatalysierte Zersetzung sein, die ebenfalls durch die Verwendung von bioinerten Säulen verhindert wird.[3] →

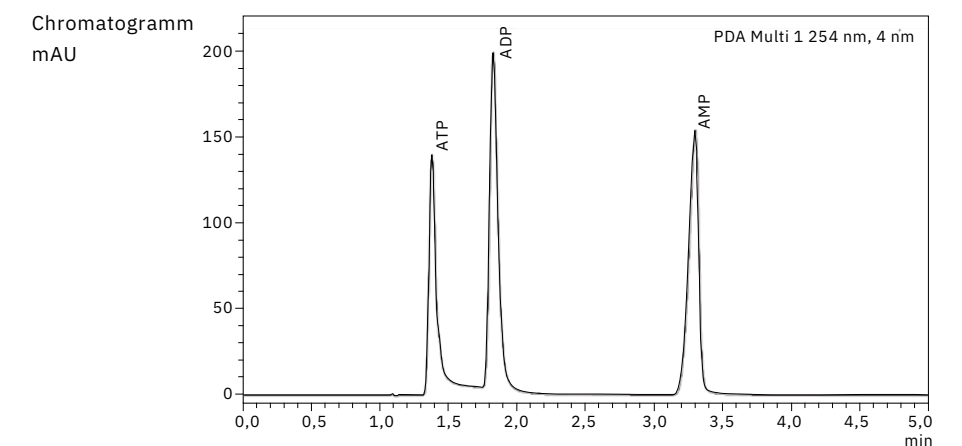
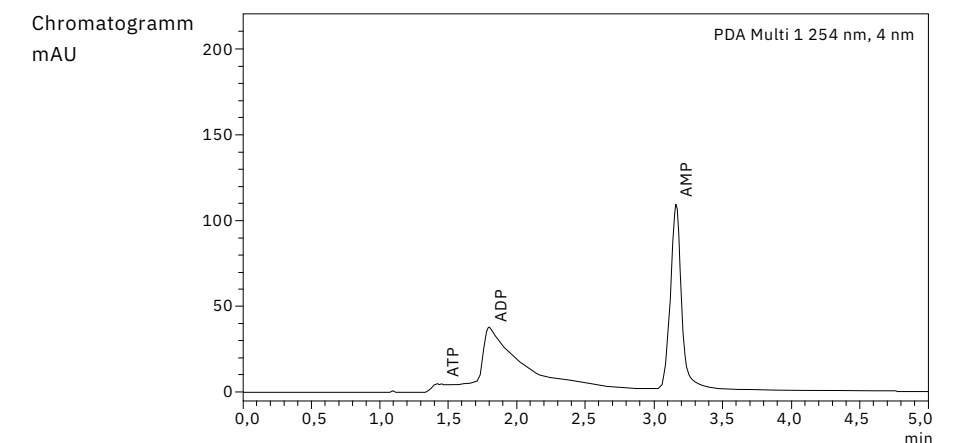


Abbildung 1: Chromatogramme von Nucleotiden auf konventioneller Säule + LC (oben) und auf inerten Säule und LC (unten)

Methode	Nachteil
Oberflächenpassivierung mit Säuren	Zeitlich begrenzt Aufwendig
Oberflächenpassivierung mit Probe oder Matrix	Nicht stabil Aufwendig
Chelatbildner in der mobilen Phase	Ionenunterdrückung
Andere Metalle wie Titanium und MP35N (eine Nickel-Kobalt-Legierung)	Wechselwirkung/ Auswaschung von Metallen noch möglich
Reine PEEK-Säulen	Geringe Druckstabilität
Glas verkleidet	Fritte aus anderem Material -> PEEK oder Beschichtung
PEEK ausgekleidet	Begrenzte Lösemittelverträglichkeit
Beschichtungen	-

Tabelle 1: Methoden zur Passivierung von LC-Systemen

Die Auswirkungen von Metallen auf die Chromatographie sind bereits seit mehr als 20 Jahren bekannt.[4] Um die Probleme der Metallwechselwirkungen zu lösen, wurden bisher verschiedene Methoden angewandt (Tabelle 1).

Es gibt eine Reihe von temporären Lösungen wie die Passivierung mit Säure oder mit der Probe selbst, aber diese Passivierungen müssen nach einiger Zeit erneuert werden und machen die Methode selbst weniger robust. Alternative Lösungen, wie die Verwendung anderer Metalle als Stahl, können einige der Adsorptionseffekte verringern, aber letztendlich wird immer noch Metall verwendet, das weiterhin Wechselwirkungen verursachen kann.

Die beiden am häufigsten von Säulenherstellern verwendeten Techniken für inerte Säulen sind die Auskleidung der Metallsäule mit einer Polyetheretherketon(PEEK)-Polymerschicht und die Beschichtung der Metalloberfläche der Säule. Shimadzu bietet beide Varianten an: die beschichteten Säulen unter dem Namen Shim-pack Scepter Claris (kurz „CL“) und die PEEK-lined-Säulen mit dem Zusatz „Metal free“ oder kurz MF.

Auswirkungen inerter Komponenten

Die Phänomene, die zur Adsorption führen, sind in Abbildung 2 dargestellt, ebenso wie die Verwendung von inertem Säulenmaterial zur Vermeidung von Wechselwirkungen. Um die Auswirkungen dieser inerten Komponenten zu untersuchen, wurde die Anwendbarkeit des inertes Shimadzu Nexera XS Systems und der metallfreien Shim-pack Scepter Säulen für die Analyse von Nukleotiden und Phosphopeptiden getestet. Beide Substanzen sind für die medizinische Forschung von Bedeutung.

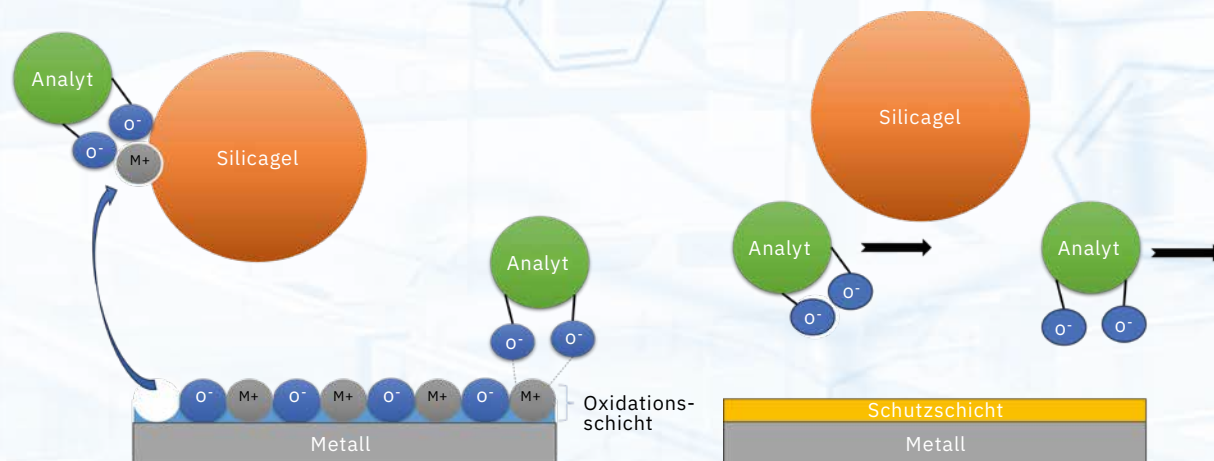


Abbildung 2: Mechanismen der Adsorption von Analyten auf der Metalloberfläche

Bei der Probenvorbereitung ist darauf zu achten, dass für die Lagerung der Proben keine Standard-Glasvials verwendet werden, da auch diese Metalle an der Glasoberfläche aufweisen und es zu Adsorptionen kommen kann. Für alle Untersuchungen wurde das Nexera XS Inert System verwendet, bei dem der gesamte Flussweg inert ausgekleidet ist. Damit ist das System ideal auf die inerte Säulenhardware abgestimmt.

Ergebnisse

Nukleotide

Die Adsorption von Metallen lässt sich durch eine schlechte Wiederfindung und eine starke Peakverbreiterung der adsorbierten Komponenten aufgrund einer verstärkten Wechselwirkung erkennen. Tatsächlich sind die Peakformen und die Empfindlichkeit von Adenosinriphosphat (ATP) und Adenosindiphosphat (ADP) schlecht, wenn eine konventionelle Säule mit einem Standard-UHPLC-System kombiniert wird. Die Verwendung einer inertes Säule und eines inertes Systems liefert die besten Ergebnisse mit sehr symmetrischen Peakformen und der höchsten Signalintensität (Abbildung 1).

Ein wichtiger Faktor, der insbesondere bei der Arbeit mit konventionellen Säulen und Systemen berücksichtigt werden muss, ist die Tatsache, dass die Anzahl der Injektionen einen Einfluss auf die Empfindlichkeit und die Peakform hat. Grund dafür ist, dass der Analyt mit zunehmender Anzahl von Injektionen eine Passivierungsschicht auf der Metalloberfläche bildet. Dies wird in Abbildung 3 veranschaulicht, in der der Tailing-Faktor in Abhängigkeit von der Anzahl der Injektionen dargestellt ist. Werte, die sich im Verlauf der Injektionen stark ändern, weisen auf eine schlechte Reproduzierbarkeit hin. Einige Anwender nutzen absichtlich die Passivierungswirkung der Probe oder anderer Substanzen, um ihr System zu konditionieren, aber diese Passivierungsschicht ist nicht dauerhaft und wird mit der Zeit abgebaut. Daher bietet der vollständig inerte Aufbau die besten Bedingungen für die analysierten Nukleotide. →

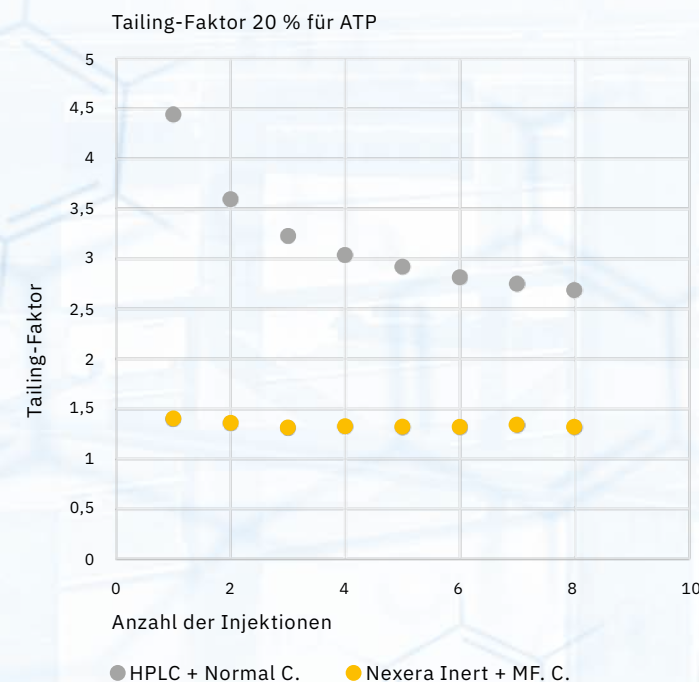


Abbildung 3: Tailing-Faktor für Adenosinriphosphat in Abhängigkeit der Injektionszahl

Phosphopeptide

Die Standardsäule mit Metallmaterial zeigte bei der Analyse des Phosphopeptidgemischs eine schlechte Leistung. Mehrere Verbindungen waren nicht nachweisbar und die vorhandenen Verbindungen wiesen kleine, breite Peaks auf. Durch die Verwendung der Bioinert-Säulen wurde eine deutliche Leistungssteigerung erzielt. Es konnten nicht nur alle in der Standardmischung vorhandenen Verbindungen nachgewiesen werden, sondern dies geschah auch mit einer um mindestens 50 % höheren Empfindlichkeit im Vergleich zur nicht inerten Säule (Abbildung 4).

