SHIMADZU
Excellence in Science

NEWS 03 2012

Curiosity ist gelandet – Interferenzfilter in der Praxis

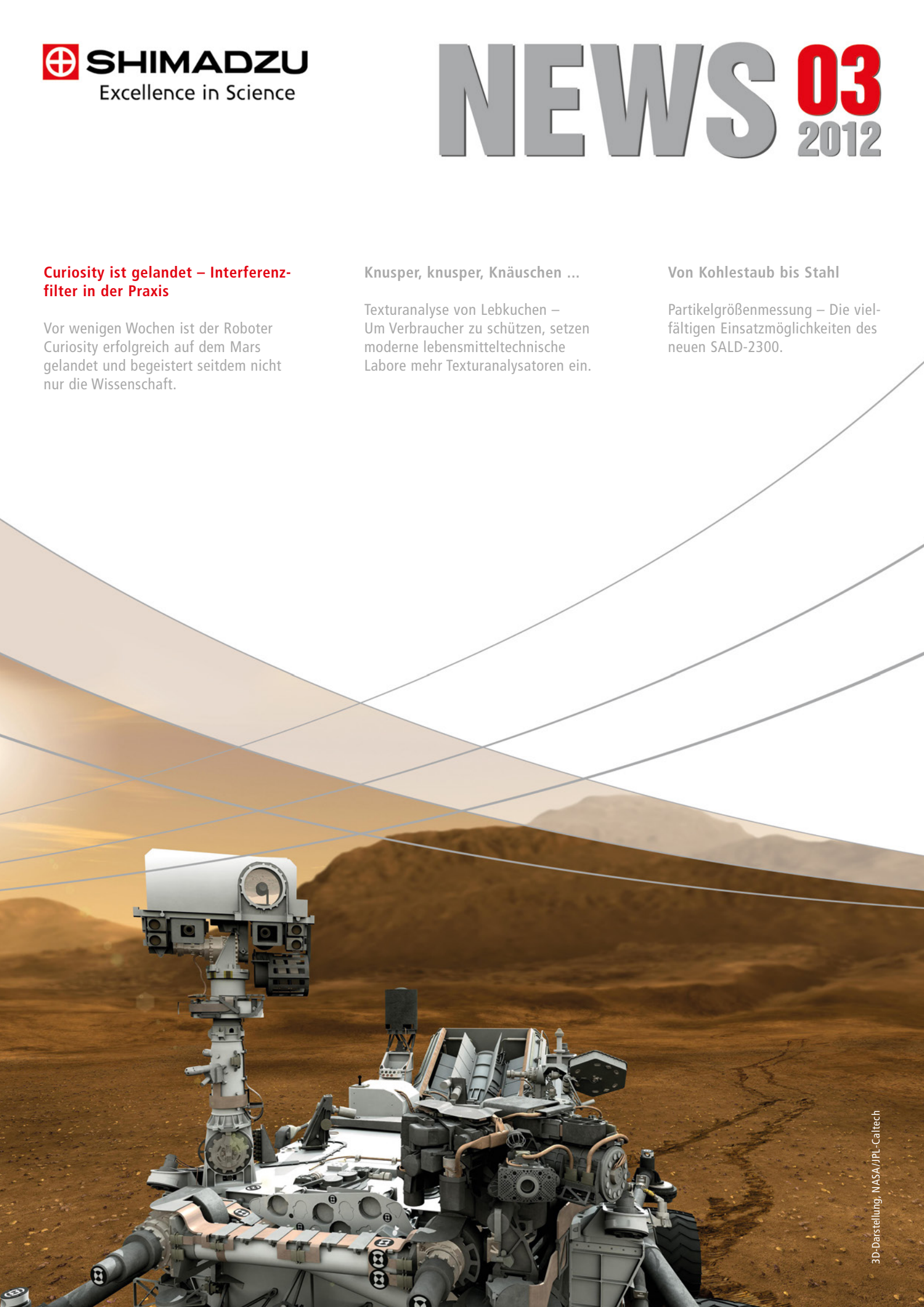
Vor wenigen Wochen ist der Roboter Curiosity erfolgreich auf dem Mars gelandet und begeistert seitdem nicht nur die Wissenschaft.

