

NEWS

*Solutions for Science
since 1875*



UV-2700
UV-VIS SPECTROPHOTOMETER
SHIMADZU

Alleskönner: Neue
Spektrophotometer-
Generation

Leistungsfähigkeit
neu definiert: OPTIC-
4-Injektor Multimode-
Einlass-System

Happy Birthday:
55 Jahre FTIR-
Spektroskopie

„Benchmarker“:
Neues FrontEnd-System –
Nexera MP

APPLIKATION

- Repräsentative Bodenproben –**
Röntgenfluoreszenz detektiert Kontamination »2
- Mineralwasser in unterschiedlichem Licht –**
Qualitätskontrolle mit UV-Spektroskopie »4
- Plastikanalyse in der Praxis –** Unbehandeltes
und recyceltes Polymer im Vergleich »6
- Vor Gebrauch gut schütteln –** Laser-
beugung und ICP-OES-Spektrometrie »8
- Digitale Bildkorrelation (DIC) hilft
der Luftfahrtindustrie –** HPV-2 Hoch-
geschwindigkeitskamera »10
- Wie die Salzfracht nicht zur Last wird –**
TOC-Bestimmung in hochbelasteten Proben »12
- Von Trinkwasser zu Reinstwasser –**
TOC in aufbereitetem Trinkwasser »14
- Rapunzel, lass Dein Haar herunter –**
Zugprüfungen am menschlichen Haar »16

PRODUKTE

- Alleskönner –** Neue Spektrophotometer –
Höchste Leistung bei geringstem Streulicht »15
- Leistungsfähigkeit neu definiert –**
OPTIC-4-Injektor Multimode-Einlass-System »18
- Mehr als nur ein neuer Rekord –**
Neues FrontEnd-System – Nexera MP »20
- Jubiläumspakete zum FTIR-Geburtstag –**
55 Jahre FTIR-Spektroskopie »28

TELEGRAMM

- Gemeinsam stark –** Partikelmesstechnik
zur Bestimmung der Trennleistung einer
HPLC-Säule »17

FÜR SIE GELESEN

- Dioxin- und PCB-Kontrolle in Futtermitteln –**
Single Quad GC/MS »21

SOFTWARE

- Ein starkes Team –** Empower™ trifft
GC-2010 Plus »24

TIPPS & TRICKS

- 24-Stunden-Support für TOC-L Geräte –**
Tipps und Tricks für den TOC-L – „TOC-L
Virtual Advisor“ im Internet »26

Repräsentative

Messtipps für die Praxis – Röntgen



EDX-720

Wenn ein Tropfen Wasser für einen Fluss steht, so steht eine Handvoll Erde für ein Areal. Das Kleine steht für das Große und findet sich darin wieder. So funktioniert unsere Welt, auch unsere Wirtschaft, die Wissenschaft und die Staaten. Das Kleine repräsentiert das Große, die Stichprobe die Gesamtheit, die Politiker das Volk, ein Schippchen Sand ein Baugrundstück.

Repräsentation spielt auch in der Röntgenfluoreszenz eine große Rolle. Reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, ist oft eine Frage der Probengewinnung und Probenvorbereitung. Im vorliegenden Beispiel soll ein Baugrundstück von 30 m x 30 m auf Kontamination

durch Schwermetalle untersucht werden. Eine Aufgabe wie geschaffen für das EDX-720, dem Standardröntgenfluoreszenzgerät von Shimadzu.

Die erste Herausforderung besteht darin, eine repräsentative Probe zu erhalten. Um zum Beispiel die Kontamination bis in einem Meter Tiefe zu testen, umfasst das zu testende Volumen 900 m² (30 m x 30 m x 1 m). Das Probenvolumina für eine einzelne EDX-Messung liegt bei etwa 1 cm². Es kann aufgerundet auf 1000 m² also nur ein Milliardstel des eigentlichen Volumens gemessen werden.



IMPRESSUM

Shimadzu NEWS, Kundenzeitschrift der Shimadzu Europa GmbH, Duisburg

Herausgeber:
Shimadzu Europa GmbH
Albert-Hahn-Str. 6-10 · 47269 Duisburg
Telefon: (02 03) 76 87-0
Telefax: (02 03) 76 66 25
shimadzu@shimadzu.eu
www.shimadzu.eu

Redaktion:
Uta Steeger · Telefon: (02 03) 76 87-410
Ralf Weber, Tobias Ohme

Gestaltung und Produktion:
m/e brand communication GmbH GWA
Düsseldorf

Auflage: Deutsch: 7.333 · Englisch: 22.790

© Copyright:
Shimadzu Europa GmbH, Duisburg,
September 2011. Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion gestattet.

Windows ist Warenzeichen der Microsoft Corporation. ©2011 Apple Inc. Alle Rechte vorbehalten. Apple, das Apple Logo, Mac, Mac OS und Macintosh sind Warenzeichen von Apple.



Neue Generation – UV-2600 & -2700

Bodenproben

fluoreszenz detektiert Kontamination

Verteilung der Probennahme

Die Kontamination des Baugrundstücks wird besser abgebildet, wenn anhand eines vorher festgelegten Rasters mehrere Proben gleichmäßig verteilt über die gesamte Fläche gewonnen werden. Auch sich ähnelnde, bzw. unterscheidende Bodenschichten in den Prozess der Probengewinnung einfließen zu lassen, helfen ein gutes Abbild der Kontamination zu erstellen.

Sind die Proben gewonnen, wird das Erdmaterial in ein Probengefäß gefüllt, dessen Boden mit einer dünnen Folie (Mylar) verschlossen ist. Mylar ist im hohen Maß durchlässig für Röntgenstrahlung. Das Gefäß wird ins EDX-720 gestellt.

Für die Messung wird die Probe „von unten“ mit Röntgenstrahlung angeregt. Die Probe emittiert daraufhin Röntgenfluoreszenzstrahlung, die über einen Detektor aufgenommen wird. Röntgenröhre und Detektor befinden sich im EDX-720 unterhalb der Probe.

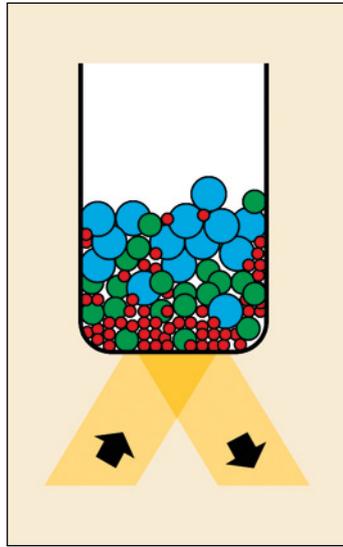


Abbildung 1: EDX inhomogene Probe

Homogenisierung der Proben

Je näher sich ein Element im Probengefäß zum Detektor befindet, desto wahrscheinlicher ist es, dass Fluoreszenzstrahlung auf den Detektor trifft. Schüttet man etwas Erdmaterial in das Probengefäß, werden kleinere und schwerere Bestandteile sich vorrangig

bodennah befinden, große und leichte Bestandteile vornehmlich bodenfern. Besonders wenn die Probe im Gefäß geschüttelt wird, tritt dieser Effekt auf.

Da die Messung beziehungsweise Detektion „von unten“ erfolgt, werden bei inhomogenen Proben bodennahe Bestandteile im Ergebnis überrepräsentiert,

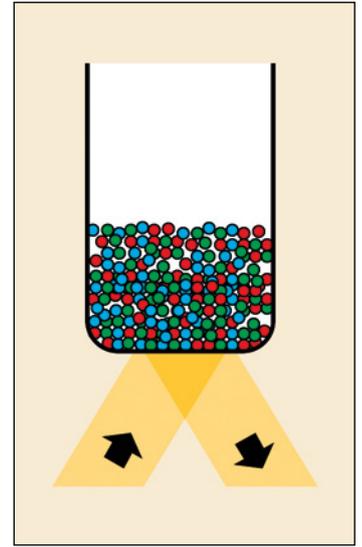


Abbildung 2: EDX homogene Probe

bodenferne unterrepräsentiert. Es ist somit sehr hilfreich die gesamte Probe zu einem Pulver homogener Größenverteilung zu vermahlen. Eine derartige Probenvorbereitung liefert bereits brauchbare Ergebnisse.

Eine qualitativ hochwertige Probenvorbereitung ist die Herstellung einer glasartigen Schmelze aus Dilitiumtetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) und der pulverisierten Probe.



Mineralwasser in unter

Qualitätskontrolle mit UV-Spektroskopie

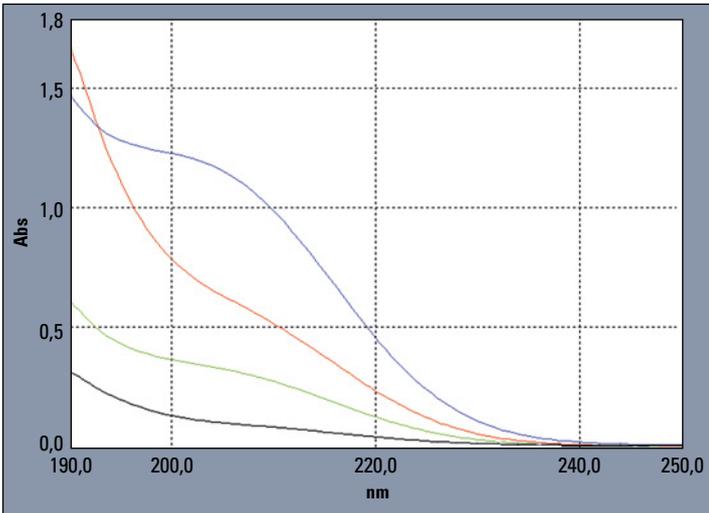


Abbildung 1: Ultraviolett-Spektren von vier verschiedenen stillen Mineralwässern

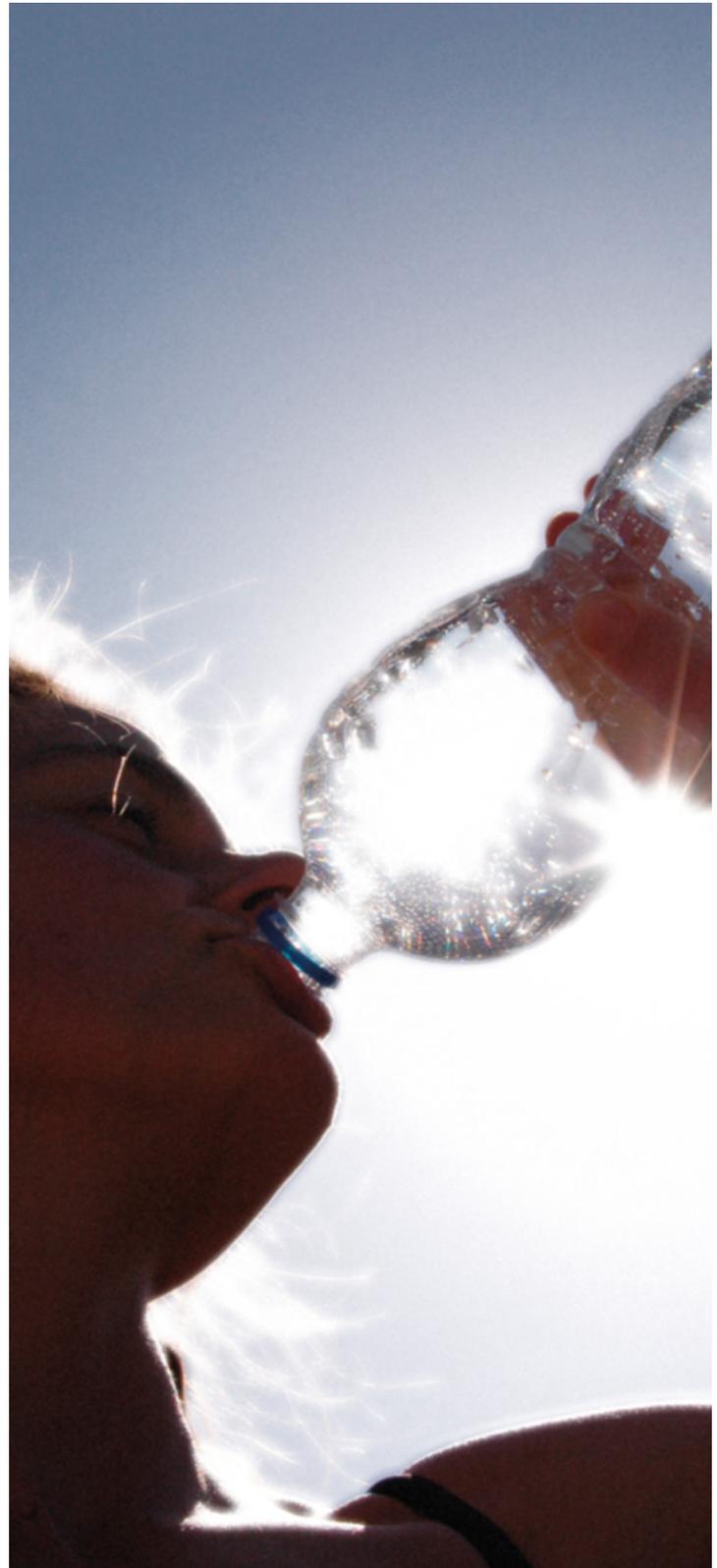
Mit 130 Litern pro Kopf und Jahr in Deutschland sind sie ein wichtiges Nahrungsmittel der täglichen Ernährung, sie liefern wichtige Mineralien und Spurenelemente, sie sind perle oder stille Vertreter – Mineralwässer. Ihre Etiketten sind ihr Markenzeichen – und ihre Visitenkarte, denn darauf befindet sich die Information über die Inhaltsstoffe. Diese Etiketten sind eine Qualifizierung der Brunnen, aus denen das Wasser gezogen wird. Interessanterweise ist auf den Etiketten kein Tagesprüfdatum des Wassers, da die Informationen nicht schnell genug auf Etiketten gedruckt werden können. Prüft man die Aufdrucke der Flaschen, so findet sich ein mehrere Monate altes Datum von der Mineralwasseranalyse des Brunnens selber.

Trinkwasser ist eines der meistuntersuchten Lebensmittel. Es ist unter ständiger Kontrolle der nationalen und europäischen Trinkwasserverordnungen. Die Kontrollen enthalten unter anderem die Analyse der Mineralien und Spurenelemente. Diese Ana-

lytik wird üblicherweise mit der Atomabsorptionsspektroskopie oder der ICP-OES Technik durchgeführt. Der totalorganische Anteil wird mittels der TOC-Technik bestimmt, Nitrat und Nitrit-Gehalte lassen sich mit UV-Spektroskopie ermitteln. Viele Lebensmittel werden auch mit Hilfe der NIR-Spektroskopie charakterisiert, eine Messtechnik, die nicht so gut für die Identifizierung von Mineralwasser eingesetzt werden kann.

UV-Spektroskopie auch für Identifikation der Quellwässer

Die folgende Applikation zeigt, dass man mit der UV-Spektroskopie nicht nur Elemente und deren Salze bestimmen kann, sondern auch eine einfache Identifikation der Quellwässer durchführen kann. Wasser aus unterschiedlichen Quellen unterscheiden sich, und dieser Unterschied wird mit der Absorptionsspektroskopie und deren Spektren im UV als auch NIR gezeigt. Da Mineralwasser für den sichtbaren Bereich transparent ist, wurde das Augen-



schiedlichem Licht

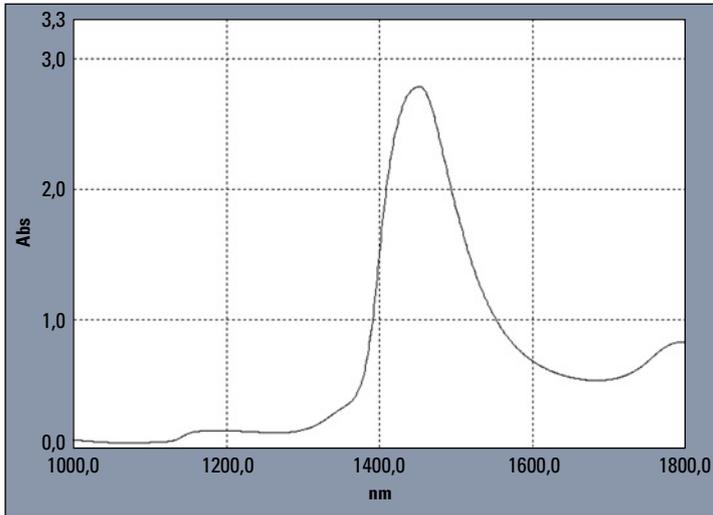


Abbildung 2: Nahinfrarot-Spektren von vier stillen Mineralwässern, gemessen in einer 2 mm dicken Küvette

merk auf den ultravioletten und nahinfraroten Bereich gelegt.

Die Analyse im ultravioletten Bereich

Die Spektren von vier gekauften stillen Wässern wurden im ultravioletten Bereich von 190-250 nm mit dem UV-3600 Spektralphotometer gemessen. Das Ergebnis ist in Abbildung 1 zu sehen. Eine 10 mm dicke Quarzküvette wurde für die Messungen eingesetzt und de-ionisiertes Wasser als Referenz dazu gemessen. Vergleicht man die Spektren untereinander, so erkennt man einen deutlichen Unterschied in den Kurven. Diese Unterschiede sind auf die Individualität der Wässer zurückzuführen.

Wasser im Nahinfrarot

Die gleichen Wässer zeigten in dem nahinfraroten Bereich von 1000-1800 nm keine Individualitäten für das Wasserabsorptionssignal bei 1440 nm (Abbildung 2). Die Schichtdicke zur Messung der Wässer wurde mit 2 mm gewählt. Die Ursache ist die starke

Absorption von Wasser im NIR-Bereich, wie es in Abbildung 2 zu erkennen ist. Dieser Wert befindet sich im linearen Messbereich des Geräts. Die Unterschiede im Wasser lassen sich im NIR nicht darstellen, da der NIR-Bereich von -CH-, -OH-, -NH Schwingungen repräsentiert wird. Mineralien sind anorganischer Natur.

Multiple Lineare Regression

Um die Behauptung zu verifizieren, dass sich im ultravioletten Bereich Unterschiede zeigen, wurde eine Multiple Lineare Regression an vier analytischen Wellenlängen im UV-Bereich durchgeführt. Es wurden die Wellenlängen 200, 205, 210, 215 nm ausgesucht und eine Kalibration aufgebaut. Die Standards der Kalibration wurden durch Mischung von drei Mineralwässern hergestellt (Tabelle 1). In Abbildung 3 sind fünf UV-Spektren dieser Standards dargestellt.