Darüber hinaus beeinflusst die Menge oder Position der Phosphatgruppe den Grad der Adsorption. So können einige Verbindungen auch auf der Metallsäule nachgewiesen werden, während andere Verbindungen überhaupt nicht mehr nachweisbar sind.

Mehr Empfindlichkeit in der Analyse

Die Verwendung metallfreier Komponenten sowohl im LC-Gerät als auch in der LC-Säule hat die Empfindlichkeit der Nukleotid-Analyse erheblich verbessert. Außerdem ist die Reproduzierbarkeit im Vergleich zu herkömmlichen Systemen besser. Alle Phosphopeptidkomponenten konnten mit den beschichteten und mit PEEK ausgekleideten Säulen nachgewiesen werden. Im Vergleich dazu wurden bei Verwendung einer Metallsäule einige Verbindungen so stark adsorbiert, dass sie nicht mehr nachweisbar waren. Die Empfindlichkeit der beiden bioinert modifizierten Säulen war ähnlich, so dass beide Säulen von Shimadzu eine sehr gute Option für die Analyse von Phosphopeptiden darstellen.

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.

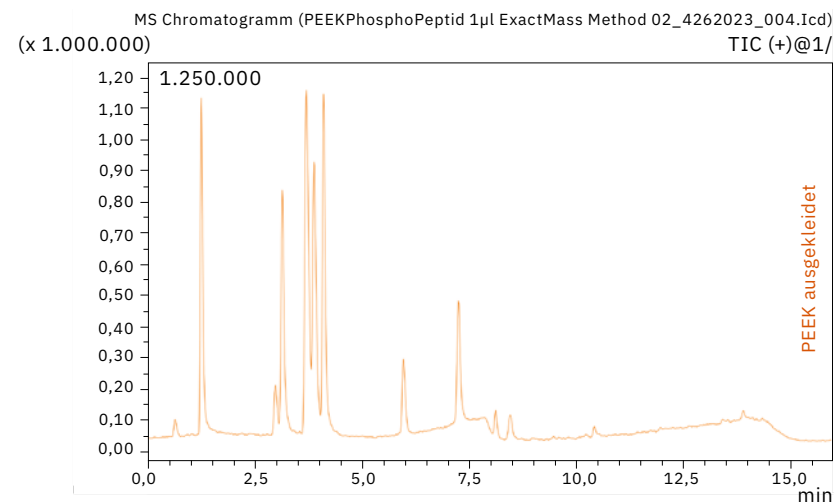
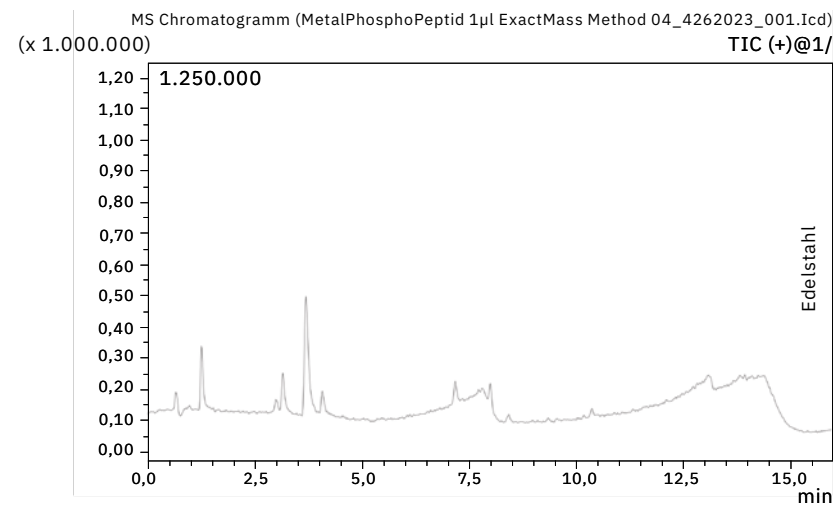
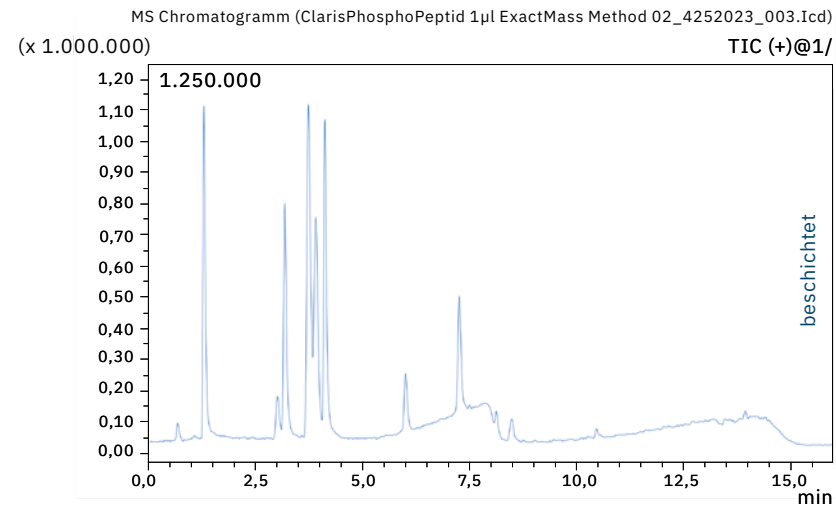


Abbildung 4: Chromatogramme der Phosphopeptidprobe auf der beschichteten Säule (oben), der Edelstahlsäule (Mitte) und der mit PEEK ausgekleideten Säule (unten)

Drei neue Top-Performer

AIRsight FTIR-/Raman-Mikroskop, Brevis GC-2050 und AIMsight Infrarotmikroskop



Dr. Franz Kramp, Dr. Johannes Hesper, Shimadzu Europa GmbH

Sie sind leistungsstark, kompakt und anwenderfreundlich: Mit drei neuen Produkten, darunter eine Weltneuheit, beweist Shimadzu seine Innovationskraft für das Labor der Zukunft.

Weltneuheit: AIRsight FTIR-/Raman-Mikroskop

Shimadzu hat es sich zur Aufgabe gemacht, immer bessere Geräte für die Anwendung in Industrie, Laboren und Wissenschaft zu entwickeln. Mit dem AIRsight ersetzt Shimadzu zwei separate Geräte durch ein einziges. Das AIRsight ist das weltweit einzige Mikroskop, das sowohl FTIR- als auch Raman-Spektroskopie durchführen kann.

Dabei ergänzen sich beide Analysearten: Während die Infrarotspektroskopie häufig in Verbindung mit einer Spektrendatenbank zum Nachweis von organischen Verbindungen eingesetzt wird, eignet sich die Raman-Spektroskopie besonders für die Analyse von wässrigen Lösungen, anorganischen Substanzen und mikroskopischen Proben.

Es ist das einzige Mikroskop, das in der Lage ist, FTIR- und Raman-Spektren an der gleichen Stelle von einer extrem kleinen Probe aufzunehmen. So liefert diese Kombination wichtige ergänzende Informationen und führt zu einer gründlicheren Analyse.

Ein einzelnes AIRsight Instrument benötigt dank der vereinten Techniken viel weniger Platz als eine klassische Kombination aus zwei Geräten, einem Infrarot- und einem Raman-Mikroskop. Und da beide Techniken durch dieselbe leistungsstarke Software AMSolution gesteuert werden, ist die Gesamtbedienbarkeit erheblich vereinfacht und verbessert.

Das AIRsight Infrarot-/Raman-Mikroskop verbessert die analytische Effizienz, indem es die Durchführung aller Prozessschritte von der Probenbeobachtung bis zur Datenanalyse erleichtert. Das Gerät erhöht auch die Genauigkeit, da der Anwender qualitative Infrarot- und Raman-Spektren an derselben Position erhalten kann, ohne die Proben von einem zum nächsten Gerät zu tragen. →



Nice to have two features in one





Small but mighty



Leistungsstark auf kleiner Standfläche: Brevis GC-2050 Gaschromatograph

Als kompaktere Version des beliebten Nexis GC-2030 kombiniert der Brevis GC-2050 geringen Platzbedarf mit hoher analytischer Leistung. Klein genug, dass ein typischer Labortisch mehrere Einheiten aufnehmen kann, ermöglicht der GC-2050 den gleichzeitigen Betrieb von zwei Analyselinien mit Standard-Kapillarsäulen. Der GC-2050 lässt sich kompatibel mit seinem größeren Bruder GC-2030 bedienen und warten, da er die gleichen Techniken zur Probeninjektion und -detektion sowie zur Kontrolle von Träger- und Detektorgasen nutzt.

Neben Helium kann der GC-2050 frei wählbar mit Wasserstoff, Stickstoff oder Argon betrieben werden. Sollte der Heliumpreis steigen, ist also jederzeit ein Ausweichen auf die alternativen Gase möglich. Ist man für die GC-Analytik auf das teure Helium festgelegt, ermöglichen verschiedene Techniken einen signifikant reduzierten Gasverbrauch. Zum Beispiel ist ein vollständiger Split-Flow nur während der Probeninjektion erforderlich. Während der verbleibenden Analysenzeit reduziert der GC-2050 den Verbrauch und vermeidet unnötigen Einsatz des Trägergases.

Des Weiteren kann bei Standby-Zeiten automatisch auf den günstigeren Stickstoff umgeschaltet werden. Beginnt eine neue Probenmessung, greift der GC-2050 dann automatisch zurück auf Helium als Trägergas.

Nachts oder während längerer Ruhezeiten kann sich das Gerät nach Beendigung aller laufenden Analysen automatisch abschalten. Zu einem frei wählbaren Zeitpunkt schaltet es sich wieder ein, um mit neuen Messungen fortzufahren.

Undichte Verbindungen innerhalb einer analytischen Linie können das analytische Ergebnis beeinträchtigen. Nach Wartungsarbeiten führt der GC-2050 einen automatischen Leck-Check durch und warnt den Bediener im Falle einer Leckage. Das Wechseln der Trennsäule wird durch die benutzerfreundliche ClickTek-Technik erleichtert, da keinerlei Werkzeuge benötigt werden und Leckagen durch ungenügendes oder zu festes Anziehen ausgeschlossen sind.