Knusper, knusper, Knäuschen ...

Texturanalyse von Lebkuchen – Um Verbraucher zu schützen, setzen moderne lebensmitteltechnische Labore mehr Texturanalysatoren ein.

Von Kohlestaub bis Stahl

Partikelgrößenmessung – Die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten des neuen SALD-2300.



3D-Darstellung, NASA/JPL-Caltech

INHALT

APPLIKATION

UV-VIS-Spektroskopie 2

Polymorphismus-Nachweis des DGAT-Gens mit Mikrochip-Elektrophorese 6

Energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie von Agrarprodukten 9

Reinigungsvalidierung 10

Infrarot-Mikroskopie 14

TD-20 Thermodesorber – Vergleichende Emissionsanalysen von Defekten in Polymeren 20

PRODUKTE

Universalprüfmaschine in Lehre und Forschung 4

ICP-OES-Spektrometrie 8

Partikelgrößenmessung – Die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten des neuen SALD-2300 13

Knusper, knusper, Knäuschen ... Texturanalyse von Lebkuchen 16

Nexera UHPLC – Schnelle Analyse von Resveratrol in Rotwein 18

Neue UFMS-Systeme 22

AKTUELLES

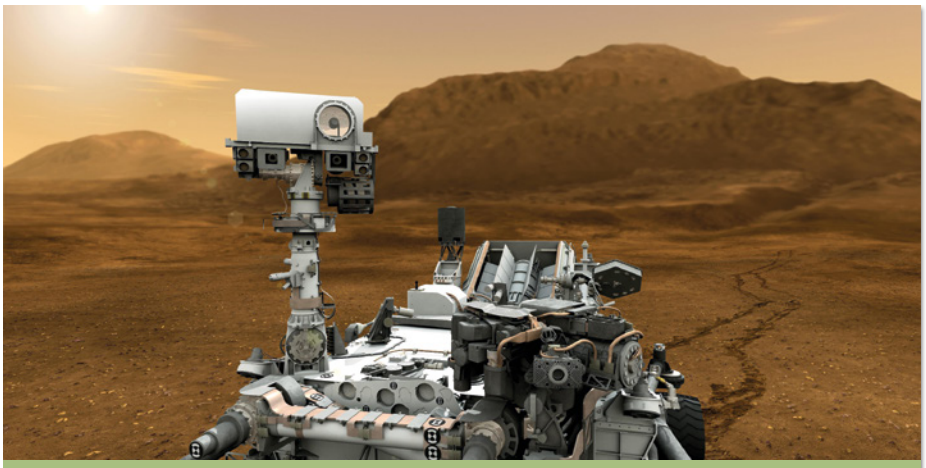
NEU: Umfassendes Applikationshandbuch – Online- und Labor-TOCs 12

MESSE

DYMAT 2012 – Ein Rückblick 17

SHIMADZU
Excellence in Science

Die „High Absorba eines Interferenzfil



Marsroboter Curiosity (3D-Darstellung, NASA/JPL-Caltech)

Curiosity ist gelandet – Interferenzfilter in der Praxis

Vor wenigen Wochen ist der Roboter Curiosity erfolgreich auf dem Mars gelandet und begeistert seitdem nicht nur die Wissenschaft. Curiosity ist mit zehn wissenschaftlichen Instrumenten ausgestattet, um seine Mission zu erfüllen. Hauptkamera des Rovers ist die MastCam. Beide Optiken der Kamera haben ein Filtersystem, das die Abbildung der zu untersuchenden Strukturen in unterschiedlichen Längenbereichen des Lichts ermöglicht. Dadurch wird die Marsoberfläche sowohl in Echtfarben als auch in so genannten Falschfarben wiedergegeben. Speziell durch diese Falschfarben-Aufnahmen wird es möglich sein, Unterschiede in der mineralogischen Zusammensetzung des Bodens hervorzuheben.

Die UV-VIS-Spektroskopie eignet sich hervorragend zur Analyse von Interferenzfiltern. Diese optischen Filter, die auch beim Roboter Curiosity zum Einsatz kommen, lassen nur bestimmte Bereiche des Lichtspektrums passieren. Je nach Zielanwendung transmittieren sie in kleinen scharfen, breiten oder weiten Bereichen.