Das Ergebnis aus diesem einfachen Mehr-Komponenten-Analysenmodell (Tabelle 2) zeigt deutlich, dass die Mineralwässer unter-

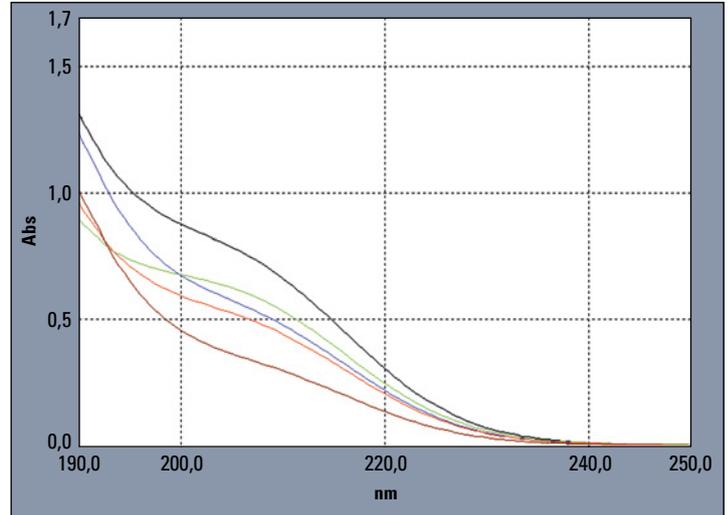


Abbildung 3: Fünf UV-Absorptionsspektren von Mischungen aus drei Mineralwässern, die verschiedenen Anteile sind in Tabelle 1 wiedergegeben; Rot = Standard 1, Blau = Standard 2, Schwarz = Standard 3, Grün = Standard 4, Braun = Standard 5

Standard	A Wasser (%)	B Wasser (%)	C Wasser (%)
1	20	30	50
2	50	20	30
3	30	50	20
4	0	50	50
5	50	0	50

Tabelle 1: Mischverhältnisse für die Messungen mit dem UV-3600 von drei unterschiedlichen stillen Mineralwässern (siehe Abbildung 3)

Probe (theoretisch)	A Wasser (%)	B Wasser (%)	C Wasser (%)
1	10	80	10
2	30	30	40
3	20	60	20
Probe (berechnet)	A Wasser (%)	B Wasser (%)	C Wasser (%)
1	10,36	79,90	9,72
2	30,12	29,96	39,92
3	20,41	59,68	19,91

Tabelle 2: Das Ergebnis einer Modellrechnung in Bezug auf vier analytische Wellenlängen und drei Proben

scheidbar sind. Zu bemerken ist, dass auch im Bereich der UV-Spektroskopie von 190 bis 250 nm eine Mehrkomponentenanalyse anwendbar ist. Dies setzt natürlich eine Instrumententechnik voraus, die in diesem Bereich noch zuverlässige Messungen zulässt. Das Shimadzu UV-VIS-NIR Spektrophotometer UV-3600 ist besonders dazu geeignet.

Wir schicken Ihnen weitere Informationen gerne zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp.

Info 396



Plastikanalyse in der Pr

FTIR-Messtechnik – Unbehandeltes und recyceltes P

Wir schicken Ihnen weitere Informationen gerne zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp. **Info 397**



Rohstoffe werden immer knapper und teurer. Die EU-Kommission hat in ihrer Presseerklärung IP/11/122 „Rohstoffpolitik: Kommission legt neues Strategiepapier vor“ ausdrücklich neben der Rohstoffversorgung auch über die Ressourceneffizienz gesprochen, um in diesem Zusammenhang das Recycling zu fördern.

Das Recycling von Polymeren ist ein wichtiger Aspekt für die Umwelt. Aber dieser Prozess gestaltet sich manchmal etwas schwierig, da die neuen Gesetzgebungen klare Grenzwerte vorgeben (RoHS*) und die Möglichkeiten einschränken. Regranulate für die Weiterverarbeitung



IRAffinity-1

müssen regelkonform geprüft werden.

Die schnelle Analyse von recycelten Polymeren ist ein Vorteil für

die Wareneingangskontrolle. Innerhalb kürzester Zeit kann das Basispolymer identifiziert und Störungen festgestellt werden. Natürlich ist es eine Frage der Kosten, die zu den recycelten Materialien führt. Es lassen sich die natürlichen Ressourcen sparen, wenn man Ersatzmaterial aus dem Recycling schaffen kann.

Unbehandeltes und recyceltes Polymer im Vergleich

Aber was passiert nun bei dem Recyclingprozess? Polymere wie ABS werden von verschiedenen Quellen zusammengemischt und als sortenrein zurückgeführt. Dies Material liegt zum Beispiel in der Form von Granulaten vor und wird als Regranulat bezeichnet. Eine Qualitätssicherung muss die Differenz in solchen Mischungen sichtbar machen. In dieser Applikation wird das unbehandelte Polymer mit dem recycelten verglichen. Als Beispiel dienen ein reines und ein wiedergewonnenes ABS.

In der Automobilindustrie wird ABS, ein Terpolymer, oftmals als Material für Gehäuseteile von Lichtquellen, Kühlergrills oder Radkappen verwendet. Der Vorteil dieses Materials ist, dass es sich einfach galvanisieren

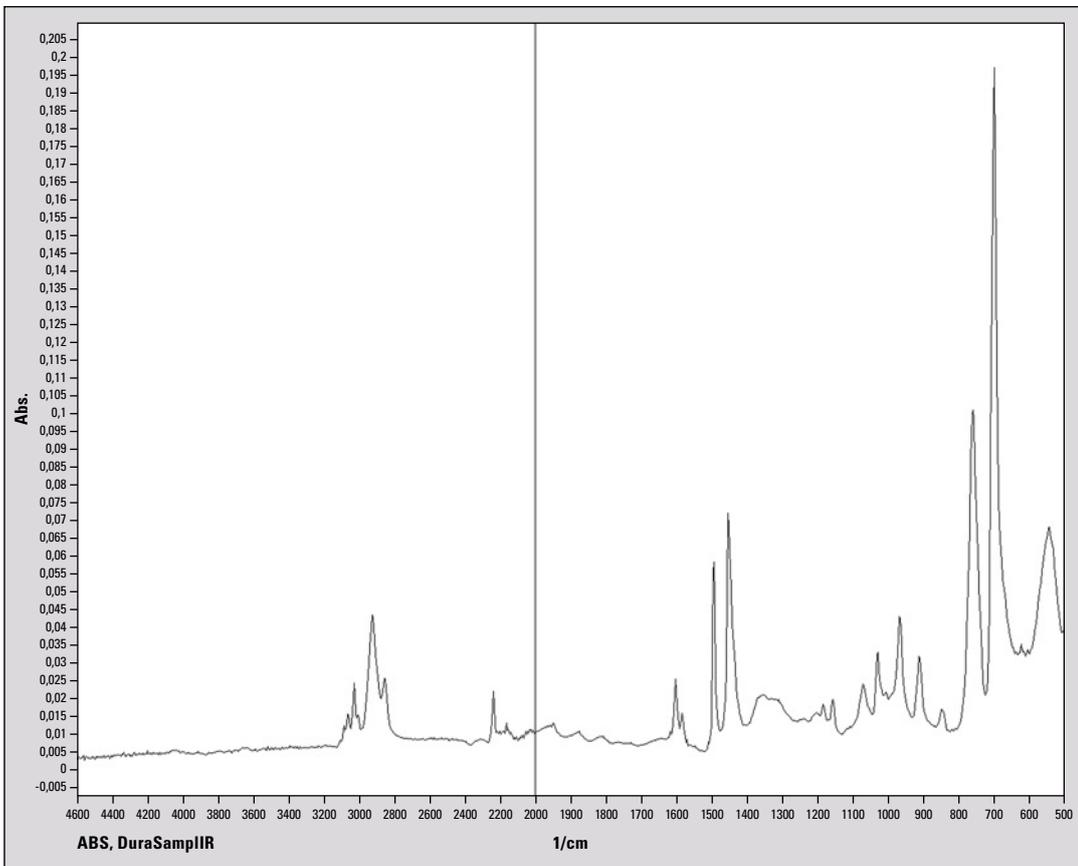


Abbildung 1: Darstellung des Infrarotspektrums von reinem ABS, gemessen mit Hilfe einer auf Diamant basierenden Einfach-Reflexionseinheit

axis

polymer im Vergleich

lässt. Spiegel oder Reflektoren werden längst nicht mehr aus Metall gefertigt.

Das Terpolymer ABS besteht aus Acrylnitril, 1,3-Butadien und Styrol. Eine schnelle, und zuverlässige und zerstörungsfreie Analyse von diesem Material bieten die FTIR-Messtechnik kombiniert mit einer Einfach-Reflexionsmethode. In diesem Fall wurde für die Einfach-Reflexion ein auf Diamant basierendes ATR-Zubehör verwendet. Mit reproduzierbarem Druck wird die Polymerprobe, hier in Form von Granulat, an das Messfenster gedrückt. Die eine Reflexion vom IR-Strahl in die Probe hinein reicht bereits aus, um ein Mess-Ergebnis zu erhalten.

Ein Blick auf die Spektren

Um das Spektrum von ABS interpretieren zu können, kann man die Spektren der drei Einzelpolymeren heranziehen, um die Unterschiede sichtbar zu machen. Zum Beispiel weist das Acrylnitril eine charakteristische Bande bei 2237 cm^{-1} (Nitrilbande) auf.

Das ABS-Spektrum beinhaltet alle typischen Charakteristika von Styrol, Acrylnitril und Butadien. Bei 975 cm^{-1} besitzt der Graph ein Maximum, welches der Butadien-Gruppe zu zuordnen ist. Die Grundstruktur des Spektrums kann auf Styrol zurückgeführt werden und die Nitrilbande wird bei 2237 cm^{-1} angezeigt.

Das typische Spektrum von ABS ist in Abbildung 1 dargestellt.

In dem Spektrum des recyceltem ABS konnten folgende Strukturen wiedergefunden werden: bei 1725 cm^{-1} polybromiertes Diphenyläther ein bromhaltiges

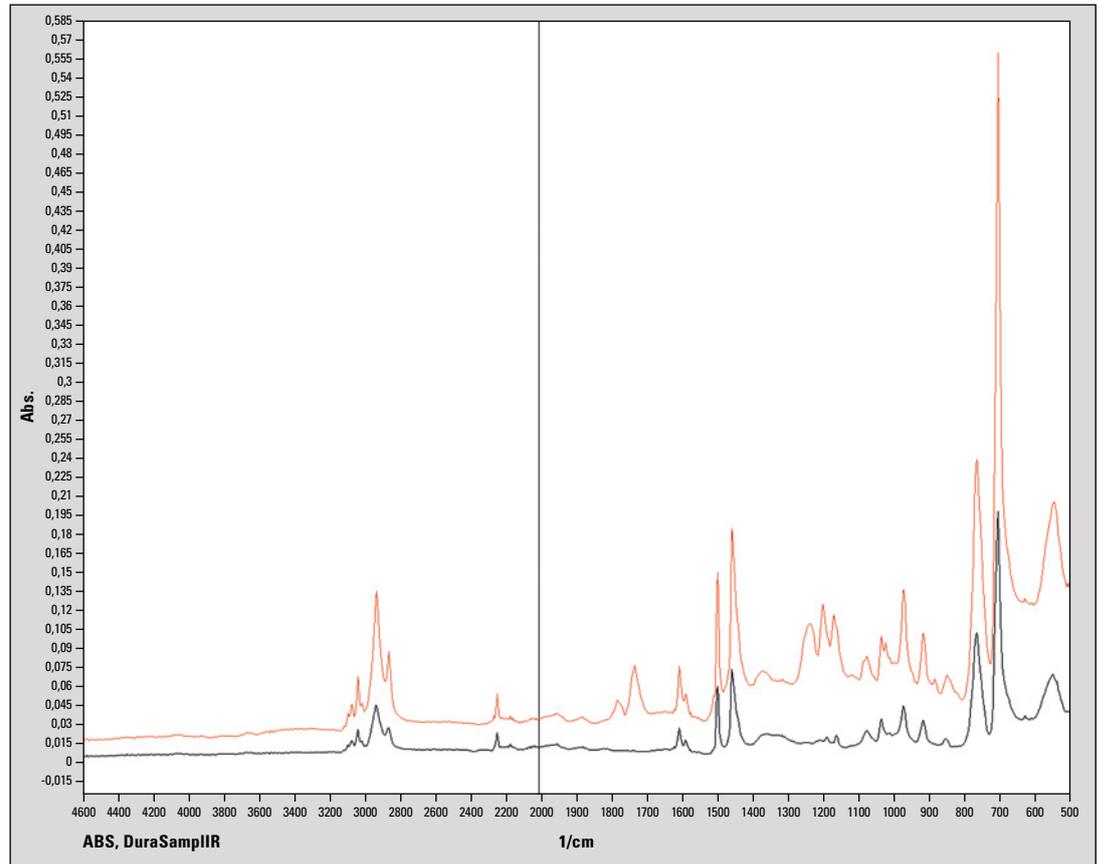


Abbildung 2: Infrarotspektrum von zwei ABS-Kunststoffen, wobei der schwarz gezeichnete Graph das unbehandelte ABS und der rot gezeichnete Graph das recycelte ABS zeigt

Flammschutzmittel, Polycarbonat mit der typischen Dreifachbande bei 1200 cm^{-1} , 1,3-Butadien bei 975 cm^{-1} und 2237 cm^{-1} die Nitrilstruktur von Acrylnitril.

Das Spektrum des recycelten Polymers zeigt ein Mischspektrum, es ist nicht sortenrein. Aber dies muss kein Nachteil sein. In diesem Beispiel ist die Beimischung Polycarbonat (PC) vorhanden; es wird zum Härten der Polymere eingesetzt. Jede der Funktionsgruppe hat demnach Einflüsse auf die Physik des Kunststoffes und dies wird gezielt in der Fertigung von Bauteilen genutzt. Weitere Auffälligkeiten im Spektrum sollten aufgeklärt werden. Dazu empfehlen sich

weitere Analysenschritte mit Pyrolyse-GCMS und Prüfung der Elemente mit EDX, AAS oder ICP, wie schon zuvor in den Shimadzu-News Artikeln und Applikationsnoten berichtet.

*RoHS: Recycling of Hazardous Substances

Literatur:

1. "The Commission calls for action on commodities and raw materials", IP/11/122, Brussels, 2 February 2011
2. "Directive on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment", RoHS 2008/385/EC

3. Shimadzu News 2005 und 2006, www.shimadzu.eu, Application Information

Danksagung an Albert van Oyen von der CARAT GmbH aus Bocholt für die freundliche Unterstützung zu diesem Thema.

Eingesetzte Instrumente:

- Instrument: Shimadzu IRAffinity-1 FTIR-Spektrophotometer
- Einfach-Reflexionseinheit: DuraSampIR
- Bibliothek: Shimadzu RoHS, Polymer

Vor Gebrauch gut schütteln

Laserbeugung und ICP-OES-Spektrometrie – Charakterisierung von TiO₂-Nanopartikeln in Sonnencreme

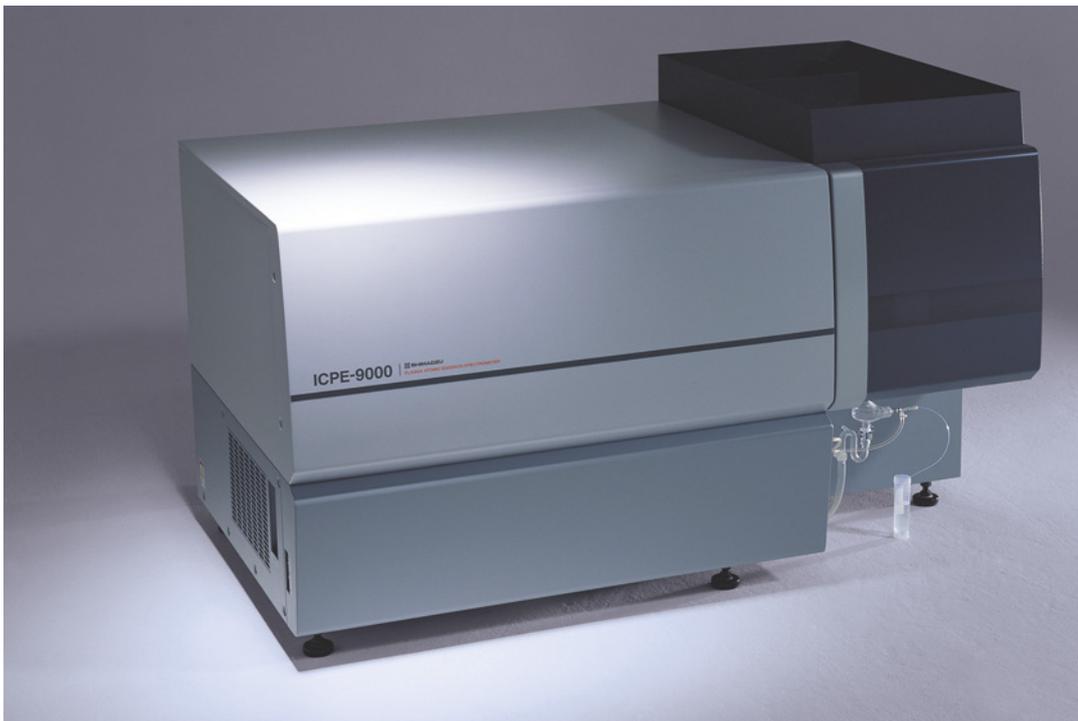


Abbildung 1: Simultanes ICP-OES-Spektrometer ICPE-9000 mit CCD-Detektor

Die Nanotechnologie ist Teil unseres Alltags, und Nanopartikel werden in vielen Anwendungen eingesetzt, etwa Nanoröhrchen in Textilien, Nanotechnologie bei der Lebensmittelherstellung und bei Kosmetika und Sonnencremes sowie in Körperpflegeprodukten wie Duschgel und Zahnpasta.

2004 gründete die Europäische Kommission das Scientific Committee on Emerging and Newly Identified Health Risks (SCENIHR), um eine wissenschaftliche Beratung hinsichtlich der Sicherheit neuer Technologien voranzutreiben [1], wie Nanotechnologie und -partikel.

Was ist ein Nanopartikel?

Ein Werkstoff wird als Nano-Objekt bezeichnet, wenn ein,

zwei oder drei Außenabmessungen im Nanoskalenbereich vorliegen; daher handelt es sich bei einem Nanopartikel um ein Objekt, bei dem alle drei Dimensionen nanoskaliert sind. Diese Festlegungen wurden 2008 durch die Technical Committees ISO/TC 229 und CEN/TC 352 „Nanotechnologien“ entwickelt [2].

Nanopartikel können unterschiedlicher chemischer Natur sein, anorganische wie organische sind bekannt. Sie können aus einem Element wie einem Metall oder Kohlenstoff oder aus Verbindungen wie Oxiden oder Nitriden bestehen. Unter Nanokompositen versteht man zusammengesetzte Materialien, die mindestens eine Komponente in Form eines Nano-Objektes besitzen.