Der GC-2050 kann flexibel mit einer Vielzahl von CDS-Softwareplattformen (Chromatography Data Software) betrieben werden, darunter: LabSolutions (Shimadzu), Chromeleon 7 (Thermo Fisher Scientific), OpenLab (Agilent Technologies) und ab nächstem Jahr auch Empower 3 (Waters Corporation).

Umwelt- und anwenderfreundlich: AIMsight Infrarotmikroskop

Mit dem neuen AIMsight stellt Shimadzu den Nachfolger des AIM-9000 vor. Shimadzu begegnet damit sowohl den gestiegenen Anforderungen an die Infrarotmikroskope als auch der wachsenden Nachfrage nach hochempfindlichen Instrumenten, die schnelle, einfache und problemlose Messungen von Mikroproben ermöglichen.

AIMsight baut auf der hohen Empfindlichkeit des bekannten AIM-9000 auf und bietet ein verbessertes Bedienerlebnis durch eine stärkere Automatisierung. Das Infrarotmikroskop wird dazu an ein IRTracer-100, IRXross oder IRAffinity-1S angeschlossen, um mit größter Empfindlichkeit Mikrobereiche untersuchen zu können. Dazu stehen zahlreiche Zubehöre zur Verfügung, um verschiedenste Proben zu analysieren.

Neben der Spurenanalyse von Verunreinigungen und der Qualitätskontrolle in Bereichen wie Chemie, elektrische Geräte und Elektronik, Maschinen und Transportmittel wird dieses Instrument eine Rolle bei der Erforschung von Mikroplastik spielen, winzigen Plastikpartikeln, die sich negativ auf die Umwelt auswirken.

Das Gerät unterstützt Labore nicht nur bei der Vereinfachung der Arbeitsabläufe ihrer Mitarbeiter, sondern auch beim Umweltschutz. So verwendet das AIMsight den neuen T2SL-Detektor (Typ-II Super-Lattice), ein sogenannter Quanteninfrarotdetektor der nächsten Generation, der weder Quecksilber (Hg) noch Cadmium (Cd) nutzt, die nach der europäischen Richtlinie zur Beschränkung gefährlicher Stoffe (RoHS) in Elektro- und Elektronikgeräten verboten sind.

So ist das AIMsight nicht nur ein umweltfreundlicheres Instrument, sondern auch ein unschätzbare Werkzeug für die Analyse von Schadstoffspuren und die Qualitätskontrolle.

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



Discovers even the most minimal traces





Den Emissionskreislauf schließen

Die Rolle der TOC-Analyse im Streben nach CO₂-Neutralität

Markus Janssen,
Shimadzu Europa GmbH

Die Kohlenstoffneutralität, ein wichtiges Ziel im Kampf gegen den Klimawandel, erfordert ein feines Gleichgewicht zwischen Kohlenstoffemissionen und -abbau. Störungen des natürlichen Kohlenstoffkreislaufs verschärfen die Herausforderungen des Klimawandels. Umweltfreundlichere Technologien und innovative Negativemissionstechnologien (NET) sind der Schlüssel zum Erreichen der CO₂-Neutralität. Die TOC-Analyse spielt eine wichtige Rolle bei der Quantifizierung der Kohlenstoffdynamik, der Bewertung von kohlenstoffbindenden Materialien wie Beton und der Verbesserung der Nachhaltigkeit. Durch den Einsatz von TOC-Analysen zum „Schließen des Emissionskreislaufs“ wird ein effektives Kohlenstoffmanagement der Weg in eine grünere Zukunft.

Im Rahmen der Bekämpfung des Klimawandels und der Bemühungen um eine nachhaltige Zukunft gewinnt das Konzept der CO₂-Neutralität zunehmend an Bedeutung. Der Begriff wird oft synonym mit der Bezeichnung „Netto-Null-Emissionen“ verwendet und bezeichnet den Zustand, in dem die Freisetzung von Kohlendioxid (CO₂) und anderen Treibhausgasen in die Atmosphäre durch den Abbau oder die Einsparung einer gleichwertigen Menge ausgeglichen wird.

Das Hauptproblem ist, dass die übermäßige Freisetzung von Kohlendioxid (CO₂) in die Atmosphäre größtenteils vom Menschen verursacht und der natürliche Kohlenstoffkreislauf dadurch gestört wird – mit alarmierenden Folgen. Dieser Kreislauf ist ein sensibler Prozess, der den Austausch von Kohlenstoff zwischen der Atmosphäre, den Ozeanen, dem Erdboden und lebenden Organismen regelt und in einem noch nie da gewesenen Ausmaß durchbrochen wird. Gerät dieses Gleichgewicht außer Kontrolle, so verschärfen sich dadurch die Herausforderungen des Klimawandels.

Zwei sich ergänzende Wege zur CO₂-Neutralität

Zunächst einmal müssen die Emissionen an der Quelle durch den Einsatz umweltfreundlicherer Technologien und nachhaltiger Praktiken reduziert werden. Der zweite entscheidende Aspekt könnte die Einführung von Negativemissionstechnologien (NET) sein. Bei diesen innovativen Ansätzen liegt der Schwerpunkt auf der Bindung von Kohlendioxid aus der Atmosphäre und der aktiven Kompensation der verbleibenden Emissionen. Ein wichtiges Merkmal von NET ist, dass sie die natürliche Dynamik in ihren CO₂-Bindungsmechanismen nachahmen. →



Verständnis der Kohlenstoffkomplexität als Schlüssel

Auf dem Weg zur CO₂-Neutralität muss Kohlenstoff in seinen verschiedenen Formen erforscht werden. CO₂ ist ein wesentlicher natürlicher Bestandteil der Atmosphäre und nicht grundsätzlich problematisch. So dienen die Weltmeere beispielsweise als riesige Kohlenstoffsinken, die etwa 25 % der CO₂-Emissionen aufnehmen und zum gelösten anorganischen Kohlenstoff (DIC), dem gesamten anorganischen Kohlenstoff (TIC) und dem gesamten organischen Kohlenstoff (TOC) beitragen. Wenn sich CO₂ in Wasser löst, bildet es Kohlensäure (H₂CO₃), die wiederum in zwei Ionen zerfällt: Bicarbonat (HCO₃⁻) und Carbonat (CO₃²⁻). Dieses Gleichgewicht hängt vom pH-Wert des Wassers ab (Abbildung 1).

Zum TIC gehören diese anorganischen Formen des Kohlenstoffs, die zusammen die Summe des Kohlenstoffs für die potenzielle Freisetzung von gasförmigem CO₂ unter bestimmten Bedingungen darstellen. Ein Teil des Kohlenstoffs verbleibt in den Ozeanen, da er von kalkskelettbildenden Lebewesen gebunden wird. Im Laufe der Zeit bilden sich aus diesen Überresten Sedimentgesteine, die den Kohlenstoff über Millionen von Jahren effektiv speichern. Algen und Phytoplankton wandeln CO₂ in Biomasse um, eine Form des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC). Wenn sie von anderen Organismen gefressen werden, steigt der organische Kohlenstoff in der Nahrungskette auf, wodurch sich der TOC-Gehalt in der gesamten Ökosphäre erhöht. Sowohl der TIC- als auch der TOC-Zyklus ermöglichen Formen der Kohlenstoffbindung.

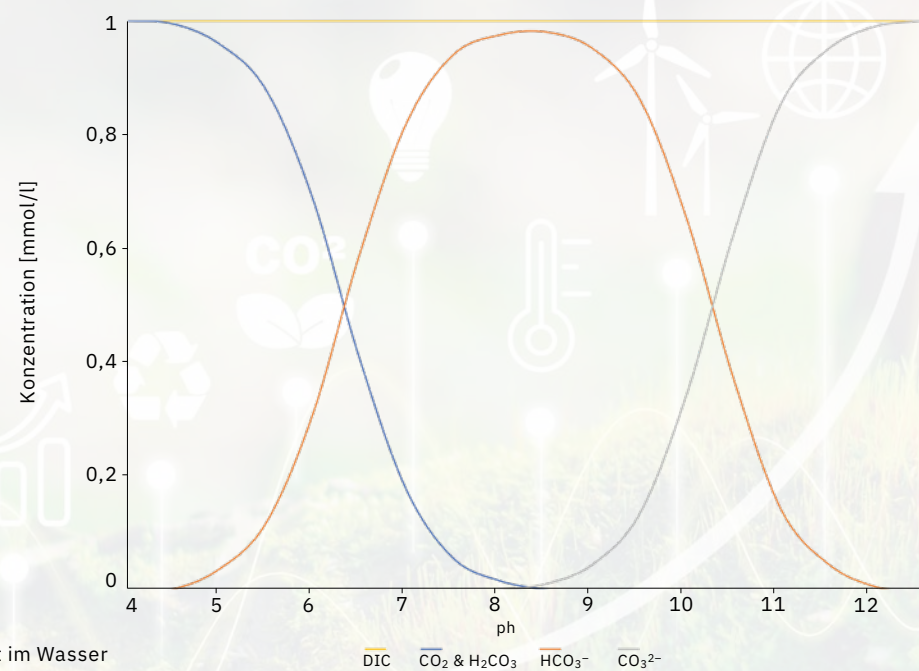
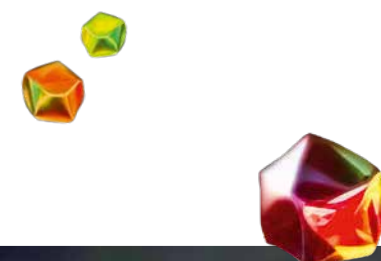


Abbildung 1: Kalk-Kohlensäure-Gleichgewicht im Wasser

Die Bedeutung von NET im Kampf gegen den Klimawandel

Negativemissionstechnologien (NET) sind vom Menschen geschaffene Methoden zur Bindung von Kohlenstoff, um CO₂ aus der Atmosphäre oder aus Emissionsquellen zu entfernen. Für die Entwicklung effektiver NET ist die Messung sowohl des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) als auch des gesamten anorganischen Kohlenstoffs (TIC) wichtig. TOC-Analysegeräte wie die Systeme TOC-L und TOC-4200 spielen dabei eine wichtige Rolle, da sie auf dem Prinzip des inneren Kohlenstoffkreislaufs beruhen. Durch die Oxidation bei hohen Temperaturen werden organische Kohlenstoffverbindungen in Kohlendioxid (CO₂) umgewandelt, das dann mit nichtdispersiven Infrarotdetektoren (NDIR-Detektoren) quantifiziert werden kann. Auch kann der pH-Wert der Probe verändert werden, um gelöstes Kohlendioxid (CO₂) aus anorganischen Kohlenstoffquellen freizusetzen, das ebenfalls mittels NDIR quantifiziert werden kann.



Mikroorganismen als Lösung für ein großflächiges Problem

Wie in dem Buch „Der Krieg der Welten“ von H. G. Wells könnten Bakterien der Schlüssel zur Rettung unseres Planeten und unserer Spezies sein. Obwohl allgemein bekannt ist, dass Pflanzen und Mikroalgen in der Photosynthese CO₂ nutzen, um ihre eigenen Nährstoffe zu produzieren, könnte doch die primitive Lebensform der Bakterien gegenüber diesen Organismen deutliche Vorteile haben. Sie weisen deutlich höhere Wachstumsraten und beschleunigte Lebenszyklen auf, gedeihen in hohen Populationsdichten in Kulturen und lassen sich leicht genetisch manipulieren. Wie andere Mikroorganismen zeigen auch Bakterien ein bemerkenswertes Potenzial für die Produktion einer Vielzahl von Bioalkoholen und Fettsäuren, die für verschiedene industrielle Anwendungen (z. B. in der Ölproduktion) notwendig sind.