In den meisten Fällen besteht ein Interferenzfilter aus einem Mehr-

Zuordnung	Durchlässigkeitsbereich [nm]	Absorptionsbereich [nm] (Minima)	Wert [Abs]
Filter 1	270 - 380	270 - 380	0,1
		660 - 770, 700	6,5
		820	4,7
		854	5,3
Filter 2	472 - 490	472 - 490	0,10
		< 330	6,2
		386	6,5
		620	5,87
		637	6,5
		831	6,4
Filter 3	510 - 560	510 - 560	0,11
		< 318	5,88
		808	5,1

Tabelle 1: Interferenzfilter mit dem ungefähren Durchlässigkeitsbereich in Wellenlängen der Transmissionsspektren (siehe Abb. 1) und der Vergleich zu den „Hoch"-Absorptionsspektren der Filter und den entsprechenden Absorptionswerten (siehe Abb. 2 bis 4)

nce“-Methode zur Qualifizierung ters

UV-VIS-Spektroskopie

schichtensystem, das so konzipiert ist, dass weite Bereiche der Strahlung absorbiert werden. Diese Absorption ist das Ergebnis von Reflexionen an einer oder mehreren interferiernden Filterschichten. Der Anteil transmittierter Strahlung wird hierbei durch die Interferenz zwischen einfallender und reflektierter Wellenlänge begrenzt. Für die Qualität eines Interferenzfilters ist die Form der Absorptionskanten wichtig; sie sollte möglichst steil sein, so dass die Signalausgabe einem Rechteck ähnelt.

Drei Filter im Vergleich

In dieser Applikation wurden drei Interferenzfilter mit der UV-VIS-Spektroskopie untersucht. Die Größe der Filter von 1 cm Durchmesser erfordert, mit einer passenden Halterung zu arbeiten, in diesem Fall dem „Rotating film holder“, der einen kleinen Messfleck durch Masken unterstützt. Die Spektren dieser Messung sind in Abbildung 1 wiedergegeben. Die gemessenen Transmissionsspektren charakterisieren die Interferenzfilter als mehr oder weniger schmalbandig (Tabelle 1). Der Wirkungsbereich liegt im ultravioletten und sichtbaren Bereich. Filter 1 ist im Vergleich zu Filter 2 und 3 ein eher breitbandiger Filter.

Transmissions- und Absorptionsmessung

Es wurde hierbei die Transmissions- wie auch die Absorptionsmessung durchgeführt. Die Prüfung der Absorption ist hierbei unüblich. Von Interesse ist jedoch, wie gut letztendlich die Filterung der nicht gewollten Wellenlängen durch den Interferenzfilter ausgeführt wird.

Bei der Betrachtung der Transmissionsspektren erkennt man, dass die Nullprozent-Transmission graphisch erreicht ist, was man in Abbildung 1 in der Ausbildung einer Null-Linie über den Wellenlängenbereichen erkennt, die den Filter nicht durchdringen sollte. Die Absorptionsmessung entspricht einer Konvertierung nach Lambert-Beer, wobei die Absorption den logarithmierten Anteil der Transmission darstellt: Abs = log (To/T). To ist die Energie der Transmission vor der Probe und

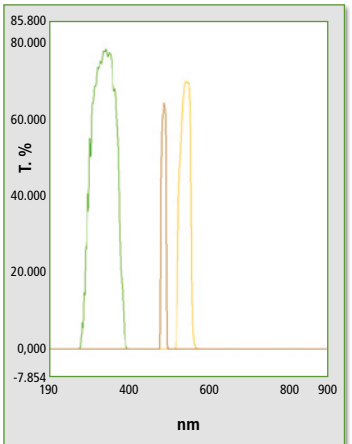


Abbildung 1: UV-VIS Transmissionsspektren dreier Interferenzfilter mit unterschiedlicher Wellenlängendurchlässigkeit, wobei die grüne Linienfarbe Filter 1, die rostrote Linienfarbe Filter 2 und die gelbe Linienfarbe Filter 3 darstellen. Vergleich mit Filtern, die bei Curiosity zum Einsatz kommen (http://msl-scicorner.jpl.nasa.gov/Instruments/Mastcam/).