Oft bilden Nanopartikel Gruppen von Aggregaten oder Agglomeraten. Im Gegensatz zu Agglomeraten lassen sich Agglomerate durch optimales Mischen in Primärkörner zerkleinern. Ihre Form kann daher sehr unbestimmt sein, und sie dürften vielfältige Formen annehmen – mit beträchtlichem Einfluss auf ihre Eigenschaften. Bedingt durch ihr enormes Oberfläche-Masse-Verhältnis verhalten sich Nanopartikel im Vergleich zu größeren Verbundmaterialien prinzipiell unterschiedlich.

Da die Meinungen hinsichtlich des Verhaltens von Nanopartikeln auf den menschlichen Organismus auseinander gehen, sind in letzter Zeit viele Untersuchungen über die Toxizität von Nanopartikeln publiziert worden. Die Daten leiten sich hauptsächlich aus Studien von inhalieren Nanopartikeln ab. Daten über den Partikelaustausch über die Haut stehen im Einzelnen aus pharmazeutischen Untersuchungen zur Verfügung.

Nanopartikel in Sonnencreme

Ein Sonnenbrand auf der menschlichen Haut wird durch ultraviolettes Licht mittlerer (UVB, 280-320 nm) und langer (UVA, 320-400 nm) Wellenlänge verursacht. UVB-Strahlen röten und entzünden die Haut und bewirken mitunter Blasenbildung. Hingegen verursachen UVA-Strahlen ein Nachdunkeln und Altern der Haut (Runzeln und Erschlaffung).

In Sonnencreme werden Nanopartikel aus Titandioxid und Zinkoxid dazu eingesetzt, eine Ultraviolet-Bestrahlung abzublocken. Titandioxid bietet einen

eln

erisierung und Quantifizierung von

effektiven Schutz gegen UVB, während Zinkoxid die Haut gegen UVA-Strahlen effektiv abschirmt.

Heute liegen die gegen UVB schützenden TiO_2 -Partikel in Nanogröße vor und sind nur unter dem Elektronenmikroskop sichtbar. Der typische weiße Film auf der Haut nach dem Auftragen von Sonnencreme ist mittlerweile verschwunden, da die TiO_2 -Nanopartikel nahezu unsichtbar sind.

Um die Nanopartikelgröße in Sonnencreme zu bestimmen, wurde das IG-1000 Analysegerät eingesetzt. Es nutzt die innovative Methode des induzierten Gitters, die auf einem neuen Prinzip zur Nanopartikelgrößenbestimmung beruht, indem es das Phänomen der Dielektrophorese und Lichtbeugung verwendet.

Bei der konventionellen dynamischen Lichtstreuung fällt das durch Partikel gestreute Licht rapide ab, wenn die Partikelgrößen kleiner als 100 nm sind. Zudem machen es physikalische Einschränkungen bei Partikelgrößen von weniger als 10 nm schwierig, Streulicht zu detektieren, und damit wird die Messung der Partikel ebenfalls schwierig.

Da die IG-1000-Technik kein Streulicht einsetzt, ist sie von die-

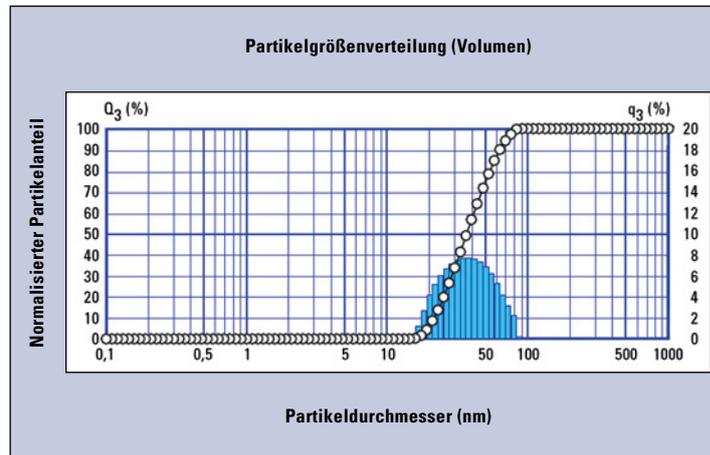


Abbildung 2: Partikelgrößenverteilung von Titandioxid

sen physikalischen Einschränkungen unabhängig und benötigt keine Eingabe des Brechungsindex als Messbedingung. Daher ermöglicht sie die Messung der Nanopartikelgröße mit hoher Empfindlichkeit auf einfache Weise. Dies erweist sich insbesondere für eine Größenverteilung der Nanopartikel im Bereich von 0,5 bis 200 nm als effektiv.

Proben wurden 10-fach mit Wasser verdünnt und für 30 Sekunden in ein Ultraschallbad gegeben. Zuletzt wurde ein Tropfen Triton X-100 hinzu gegeben, um die Oberflächenspannung zu vermindern.

Hinsichtlich der TiO_2 -Nanopartikel wiesen die Sonnencreme-Proben eine typische Partikelgrößenverteilung auf mit einem mitt-

leren Partikeldurchmesser von 35 nm (siehe Abbildung 1).

Quantitative Analyse mit Hilfe des ICPE-9000

Zur quantitativen Analyse der TiO_2 -Nanopartikel wurde ein simultanes ICPE-9000 mit Minitorch herangezogen. Das System ist für axiale und radiale Plasma-beobachtung geeignet. Seine hochleistungsfähige Echelle-Optik verwendet einen großen CCD-Detektor mit 1024 x 1024 Pixel und kann gleichzeitig alle Elemente in unterschiedlichen Konzentration mit einer einzigen Analyse bestimmen.

Die Funktion der erweiterten Datenbearbeitung der ICPEsolution-Software ermöglicht, zusätzliche Elemente zu bestimmen oder den Konzentrationsbereich für wechselnde Wellenlängen zu verändern, ohne dass neue Messungen erforderlich werden. Die Vakuum-Optik zusammen mit der Minitorch-Technologie vermindert den Argon-Gasverbrauch erheblich. Die in diesem Experiment verwendete Minitorch reduziert den Argon-Verbrauch um fast die Hälfte ver-

glichen mit einer konventionellen Torch – bei gleichbleibender Empfindlichkeit. Außerdem ist ein zeitaufwändiges Spülen der Optik mit ultrareinem Gas überflüssig. Das System ist in kürzester Zeit arbeitsbereit und stabil. Mit dem optionalen Autosampler ist ein vollautomatisierter Betrieb mit hohem Probendurchsatz möglich. Der System Status wird fortwährend aufgezeichnet und ist zu jeder Zeit einsehbar.

Zwei hilfreiche Software-„Assistenten“

Die ICPEsolution-Software bietet zusätzliche Hilfe mit zwei integrierten Assistentenfunktionen. Ein „Entwicklungsassistent“ erstellt komplexe Kalibrierungen, angefangen bei der Auswahl optimaler Wellenlängen bis zur Zusammensetzung von Standardkonzentrationen. Zusammen mit einer „MonitorFunktion“ zur qualitativen Analyse markiert dieser Assistent mögliche Interferenzprobleme oder eine falsche Wellenlängen-Auswahl, bevor die eigentliche Kalibrierung stattfindet, und zeigt Methoden auf, die Technik zu modifizieren oder Fehler zu korrigieren. Ein „Diagnose-Assistent“ wertet die gemessenen Daten aus und vergleicht sie mit Informationen aus verschiedenen Datenbanken. Datenauswertung und -neuberechnung sind einfach wie nie.

Spektrometer	ICPE-9000
Generatorleistung [kW]	1,2
Plasmagas [l/min]	10
Trägergas [l/min]	0,8
Betrachtung	axial
Plasmatorch	Minitorch
Wellenlänge [nm]	
Kalibrierbereich [mg/l]	0 - 1 - 10 - 10

Tab. 1: Geräteparameter zur Quantifizierung von Nanopartikeln in Sonnenschutzmittel

Element	SPF 15 [mg/kg]	SPF 30 [mg/kg]
Ti	70	210

Tabelle 2: Ti-Konzentrationen in Sonnencremeprouben mit unterschiedlichen Lichtschutzfaktoren

Proben von Sonnencremes mit unterschiedlichen Sonnenschutzfaktoren sind gemessen worden. Ein Sonnenschutzfaktor (SFP) dient als Indikator für die Wirksamkeit eines Sonnenschutzmittels — je höher der SPF, desto größer der Schutz vor UV-B-Strahlung.

Zunächst wurde eine qualitative Analyse durchgeführt, um die Basiszusammensetzung und Elementverteilung herauszufinden. Eine quantitative Technik wurde danach entwickelt, basierend auf den Parametern, die durch den „Entwicklungsassistenten“ angegeben wurden. Für die auf TiO₂-Nanopartikel aufbauenden Proben wurden folgende Parameter eingesetzt (siehe Tabelle 1).

Zusammenfassung

Die Verteilung von TiO₂-Nanopartikeln in Sonnenschutzlotionen stellt sich als inhomogen heraus, so dass es wichtig ist, ein Behältnis gut zu schütteln, bevor eine Probe gezogen wird. Die TiO₂-Konzentration ist unmittelbar an den Sonnenschutzfaktor gekoppelt. Die Ti-Konzentration in Sonnencreme mit dem höchsten Schutzfaktor (30 in diesem Experiment) betrug 210 mg/l. Alle Probenergebnisse sind zum Vergleich in Tabelle 2 zusammengefasst.

Titandioxid-Nanopartikel (TiO₂) werden weltweit in großen Mengen gebrauchsfertig für viele Anwendungsbereiche hergestellt, darunter für die Farb- und Kosmetikherstellung. Obgleich TiO₂ sich chemisch inert verhält, können TiO₂-Nanopartikel negative gesundheitliche Folgen wie Krebs im Respirationstrakt bei Ratten verursachen. Allerdings sind die Wirkmechanismen bei einer TiO₂-induzierten Gentoxizität und Kanzerogenität nicht eindeu-

tig festgelegt und in vivo wenig untersucht worden [3]. Die Hautdurchlässigkeit von TiO₂-Nanopartikel durch die äußeren Hautschichten ist noch Gegenstand weiterer Untersuchungen [4].

Im Gegensatz zu der Vielzahl toxikologischer Meinungen sind die analytischen Ergebnisse sehr klar. Ein IG-1000 Partikelmessgerät mit neuartiger, von Shimadzu patentierter Messmethode und ein ICPE-9000 ICP-OES-Spektrometer erweisen sich als ideale Werkzeuge zur Charakterisierung und Quantifizierung von TiO₂-Nanopartikeln in Sonnencremes.

Literatur

- [1] EUROPEAN COMMISSION, HEALTH & CONSUMER PROTECTION DIRECTORATE-GENERAL, Directorate C – Public Health and Risk Assessment C7 – Risk assessment, 2006
- [2] Nanotechnology Standards for Health, Safety, and Environmental Factors Nanotechnology Law Report, 2008
- [3] Cancer Res 2009; 69: (22). November 15, 2009
- [4] Australian Government, www.tga.gov.au, A review of the scientific literature on the safety of nanoparticulate titanium dioxide or zinc oxide in sunscreens

Wir schicken Ihnen weitere Informationen gerne zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp. **Info 398**

Digitale der Luft

HPV-2 Hochgesch

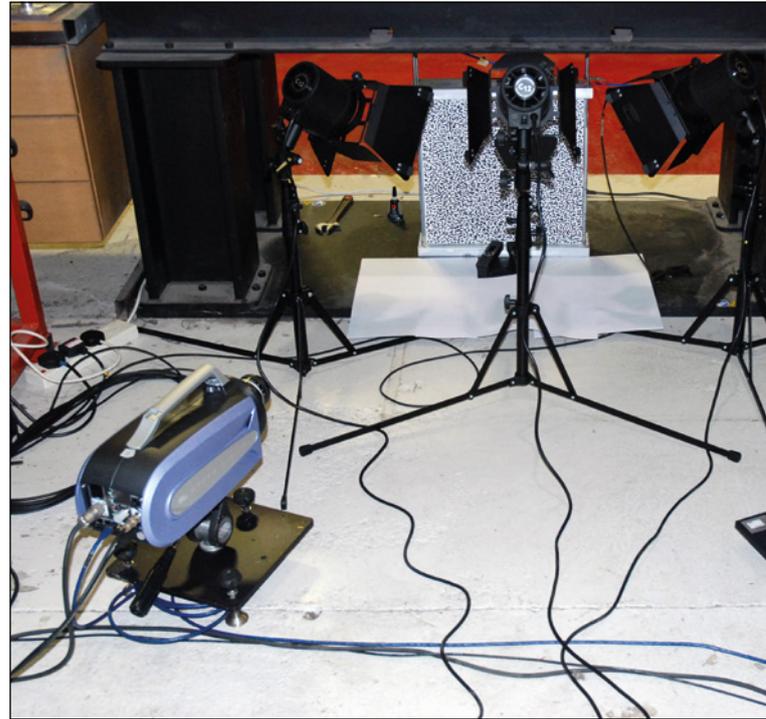


Abbildung 1: Zwei HPV-2-Kameras mit einem Stereo-Messwinkel von 45 Grad erfassen eine quadratische Aluminiumverbundplatte von 30 Zentimeter, die von oben mit einem Fallgewicht gestoßen wird.

Die digitale Bildkorrelation (Digital Image Correlation = DIC) wird seit vielen Jahren von Physikern und Materialwissenschaftlern genutzt und findet nun neue Anwendungsfelder bei der Hochgeschwindigkeitsbilderfassung. Die HPV-2-Kamera von Shimadzu erweitert diese Technik durch die Möglichkeit, Hochgeschwindigkeitsereignisse auf einer Mikrosekunden-Zeitskala abzubilden.

Dieses Anwendungsfeld ist für die Luftfahrtindustrie von Interesse. Hier wird laufend nach innovativen Materialien gesucht, die höchsten Belastungen und Beanspruchungen widerstehen

Bildkorrelation (DIC) hilft flughafenindustrie

Flugzeugzellen windigkeitskamera



und zugleich Energieverbrauch und Kosten senken.

Eine mathematische Bildanalyse auf DIC-Basis ist geeignet, Position und Gestalt eines Objektes in zwei oder drei Dimensionen (abhängig von der Anzahl eingesetzter Kameras) zu messen. Dies hilft zu verstehen, wie sich ein Untersuchungsobjekt oder -material verhält.

Zwei HPV-2-Kameras wurden kürzlich in der Ingenieurschule der Universität Cardiff in Großbritannien eingesetzt, um eine Verbundplatte unter hohen Belastungen zu untersuchen. Eine Fallgewichts-anordnung wurde verwendet, um einen Einschlag auf der Platte zu verursachen. Dies bildet stellvertretend die

hohen Belastungsbedingungen ab, die an Flugzeugzellen unter extremen Flugbedingungen gefunden wurden. Zwei Shimadzu HPV-2-Kameras nahmen den Einschlag mit 125.000 Einzelbildern pro Sekunde auf.

Die Videobilder wurden in die DIC-Software, die von Correlated Solutions Inc., Columbia, South Carolina/USA geliefert wird, eingelesen. Sie analysiert jedes Paar von Einzelbildern der beiden Kameras, um die genaue Verformung der Platte zu bestimmen, wenn sie einer schnellen dynamischen Belastung ausgesetzt wird.

In diesem Experiment wurde die Platte mit einem zufallsverteilten „Speckle“-Muster (zufallsverteilte schwarze Punkte mit hohem Kontrast gegenüber weißem Hintergrund) versehen.

Die DIC-Software scannt das Speckle-Muster und verfolgt die Bewegung der Punkte von einem Einzelbild zum nächsten, um Bewegung und Verformung der Platte zu messen. Da zwei Kameras eingesetzt wurden, konnten aus den Bildern dreidimensionale Informationen abgeleitet werden.



Abbildung 2: Ein Original-Bildpaar der beiden HPV-2-Kameras, das das Speckle-Muster auf der Aluminiumprobe zeigt

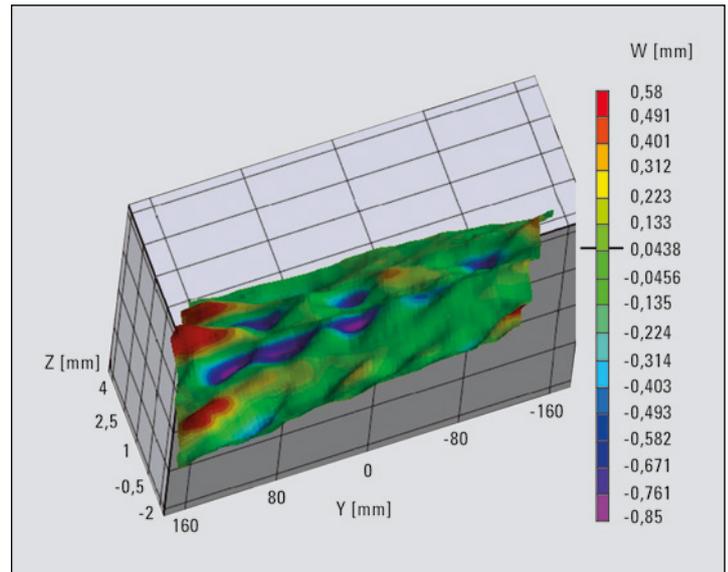


Abbildung 3: Analyseergebnis eines Stereobildpaares der HPV-2-Kameras nach Bildverarbeitung mit der DIC-Software. Hinweis: Der Einschlagpunkt der Fallgewichts-anordnung befindet sich auf der linken Seite des Bildes.

Der Aufbau der HPV-2-Kamera ist für DIC-Messungen besonders geeignet. Jedes Bild wird aufgenommen, indem derselbe lichtempfindliche Bereich (Pixel) auf dem In Situ Image Storage CCD (ISIS CCD) verwendet wird. Dies bedeutet, dass kein relativer Versatz von Einzelbild zu Einzelbild auftritt. Auch lassen sich bis zu vier Kameras synchronisieren – so lässt sich ein Ereignis von allen Kameras simultan aufnehmen.

Die einzigartigen Vorteile der HPV-2-Kamera von Shimadzu verbunden mit den Analysetechniken der DIC machen diese Systemzusammenstellung zu einem leistungsfähigen Werkzeug für Ingenieurwissenschaftler, die neue Materialien unter kurzzeitig dynamischen Belastungsbedingungen untersuchen.