In einer kontrollierten Laborumgebung ermöglicht der Einsatz eines TOC-L-Analysegeräts die Beurteilung der Aufnahme von Kohlendioxid durch mikrobiellen Stoffwechsel. Mittels TIC-Analyse wurde die ursprüngliche CO₂-Menge, die in das geschlossene bakterielle Nährmedium eingebracht wurde, genau gemessen. Das Experiment wurde dann nach 3 und 24 Stunden genauestens wiederholt, →



sodass der zur Erhöhung der mikrobiellen Biomasse verwendete Kohlenstoff präzise quantifiziert werden konnte (Tabelle 1). Dieser detaillierte Ansatz liefert wertvolle Einblicke in die Dynamik der mikrobiellen Kohlenstoffverwertung.

Vor allem zeigt dieser natürliche Prozess, dass Mikroorganismen in der Lage sind, Kohlendioxid aktiv zu binden und umzusetzen. Innerhalb von 24 Stunden konnte eine Menge von etwa 5 g CO₂ pro Liter Medium effektiv gebunden werden. Gleichzeitig entstand wertvolle Biomasse, die zu Biokraftstoff oder anderen wertvollen Rohstoffen verarbeitet werden kann. Die produzierte Biomasse kann außerdem mittels TOC-Analyse genau gemessen werden. So können Forscher den Gehalt an organischem Kohlenstoff genau quantifizieren und bekommen ein ganzheitliches Bild von der mikrobiellen Biomasse, die während des Prozesses entsteht.

Mit Baustoffen gegen den Klimawandel: kohlenstoffbindender Beton

Die Zementherstellung hat maßgeblich Anteil an globalen CO₂-Emissionen (ca. 4,5 % der weltweiten Emissionen [1]) und verstärkt damit den Treibhauseffekt und die globale Erwärmung.

Bei kohlenstoffbindendem Beton handelt es sich um eine spezielle Form von Beton, die während des Aushärtungsprozesses aktiv CO₂ aufnimmt und speichert. Bei diesem innovativen Ansatz werden dem Beton etwa mineralische Zusatzstoffe beigemischt, die beim Aushärten des Betons mit dem CO₂ aus der Atmosphäre reagieren und es in eine mineralische Form umwandeln, wodurch der Kohlenstoff in der Betonstruktur gespeichert wird.

Die TIC-Analyse wird eingesetzt, um die Kohlenstoffbindungsfähigkeit dieses Betons zu bewerten. Andere Methoden, wie thermische Analysen oder Titration einer Salzsäurelösung, können ebenfalls dazu verwendet werden. Sie sind jedoch wesentlich zeitaufwendiger und eignen sich nur zur Analyse von kleinen Probenmengen, was aufgrund ungleichmäßiger Probenverteilung zu verzerrten Ergebnissen führen kann. Mithilfe des TOC-L mit Feststoffmodul SSM-5000A lassen sich gemahlene und getrocknete Betonproben schnell, einfach und präzise analysieren, indem sie zur Analyse einfach in ein Probenschiffchen eingewogen werden.

Im Rahmen eines Experiments (Tabelle 2) wurden zwei Arten von Betonproben untersucht: Normalbeton und CO₂-bindender Beton. Der CO₂-bindende Beton wies ein bis zu fünfmal höheres CO₂-Bindungspotenzial auf als herkömmlicher Beton, wodurch seine effektive Absorptionsfähigkeit deutlich wird.

Verstrichene Zeit	TIC-Konz. [mg C/l]	Variationskoeffizient [%]	Mikrobiologisch gebundenes CO ₂ gesamt [mg/l]
0 Stunden	1.694	0,45	0,00
3 Stunden	1.163	0,95	1.943,46
24 Stunden	288,3	1,26	5.144,86

[CO₂/C]: 44,01 g/mol / 12,01 g/mol = 3,66

Tabelle 1: CO₂-Bindung durch mikrobiellen Stoffwechsel

Probe	TIC-Ergebnis [wt-% C]	Variationskoeffizient [%]	CO ₂ -Potenzial [wt-%]
Herkömmlicher Beton	1,41	2,96	5,16
CO ₂ -bindender Beton	6,76	2,01	24,74

[CO₂/C]: 44,01 g/mol / 12,01 g/mol = 3,66

Tabelle 2: Beurteilung von kohlenstoffbindendem Beton

DACCS: direkte CO₂-Abscheidung aus der Luft

Bemühungen, Emissionen durch die Bindung von CO₂ in Produkten zu reduzieren, sind lobenswert, reichen aber wahrscheinlich nicht aus, um negative Emissionen zu erreichen. Die DACCS-Technologie (Direct Air Carbon Capture and Storage, direkte CO₂-Abscheidung und -Bindung aus der Luft) befindet sich noch in der Entwicklung. Sie bietet eine innovative Möglichkeit, der Atmosphäre aktiv Kohlenstoff zu entziehen und ihn sicher etwa in Form von stabilem Karbonatgestein zu speichern. Durch die Integration eines Online-TOC-Analysators lassen sich wertvolle Informationen über die dafür nötigen Prozessschritte gewinnen. Das System überwacht kontinuierlich den TOC- und TIC-Gehalt der Flüssigkeit für die direkte Luftabscheidung vor der Injektion in eine unterirdische Lagerstätte und stellt sicher, dass alle organischen und anorganischen Bestandteile erfasst werden.

Etwa wie einen künstlichen Baum kann man sich die Direct Air-Capture(DAC)-Technik vorstellen, die der Entnahme von CO₂ aus der Luft dient. Nach der Reinigung entspricht das komprimierte Gas den Bedingungen für den Transport zur vorgesehenen Lagerstätte. Dort wird es mit hochgepumptem Grund- oder Meerwasser in unterirdische Gesteinsformationen gepresst. Das CO₂ löst sich im Wasser, wo es sich mit Mineralien verbindet und im Laufe von Monaten im porösen Basalt Karbonatgesteinstaschen bildet, die über geologische Zeiträume stabil bleiben. Durch die unterirdische Injektion mit Wasser wird das Risiko eines Gasaustritts ausgeschlossen und eine sichere langfristige Kohlenstoffspeicherung ermöglicht. Bei anderen Methoden, die derzeit entwickelt werden, wird gasförmiges CO₂ oder superkritische Flüssigkeit in geeignete Lagerstätten wie salzföhrnde Grundwasserleiter oder erschöpfte Öl- und Gasreservoirs eingeleitet.

Dank ihrer Fähigkeit, sowohl organische als auch anorganische Kohlenstoffquellen zu quantifizieren, erleichtern TOC-Analysegeräte die Entwicklung effektiver Negativemissionstechnologien (NET), die natürliche Kohlenstoffbindungsmechanismen nachahmen. Sie liefern unschätzbare Einblicke in die Kohlenstoffdynamik und spielen eine Schlüsselrolle bei der Erreichung der CO₂-Neutralität, da sie die Beurteilung der Effizienz von kohlenstoffbindenden Materialien wie Beton ermöglichen. Analysatoren mit TIC-Analysefähigkeit, wie der TOC-L und TOC-4200, sind wichtig für die Entwicklung und Umsetzung der Kohlenstoffbindung und aufstrebender Technologien wie der direkten Luft-Kohlenstoff-Abscheidung und -Speicherung (DACCS). Indem sie die vollständige Erfassung des Kohlenstoffflusses durch TOC-/TIC-Analyse ermöglichen, tragen diese Analysegeräte erheblich zur Schaffung einer nachhaltigen Zukunft bei. Sie ermöglichen

ein umfassendes Verständnis und die Quantifizierung der Kohlenstoffdynamik in diesen Prozessen und ebnen so den Weg für ein effektives Kohlenstoffmanagement und einen grüneren Planeten.

Rückkehr der Menschheit zur Natur

Das Klima ist wie ein großes Puzzle, das durch den menschlichen Einfluss durcheinandergebracht wurde. Kürzlich haben die Vereinten Nationen den Begriff „globale Erwärmung“ in „globales Brodeln“ umbenannt und damit die Dringlichkeit, mit der wir konfrontiert sind, noch stärker betont. Mehr denn je nehmen wir dies deshalb zum Anlass, bessere Antworten zu finden. Durch die Implementierung von NET, die natürliche Mechanismen nachahmen, gelingt es uns, Kohlenstoff in Bindungsprozessen (CO₂-Gas zu Flüssigkeit/Feststoff oder CO₂ zu Biomasse) vollständig zu bilanzieren. Durch diesen Wandel können wir nicht nur unsere Produkte und unsere Lebensweise neu ausrichten, sondern auch unsere Beziehung zur Natur, unserem wichtigsten Verbündeten, und den natürlichen NET.

Hinweis

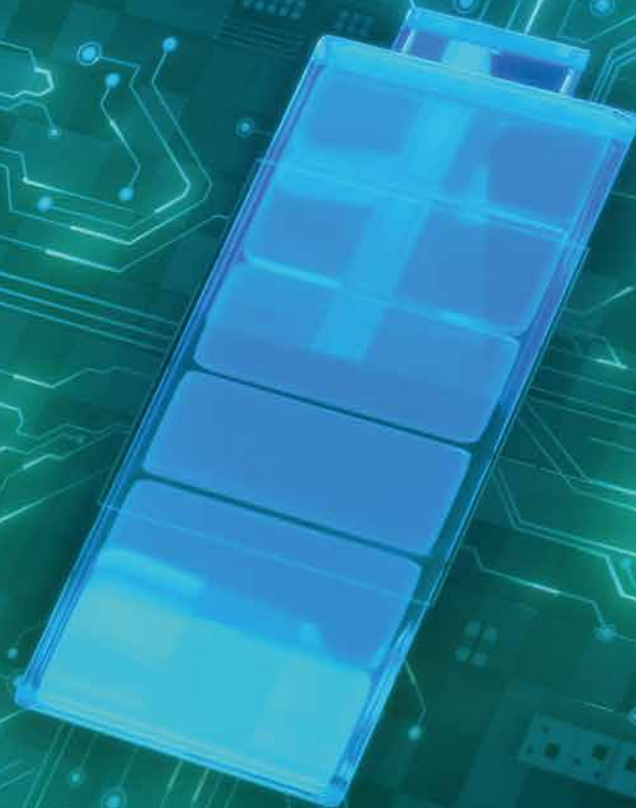
Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



Warum altern Akkus?

GC-MS-Analyse von Fluorophosphaten als potenzielle Frühindikatoren für geminderte Akku-Qualität

Dr. Waldemar Weber, Shimadzu Europa GmbH



Die Alterung von Akkus ist vorwiegend auf die Zersetzung der Elektrolytlösung zurückzuführen, den wesentlichen Hauptteil eines herkömmlichen Lithium-Ionen-Akkus. Dieser besteht aus Li-Ionen-Salz (z. B. LiPF_6), organischen Carbonaten und Additiven, die einen stabilen Transport der Li-Ionen während des Lade- und Entladevorgangs gewährleisten.