T nach dem Probendurchgang. Abs steht für die Extinktion oder Absorption.

Absorptionsmessungen und Durchlässigkeiten

Die „High Absorbance“-Messungen, das heißt, der Anteil des Lichts der in dem Interferenzfilter verbleibt, weisen ein anderes Muster an Durchlässigkeiten (Absorptionsminima) auf. Die Rohdaten der Messung sind in den Abbildungen 2 bis 4 dargestellt.

Hierzu wurde das Shimadzu UV-2700 unter Verwendung der „Hoch“-Absorptionsmethode zur Messung eingesetzt. Mit diesem Zweistrahl-Spektrophotometer ist es möglich, bis zu acht Absorptionseinheiten eines Materials sichtbar zu machen. Betrachtet man die Messungen unter dieser Methode, findet man das – abgesehen vom eigentlichen Transmissionsbereiches des Filters – weitere, schwächere absorbierende Stellen im Interferenzfilter auftreten. Die Absorptionsminima, die Durchlässigkeiten anzeigen, sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Alle drei Filter zeigen individuelle Absorptionsspektren. Je nach eingesetztem Material zur Erzeugung der Interferenzen gibt es entsprechende Absorptionsmuster. Ist beim Einsatz der Interferenzfilter ein Detektor empfindlich genug, könnten diese kleinen Abweichungen für ein unspezifisches Untergrundrauschen bei der Ausgabe sorgen.

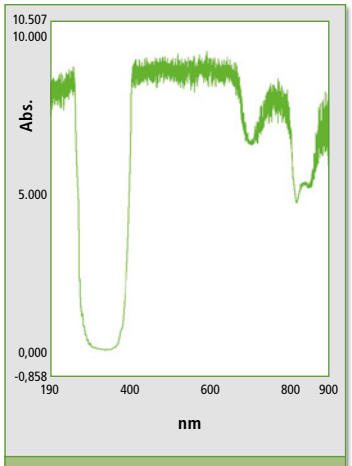


Abbildung 2: Absorptionsspektrum von Interferenzfilter 1 im Bereich von 190 bis 900 nm. Das Spektrum wurde mit einem Datenintervall von 0,01 nm aufgenommen bei 1 nm Spalt und weist eine Durchlässigkeit bei 270 - 380 nm auf.

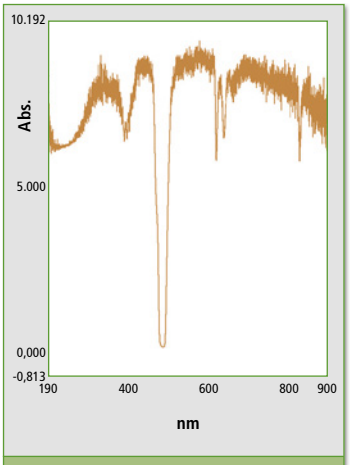


Abbildung 3: Absorptionsspektrum von Interferenzfilter 2 mit der Durchlässigkeit von 472 - 490 nm

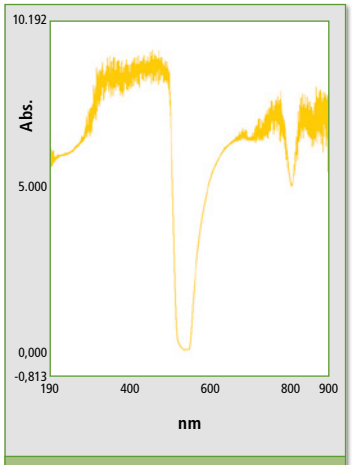


Abbildung 4: Absorptionsspektrum von Interferenzfilter 3 mit der Durchlässigkeit von 510 - 560 nm

Zerstören auf wissenschaftl

TU Dortmund und Shimadzu – Universalprüfmaschine in Lehr

Abbildung 1: Shimadzu im Hörsaal ...