Danksagungen:

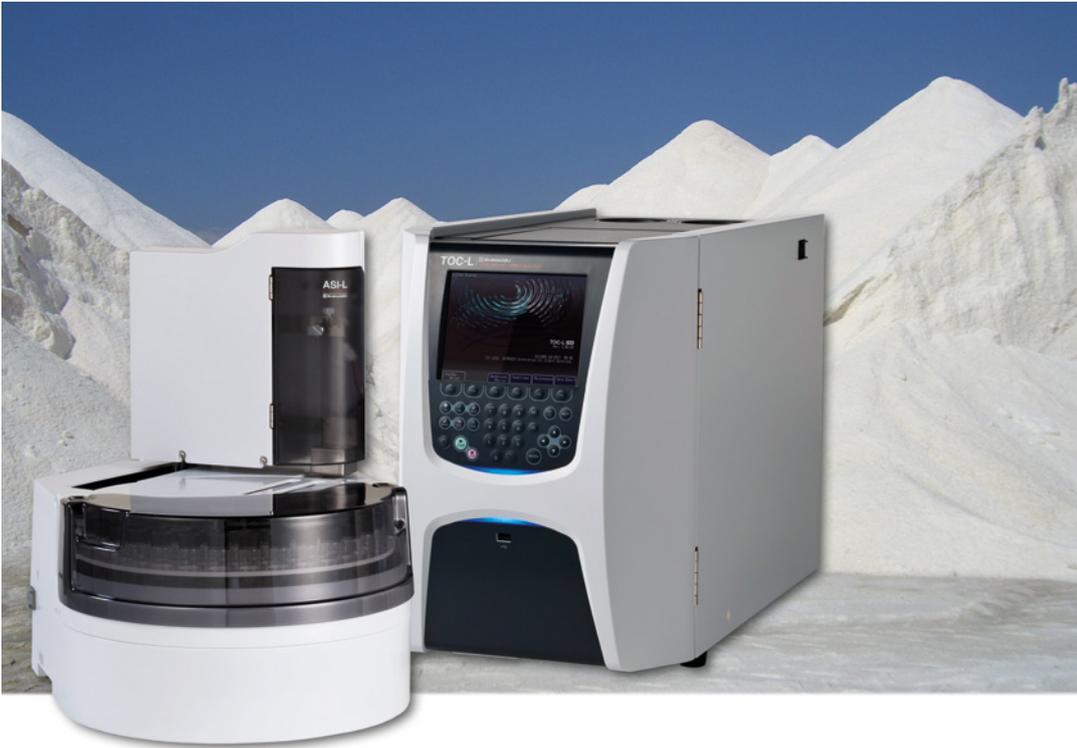
Speyer Photonics Ltd.
Brian Speyer
brian@speyerphotonics.com

Correlated Solutions Inc.
Hubert Schreier
schreier@correlatedsolutions.com

Cardiff University.
Mark Eaton
eatonm@Cardiff.ac.uk

Wie die Salzfracht nicht

TOC-Bestimmung in hochbelasteten Proben



TOC-L mit Autosampler ASI-L

Der TOC-Parameter ist eine anerkannte Größe, um die organische Belastung in verschiedenen Matrices zu bestimmen. Angefangen als Indikator für die Kontrolle von Trink und Abwasser, wird der TOC immer häufiger als Überwachungsparameter verschiedener Prozesse eingesetzt. In der chemischen Industrie werden zum Beispiel für die Chlor-Alkali-Elektrolyse Solen mit einem Salzgehalt (NaCl) von bis zu 28 % genutzt. Bei diesem Prozess ist es wichtig, den TOC-Gehalt zu kennen. Die Besonderheit der Applikation liegt nicht grundsätzlich bei der Umsetzung der Kohlenstoffkomponente in Kohlendioxid, sondern in der mit der Matrix verbundenen Salzfracht.

Hohe Salzfrachten – ein Problem?

Bei der thermisch-katalytischen Verbrennung der Messprobe

erfolgt eine Kristallisation der gelösten Salze. Je nach Höhe der Salzfracht kann dies den Katalysator belasten oder das System verstopfen. Eine Wartungsmaßnahme (zum Beispiel Austausch des Katalysators) wäre erforderlich, um das Gerät wieder einsatzbereit zu machen. Natürlich ist es wünschenswert, die Abstände zwischen den Wartun-

gen so groß wie möglich zu gestalten. Der TOC-L (von Shimadzu) bietet verschiedene Möglichkeiten, um den Wartungsbedarf für hoch belastete Proben gering zu halten.

Die TOC-L Serie arbeitet mit einer katalytischen Verbrennung bei 680 °C. Die Temperatur liegt damit unterhalb des Schmelzpunkts von Natriumchlorid. Damit wird verhindert, dass eine Schmelze die aktiven Zentren des Katalysators deaktiviert. Der Einsatz des Platinkatalysators sichert die vollständige Umsetzung der organischen Kohlenstoffverbindung zu CO₂.

Der hoche sensible NDIR-Detektor erlaubt kleine Injektionsvolumen (typischerweise 20-50 µl), die den absoluten Probeneintrag auf den Katalysator gering halten. Eine weitere Reduktion kann mit der integrierten Verdünnungsfunktion erreicht werden. Das ISP-Modul (Integrated Sample Pretreatment) ermöglicht die automatische Verdünnung der Probe. Dies kann bei Messwertüberschreitung oder permanent erfolgen. In diesem Falle legt der Anwender den gewünschten Verdünnungsfaktor in der Methode fest. Abbildung 2 zeigt knapp 300

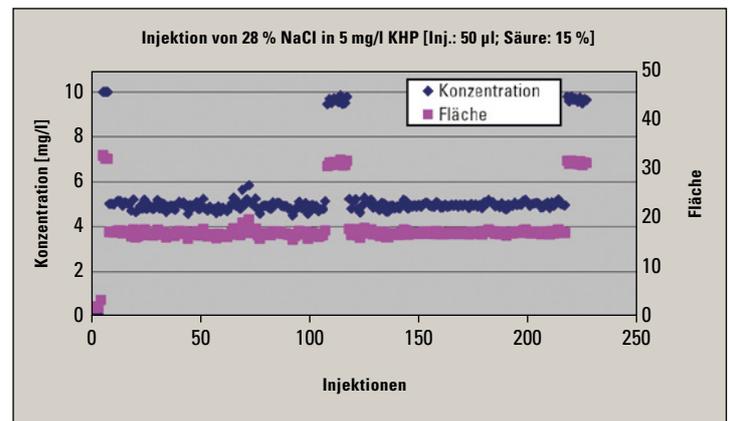


Abbildung 1: TOC Bestimmung in einer Sole (28 % NaCl)

zur Last wird

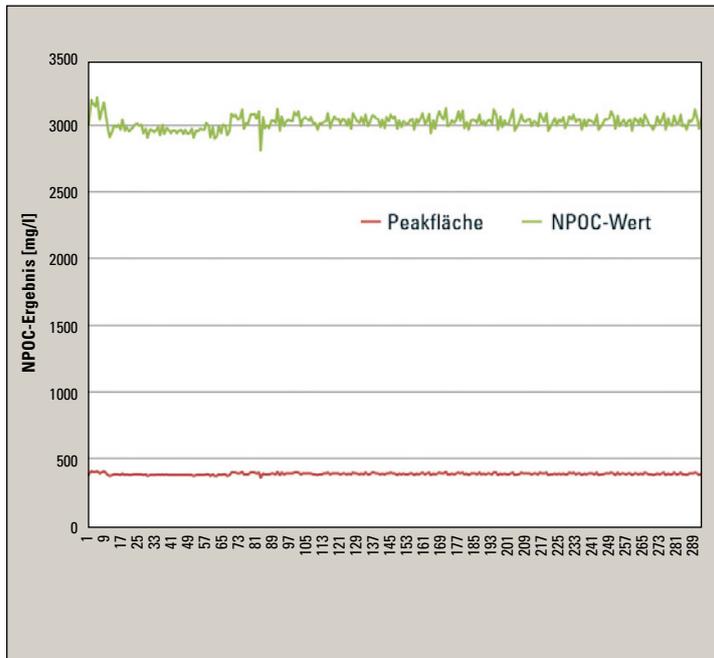


Abbildung 2: Bestimmung eines Abwassers mit automatischer Verdünnungsfunktion (zehnfach)

Injektionen eines Abwassers, das mit 10facher Verdünnung gemessen wurde. Die Grafik zeigt die gute Reproduzierbarkeit. Das Ergebnis dieser Messung liegt bei $3024 \pm 51,8$ mg/l (RST = 1,7 %).

Option für hohe Salzfrachten

Nicht immer erlaubt die TOC-Konzentration eine Verdünnung. Für diesen Fall verfügt die TOC-L Serie über eine Option für hohe Salzfrachten. Ursprünglich wurde diese Option für den Online-TOC-4110 entwickelt. Aufgrund der sehr guten Erfahrung wurde sie nun auch für die TOC-L Serie übernommen. Es besteht aus einem Verbrennungsrohr spezieller Geometrie und einer Spezialkatalysatormischung. Diese Kombination verhindert Kristallisationen, die zur Verstopfung des Systems führen können. Dadurch sind erheblich mehr Messungen möglich, bevor

eine Wartung notwendig ist. Die Probenansäuerung (für die NPC-Methode) erfolgt dann mit Schwefelsäure. Die Schwefelsäure wird genutzt, um die Matrix der Probe zu verändern. Während NaCl einen Schmelzpunkt von 801°C hat, liegt der Schmelzpunkt von Na_2SO_4 höher (881°C). Dieser Effekt wirkt sich positiv auf die Lebensdauer des Verbrennungsrohres aus.

TOC-Bestimmung in einer Sole

Zuerst wurde eine Kalibrierung mittels einer KHP-Standardlösung und der automatischen Verdünnungsfunktion erstellt. Die Standardlösung hatte eine Konzentration von 10 mg/l. In der Software wurden zehn Punkte mit äquidistanten Abständen festgelegt, die aus dieser Standardlösung abgeleitet werden sollen. Den Rest macht das Gerät dann automatisch (Abbildung 3). Das

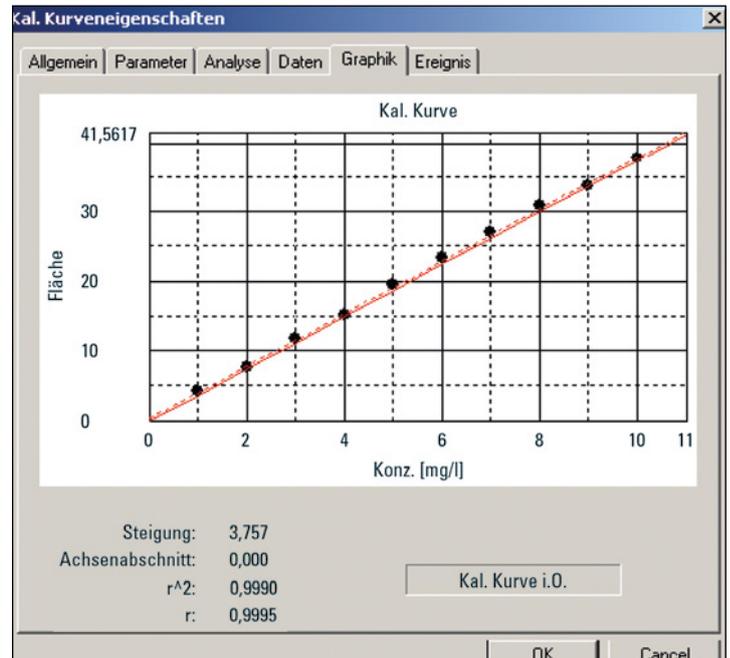


Abbildung 3: Kalibrierung mittels automatischer Verdünnungsfunktion

jeweilige Injektionsvolumen betrug 50 μl .

Dann wurde eine 28%ige NaCl-Lösung angesetzt; diese wurde mit einer KHP-Lösung zu einer 5 mg/l TOC-Lösung dotiert und mit 15%iger Schwefelsäure versetzt. Zu Beginn wurde ein Blindwert und ein Kontrollstandard (10 mg/l) gemessen, dann wurde die NaCl-Lösung injiziert. Eine Überprüfung des Kontrollstandards erfolgte jeweils nach 110 und 220 Injektionen. Nach den Messungen war keine Wartung am Verbrennungsrohr und Katalysator notwendig. Es musste lediglich der TC-Schlitten gereinigt werden. Abbildung 1 zeigt die guten Reproduzierbarkeiten und die Stabilität der Messung.

Von Trinkwasser zu Reinstwasser

TOC in aufbereitetem Trinkwasser

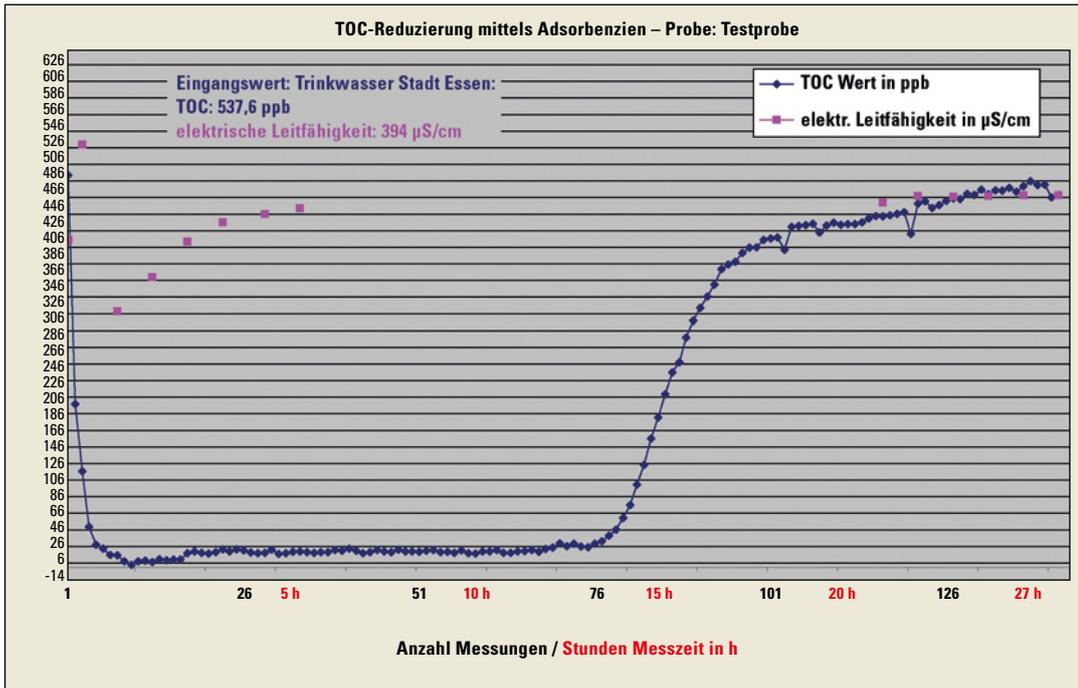


Abbildung 1: Verlaufsdiagramm des Säulenversuchs

Was haben die Herstellung von Arzneimitteln und Computerchips, die Erzeugung von Elektrizität in Dampfturbinen oder die chemische Analytik gemeinsam? Sie alle nutzen Reinstwasser für verschiedenste technische Prozesse. Meistens wird zur Herstellung von Reinstwasser ein unreineres Wasser eingesetzt, wie zum Beispiel Trinkwasser. Zu seiner Aufreinigung nutzt man verschiedenste Verfahren, etwa Destillation, Umkehrosmose, Ionenaustausch oder verschiedenste Adsorptionsmedien (wie z.B. Aktivkohle). Ein Parameter, der die Reinheit eines Wasser beschreibt, ist u.a. der TOC (Total Organic Carbon = Gesamt-organischer Kohlenstoff). Er gibt den Verschmutzungsgrad durch organische Komponenten im Wasser an.

Zur Herstellung von Reinstwasser aus Trinkwasser entwickelt das Unternehmen Blücher aus Erkrath bei Düsseldorf sphärische Hochleistungsadsorbentien. Um die verschiedenen Produktqualitäten der Adsorber auf ihr Adsorptionsverhalten zu untersuchen und um die neuesten Produktentwicklungen im halbtechnischen Maßstab auf ihre TOC-Reduktion überprüfen zu können, suchte Blücher einen Partner mit guter analytischer und technischer Ausstattung und hinreichender Erfahrung im ppb-Bereich der TOC-Analytik.

Das Labor für Umwelt und Metallanalytik LUMA der TRIMET ALUMINIUM AG in Essen ist seit 1994 als Dienstleistungslabor in der Umwelt- und Metallanalytik tätig. Zur

Bestimmung des TOC setzt LUMA einen TOC-V_{WP} von Shimadzu ein.

Die TOC-Bestimmung im Ultra-Spurenbereich

Die zentrale Technik des TOC-V_{WP} ist die starke Oxidation durch die Verbindung von Natriumpersulfat und UV-Oxidation bei 80 °C. Diese Merkmale gewährleisten, dass alle gelösten Kohlenstoffverbindungen erfasst werden. Eine automatische Reagenzienvorbereitung beseitigt eventuelle Verunreinigungen der Lösungen und minimiert so den Blindwert des Geräts.

Zusammen mit dem hohen Injektionsvolumen (bis zu 20,4 ml) und dem hoch-sensitiven NDIR-Detektor führt dies zu einer

extrem niedrigen Detektionsgrenze (0,5 µg/l) und hervorragenden Reproduzierbarkeiten im unteren ppb-Bereich. Aus diesem Grunde bietet sich der TOC-V_{WP} besonders zur TOC-Bestimmung im Ultra-Spurenbereich an.

Um das Adsorptionsverhalten der Produkte zu überprüfen, wurde folgender Aufbau gewählt: Eine mit dem Adsorbent gefüllte Glassäule wird mit dem Trinkwasser geflutet. Das entstandene Reinstwasser wurde hinter der Säule entnommen und mittels dem TOC-Analysator gemessen.

So werden Verunreinigungen ausgeschlossen

Die ersten Testmessungen ließen die guten Reproduzierbarkeiten allerdings vermissen – die Messergebnisse lagen auch weit höher als erhofft. Eine mögliche Ursache: Bei Messungen in kleinsten Bereichen spielen organische Verunreinigungen aus der Umgebung eine wesentliche Rolle. Daher ist die Probennahme ein kritischer Faktor in der TOC-Spurenanalyse und bringt eine hohe Fehlerquote mit sich.

LUMA entwickelte daher einen „Online“ Versuchsaufbau. Das Trinkwasser wird nach wie vor über eine mit Adsorbent gefüllte Säule geführt. Das Säuleneulat gelangt aber jetzt über einen Schlauch in ein verschlossenes Überlaufgefäß, das direkt mit der Injektionseinheit des TOC-Analysators verbunden ist. So werden Verunreinigungen durch die Probennahme und durch äußere Einflüsse ausgeschlossen.

Bei dem Versuchsaufbau wird das Trinkwasser mit einer Flussrate

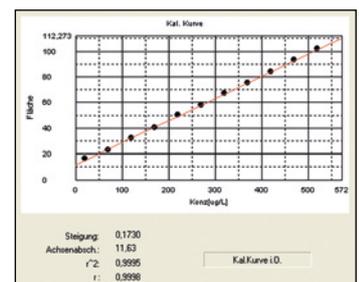


Abbildung 2: Kalibrationskurve

Alleskönner

Neue Spektrophotometer – Höchste Leistung bei geringstem Streulicht



Abbildung 3: Versuchsaufbau

von 50 ml/min über die Säule gebracht. Gemessen wird in dem entstehenden Reinstwasser alle fünf Minuten über einen Zeitraum von 27 Stunden. Etwa 80 Liter Wasser fließen in der Zeit über die Säule.