Insbesondere fluorhaltige Organophosphate sind aufgrund ihrer potenziellen Neurotoxizität von Bedeutung.[4, 5, 6] Obwohl die elektrochemische Alterung im Akku selbst abläuft, beginnt die chemische Alterung bereits bei der Herstellung, der Lagerung und dem Transport des Elektrolyten. Zu den typischen Einflussfaktoren zählen Luft und Feuchtigkeit, zu hohe Temperaturen während der Herstellung/Aufbewahrung und die Langzeitlagerung im Allgemeinen. Ungeeignete Materialien in der Produktionskette (z. B. Glas) sind ebenfalls problematisch, da Spuren von Fluorsäure katalytisch mit SiO_2 reagieren: $\text{SiO}_2 + 6\text{HF} \rightarrow \text{H}_2[\text{SiF}_6] + 2\text{H}_2\text{O}$. Diese Analyse einer Elektrolytlösung dient der qualitativen Kontrolle und Bestimmung von Fluorophosphaten.

Probenvorbereitung und -messung

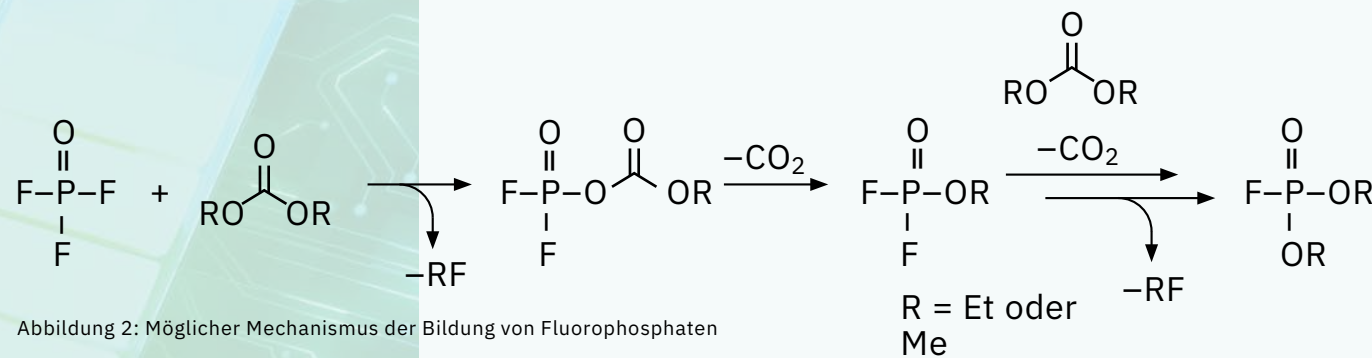
25 μl des Elektrolyts eines Lithium-Ionen-Akkus, bestehend aus Ethylmethylcarbonat und Ethylencarbonat (1:1) mit 1M LiPF_6 , wurden mit 1 ml Dichlormethan verdünnt und 5 Minuten lang bei 8.500 U/min zentrifugiert, um das feste LiPF_6 abzutrennen. Die zentrifugierte Lösung wurde in ein 2-ml-GC-Glasfläschchen umgefüllt und bis zur Messung mit einem GCMS-QP2020 NX bei 7 °C gelagert (Abbildung 1). →



Abbildung 1:
Shimadzu
GCMS-QP2020 NX
mit Flüssigsamplern
AOC-30i

Zersetzungsmechanismus des Lithium-Ionen-Akku-Elektrolyten

Der für dieses Experiment verwendete Elektrolyt wurde etwa ein Jahr lang bei -30 °C in einem Kühlschrank gelagert. Jegliche Alterungsprozesse sollten unter solchen Bedingungen extrem verlangsamt sein. Dennoch hat eine so lange Lagerung bereits einen Einfluss auf die Zersetzung. Eine chemische Umlagerung von Ethylmethylcarbonat (EMC) zu Dimethylcarbonat (DMC) und Diethylcarbonat (DEC) wurde beobachtet. Die Zersetzung von LiPF_6 -Salz bei der Reaktion mit Spuren von Wasser und dem entsprechenden Elektrolytlösungsmittel kann durch elektrochemische und chemische Prozesse beeinflusst werden. Die Reaktionsmechanismen sind im Grunde identisch, wobei der Gehalt der entstehenden Organophosphate stark vom Alterungsstadium des Elektrolyten/Lithium-Ionen-Akkus abhängt.[2, 3] Bei dem gelösten LiPF_6 -Salz gilt ein thermodynamisches Gleichgewicht $\text{LiPF}_6 \leftrightarrow \text{LiF} + \text{PF}_5$ als Ausgangspunkt für die Zersetzung, wobei das PF_5 bei der Reaktion mit Spuren von Wasser POF_3 bildet, gefolgt von einer Kette von Reaktionen von POF_3 mit organischen Carbonaten. Die exakten Reaktionsmechanismen werden derzeit intensiv erforscht. Einer der möglichen Mechanismen der Zersetzung von POF_3 in Fluorophosphate ist in Abbildung 2 dargestellt. Der Zersetzungsprozess lässt sich in vier Schritte unterteilen: 1. Bildung von POF_3 , 2. Bildung von Difluorophosphat, 3. Bildung von Monofluorophosphaten, 4. Bildung von Trialkylphosphaten.



Einfache und zuverlässige Ermittlungsmethode für frühe Anzeichen von Zersetzung mittels Flüssigkeitsinjektion für GC-MS

Für die Analyse der leicht flüchtigen Zersetzungsprodukte in Schritt 1 und 2 ist aufgrund einer Reaktion mit dem Lösungsmittel eine Headspace-basierte Injektion für GC-MS erforderlich. Die hier verwendete flüssigkeitsbasierte Injektion ermöglicht die Analyse der Produkte in Schritt 3 und 4. Der verwendete Elektrolyt besteht aus Ethylmethylcarbonat, weshalb methylierte, ethylierte und gemischte Ethylmethylphosphatarten zu erwarten sind. Ein SCAN-/SIM-Modus für den Nachweis ermöglicht eine eindeutige Identifizierung von Verbindungen anhand eines Massenspektrums und einen empfindlichen und selektiven Nachweis anhand von SIM-Spuren. Die verwendeten m/z -Werte für den SIM-Nachweis sind in Tabelle 1 aufgeführt. Bei dem analysierten Elektrolyten konnten nur dialkylierte Spezies nachgewiesen werden (Tabelle 1), jedoch keine trialkylierten. Grund dafür ist eine Zersetzung in einem sehr frühen Stadium, da nur ein langfristig gelagerter Elektrolyt verwendet wurde, bei dem die Bildung von trialkylierten Spezies noch nicht eingesetzt hat. Das ermittelte Massenspektrum ist in Abbildung 3 und die entsprechenden Chromatogramme sind in Abbildung 4 dargestellt. Das allgemeine

Problem bei der Identifizierung solcher Verbindungen ist der Mangel an M^+ -Spitzen in den Spektren (außer DMFP) und ihre Abwesenheit in herkömmlichen GC-MS-Bibliotheken (außer DEFP). Zur Identifizierung des Spektrums verwendeten die Forscher synthetische Standards und für kompliziertere Spezies zusätzlich NCI mit CI-GC-MS-Nachweisen.[3] →

Verbindung	Chemische Struktur	m/z für SIM	Ret.-Zeit [min]
Dimethylfluorophosphat (DMFP)		97, 98, 128	4,44
Ethylmethylfluorophosphat (EMFP)		97, 115, 127, 141	6,3
Diethylfluorophosphat (DEFP)		101, 113, 129	9,0

Tabelle 1: Chemische Strukturen und die zum Nachweis verwendeten m/z -SIM-Spuren

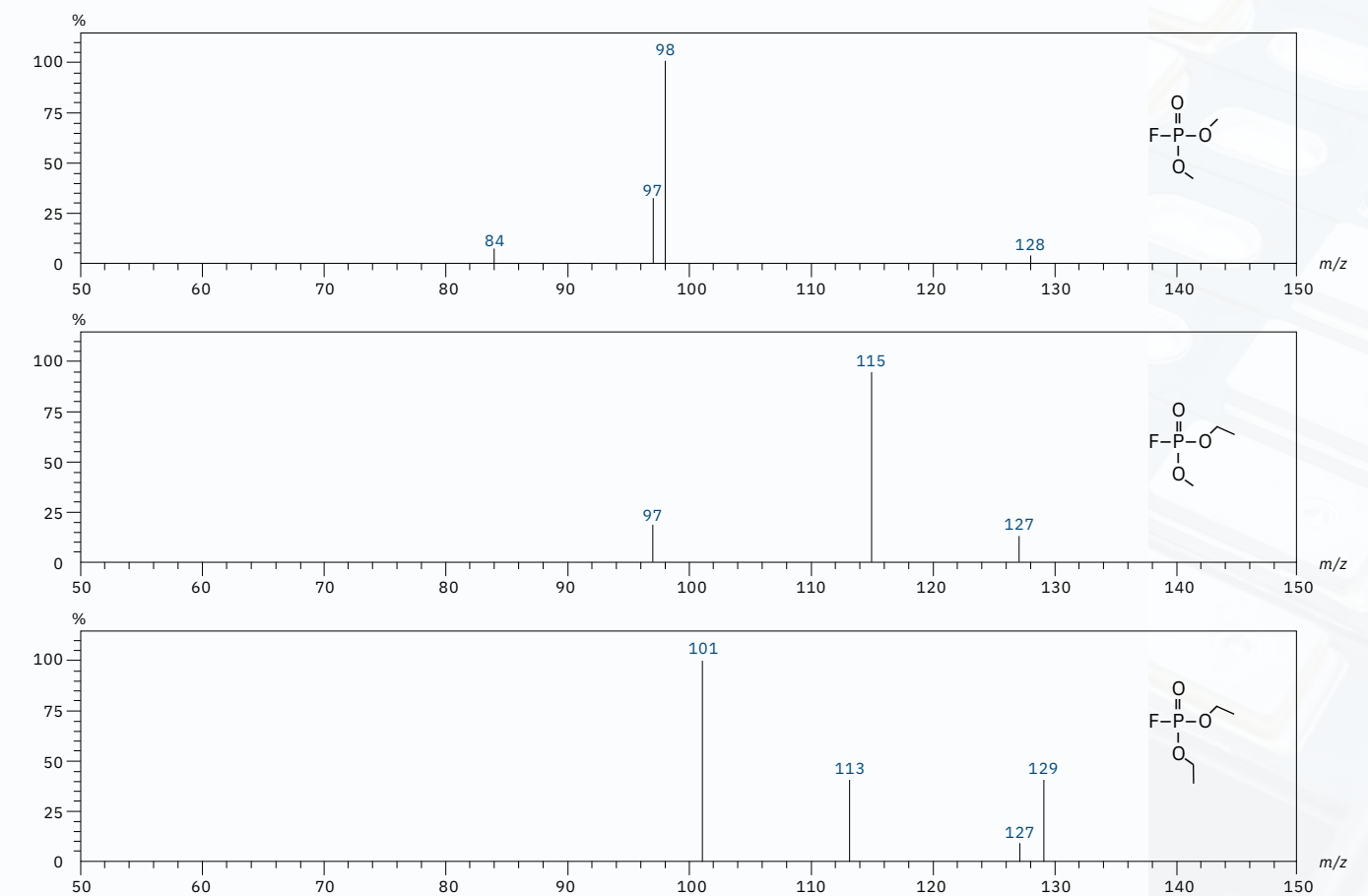


Abbildung 3: Massenspektren der nachgewiesenen Fluorophosphate DMFP (oben), EMFP (Mitte), DEFP (unten)