... Vorlesung Werkstofftechnik 3 an der TU Dortmund

Um einer großen Zahl von Studierenden die Grundlagen der Werkstofftechnik zu vermitteln, hat der Fachbereich Werkstoffprüftechnik (WPT) der TU Dortmund ein interaktives Vorlesungskonzept entwickelt, das die bisherigen Kleingruppen-Laborversuche ablöst, aber dennoch alle aktiven Bestandteile enthält. Inhaltlich steht die anschauliche Vermittlung von praxisrelevantem Wissen im Mittelpunkt; dabei kommen Prüfmaschinen für Spitzenforschung in mobiler Kleinlastausführung zum Einsatz.

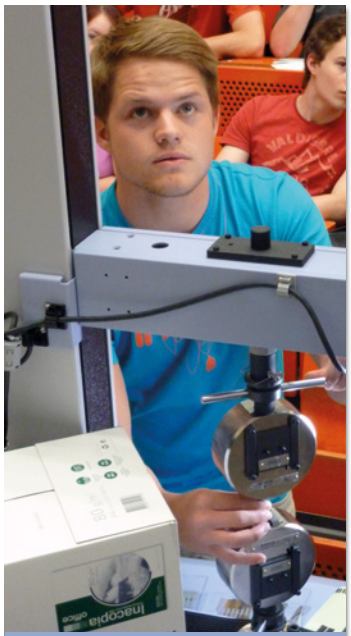
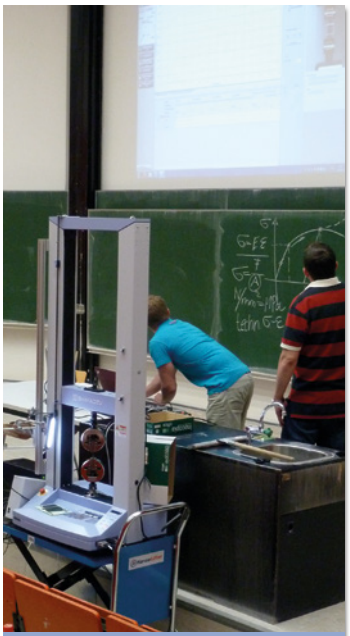


Abb. 2: Durchführung des Zugversuchs ...



... im Hörsaal – TU Dortmund

Unter Anleitung der betreuenden wissenschaftlichen Angestellten bedienen die Studierenden die Mess- und Prüfsysteme während der Versuchsreihen selbst. Anschließend werden die Ergebnisse im Auditorium präsentiert und diskutiert, um die Kommunikation und Interaktion zwischen Lehrenden und Studierenden zu stärken. Neben Motivations- und Verständnissteigerung sollen durch die praktische Darstellung theoretisch schwierig greifbarer Themen die Durchfall- und Abbruchquoten im Studium merklich reduziert werden.

Ein grundlegendes Experiment der zerstörenden Werkstoff- und Bauteilprüfung ist der Zugversuch. Er wurde den Nachwuchswissenschaftlern unter Verwendung einer Shimadzu-Universalprüfmaschine AGS-X 5 kN vorgestellt. Das Gerät ist mit einem Videoextensometer TRViewX ausgestattet. Die Studierenden hatten die Aufgabe, Proben vor-

icher Basis

e und Forschung

zubereiten und einzuspannen sowie das Videoextensometer auszurichten (Abbildung 2). Der Erfolg des neuen Vorlesungskonzepts zeichnet sich durch die aktive Teilnahme der Studierenden und die sehr positive Vorlesungsevaluierung aus.

Genaue Mess- und Prüfverfahren für die Werkstoffbeurteilung

Prof. Dr. Frank Walther leitet die Werkstoffprüftechnik (WPT) der Technischen Universität Dortmund. In Forschung und Lehre werden grundlagen- und anwendungsorientierte Themen der zerstörenden und zerstörungsfreien Werkstoff- und Bauteilprüfung behandelt. Im Mittelpunkt steht dabei die Anwendung unterschiedlichster Mess- und Prüfverfahren, um Struktur-Eigenschaft-Beziehungen zu charakterisieren, qualifikationen und Kernarbeitsgebiete finden sich in Abbildung 3 wieder.