Fazit

In diesem Versuchsaufbau war es LUMA nun möglich, aus einem Trinkwasser mit einer durchschnittlichen Eingangskonzentration von 500-800 µg/l ein Reinstwasser mit TOC-Gehalten von teilweise unter 5 µg/l herzustellen.

Die Ergebnisse der Messungen werden in Relation zu der Zeit in einem Diagramm aufgetragen.

Für die Bestimmung wird ein Bereich von 20-520 µg/l in äquidistanten Abständen kalibriert.

Die Probenahme und die Umgebungsbedingungen bringen einen erhöhten Kohlenstoffeintrag in die Probe. Erst die „Online“-Anbindung des TOC garantiert eine fehlerfreie Messung ohne den Einfluss der Probenahme.

Für weitere Rückfragen:

TRIMET ALUMINIUM AG LUMA
Labor für Umwelt- und Metallanalytik
Hans Mattedi: 0201-366 257
www.trimet.de
Hans.Mattedi@Trimet.de

Als Marktführer in der UV-VIS-NIR-Spektroskopie setzt Shimadzu seit fast 60 Jahren Meilensteine. Mit dem UV-2700 wird jetzt eine neue Serie von scanning-Spektrophotometern eingeführt – ein echtes Zweistrahl-Doppelmonochromator-System in einer kompakten und attraktiven Bauform. Tatsächlich ist der Platzbedarf des Geräts um 28 % kleiner als der des Vorläufermodells UV-2550.

Die neuen Kompakt-Spektrophotometer gewährleisten die hochpräzise Analyse einer großen Bandbreite von Proben, wie etwa organische und anorganische Verbindungen, biologische Proben, optische und Photovoltaik-Werkstoffe.

Anspruchsvolle Anwendungen

Das hohe Leistungslevel des optischen Systems basiert auf dem „LO-RAY-LIGHT“-Beugungsgitter von Shimadzu, das höchste Effizienz und geringstes Streulicht vereint. Das UV-2700 arbeitet im Wellenlängenbereich von 185 bis 900 nm und ermöglicht anspruchsvolle Anwendungen wie die direkte Messung von Proben mit hoher Dichte von bis zu acht Absorptionseinheiten ohne Verdünnung.

Für Anwender, die das extrem niedrige Streulicht des UV-2700 nicht benötigen, steht die UV-2600 Einfachmonochromator-Version zur Verfügung. In Verbindung mit dem Doppeldetektor-System der Integrations-Kugel ISR-2600 Plus wird ein Messbereich bis zu 1400 nm möglich – und erlaubt, optische Werkstoffe zu bestimmen oder Photovoltaik-Substanzen zu untersuchen.



Das UV-2700 Zweistrahl-Doppelmonochromator-UV-VIS-Spektrophotometer

Messung fester Proben

Der große Mehrzweck-Probenraum MPC-2600 mit zugehöriger Integrations-Kugel ermöglicht die Messung von Festsubstanzen. Zahlreiche Zellhalter wie ein temperierbarer Zellhalter, ein Folienhalter und eine Probenzelle für Pulver lassen sich gleichermaßen montieren, was weite Einsatzmöglichkeiten eröffnet. Das Gerät ist mit Standard-USB-Schnittstellen ausgestattet und wird mit der neuen UVProbe-Software Version 2.40 gesteuert. Für pharmazeutische und andere Anwendungen, die eine Hardware-Validierung erfordern, gehört bei der UV-2600/2700-Baureihe eine integrierte Validierungssoftware zum Standard. USP-, EP- und JP-Prüfvorschriften (Pharmacopoeia) werden unterstützt.

Wir schicken Ihnen weitere Informationen gerne zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp. **Info 399**



Rapunzel, lass Dein Haar herunter

»Man hat ganz oben auf dem Kopfe viele tausend Poren, dicht bei dicht. Und nun, das ist das Wunderbare: Aus diesen Poren wachsen Haare – oder auch nicht.«
(Heinz Erhardt)

Zugprüfungen am menschlichen Haar



Abbildung 1: Einsäulen-Universalprüfmaschine, Serie EZ-Test-L

Haar ein Symbol für die Gesundheit eines Menschen ist, da Mangelerscheinungen einen unmittelbaren Einfluss auf die Haarqualität haben.

Wie stark ist das menschliche Haar aber in Wirklichkeit? Ist es tatsächlich möglich, dass der Prinz an Rapunzels Haar einen Turm besteigen konnte? Oder hätte sich Baron von Münchhausen tatsächlich an seinen Haaren aus einem Sumpf ziehen können?

Haar im Stresstest

Die moderne Technik liefert hierzu objektive Ergebnisse, zum Beispiel mit Universalprüfmaschinen: Hierzu wird ein Haar in eine geeignete Spannvorrichtung direkt gebracht – oder über ein aus einem Blatt Papier ausgeschnittenen und vertikal gefalteten Fenster aufgeklebt und anschließend in einem Parallelspannzeug eingespannt. Im anschließenden Test wird das Haar dann bei konstanter Zuggeschwindigkeit bis zum Bruch gedehnt. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeichnet dann den Kurvenverlauf auf und bestimmt die Maximalkraft und das Elastizitätsmodul. Wie aus dem Diagramm zu erkennen ist, lag die maximale Zugbelastung bei ca. 1,16 N.

Der Mensch hat durchschnittlich 100.000 Haare, demzufolge wäre eine Maximalbelastung bis 116 kN (= 11,6 Tonnen) denkbar. Stark genug also, um eine ganze Schar von Prinzen daran empor klettern zu lassen. Hier dürfte eher die Ausreißkraft des Haares aus der Haarwurzel maßgeblich sein.

Frauen oder Männer – wer hat widerstandsfähigeres Haar?

Welchen Einfluss hat aber die Haarfarbe auf die Zugkraft? Dem Mythos nach gilt dunkles Haar als besonders dick und damit widerstandsfähiger als andere Haarfarben. Und wie ist es um den Vergleich zwischen Männern und Frauen bestellt? Tabelle 1 gibt einen nicht-repräsentativen Querschnitt über den Zusammenhang zwischen Haarfarbe, Haardicke und Geschlecht.

Da die Haardicke auch stark von dem Wasserhaushalt beziehungsweise der Luftfeuchtigkeit abhängt und damit die oberen Parameter stark beeinflusst werden können, wurden die Proben nach einer einheitlichen Trocknungszeit bei gleichbleibender Luftfeuchtigkeit vermessen.

Hierbei ist feststellbar, dass die Zugfestigkeit von männlichen

Haaren überwiegend geringer ausfällt als die der Frauen. Auch bei der Dehnung bis zum Bruch konnten bei den weiblichen Haaren überwiegend deutlich höhere Werte gemessen werden. Es ist nachträglich nicht mehr nachzuvollziehen, ob hier ein Einfluss von Pflegemitteln einen Beitrag leistet.

Auf die Elastizität dürfte dies jedoch keinen Einfluss haben, da diese bei Männern und Frauen nahezu gleich ist. Hier lässt sich aber wiederum feststellen, dass geringer pigmentiertes Haar ein höheres Elastizitätsmodul aufweist als pigmentiertes.



Biologisch betrachtet reguliert das menschliche Haar die Körpertemperatur, ist Regenschutz und Lichtschutz vor UV-Strahlung. Das ist heute nur noch teilweise wichtig, dafür gewinnt die soziale Bedeutung des Haupthaars zunehmend an Wichtigkeit. So ist Haar zugleich Blickfang und Zierde als auch häufig Ausdruck der Persönlichkeit. Geblieben ist von alters her jedoch der Fakt, dass kräftiges

	blonde Haare		braune Haare		dunkle Haare		graue Haare	
	Mann	Frau	Mann	Frau	Mann	Frau	Mann	Frau *
Haardicke, µm	70	49	75	70	84	85	65	
Zugfestigkeit in MPa	299,96	387,73	214,99	360,41	178,1	283,89	331,36	
Zugfestigkeit in N/mm ²	1,15	0,73	0,95	1,61	0,99	1,61	1,1	
Dehnung bis Bruch %	58,6	66,7	49,64	68,4	46,3	85,3	48,4	
Elastizitätsmodul ε (MPa)	4191	4332	3444	3387	2466	3405	5501	

Tabelle 1: Ergebnisse der Zugfestigkeiten von Haaren unterschiedlicher Couleur bei Männern und Frauen
[* Aus Respektsgründen keine Probandinnen gesucht]

Gemeinsam stark

Partikelmesstechnik zur Bestimmung der Trennleistung einer HPLC-Säule

Shimadzu bietet mit seiner Partikelmessgeräteserie die Möglichkeit, Partikelgrößen im Bereich von 0,5 nm bis 3 µm zu bestimmen. Die Systeme unterscheiden sich in ihrem Messprinzip, etwa die Laserbeugung, wie sie die SALD-Gerätereihe nutzt. Mit diesen Instrumenten kann ein breites Spektrum von 10 nm bis 3 µm vermessen werden. Das IG-1000 hingegen ist ein spezielles Gerät ausschließlich für die Detektion von Nanopartikeln im Bereich von 0,5 nm bis 200 nm und funktioniert nach dem von Shimadzu patentierten Prinzip des „induzierten Gitters.“

In der Analytik kann sehr oft erst die geeignete Auswahl mehrerer Analysetechniken eine Fragestellung umfassend beantworten. Hersteller mit einem organisch gewachsenen und aufeinander abgestimmten Produktportfolio sind in der Lage, ihren Kunden maßgeschneiderte Lösungen anbieten zu können – und somit für die jeweilige Fragestellung die Beste.

Im vorliegenden Fall wurde eine HPLC-Säule mit dem Partikelmessgerät SALD-2201 vermessen (Messbereich von 30 nm bis 1000 µm). In der Pharmaindustrie und klinischen Chemie sowie der

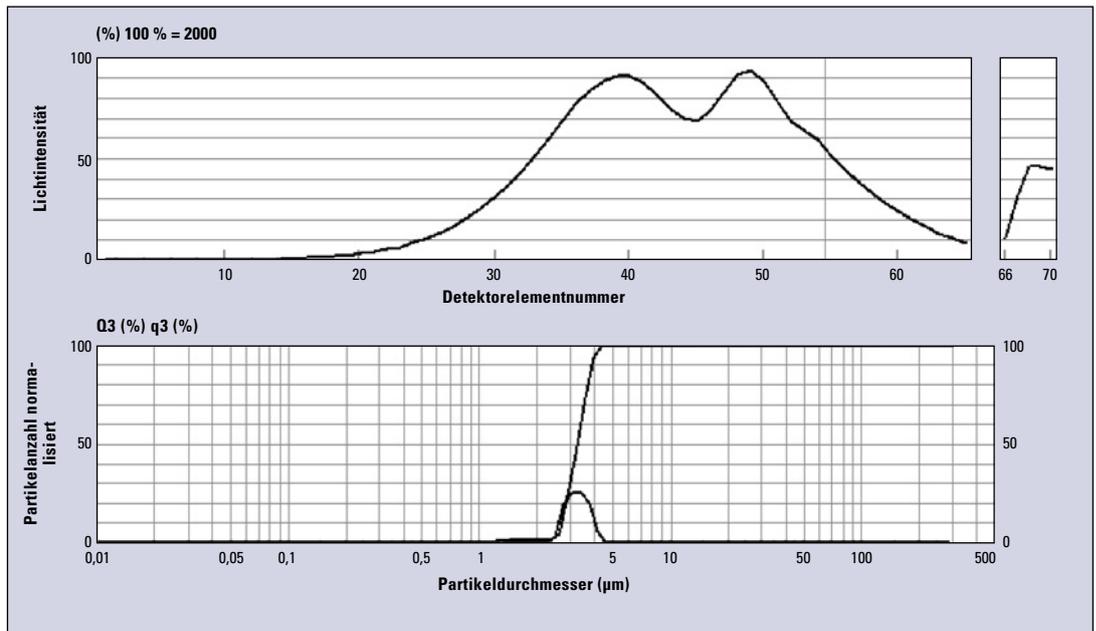


Abbildung 1: Im oberen Diagramm ist die Lichtintensität pro Detektorelement aufgezeichnet. Das untere Diagramm zeigt die Partikelgrößenverteilung.

Dateiname	Absorption	Brechungsindex	Mittlerer $\bar{\theta}$	Modaler $\bar{\theta}$	Mittelwert	Standardabweichung
Silikat	0,425	1,45 - 0,10i	3,234	3,564	3,190	0,082

Tabelle 1: Messergebnisse

Lebens- und Umweltchemie ist die HPLC eine Routinemethode zur Analyse von komplexen Substanzgemischen.

Das Herzstück in der HPLC ist die Trennsäule, in der die einzelnen Komponenten einer Mi-

schung getrennt werden. Herkömmliche Säulen bestehen üblicherweise aus Kieselgelpartikeln, deren Größe ihre Trennleistung bestimmen.

Diese Partikel wurden aus der Säule entnommen und in Wasser

dispergiert. Das Gemisch wurde in den mit einem leistungsfähigen Rührwerk ausgestatteten Autosampler des SALD-2201 überführt und in der damit verbundenen Durchflusszelle gemessen.

Experimentell konnte in sehr guter Übereinstimmung mit den Erwartungen von etwa 3 µm ein Wert von 3,2 µm gefunden werden. Die Partikelmesstechnik ist somit in der Lage, die Trennleistung einer HPLC-Säule zu bestimmen.



Das IG-1000 bestimmt Partikelgrößen von 0,5 bis 200 Nanometern

Leistungsfähigkeit neu

OPTIC-4-Injektor Multimode-Einlass-System



Abbildung 1: Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra ausgestattet mit dem OPTIC-4

Wenn es um moderne Chromatographie-Systeme geht, ist häufig vom „Multimode“-Einlass die Rede. Aber was charakterisiert ein Multimode-Einlass-System? Es sollten verschiedene Injektionstechniken möglich sein, wofür normalerweise mehr als ein Einlass benötigt wird. Damit ein Multimode-Einlass-System Vorteile bringt, sollte es die Standard-Injektionsmodi genauso unterstützen wie ein Standard-Split-/Splitlos-Einlass.

Zusätzlich zu den Standard-Injektionsmodi bietet der temperaturprogrammierbare OPTIC-4-Einlass (Atas GL) die Möglichkeiten der Kaltaufgabe-Split-/Splitlos-Injektionen, der schnellen Large-Volume-Injektionen (LVI) sowie direkter (aus dem Liner) Probenaufgabetechniken wie Pyrolyse, Thermochemolyse und Thermodesorption als Einzel- oder Multi-Shot-Analyse.

Die direkte Probenaufgabetechnik

Die direkte Probenaufgabetechnik ermöglicht Analysen unmit-

telbar aus dem Liner heraus. Diese Methodik ist hilfreich, wenn feste oder hoch-matrixbelastete Proben bearbeitet werden, da eine zusätzliche Probenaufbereitung, wie etwa Extraktion, Aufreinigung oder Verdünnen, überflüssig ist. Die Probe selbst lässt sich in ein μ -Vial überführen, das sich im Liner befindet. Die Extraktion der Komponenten wird direkt durch Erhitzen der Probe durchgeführt.

Siedepunktabhängige, selektive Überführung

Für den Einsatz der siedepunktabhängigen, selektiven Überführungstechnik wird die Probe einem definierten Aufheizgradienten ausgesetzt. Ausschließlich Verbindungen, die sich durch das gewählte Temperaturprofil extrahieren lassen, werden auf das Einlass-System der GC-Säule übertragen. Wird das optimale Temperaturprofil verwendet, verbleiben Verbindungen mit höherem Molekulargewicht oder Matrix in den μ -Vial. Nach der Analyse wird das μ -Vial entsorgt und der Liner lässt sich erneut einsetzen.

Pyrolyse

Bei der Pyrolysetechnik sollte der angewendete Temperaturgradient so hoch wie möglich sein, da die Zeit, die bei der Pyrolyse für die Wärmeübertragung auf die Probe benötigt wird, unmittelbar die Reproduzierbarkeit des Pyrolysevorgangs beeinflusst. Der maximal mögliche lineare Temperaturgradient im OPTIC-4 liegt bei $60\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ bis zu einer Maximaltem-

peratur von $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dies ist für die meisten Pyrolyseanwendungen geeignet.

Wie in Abbildung 3 dargestellt, können μ -Vials gefüllt mit Probe direkt in den OPTIC-4 Liner positioniert werden, da die Liner ausreichenden Innendurchmesser (ID) bieten. Grundlegend müssen temperaturprogrammierte Verdampfer (PTV) ein einheitliches Temperaturprofil mit einer schnellen und reproduzierbaren Wärmeübertragung auf die Probe gewährleisten. Der patentierte OPTIC-4-Aufbau mit seiner geringer thermischer Masse und der direkten Widerstandsheizung ermöglicht eine schnelle und reproduzierbare Wärmeübertragung, um Liner mit ID von $3,4\text{ mm}$ zu benutzen. Da aufgrund der Aufheizmethode die meisten PTV-Systeme im PTV-Modus mit kleineren Liner-IDs (kleiner als gleich 2 mm) arbeiten, ist der OPTIC-4 durch seine einzigartige direkte Widerstandsheizung die Ausnahme von der Regel und eröffnet die oben erwähnten Anwendungsmöglichkeiten.