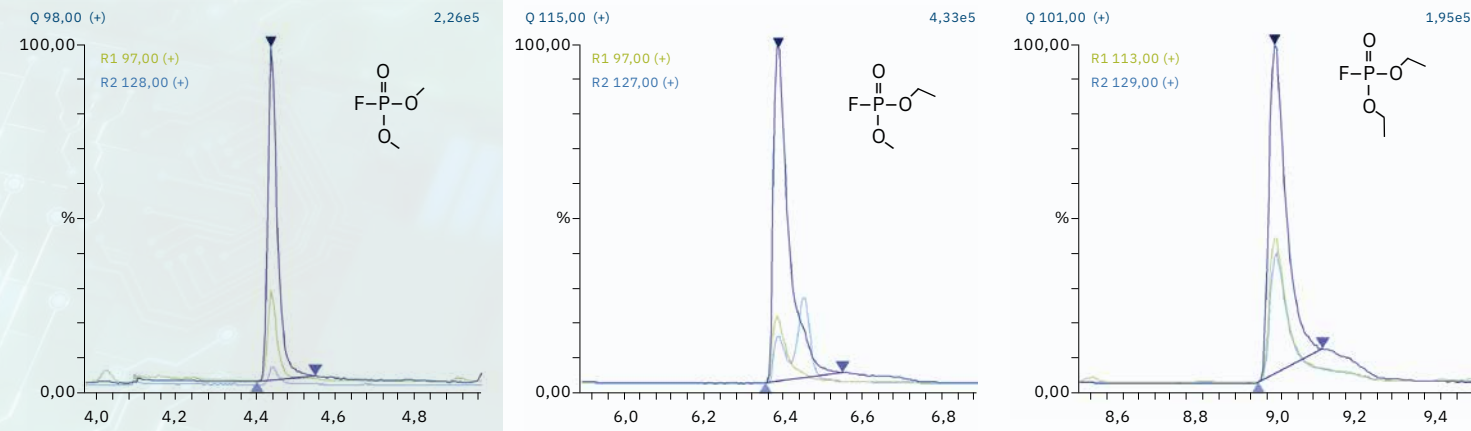


Abbildung 4: GC-MS-Chromatogramm von DMFP, EMFP und DEFP in einem Lithium-Ionen-Akku-Elektrolyten

Das Ziel: eine längere Akkulaufzeit

Elektrolyte von Lithium-Ionen-Akkus auf LiPF₆-Basis zersetzen sich durch chemische und elektrochemische Prozesse. Mithilfe der GC-MS-basierten Analyseverfahren gelang eine eindeutige Identifizierung von drei fluorierten Alkylphosphaten in einem langzeitgelagerten Elektrolyten. Das macht das GCMS-QP2020 NX zu einer zuverlässigen und einfachen Analysemöglichkeit selbst in frühen Stadien der Elektrolytzersetzung und ermöglicht so eine vorhersehbarere und nachhaltigere Gestaltung der Lebensdauer von Akkus.

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



Kritische Masse: Studien zur Behandlung von altersbedingtem Muskelchwund

Erforschung der Aminosäuren im Blutplasma mittels LC-MS/MS

Dr. Theocharis Ispoglou, Luke Aldrich, Leeds Beckett University

Der Verlust von Muskelmasse und -kraft, auch bekannt als Sarkopenie, ist eine der häufigsten Ursachen für Krankenhausaufenthalte und Einschränkungen der Selbstständigkeit bei älteren Menschen. Forscher an der Carnegie School of Sport der Leeds Beckett University versuchen, die Auswirkungen von Aminosäurepräparaten und Steroidhormonen auf die Muskelmasse zu verstehen. Im Gespräch berichten sie, wie der Einsatz der LC-MS-Geräte von Shimadzu ihre Möglichkeiten revolutioniert hat, den Gehalt dieser kleinen Moleküle im Blutplasma zu untersuchen und zu beobachten, wie er sich im Laufe der Bemühungen zur Vorbeugung und zum besseren Umgang mit Sarkopenie verändert. →



Muskelschwund (Sarkopenie) als Herausforderung

Sarkopenie ist der medizinische Begriff für den fortschreitenden (und oft rapiden) Abbau von Muskelmasse und -kraft. Sarkopenie steht in der Regel im Zusammenhang mit zunehmendem Alter, körperlicher Inaktivität und schlechter Ernährung als Hauptursachen und betrifft schätzungsweise 10 % der über 60-Jährigen, wobei der Anteil mit zunehmendem Alter weiter steigt. Der Abbau von Muskelmasse und -kraft erschwert die Verrichtung alltäglicher Aufgaben.

Ein Schlüsselfaktor, der der Krankheit zugrunde liegt, ist eine verringerte Fähigkeit des Körpers, Proteine zu synthetisieren (oft aufgrund mangelnder Muskelbeanspruchung), was zu einer verringerten Masse der Skelettmuskeln führt. Eine Möglichkeit, mehr Muskelmasse aufzubauen, ist der erhöhte Verzehr von hochwertigen Proteinen, insbesondere von verzweigtkettigen Aminosäuren (BCAA). Die Einnahme von Protein- und Aminosäurepräparaten wird von vielen Fachleuten ebenfalls empfohlen. Allerdings ist eine optimale Anwendung von Aminosäurepräparaten schwierig, weil man nicht genau weiß, was mit ihnen im Körper passiert, und weil es nur wenige gut kontrollierte Studien gibt, in denen ihre Wirksamkeit untersucht wurde.

Überwachung von Aminosäuren im Körper mittels LC-MS

Eine der vielen Forschungsgruppen, die sich dieser Herausforderung stellen, ist ein Team unter der Leitung von **Dr. Theocharis Ispoglou** an der Carnegie School of Sport. Die zur Leeds Beckett University gehörende Einrichtung ist eine der größten Sporthochschulen Großbritanniens und widmet sich auch der Forschung, unter anderem mit dem Ziel, die menschliche Gesundheit zu verbessern.

Die Arbeit von Dr. Ispoglou ist ganz auf dieses Ziel ausgerichtet. In seinen 17 Jahren an der Carnegie School of Sport beschäftigte er sich zunehmend mit der Rolle von Ernährungs- und Bewegungsmaßnahmen bei der Optimierung der Muskelgesundheit im Laufe des Lebens. „In meiner aktuellen Forschungsarbeit konzentriere ich mich darauf, wie Nahrungsergänzungsmittel zusammen mit ausgewogener Ernährung und Bewegung dazu beitragen können, dass wir gesünder altern. Dabei betrachte ich nicht nur die sportliche Komponente, sondern auch den klinischen Aspekt“, erklärt er.

Eines der laufenden Projekte des Teams steht in direktem Zusammenhang mit Sarkopenie. Es wird von Doktorand **Luke Aldrich** durchgeführt und von Dr. Ispoglou und Dr. Antonis

Stavropoulos (ebenfalls von der Carnegie School of Sport) gemeinsam betreut. In den letzten 18 Monaten untersuchte er mit dem LCMS-8045 System von Shimadzu, wie sich die Zusammensetzung von Aminosäurepräparaten auf die Blutplasmakonzentrationen einer Reihe von essenziellen Aminosäuren auswirkt. Um fundierte Schlüsse ziehen zu können, erklärt Aldrich, dass die Studie ein intensives Stichprobenverfahren umfasst: „Kürzlich haben wir eine Studie an 10 Erwachsenen im Alter von über 60 Jahren abgeschlossen, die aus drei Versuchen bestand. Bei jedem dieser Versuche wurden über einen Zeitraum von vier Stunden zu acht Zeitpunkten Blutproben entnommen. Insgesamt waren es 240 Proben im Rahmen der gesamten Studie.“

Mehr Proben und präzisere Ergebnisse

Allein schon die Anzahl der Proben ist für die Gruppe bahnbrechend, da sie ihre Analysen bisher extern durchführen lassen musste: „Früher hätten wir so etwas wegen der Kosten nicht machen können“, so Dr. Ispoglou. „Aber jetzt, wo die Einschränkung der Probenentnahme wegfällt, können wir so viele Zeitpunkte wie nötig betrachten und dadurch detailliertere und informativere Konzentrationskurven für Aminosäuren im Blutplasma erstellen.“ →

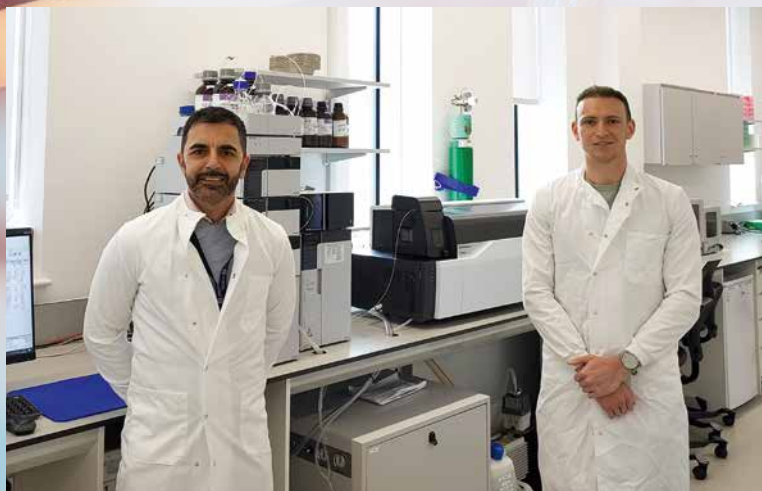


Abbildung 1 : Dr. Theocharis Ispoglou (links) und Doktorand Luke Aldrich (rechts) mit ihrem LCMS-8045 System von Shimadzu an der Carnegie School of Sport der Leeds Beckett University

Aminosäure	Retentionszeit (min)
1 Tryptophan	1,073
2 Phenylalanin	1,100
3 Tyrosin	1,195
4 Leucin	1,213
5 Methionin	1,280
6 Isoleucin	1,296
7 Valin	1,530
8 Threonin	1,830
9 Alanin	1,975
10 Serin	2,000
11 Prolin	2,064
12 Asparagin	2,226
13 Glutamin	2,312
14 Arginin	3,877
15 Glutaminsäure	4,857
16 Lysin	4,861
17 Asparaginsäure	5,060