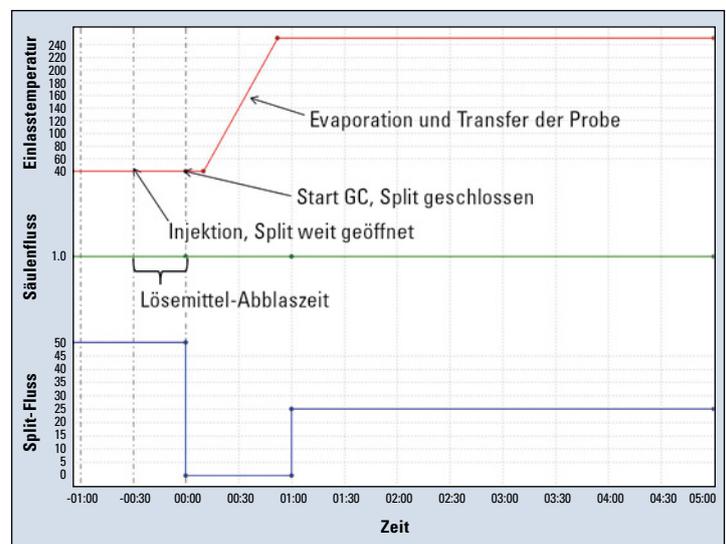


Abbildung 2: Beispiel Temperatur und Flussprofil einer LVI

definiert

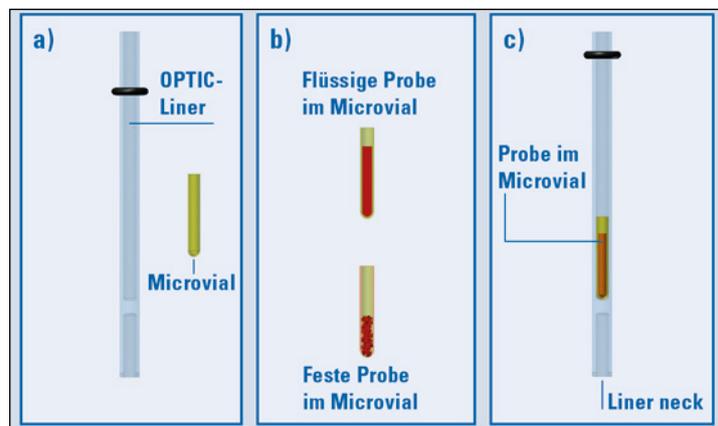


Abbildung 3: Direkte (aus dem Liner) Probeaufnahme

Temperaturzunahmeprofil	1 °C/sec - 60 °C/sec
Temperaturbereich	35 °C - 600 °C (Luftkühlung)
Kühlmöglichkeit	Flüssiges CO ₂ : -50 °C
	Flüssiger N ₂ : -180 °C
Liner-Dimensionierung	ID = 3,4 mm · L = 80 mm
Lösungsmittelmonitor	als Standardausstattung
Ferrules	Graphit oder SilTite
Probenaufnahmemodi	Heißer Split/Splitlos (Hochdruck, pulsed)
	Kalter Split/Splitlos (PTV)
	Rapid at-once LVI
	Direkte (aus dem Liner) Probenaufgabe (Pyrolyse, Thermische Desorption, DMI, Thermochemolyse)

Tabelle 1: Hauptmerkmale des OPTIC-4

Large-Volume-Injektion

Wo immer Nachweisgrenzen entscheidend sind, etwa bei der Bestimmung von Umweltschadstoffen, sind Large-Volume-Injektionstechniken (LVI) interessant. LVI lassen sich durch Einsatz einer On-Column-Injektion mit Rückhalteschleife oder durch PTV-Injektoren durchführen. On-Column-Techniken sind weniger geeignet für den Umgang mit matrixbelasteten Proben, da der Säuleneinlass verschmutzt werden kann. In dieser Hinsicht erweist sich die LVI unter Verwendung eines PTV's als vorteilhaft. Für LVI im PTV-Einlass werden verschiedene Methoden in der Literatur [1] erwähnt. Hier wird besonderes Gewicht auf die bekannte und anwendererprobte Technik der Lösemittel-Split-Injektion gelegt.

LVI-Lösemittel-Split-Injektion

Bei der Lösemittel-Split-Injektion liegt die Einlasstemperatur zum Injektionszeitpunkt unterhalb des Lösungsmittelsiedepunkts – bei weit geöffnetem Split-Ausgang. Dies ermöglicht durch Einstellung der optimalen Temperatur und Abblas(Vent)-

Zeit das Lösemittel nahezu vollständig zu eliminieren. Nach vollständigem Schließen des Split-Ausgangs und Erhöhung der Einlass-Temperatur werden die Analyten auf die Säule übertragen. Da bei der Methodenentwicklung die Verdampfungstemperatur des Lösungsmittels und die Abblaszeit entscheidend sind, erleichtert der standardmäßig installierte Lösungs-Monitor des OPTIC-4 die Methodenentwicklung. Der Lösungs-Monitor ist innerhalb der Split-Leitung installiert und detektiert den Verdampfungspeak des Lösungsmittels mittels einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor, der das Signal in Echtzeit in der Evolution Software ausgibt.

Rapid at-once LVI

Das Maximalvolumen, das innerhalb des Injektors enthalten sein kann, hängt hauptsächlich von der Liner-Dimension sowie von Art und Anteil des Packmaterials ab [1]. Verwendet man die OPTIC-4 Liner mit einem ID von 3,4 mm, lassen sich Probenvolumina von bis zu 150 µl rasch einspritzen, daher die Bezeichnung „rapid at-once LVI.“ Im Vergleich dazu beträgt das Maxi-

malvolumen, das auf einmal injiziert werden kann, bei anderen PTV-Systemen mit kleineren Liner-ID auf (± 1 mm) nur etwa 20 µl [1]. Falls mehr Probenvolumen aufgegeben werden soll, lässt sich eine geschwindigkeitskontrollierte LVI verwenden, wobei die Injektionsgeschwindigkeit durch die Verdampfungszeit des Lösungsmittels begrenzt wird. Die rapid at-once LVI vereinfacht somit die Methodenentwicklung, da keine Optimierung der Injektionsgeschwindigkeit nötig ist.

Abhängig von der analysierten Probe und dem Matrixinhalt müssen die Liner nach wenigen hundert oder sogar nur einigen zehn Injektionen gewechselt werden. Basierend auf dem OPTIC-4 und dem neuen AOC-5000 Plus vereinfacht die automatische Linertausch-Option (LINEX) diesen Prozess und steigert die Laborproduktivität. Die LINEX-Option ermöglicht des Weiteren eine Automatisierung der direkten (aus dem Liner) Aufgabetechnik, bei der jede Probe einen Liner benötigt, der mit µ-vial und Probe oder als gepackter Liner die Probe enthält. Der neue OPTIC-4 mit seiner patentierten Konstruktion bietet die Flexibi-

lität, zwischen verschiedenen Injektionsmodi unter Auswahl des Liners bzw. der Methode auszuwählen. Mit Hilfe der Shimadzu AFC (advanced flow control) ist die OPTIC-4-Pneumatik-Steuerung komplett in die GC/GCMSsolution-Software eingebunden.

[1] "Trace analysis with gas chromatography using online enrichment and large volume injection" Chapter 3.1
Hans Mol

Mehr als nur ein neuer Rekord

Neues FrontEnd-System – Nexera MP



Abbildung 1: Von links nach rechts: SIL-30AC, SIL-10A, SIL-10HT und SIL-20AC

Rekorde haben meist nur begrenzt Bestand; eher früher als später werden sie übertroffen und neue Bestmarken aufgestellt – die ebenfalls ihr absehbares Haltbarkeitsdatum haben. Gerade in der Technik und bei technischen Spezifikationen ist es eine Frage der Zeit, wann sie übertroffen werden oder neue Standards gesetzt werden.

Mit dem jetzt vorgestellten System *Nexera MP* werden durch den Autosampler *Nexera SIL-30AC* bisherige ‚Rekorde‘ übertroffen – hinsichtlich Injektionsgeschwindigkeit, Cycle-Time und lowest carry-over. Erstmals wird carry-over sowohl für UV-Detektoren wie auch für LCMS/MS angegeben.

Der neue ‚Schnelle‘ kommt aus prominenter Familie – *SIL-HT*, *prominence* und *Nexera* standen Pate für die Entwicklung des neuen Autoinjektors. Der *Nexera SIL-30ACMP* passt zum Design der Serie und hat eine erweiterte Probenkapazität – maximal sechs Racks je 54 Probengefäße à 1.5 ml = 324 + 10 Positionen für Standards. Bei Einsatz von Mikrotiterplatten lässt sich die Kapazität auf 576 oder 2.304 erhöhen. Diese sind auf drei Trägern platziert, die bis auf die

aktuell Genutzte, während des Betriebs getauscht werden können. Sicherheitshalber warnt ein Blinklicht. Dass der Innenraum des Autosamplers per LED auf Wunsch beleuchtet werden kann, ist für die Kontrolle der korrekten Nadel-Position, wie auch für den Service am Gerät gleichermaßen nützlich.

Bis zu 40 Prozent Zeitersparnis – bei zulässigem Rückenwind

Trotz der breiteren Bauform hat sich die Injektionszeit verringert

– auch die am weitesten entfernte Position ist schnell erreicht und für die Injektion von 10 µl verkürzt sich die Zeit im Vergleich zum Basismodell von zehn auf acht Sekunden. Bei dieser Messung wurde auf alle zusätzlichen Spüloptionen verzichtet – also mit maximal zulässigem Rückenwind gemessen, um beim Sportvergleich zu bleiben.

Was die Spüloptionen betrifft: alle im Basismodell verfügbaren Optionen lassen sich auch hier auswählen. Neben der verkürzten Injektionszeit kann die Gesamtzykluszeit von minimal 23 auf 14 Sekunden

gesenkt werden; der Neue ist somit im Standardbetrieb ca. 30 bis 40 % schneller.

Konfigurationslücke geschlossen

Wer braucht einen (noch) schnelleren Autosampler und die größere Probenkapazität? Der neue *SIL-30ACMP* zielt mit sechs Mikrotiterplatten-Racks auf das Mittelfeld zwischen den beiden Konfigurationen *prominence* beziehungsweise *Nexera* und deren Setups mit Autosampler und Rack Changer, die sich beide als FrontEnd für LCMS/MS-Systeme mehr als bewährt haben. Dort, wo die Zeit für den automatischen Wechsel des Probenracks kritisch wird, gerade wenn nur einzelne Gläschen oder Wells



Abbildung 2: SIL mit LCMS/MS (SIL plus LCMS-8030)

injiziert werden sollen, um einen schnellen Überblick über positiv oder negativ eines Ansatzes zu erhalten – dort ist die Spezialdisziplin des neuen Autosamplers.

Dass gemischte Konfigurationen zwischen Mikrotiterplatten und Gläschen möglich sind, bringt den Anwendern zusätzliche Flexibilität. Doch damit nicht genug – wie beim Vorgänger SIL-HT – kann der Controller (CBM-20ALITE) integriert werden. Pumpen, Säulenofen und Detektoren können direkt angeschlossen und gesteuert werden.

Für den Ofen ist ebenfalls eine Neuerung im Angebot – der kleine Ofen CTO-30AS kann direkt über ein spezielles Board ins System integriert werden, gerade wenn es um kurze Säulen, also maximale Geschwindigkeit und geringstes Totvolumen geht. Die Position des Ofens kann übrigens an der Seite des Autosamplers je nach dem anzuschließenden MS/MS System angepasst werden.

Mit dem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer LCMS-8030 steht neben der *Nexera* auch ein leistungsfähiges LCMS/MS-System aus gleichem Hause zur Verfügung, das in der Kombination optisch und softwaretechnisch perfekt passt.

Rekorde verbessern heißt auch immer Grenzen erweitern und neue Maßstäbe setzen, was aber im Umkehrschluss nicht bedeutet, dass bereits alle Wünsche erfüllt sind.



Dioxin- und PCB-Kontrolle in Futtermitteln

Single Quad GC/MS

Der aktuelle Entwurf zur Änderung der Futtermittelverordnung (FuttMV) sieht eine Ausweitung des Dioxin- und PCB-Monitorings vor, unter anderem den Einzelnachweis für alle 17 Polychlorierte Dibenzop-Dioxine und Dibenzofurane (PCDD/F). Das Probenaufkommen und die Nachfrage an kostengünstigen Dioxin- und PCB-Analysen wird stark ansteigen. Erfordern diese Grenzwertprüfungen immer den Einsatz der hochauflösenden Massenspektrometrie (HRMS), oder ist auch die niedrigauflösende Massenspektrometrie (Single Quad MS) geeignet?

Gesetzliche Regelung

Die Verfahren zur amtlichen Kontrolle von Lebens- und Futtermitteln ist in der Verordnung EG 1883/2006 Anhang II niedergelegt.^[1] Darin werden die Anforderungen an das GC/MS Screening-Verfahren – Single Quad MS, Trap MS oder Triple Quad MS – für einen hohen Probendurchsatz aufgeführt sowie an die GC/HRMS als Bestätigungs-

verfahren zum Absichern positiver Ergebnisse im Falle einer Grenzwertüberschreitung.

Eine Unklarheit im Text besteht jedoch darin, in welchem Fall ein Ergebnis aus einem Screening-Verfahren erneut mit HRMS bestätigt werden muss. So heißt es unter Ziffer 7.2 Anhang II der Verordnung: „Positive Ergebnisse sind immer durch HRGC/HRMS abzusichern.“ Damit müssten Ergebnisse aus dem GC/MS Screening, welche den Höchstwert nur zu 50 % ausschöpfen, für sich alleine bestehen können. Auch gibt die Formulierung: „Screening-Befunde mit Konzentrationen in nennenswerter Höhe“ (Ziffer 1, Anhang II) seien über HRMS zu bestätigen, nur einen vagen Hinweis, ab wann dies zu erfolgen habe. Der englische Originaltext spricht von „significant levels.“ Damit könnten Rückstände gemeint sein, welche sich signifikant von der allgemeinen Hintergrundbelastung abheben. Diese beginnt bei einem Medianwert von 0,03 pg/g^[2] ab einem Befund von > 0,05 pg/g PCDD/F-(Toxizitätsäquiva-

lent) TEQ. Oder sind „significant levels“ jene, die dem jeweiligen Höchstwert nahekommen?

Im selben Abschnitt der Verordnung heißt es aber auch, dass Screening-Verfahren für alle Proben mit weniger als 25 % des Grenzwertes ausreichen. Für ein Futtermittel mit dem Höchstwert von 0,75 pg/g^[3] ist das Screening-Verfahren somit bis zu einem Messwert von 0,19 pg/g juristisch gültig. Unter Hinzunahme der dioxinähnlichen PCB (WHO-PCB) beträgt der Gesamthöchstwert 1,25 pg/g PCDD/F-PCB-TEQ. Die Empfindlichkeit im GC/MS Screening-Verfahren muss nach der 25%-Grenze also wenigstens eine Nachweisgrenze (NWG) von 0,19 pg/g PCDD/F-TEQ und 0,14 pg/g PCB-TEQ erreichen.

Diese Nachweisgrenze errechnet sich aus der Summe der Einzelergebnisse für 17 PCDD/F- und 12 PCB, wobei die Toxizitätsäquivalenzfaktoren (TEF) der Einzelsubstanzen zu 2,3,7,8-Tetrachlordibenzodioxin (TCDD) in die Gewichtung einbezogen ▶

werden. Daher müssen solche Analyte, die einen hohen TEF aufweisen, wenigstens mit einer NWG von 0,05 pg/g detektiert werden. Für das OCDD oder andere weniger toxische PCB reichen dagegen 1 pg/g bis 20 pg/g aus (siehe Tabelle 1).

Bei einer Probeneinwaage von 20 g und der Anreicherung des TCDD in 20 µl Toluol sind bei 5 µl Injektionsvolumen (Abb. 1) 0,05 pg im S/N von 3:1 zu messen. GC/MS-Geräte der neuesten Generation, zum Beispiel das GCMS-QP2010 Plus, leisten das in matrixfreien Kalibrierlösungen mühelos. Inwieweit diese NWG auch in einer Futtermittelmatrix oder Fettmatrix umgesetzt werden kann, hängt von der Reinheit der Extrakte ab, aber auch der Selektivität des MS für den Analyten. Letztere ist neben der bis zu 10-fach höheren Empfindlichkeit die Stärke der HRMS.

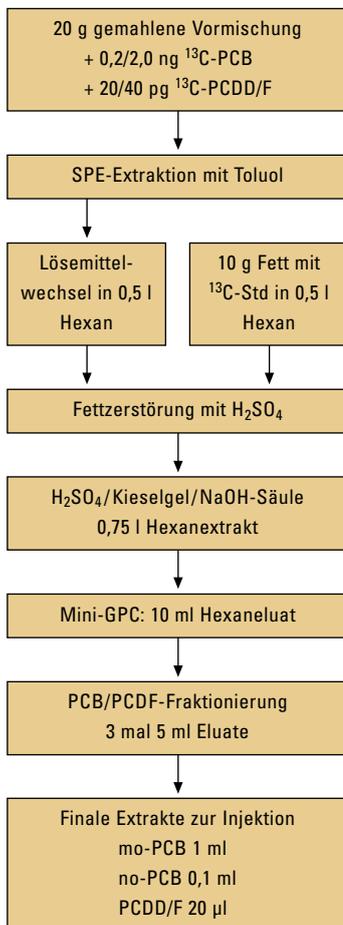


Abbildung 1: Probenvorbereitung für eine Dioxin- und PCB-Grenzprüfung mit Single Quad MS



Die Fokussierung des Detektors auf die exakte Masse des TCDD von $m = 321,894$ u bei einer Peakhalbwertbreite $w_{1/2} = 0,03$ u blendet Matrixkomponenten mit weniger Chloratomen oder komplett chlorfreie Moleküle aus, selbst wenn diese eine ähnliche Masse von zum Beispiel $m = 322,23$ u besitzen. Insbesondere diese hohe Spezifität, die mit einer Massenauflösung von $R \approx 10000$ (zu R siehe Abb. 2) erzielt wird, macht die HRMS unverzichtbar in komplexen Matrices.

Probenpräparation

Zum Zweck der reinen Höchstwertkontrolle gemäß EG-Verordnung – und mehr kann der Nahrungsmittelindustrie nicht auferlegt werden – bietet ein GC/MS Screening-Verfahren für Futtermittel jedoch durchaus Kostenvorteile, etwa durch den minimalen Einsatz von Verbrauchsmaterialien. Wesentliche zusätzliche Elemente in der Matrixabtrennung gegenüber einer Probenvorbereitung mittels einer AutoprepTM [4] sind die vorgeschaltete Fettzerstörung durch Ausschüteln gegen konzentrierte Schwefelsäure (H₂SO₄) sowie die letzte Fettabtrennung mittels miniaturisierter GPC. Die so gewonnenen finalen Extrakte weisen eine sehr hohe Reinheit auf und gewährleisten hohe Standzeiten des Single Quad MS Systems.

Screening mit Single Quad GC/MS

Ausnahmslos können die Anforderungen aus EG 1883/2006

des Höchstwerts sind dank der höheren Probeneinwaagen in der Routine machbar; und das trotz geringerer Sensitivität zu Gunsten der erhöhten Spezifität, die gerade beim Screening im Vordergrund stehen muss.

Darum ist das MS mit verminderter Ionisierungsenergie und einer etwa zweifachen Auflösung von jetzt $R \approx 2000$ zu betreiben. Die Querempfindlichkeit zu einer koeluirierenden Matrixkomponente ist damit merklich geringer als bei der üblichen Auflösung von $R \approx 1000$ wie Abb. 2 am Beispiel des Decachlorbiphenyls (PCB209) demonstriert. Diese Aufnahme zeigt mit $R = u / dm$ [5] eine Auflösung von $R > 1660$. Nach der 10%-Definition der Auflösung

Anhang II zur Qualität der HRMS-Messung auch von einem Single Quad MS-Gerät eingehalten werden. Auch die im Bestätigungsverfahren geforderten Bestimmungsgrenzen von $< 20 \%$

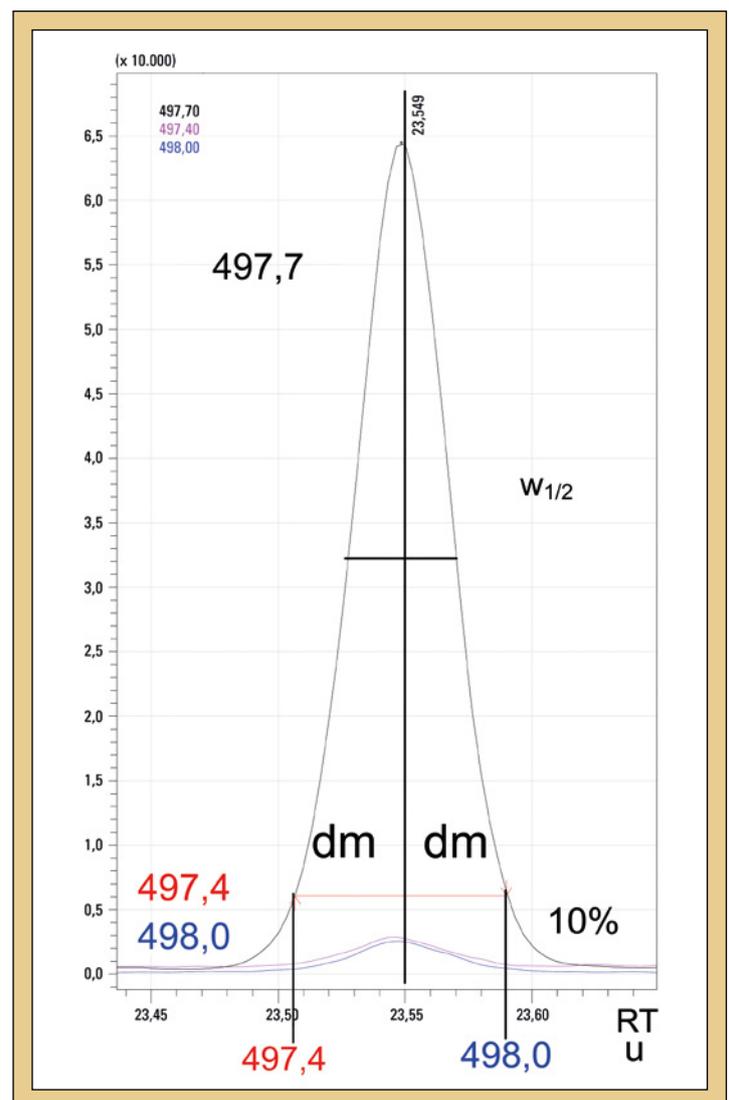


Abbildung 2: Peakhöhen für drei benachbarte Massen mit $dm = 0,3$ u $\approx W_{1/2}$ und $R = 1660$. $R = u / W_{1/2}$ beziehungsweise $R = u / dm$

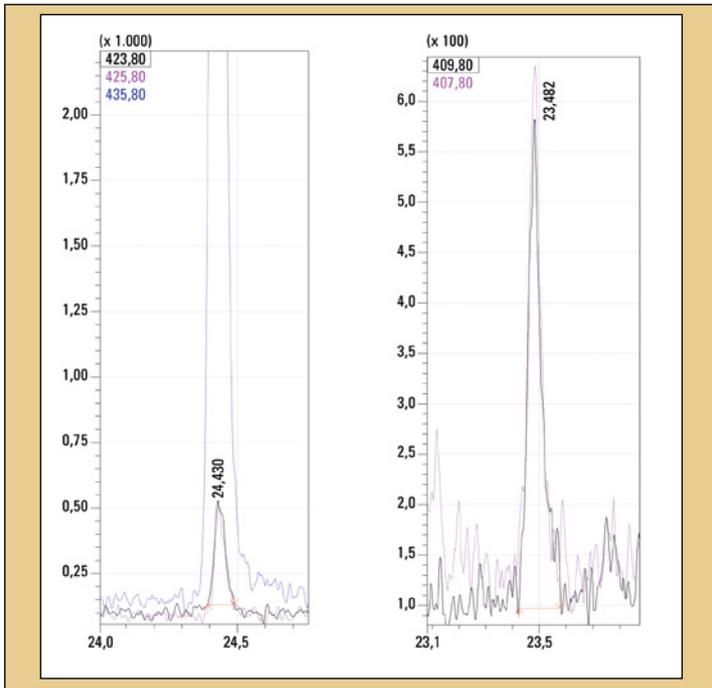


Abbildung 3: Maisprobe gemäß Bild 1 aufgearbeit, blau ¹³C-std, rot und schwarz Ziel-Ionen für HpCDD mit 0,08 pg/g (links) und HpCDF mit 0,05 pg/g (rechts)

darf im Abstand $\Delta m = 0,3$ u von der Masse $m = 497,7$ u noch eine Intensität von 10 % des Peakmaximums vorliegen. Um in Abb. 2 die aktuelle Auflösung darzustellen, wurde das stärkste Ion mit der exakten Masse von 497,68 u auf der Masse 497,7 u und im Abstand $\Delta m = 0,3$ u auch auf 497,4 und 498,0 u aufgezeichnet. Diese Nebenmassen existieren nicht real, sondern verraten sich als von der richtigen Flugbahn abgekommene Massen 497,68 u. Je höher die Signale für diese neben der exakten Spur auf 497,68 u fliegenden Ionen, desto geringer die aktuelle Auflösung.

Tatsächlich beträgt die Peakhöhe in Abb. 2 für 498,0 u (blaue Linie) nur noch ca. 4 % des Maximums, das korrekt auf der Zielmasse 497,7 u liegt. Ein benachbartes, jetzt real existierendes Störion der Masse 498,0 u, das die gleiche Intensität wie die Zielmasse 497,7 u aufweist, würde das Messsignal für das Zielion 497,7 u nur um 4 % erhöhen.

Dieser Aufnahme ging ein „Tuning“ mit einer Peakweite von $w_{1/2} = 0,35$ u voraus. Bei „Tunes“ mit $w_{1/2} = 0,30$ u war es sogar

möglich, die Intensität beider simulierter Ionen (497,4 u und 498,0 u) über 10 Injektionen auf $< 1,5$ % der Höhe von 497,7 u zu halten. Diese für ein Single Quad MS stabil hohe Auflösung geht naturgemäß zu Lasten der Empfindlichkeit. Die Berichtsgrenze von 0,05 pg/g je Einzelsubstanz in der Matrix lässt sich aber dennoch gut realisieren, wie die Messwerte für HpCDD = 0,08 pg/g und HpCDF = 0,05 pg/g in einer Körnermaisprobe anschaulich zeigen (Abbildung 3).

Ein einfaches, üblicherweise nur nominell auflösendes MS, läuft in der Routine also ausreichend robust und sensitiv mit einer Auflösung von $R \approx 2000$. Einer weiteren Steigerung von R setzt die Quadrupoltechnik Grenzen. Bei einer Massengenauigkeit von effektiv nur 0,1 u machen Separationsintervalle von weniger als 0,1 u keinen Sinn. Die Richtigkeit der Massenkalibrierung, welche sehr sensibel auf Temperaturschwankungen reagiert, muss zudem für jede Injektion gewährleistet sein.

Dafür bietet sich das PCB209 an. Seine Funktion ist die eines

2,3,7,8-PCDD/F	NWG pg/g	Messwert pg/g	WHO-TEF 2005	WHO-TEQ pg/g
TCDD	0,05	n.n.	1,0000	0,0500
PeCDD	0,05	n.n.	1,0000	0,0500
4-PeCDF	0,05	n.n.	0,3000	0,0150
HxCDD/F	0,05	n.n.	0,1000	0,0050
HpCDD/F	0,10	n.n.	0,0100	0,0010
TCDF	0,05	n.n.	0,1000	0,0050
OCDD/F	1,00	n.n.	0,0003	0,0003
andere		n.n.	0,1-0,01	0,0360
PCDD/F-TEQ				0,16
no-WHO-				
PCB-126	1,0	n.n.	0,10000	0,1000
PCB-169	1,0	n.n.	0,03000	0,0300
PCB-77	5,0	n.n.	0,00010	0,0005
PCB-81	5,0	n.n.	0,00030	0,0015
mo-WHO-				
PCB-118	20	n.n.	0,00003	0,0006
PCB-156	20	n.n.	0,00003	0,0006
andere	20	n.n.	0,00003	0,0040
PCB-TEQ				0,14
Gesamt WHO-TEQ ohne NWG				0,00
Gesamt WHO-TEQ mit 1 x NWG				0,30
Höchstwert WHO-TEQ mit 1 x NWG				1,25

Tabelle 1: Ergebnisblatt für Dioxine und WHO-PCB (gekürzt) für einen unauffälligen Getreiderohstoff. Erforderliche NWG nach dem 25%-Kriterium aus EG Nr. 1883/2006 Anhang II

Wiederfindungsstandards für die zudotierten ¹³C-Surrogate und zudem die einer „lockmass.“ Konstante Flächenverhältnisse der Signale auf $m/z = 497,7; 498,0$ und $497,4$ dokumentieren die korrekte Massenkalibrierung in Nachahmung der Autojustierungsfunktion bei HRMS-Geräten. Die Funktion einer zweiten „lockmass“ für den niedrigeren Massenbereich kann das ¹³C-markierte 1,2,3,7,8-PeCDF mit den zusätzlichen SIM-Ionen $m/z = 351,7; 352,1$ sowie $339,6$ und $340,0$ übernehmen.

- [1] Verordnung (EG) Nr. 1883/2006
- [2] Schwind et al. (2009) zitiert in www.bfr.bund.de – Stellungnahme 002/2011
- [3] Verordnung (EG) Nr. 1883/2006
- [4] www.fmsenvironmental.com
- [5] www.wikipedia.de – Suchwort „Massenspektrometrie“

QUERGELESEN

Der Einsatz eines Single Quad MS zur Höchstwertkontrolle von Dioxinen und PCB ist völlig konform mit EG Nr. 1883/2006 solange 25 % der Höchstwerte eingehalten sind. Das trifft auf mehr als 99 % der Routineprüfungen zu. Single Quad MS neueren Typs erreichen die hierzu geforderte Empfindlichkeit. Optimierte Matrixabtrennung und robuster Betrieb mit einer gesteigerten Auflösung von $R = 2000$ verbessern die Spezifität. Es gibt somit eine Alternative zur HRMS.

Dr. Roland Herterich, Dipl. Geoökologe
 Promotion in Bayreuth über Nitrophenole und Pestizide in der Atmosphäre. Seit 1993 bei der BLS-Analytik GmbH & Co. KG im Dioxinlabor.
roland.herterich@bbs-analytik.de

Dr. rer. nat. Dipl.-Ing. Stephan Schröder
 Studium der allg. Biotechnologie an der TU-Berlin. Promotion an der Universität Bonn über die Analytik von proteingebundenen Oligosacchariden. Seit 2007 Produktspezialist für GC/GCMS bei Shimadzu Deutschland GmbH in Duisburg.
info@shimadzu.de

Ein starkes Team Empower™

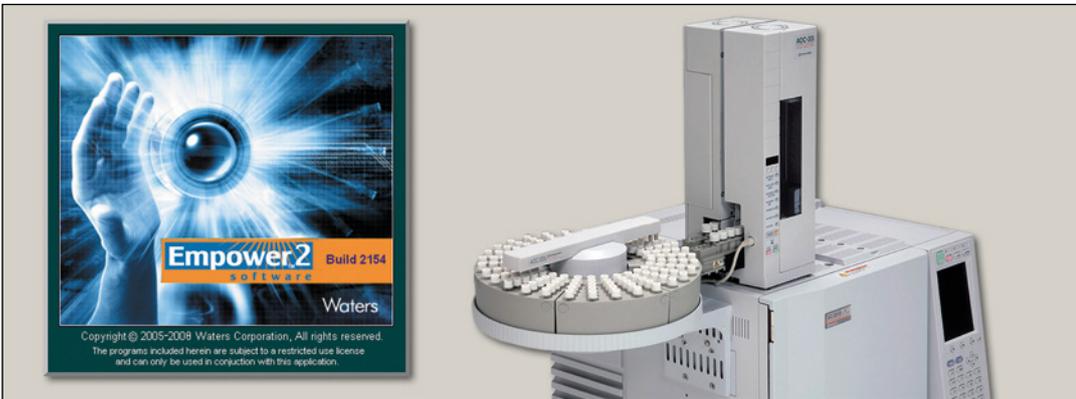


Abbildung 1: Empower und GC-2010 Plus

Noch jung, aber schon etabliert – erst seit 18 Monaten im Markt ist der GC-2010 Plus bereits als Spitzengerät hinsichtlich Empfindlichkeit, Reproduzierbarkeit und Probendurchsatz bekannt. Shimadzu möchte diese Technologie auch Anwendern nutzbar machen, die sich für eine netzwerkorientiert Chromatographie-daten-Software (Client/Server CDS) entschieden haben.

Ein führendes Client/Server-CDS-System ist Empower. In der Ausbaustufe Workstation oder Enterprise bietet die Software die Kontrolle von zahlreichen Flüssig- und Gas-Chromatographiesystemen über ein lokales Netzwerk (LAN). Die Kontrolle eines Instruments erfolgt dabei über LAC/E-Boxen, die über Netzwerk mit dem Empower-Server verbunden sind. Mit dem entsprechenden Gerätetreiber werden Shimadzu HPLC- und GC-Systeme über die LAC/E-Box in Empower integriert. Darüber hinaus können auch Chromatographiesysteme anderer Hersteller im Verbund mit weiteren LAC/E-Boxen betrieben werden.

Alle Chromatogramme, Methoden und Resultate im Netzwerk verfügbar

Der Empower-Treiber für GC-2010 Plus ist seit 2011 verfügbar.

Er ist kompatibel mit Empower Version 2 und sobald möglich wird auch ein Treiber für die kürzlich erschienene Empower Version 3 verfügbar sein. Implementiert ist zudem auch die Kontrolle des Autoinjektors AOC-20i für maximal 15 Proben mit und ohne Autosampler AOC-20s (Erweiterung auf bis zu 150 Proben). Der gleiche Treiber kontrolliert auch die GC-2014 Serie – die Kapillarsäulenmodelle – sowie das GC-2010 Plus Vorgängermodell GC-2010.

Mehrere GCs können über eine LAC/E-Box kontrolliert werden. Natürlich auch kombiniert mit Shimadzu Flüssig-Chromatographiesystemen. Die LAC/E-Box

speichert chromatographische Daten zwischen, bevor diese via Netzwerk zum Empower-Server verschickt und letztendlich in einer Oracle-Datenbank gespeichert werden. Alle Chromatogramme, Methoden und Resultate sind innerhalb des Netzwerkes für jeden Anwender mit entsprechender Berechtigung verfügbar.

Regulierte Bereiche mit dezidierten Zugriffsrechten

Die Stärken von Empower liegen im Einsatz innerhalb regulierter Bereiche, wo in der Regel mehrere Anwender Zugriff auf verschiedene analytische Geräte und die gemessenen Daten haben. Dies bedingt eine dezidierte

Administration, wer welche Rechte zum Zugriff auf Geräte und Resultate hat; der Schutz und die Sicherheit aller Ergebnisse hat dabei höchsten Stellenwert.

Die Ablage der Daten in einer Datenbank schützt vor unberechtigten Zugriffen. Gleichzeitig werden alle Begleitinformationen (Meta-Daten) umfassend dokumentiert und mit den Resultaten gespeichert – wer hat wann, wie und wo Daten gemessen oder deren Auswertung verändert? Auch die Suche nach Ergebnissen

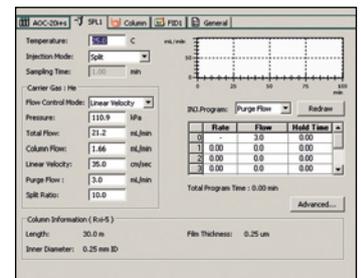


Abbildung 3: GC-2010 Plus Methodenentwicklung in Empower

wird durch Datenbankfunktionen erheblich erleichtert. Kompliziert durch ein flexibles und vielseitiges Berichtssystem zur übersichtlichen Präsentation von Ergebnissen ist die Software ideal für Labore mit verschiedenen Chromatographiesystemen und hohem Probensuchsatz.

Die Handhabung der Software bleibt dabei sehr einfach. Im Falle von Shimadzu-Systemen unterstützt der „Configuration Wizard“ (Abbildung 2) die Konfiguration des GC sowie dessen korrekte Einbindung in das Empower-System. Für die Eingabe der Methodenparameter wurde das bewährte System aus der Shimadzu GCsolution- und Lab-Solutions-Software adaptiert (Abbildung 3). Empower unterscheidet dabei zwischen der Instrument-, Data Processing- und Reporting-Methode, die in einem „Methoden-Set“ zusammengefasst werden.

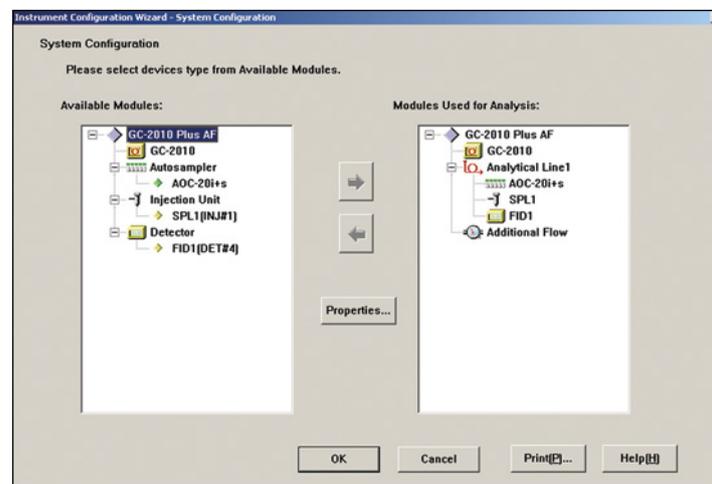


Abbildung 2: GC Instrument Configuration Wizard

trifft GC-2010 Plus

Vier Benutzeroberflächen erleichtern die Bedienung

Für die Bedienung des GC-Systems bietet die Software vier verschiedene Benutzeroberflächen – von einem Quick Start Interface bis hin zu einem Interface, das über das World Wide Web den Zugang zu einem Instrument ermöglicht. Ist der Anwender nicht im gleichen Raum oder Gebäude des Gas-Chromatographen ermöglichen die Diagnostikfunktionen des GC-2010 Plus, den Status und die Betriebsbereitschaft zu prüfen. Arbeitet der GC normal innerhalb seiner Parameter, ist „Pass“ das Ergebnis der Überprüfung; ergeben sich Unstimmigkeiten, erfolgt ein „Fail“-Urteil (Abbildung 4). Dann kann über „View Results“ im ausführlichen Bericht nachgelesen werden, welche Funktion nicht den Vorgaben entsprechend arbeitet.