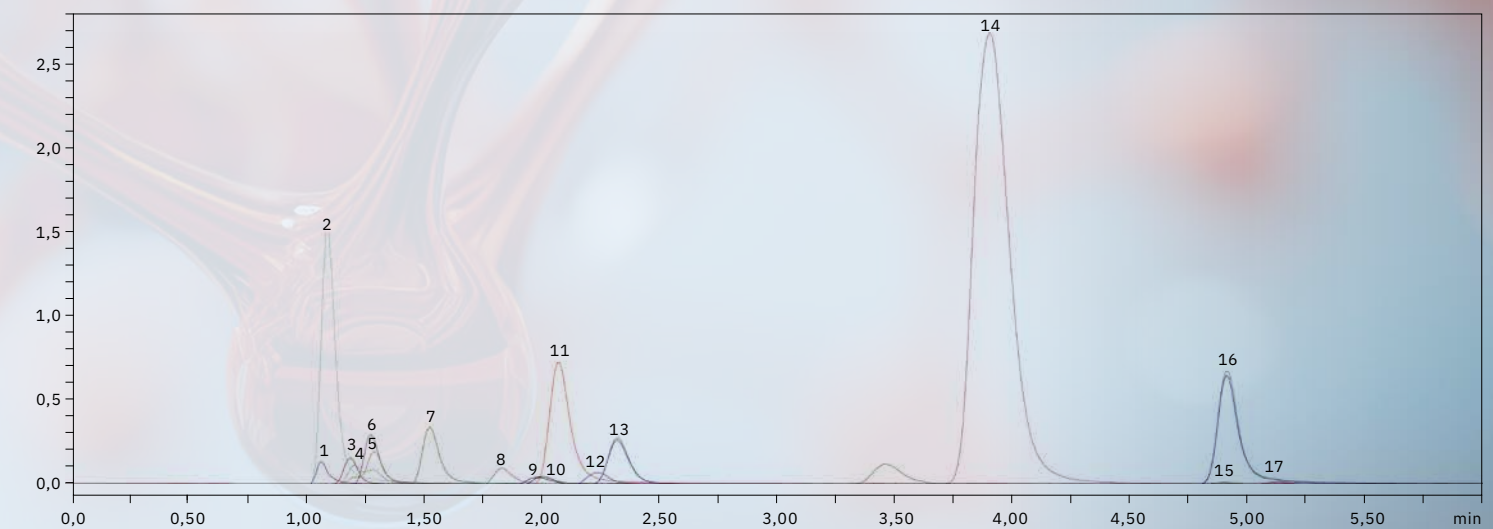
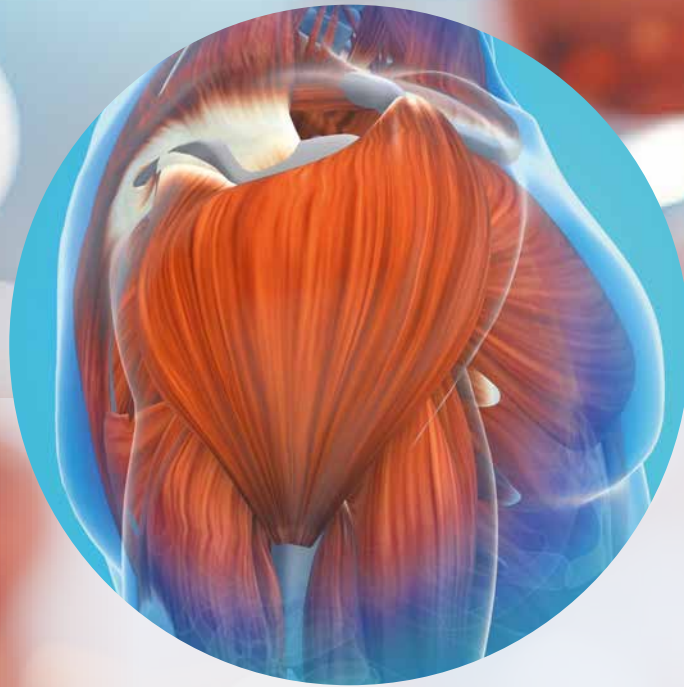


Abbildung 2: Ein charakteristisches LC-MS-Chromatogramm des Teams um Dr. Ispoglou, das mit dem Shimadzu LCMS-8045 erstellt wurde. Es zeigt 17 Aminosäuren, die innerhalb von 10 Minuten analysiert wurden. Bemerkenswert ist die Trennung mehrerer Gruppen von Aminosäuren trotz ihrer engen Elution.



Verständnis kausaler Zusammenhänge dank neuer Möglichkeiten durch LC-MS

Aber nicht nur der Studienaufbau erweist sich als erfolgreich, auch die Analysemethode ist ein Meilenstein, da die LC-MS in den Bereichen der Sporternährung und Sportwissenschaft noch nicht weit verbreitet ist. Bisher kamen üblicherweise Immunassays für die Analyse von Proteinen oder Hormonen zum Einsatz. Es bestand in der Regel kein interner Zugang zu chromatographischen Techniken für kleinere Moleküle oder die Erfahrung, um diese effektiv einzusetzen.

Dank des leichten Zugangs zu einem LC-MS-System konnte das Team um Dr. Ispoglou jedoch erhebliche Fortschritte erzielen: „Alle LC-MS-Daten liefern uns ein umfassenderes und genaueres Bild von den Vorgängen, sodass wir mögliche ursächliche und mechanische Zusammenhänge viel besser erkennen können. Das alles wäre früher sicher nicht möglich gewesen!“

Eingehende Schulung und Betreuung vor Ort

Möglich wurde diese Entwicklung nur durch eine große Investition der Leeds Beckett University in die Carnegie School of Sport. Der 2020 eröffnete Neubau vereint bisher getrennte Einrichtungen unter einem Dach. Für Dr. Ispoglou bot sich damit die einmalige Gelegenheit, die Laboreinrichtungen seiner Gruppe zu erweitern. „Wir hatten einige vorläufige Untersuchungen über die Empfindlichkeit und Spezifität der LC-MS durchgeführt und wussten, dass sie sich perfekt für unsere Forschung eignen würde. Ich war sehr erfreut, dass das Team von Shimadzu ein äußerst wettbewerbsfähiges Angebot unterbreitete und ihr System den Zuschlag erhielt. Damit ging für mich ein jahrelanger Wunsch in Erfüllung!“

Da aber niemand in der Gruppe Erfahrung mit LC-MS hatte, mussten die Forscher erst einmal geschult werden. Luke Aldrich berichtet: „Wir erhielten das LC-MS-System im November 2021. Kurz darauf hatten wir unsere erste Schulung durch Shimadzu. Wir begannen bei null, aber unsere Trainer von Shimadzu waren großartig. Sie erklärten uns zuerst die theoretischen Aspekte der Chromatographie, dann wiesen sie uns in die Bedienung des Systems ein und schulten uns in der Datenanalyse, der Probenvorbereitung und der Standardvorbereitung – das ganze Programm!“

Laut Aldrich ist das Team von Shimadzu außerdem sehr hilfsbereit und bietet bei Bedarf schnell Unterstützung per E-Mail oder Telefon: „Sie sind sofort zur Stelle und sehr behilflich. In den letzten sechs Monaten erhielten wir oft noch am selben Tag Vor-Ort-Support durch die technischen Spezialisten von Shimadzu. Nicht viele Hersteller bieten einen solchen Service an.“

Künftige Schritte bereits in Planung

Zum Zeitpunkt der Erstellung dieses Artikels (Juni 2023) wurde eine Studie an 30 Erwachsenen kürzlich abgeschlossen. Die vorläufigen Ergebnisse deuten auf deutliche Unterschiede im Aminosäurespiegel zwischen einer neutralen Kontrollgruppe ohne Programm und den Gruppen hin, die entweder ein Sportprogramm oder ein Programm mit Nahrungsergänzungsmitteln absolvierten. Die Ergebnisse wurden noch nicht veröffentlicht, aber Dr. Ispoglou erklärt, dass diese Arbeit die Ergebnisse einer früheren Fallstudie zu bestätigen scheint, die das Team an einem 57-Jährigen mit Sarkopenie durchgeführt hat:[1] „Im Rahmen dieser ersten Studie konnten wir zeigen, dass die Gesamtzahl von 17 Aminosäuren nach 24 Wochen Sport und Ernährung um 19,1 % anstieg, was der Literatur in diesem Bereich entspricht. Wir freuen uns also sehr darauf, die Ergebnisse unserer neuen, viel umfangreicheren Studie zu veröffentlichen!“

An zwei weiteren Projekten des Teams, bei denen ebenfalls LC-MS zum Einsatz kommt, ist die School of Health in Leeds Beckett beteiligt. Der leitende Forscher Dr. John George sagt, dass im Rahmen der ersten Studie LC-MS eingesetzt wird, um die biochemischen Signalwege aufzudecken, die an der Regulierung der Biogenese der Zellhülle gramnegativer Bakterien beteiligt sind. Dies könnte bei der Entwicklung neuer Medikamente von Bedeutung sein, um zu verstehen, wie diese Zellen wachsen oder Homöostase erreichen. Im zweiten Projekt werden die Bakterien mit einer Reihe von Antibiotika behandelt und ihre zelluläre Reaktion mittels LC-MS überwacht, was zur Suche nach neuen Medikamenten gegen antibiotikaresistente Bakterien beitragen könnte.

Neue Erkenntnisse in der Sarkopenieforschung dank LC-MS

Dr. Ispoglou hält die Verfügbarkeit der LC-MS-Geräte von Shimadzu in den neuen Laboreinrichtungen der Carnegie School of Sport für die Bemühungen seines Teams für entscheidend. „Um die Forschung kontinuierlich voranzutreiben, sind Investitionen in Geräte und Mitarbeiter erforderlich. Mit unseren neuen Instrumenten konnten wir unsere Forschung entscheidend voranbringen“, sagt er. „Die LC-MS hat zweifellos das Potenzial, neue Erkenntnisse auf den Gebieten Sport, Bewegungswissenschaft und Ernährung hervorzubringen.“

Dr. Ispoglou ist sich sicher, dass Shimadzu dem Team den Einstieg in die LC-MS erleichtert hat: „Sie waren unglaublich, unsere Erfahrungen waren äußerst positiv. Ich habe den Eindruck, dass sie sich wirklich für unsere Arbeit interessieren und wollen, dass wir mit unseren Daten möglichst viel erreichen.“ Aldrich stimmt dem zu: „Wir haben nichts an Shimadzu auszusetzen – die Geräte sind zuverlässig und der Service ist hervorragend!“

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



Kupferflaschen: (un)gesunder Trend?



Bestimmung der Konzentration des Spurenelements Kupfer mit dem Shimadzu AA-7800

Dr. Johannes Hesper, Shimadzu Europa

Die Verwendung von Kupfergefäßen zur Lagerung und zum Konsum von Wasser hat in einigen Kulturen eine lange Tradition. Kupferflaschen oder -becher für Wasser haben in den vergangenen Jahren auch in unseren Breiten an Popularität gewonnen. Neben antibakteriellen Eigenschaften des Materials nennen die Hersteller oft die Anreicherung des Wassers mit Spurenelementen. Kupfer (Cu) ist ein essentielles Spurenelement für den menschlichen Körper. Die Verwendung von Kupferflaschen führt dazu, dass geringe Mengen an Kupfer ins Wasser abgegeben werden. Wie groß und wie gesund diese Mengen tatsächlich sind, wurde zeitabhängig mit dem Shimadzu AA-7800 Atom Absorption Spektrophotometer untersucht.