Das Empower *Quick Start Interface* ermöglicht einfach und schnell, chromatographische Ergebnisse zu erlangen. Es bietet alle Möglichkeiten von Empower, allerdings sind nur die wesent-

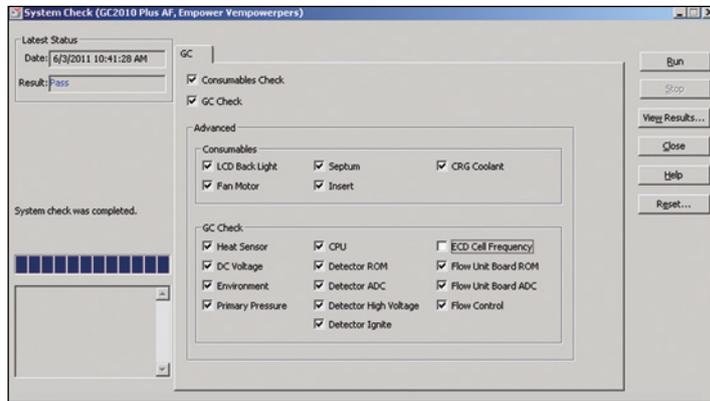


Abbildung 4: GC-2010 Plus Diagnostikfunktionen unterstützt in Empower

lichen Funktionen übersichtlich gezeigt (Abbildung 5). Ein Instrument-Monitor informiert den Anwender über die aktuellen Werte der wichtigsten GC-Parameter (Abbildung 6).

Unternehmensweit erweiterbar und dennoch sicher

Die Stärken von Empower liegen in der Architektur und Datensicherheit – je nach Bedarf kann die Software vom Einzelplatz- bis hin zu einem unternehmensweiten System ausgebaut werden. Die Speicherung der Chromato-

graphiedaten in der eingebundenen Datenbank vereinfacht den Datenabruf durch intelligente Suchvorgänge, bietet aber zudem Schutz vor nichtbefugtem Zugriff sowie umfassende Dokumentation aller Eingriffe durch die Anwender.

Somit bedient die Empower-Software insbesondere große Unternehmen mit umfangreicher Analytik und hohem Probandendurchsatz, wobei Forschungsgruppen weltweit prinzipiell Zugang zu den Resultaten gewährt werden kann. Die Client/Server-Struktur bedingt dabei,

dass Anwender selten in der Nähe des Instruments arbeiten, vielmehr mehrere Geräte aus der Ferne überwachen. Die Verlässlichkeit eines GC und umfangreiche diagnostische Funktionen, die rechtzeitig auf einen notwendigen Wartungsschritt hinweisen, sind dafür unerlässlich.

Schnelle Antworten auf analytische Fragen

Aufgrund der Globalisierung von Unternehmen werden analytische Daten von Projektgruppen weltweit bearbeitet, und Resultate fließen in Forschung und Entwicklung ein. Durch seine herausragende Empfindlichkeit bei höchster Präzision hat der GC-2010 Plus die applikativen Möglichkeiten der Gas-Chromatographie signifikant erweitert. Seine Möglichkeiten die Analysendauer stark zu reduzieren ist zudem ein Beitrag schnelle Antworten auf analytische Fragestellungen zu finden. Die Zusammenführung von GC-2010 Plus und Empower vereinigt Leistungsvermögen, Zuverlässigkeit, Flexibilität und Sicherheit zu einem Paket. Zusammen bilden Software und Hardware somit ein ideales Team, um den zukünftigen Ansprüchen und Herausforderungen in der chemischen Analytik zu entsprechen.

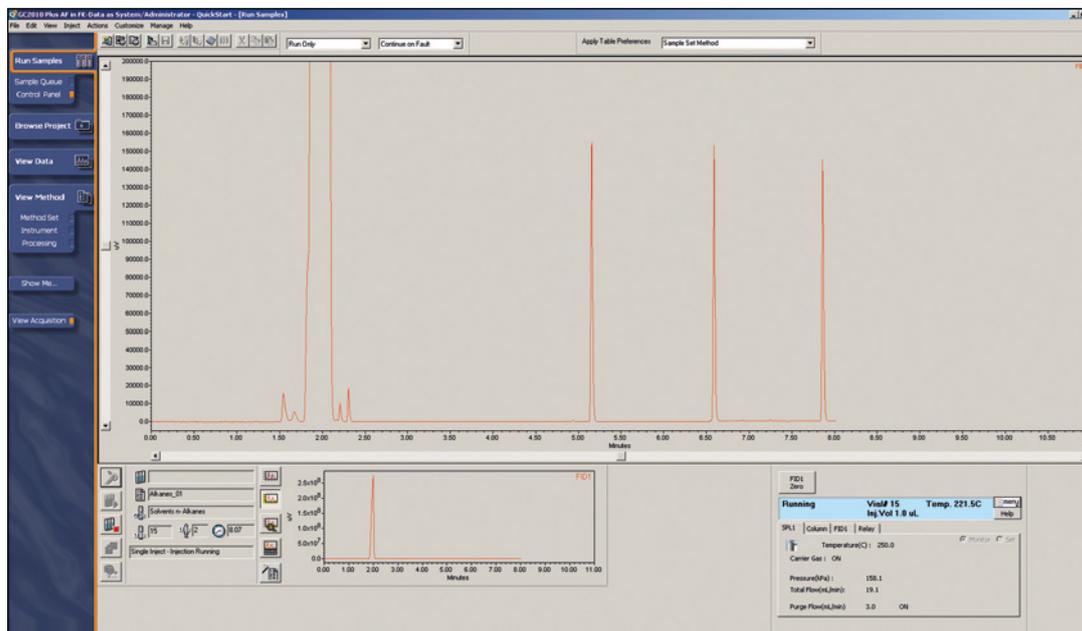


Abbildung 5: Empower Bildschirm des Easy Start Interfaces

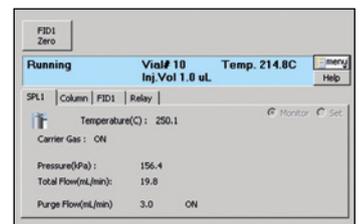


Abbildung 6: GC-2010 Plus Instrument Monitor unter Empower

24-Stunden-Support für

Tipps und Tricks für den TOC-L – „TOC-L Virtual Adv



Abbildung 1:
Startseite TOC-L
Virtual Advisor

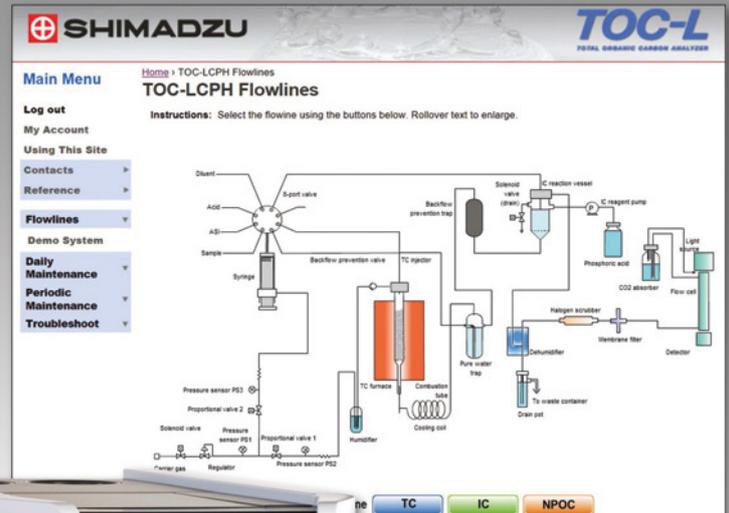


Abbildung 2: Die Flusslinie eines
TOC-L_{CPH} – Analysators



TOC-L_{CPH} mit Autosampler ASI-L

Für die TOC-V Serie wurde erstmals die Webseite „TOC Virtual Advisor“ eingerichtet, die sehr anschaulich die Funktionsweise und Wartungsarbeiten an dem TOC-Gerät schildert. Dieses erfolgreich und hilfreiche Tool gibt es nun

auch für die LC- und LCMS-Serie.

Zusätzlich hat Shimadzu den „Virtual Advisor“ für die neue TOC-L Serie angepasst: <http://toclva.ssi.shimadzu.com/> bietet vielfältige Informationen rund

um die TOC-L-Familie. Nach einer kurzen Registrierung stehen dem TOC-Anwender folgende Sektionen zur Verfügung:

- 1. „My Account“**
Hier kann sich der Anwender sein TOC-Analysen-System virtuell zusammenstellen. Insgesamt können bis zu fünf Systeme definiert und gespeichert werden. Die Inhalte der folgenden Webseiten werden dann auf das gewählte System abgestimmt.
- 2. „Using This Site“**
listet Tipps für die optimale Nutzung dieser Webseite
- 3. „Contacts“**
bietet Kontaktformulare für Verkaufsfragen, Servicefragen und Feedback
- 4. „Reference“**
Auf dieser Seite findet man

TOC-L Geräte

„Glossar“ im Internet

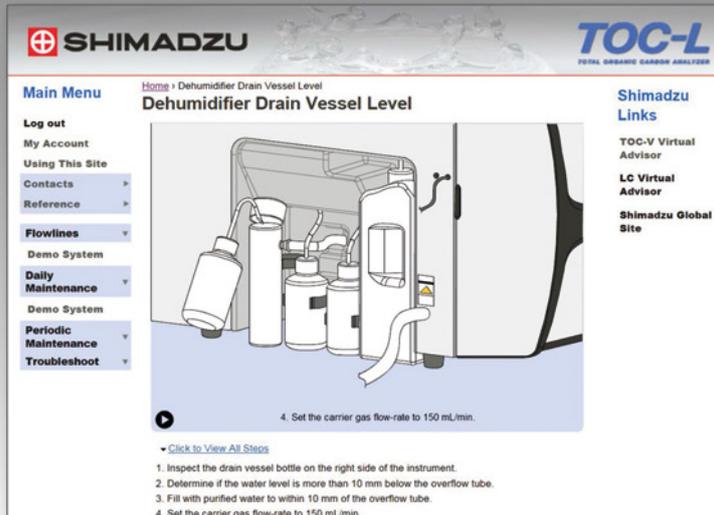


Abbildung 3: Das Auffüllen des Ablaufgefäßes vom Entfeuchter



Abbildung 4: Animation zum Wechsel des Katalysatorrohrs

nützliche Hintergrundinfos über die TOC-Bestimmung. In einem Glossar sind die wichtigsten Begriffe rund um die Analyse des TOC und des TN_b erklärt. Alle Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Substanzen für die TOC-/TN-Bestimmung kann man sich in der Sektion „MSDS“ als .pdf-Datei laden.

5. „Flowlines“

zeigt die Flusslinien der Geräte, die der Anwender unter Punkt 1 angegeben hat. Wurde zum Beispiel der TOC-L_{CPH} mit ASI-L und SSM-5000A genannt, werden alle drei Geräte gezeigt, und nach der entsprechenden Auswahl kann man sich die Flusslinie animiert darstellen lassen.

6. „Daily Maintenance“

Unter den verschiedenen Systemen findet man eine

Listung sinnvoller Überprüfungen, die eine optimale Benutzung des Mess-Systems ermöglichen. Wird eine davon aktiviert, öffnet sich ein zusätzliches Fenster mit der notwendigen Erläuterung. In Abbildung 3 wird zum Beispiel das Auffüllen des Ablaufgefäßes vom Entfeuchter erklärt.

7. „Periodic Maintenance“

Hier gibt es Rat für größere Wartungsarbeiten, etwa das Wechseln des Katalysators oder den Austausch von Spritze, Schläuchen und O-Ringen. In kleinen animierten Filmen wird Schritt für Schritt die Wartungsarbeit vorgeführt.

8. „Troubleshooting“

Diese Seite ist zur Zeit im Aufbau. Später kann man hier verschiedenen Phänomenen auf den Grund gehen. Dafür

wählt man das momentane Phänomen aus. Dann öffnet sich die zugehörige Flusslinie, wobei eine Stelle besonders markiert ist. Hierzu stellt das System eine bestimmte Frage, die der Anwender mit „Yes“ oder „No“ beantwortet. Entsprechend gibt das System einen Ratschlag zur Problemlösung oder man wählt eine andere Stelle mit einer weiteren Frage. Somit wird das aufgetretene Problem Stück für Stück analysiert. Bis zur Fertigstellung dieser Seite kann man die „Troubleshooting“-Seite des TOC-V Virtual Advisor als Reference nutzen.

Die Website wird stetig weiterentwickelt. Momentan steht sie in Englisch zur Verfügung, weitere Sprachen folgen.



Jubiläumspakete zum FTIR-Geburtstag

55 Jahre FTIR-Spektroskopie

Die Infrarotspektroskopie ist das wichtigste analytische Verfahren zur eindeutigen Identifizierung von Proben aus einem weiten Applikationsbereich wie Arzneimittel, Lebensmittel, Polymere oder Mineralöle. Shimadzu entwickelt seit 1956 Infrarotspektrometer und bietet aktuell mit dem IRAffinity-1 und dem IRPrestige-21 moderne Systemkonfigurationen, die maßgeschneidert an das unterschiedlichste Probenmaterial angepasst werden können.

Rechtzeitig zum 55-jährigen Jubiläum seiner Infrarotspektroskopie bietet Shimadzu fertig konfigurierte Produkt-Pakete zu Jubiläumspreisen – zugeschnitten auf die Analytik von Polymeren oder Mineralölen.

Mit den ATR-Techniken wie die klassische horizontale ATR oder der Einfach-Reflexion ATR lassen sich viele analytische Probleme

und Aufgaben mit der FTIR-Technik lösen. Die Einheiten sind einfach zu bedienen und führen innerhalb weniger Sekunden zum Ergebnis ohne aufwändige Probenvorbereitung.

FTIR-Polymer-Jubiläumspaket

In der Polymeranalytik hängt die Analyse mit Hilfe der ATR-Technik vom physikalischen Erscheinungsbild des Kunststoffes ab. Ist er weich, hart oder extrem hart? Oder ist das Polymer farblos, hell oder rein visuell pechschwarz? Je nach Eigenschaft muss das Zubehör gewechselt werden.

Eine attraktive Lösung bildet hierzu die Zubehöreinheit SilverGate™ von SPECAC. Mit der „Evolution“ Serie lässt sich die Messplatte mit dem integrierten

Messfenster einfach austauschen. Für stark absorbierendes Material kann eine Platte mit Ge-Kristall genutzt werden und für die Standardmessung ein ZnSe-Kristall.

Die unterschiedliche Physik der Kristalle ermöglicht es, die Strahlung in verschiedene Tiefen der Probe eindringen zu lassen.

Das FTIR-Polymer-Jubiläumspaket umfasst die folgenden Systemkomponenten:

- IRAffinity-1 FTIR Spektrophotometer
- zertifizierter Polystyrolfilm zur Gerätevalidierung
- Polymerbibliothek
- SilverGate™ mit ZnSe und Germanium Kristall.

FTIR-Mineralöl-Jubiläumspaket

In der Mineralölanalytik wird DIN-gemäß eine Flüssigkeitsküvette für die Prüfungen nach FAME (Fatty acid methyl ester – Fettsäuremethylester), Rußgehalt oder anderer Eigenschaften eingesetzt. Diese Methoden benötigen Lösemittel, deren Verbrauch jeder Anwender gerne reduzieren möchte.

Es gibt immer mehr Bestrebungen diese Analytik auch mit einer ATR-Technik zu lösen. Hierbei muss jedoch auf die Konzentration der gesuchten Parameter im Öl geachtet werden. Eine Mehrfach-Reflexion-ATR erhöht die für diese Applikation benötigte Schichtdicke. In einem Paket für die Mineralölanalytik bietet Shimadzu eine Lösung für alle Bedürfnisse. Das ganze wird mit Software kombiniert zur automatisierten Bestimmung zum Beispiel von FAME, Kohlenwasserstoffe nach Brandes und mehr.

Eine ideale Lösung ist es, beides einzusetzen – die Flüssigzelle für die Nachweisanalytik und die ATR für die Routineanalytik. Bei der ATR sollte es ein System sein aus dem Bereich der H-ATR (horizontale abgeschwächte Totalreflexion).

Das FTIR-Mineralöl-Jubiläumspaket besteht aus den folgenden Systemkomponenten:

- IRAffinity-1 FTIR Spektrophotometer
- zertifizierter Polystyrolfilm zur Gerätevalidierung
- zertifizierte Flüssigküvette 100 µm mit CaF₂-Fenstern
- Gateway mit ZnSe-Kristall in der Ausführung mit Trog für Flüssigkeiten

FTIR-Basis-Starter-Paket

Ein weiteres Paket zum Beispiel für die klassische Infrarot-Spektroskopie in Transmission für Flüssigkeiten und Pulver ist das FTIR-Basis-Starter-Paket, bestehend aus den folgenden Systemkomponenten:

- IRAffinity-1 FTIR Spektrophotometer
- zertifizierter Polystyrolfilm zur Gerätevalidierung
- „Paket Flüssigkeiten“ für Transmissionmessungen bestehend aus diversen Messzellen
- „Paket Pulver“ für Transmissionmessungen bestehend aus einer effektiven Handpresse

Wir schicken Ihnen weitere Informationen gerne zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp. **Info 400**

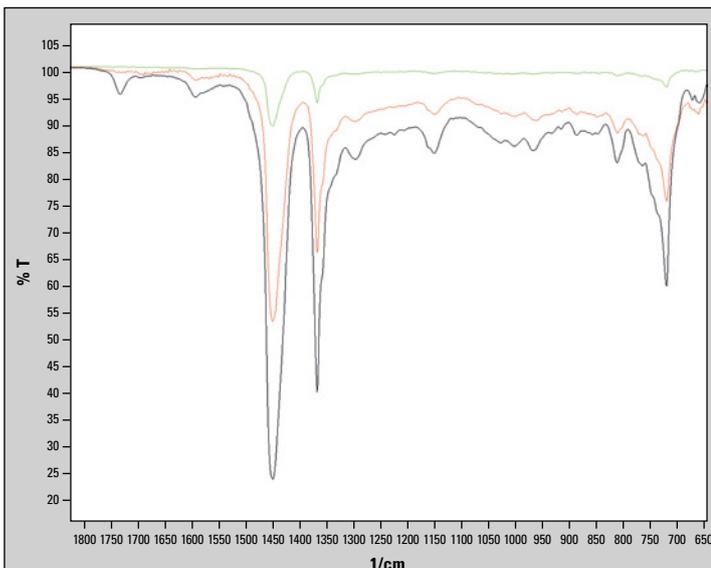


Abbildung 1: Dargestellt ist der Einfluss der Schichtdicke auf ein Hydrauliköl-Spektrum; abgebildet sind drei ATR-Spektren mit einer Reflexion (grün, ~ 4 µm Schichtdicke), mit Dreifach-Reflexion (rot, 12 µm Schichtdicke) und Mehrfach-Reflexion (schwarz, > 20 µm Schichtdicke), wobei sich die Schichtdicke auf den Bereich um 1000 cm⁻¹ im Infrarotspektrum bezieht.