Kupferflaschen für Trinkwasser liegen im Trend. Ihre Verwendung hat in den letzten Jahren zugenommen und Hersteller werben häufig mit positiven Gesundheitseffekten etwa im Sinne des Ayurveda. Doch wie viel des essenziellen Spurenelements Kupfer wird tatsächlich von der Cu-Flasche abgegeben? Und entspricht das Trinkwasser dann noch den Empfehlungen der geltenden Trinkwasserverordnung?[1] Sie schreibt einen Höchstwert von 2 mg/l (2 ppm) Kupfer vor, der nicht überschritten werden soll.

Um die Menge der Migration von Kupfer zu ermitteln, wurde Leitungswasser in eine unbeschichtete gereinigte Kupferflasche (99,7 % Kupfer, Angabe des Herstellers) gefüllt und sechs Tage bei Zimmertemperatur verschlossen gelagert. An den Tagen null, eins, zwei und sechs wurde der Kupfergehalt mithilfe des neuen Atom Absorption Spektrophotometers AA-7800 im Flammenmodus (Acetylenflamme) bestimmt. →





Abbildung 1: Acetylenflamme (C₂H₂) des AA-7800

Am Tag null wurden drei Proben (Blindproben) aus der Flasche entnommen und mit 1 % HNO₃ (Salpetersäure) angesäuert, um das Kupfer in Lösung zu stabilisieren. Am nächsten Tag wurden wieder drei Proben gezogen und angesäuert. Das Gleiche an Tag zwei, ein viertes und letztes Mal am sechsten Tag.

Anschließend wurden alle Proben gegen eine externe Kupferkalibrierung gemessen. Die erhaltene Kalibriergerade ist in Abbildung 2 dargestellt und zeigt eine sehr hohe Linearität im Messbereich von 0–3 ppm Cu mit R² = 0,9998.

Zur Analyse wurden die bewährten Standardmesseinstellungen für Kupfer aus dem Shimadzu Cookbook (Flammen-AAS) verwendet. Mithilfe der Kupfer(Cu)-Hohlkathodenlampe wurde bei 324,8 nm in der Acetylenflamme die Kupferabsorption gemessen und gegen die Kalibrierung bestimmt.

Die Messergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Abs = 0,14053 Conc. + 0,0025703
r = 0,9999

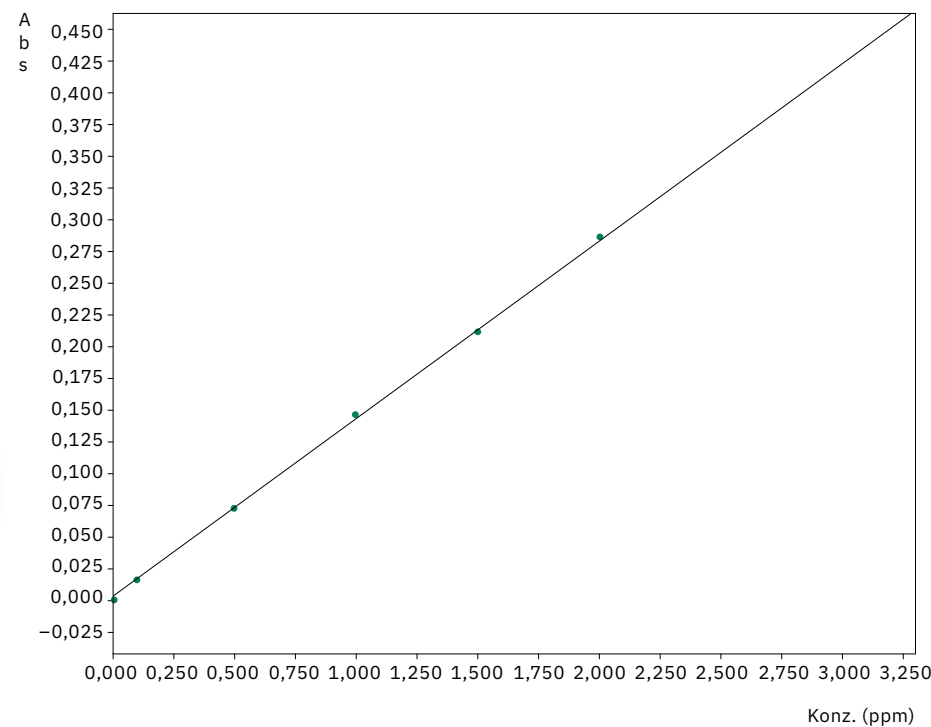


Abbildung 2: Cu-Kalibration AA-7800F (C₂H₂-Flamme)

Tag	#1	#2	#3	Mittelwert	Stabw
0	0,0294	0,0265	0,0287	0,0	0,005
1	1,0405	1,0619	1,059	1,1	0,035
2	1,7692	1,7728	1,7934	1,8	0,039
6	3,6293	3,5389	3,8321	3,7	0,450

Tabelle 1: Cu-Konzentration (ppm) nach 0, 1, 2 und 6 Tagen der drei Wiederholungsmessungen, ihre gerundeten Mittelwerte und Standardabweichungen



Zwar liegt der Messwert am sechsten Tag mit 3,7 ppm etwas außerhalb des Arbeitsbereiches von 0–3 ppm, dennoch kann man davon ausgehen, dass die Kalibrierung auch bis dahin ihre Gültigkeit behält und das Absorptionssignal weiterhin linear von der Cu-Konzentration abhängt.

Einfluss einer Kupferflasche auf den Kupfergehalt im Trinkwasser

Fehlerbalken spiegeln die dreifache Standardabweichung von drei Triplikaten wider

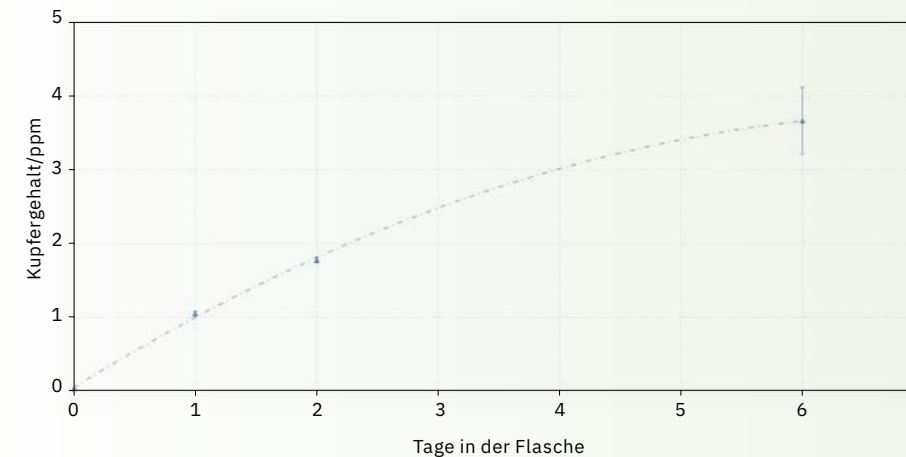


Abbildung 3: Einfluss der Kupferflasche auf die Kupferkonzentration im Trinkwasser nach Tagen

Somit nahm der Kupfergehalt des Trinkwassers von ursprünglich 0 ppm (ca. 30 ppb) in der Kupferflasche täglich zu, um dann am sechsten Tag mit 3,6 ppm Cu oberhalb des Grenzwertes der Trinkwasserverordnung zu liegen. Wahrscheinlich wurde der Grenzwert von 2 mg/l Cu bereits am dritten Tag überschritten, hier wurden aber keine Proben gemessen.

Das Shimadzu AA-7800 Atom Absorption Spektrophotometer mit bis zu acht Hohlkathodenlampen bietet zwei optimale Hintergrundkompensationen zur Korrektur der Probenmatrix an. Die Hochstrompulstechnik (SR-Methode) und die Deuterium(D2)-Untergrundkompensation stehen standardmäßig für die Messung mit Flamme und Graphitrohr zur Verfügung. Durch den optionalen Autosampller ASC-7800 können komfortabel bis zu 60 Proben gemessen werden.

Die umfangreichen Sicherheitsfunktionen machen auch die Verwendung von Acetylgas äußerst sicher, was es für die Untersuchung von Spurenelementen auch in schwierigen Matrices ideal macht.

Kupferflaschen sicher verwenden

Wer die Verwendung einer Kupferflasche in Betracht zieht, sollte sicherstellen, dass diese aus hochwertigem Kupfer besteht, um mögliche gesundheitliche Risiken durch Schwermetalle zu minimieren. Denn: Kupfer kann in großen Mengen toxisch sein und zu einer Kupfervergiftung führen. Diese äußert sich unter anderem durch Übelkeit, Erbrechen, Bauchschmerzen und andere Gesundheitsprobleme.

Die nicht repräsentativen Messergebnisse zugrunde legend, sollte Trinkwasser maximal zwei Tage in einer Kupferflasche gelagert werden, da sonst die Empfehlungen der Trinkwasserverordnung überschritten werden. Säurehaltige Getränke und Fruchtsäfte sollten nicht in einer Kupferflasche aufbewahrt werden, da hier eine beschleunigte Kupferabgabe zu erwarten ist.

Hinweis

Weitere Informationen und Literaturhinweise entnehmen Sie bitte der digitalen Version dieser Ausgabe.



**Lab Innovations**

Birmingham, Großbritannien
01.–02.11.2023

**EBF**

Barcelona, Spanien
15.–17.11.2023

**ISEAC**

Amsterdam, Niederlande
20.–24.11.2023

**DYMAT**

Colmar, Frankreich
27.–29.11.2023

**JEC**

Paris, Frankreich
05.–07.03.2024

**AD/PD 2024**

Lissabon, Portugal
05.–09.03.2024

secrets of science
magazine

Kundenzeitschrift der
Shimadzu Europa GmbH,
Duisburg

Herausgeber

Shimadzu Europa GmbH
Albert-Hahn-Str. 6–10
D-47269 Duisburg
Tel.: +49(0)203 7687-0
shimadzu@shimadzu.eu
www.shimadzu.eu

Redaktion

Uta Steeger,
Sonja Wischnewsky,
Andrea Wagner-Neumann,
Christopher Brünn

Gestaltung

Bartenbach AG
Kaufmannshof 1
D-55120 Mainz
Deutsch: 4.600
Englisch: 3.885

Auflage

©Copyright

Shimadzu Europa GmbH,
Duisburg, November 2023.
Nachdruck, auch auszugs-
weise, nur mit Geneh-
migung der Redaktion.



Noch mehr Einblicke

Sie wollen noch tiefer in die Themen des „Secrets of Science“ Magazins abtauchen? Die digitale Version bietet zu jedem Artikel noch mehr Insights, wie zusätzliche Chromatogramme, Tabellen und inhaltliche Details. Gehen Sie also den Geheimnissen der Wissenschaft auf den Grund.



Digitale Version
shimadzu-webapp.eu