Als Kernbausteine der Forschungsstrategie (Abbildung 4) werden die Analyse der Werkstoffe und Mikrostrukturen mit prozess- und produktoptimierten Mess- und Prüfverfahren verknüpft, um Werkstoffe und Bauteile zu charakterisieren, Eigenschaften zu modellieren und die Lebensdauer zu berechnen. Die exakte Beschreibung des Einflusses von Herstell- und Betriebsbedingungen auf die grundlegenden Materialkennwerte dient dazu, das Eigenschaftsprofil zu optimieren und die Funktionssicherheit von Bauteilen zu erhöhen.

Die bearbeiteten Themenstellungen reichen von der wissenschaftlichen Grundlagenforschung bis zur anwendungsbezogenen (bilateralen) Entwicklungs- und Untersuchungsdienstleistung für Industrieunternehmen.

Dem Unternehmen Shimadzu dürfen wir an dieser Stelle für die exzellente Kooperation und tolle Unterstützung unserer Lehraktivitäten herzlich danken!

Werkstoff- und Bauteilprüfung	Ermüdung	Korrosion und Korrosionsschutz
Materialografie	Low- und High-Cycle-Fatigue (LCF/HCF)	Elektrochemische Korrosionsprüfung
Mikroskopie	Thermo-Mechanical-Fatigue (TMF)	Immersionstest
Zerstörende Prüfung (zP)	Very-High-Cycle-Fatigue (VHCF)	Beschichtungen auf Sol-Gel-Basis
Zerstörungsfreie Prüfung (zfP)	Verformungsinduzierte Phasenumwandlungen	
Berechnung des Schädigungsfortschritts und der (Rest-)Lebensdauer		
Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von Konstruktionswerkstoffen		
Einfluss von Fertigung, Betriebsbeanspruchung und Korrosion auf die Bauteileigenschaften		

Abbildung 3: Schlüsselqualifikationen und Kernarbeitsgebiete

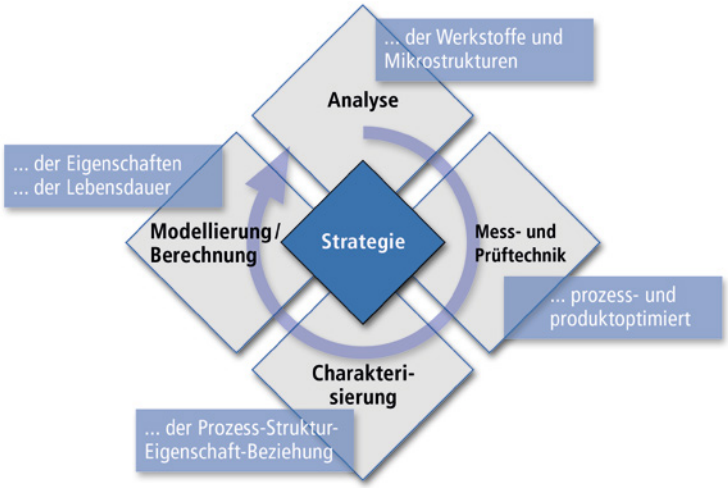


Abbildung 4: Forschungsstrategie

Kontakt:
TU Dortmund
Fachgebiet Werkstoffprüftechnik (WPT)
Prof. Dr.-Ing. habil. Frank Walther
Leonhard-Euler-Str. 5 · 44227 Dortmund

Telefon: (0231) 755 - 80 28
Telefax: (0231) 755 - 80 29
E-Mail: frank.walther@tu-dortmund.de
Web: www.wpt-info.de

wpt Werkstoffprüftechnik
Prof. Dr.-Ing. habil. Frank Walther
www.wpt-info.de

Von M. Bauer[1,2], D. Vašiček[1] und K. Vašičkova[1]
1 Animal Production Research Centre, Nitra, Slowakei
2 Constantine the Philosopher University, Nitra, Slowakei

Holstein-Rind und slowakisches Fleckvieh

Polymorphismus-Nachweis des DGAT-Gens mit Mikrochip-Elektrophorese

Zuchtziele von Rinderrassen hängen stark von dem späteren Einsatzzweck der Tiere ab. So gibt es Rassen, die für die Milchproduktion, die Fleischproduktion, den Einsatz als Arbeitstiere oder die Kombination mehrerer Einsatzziele besonders geeignet sind. Durch die strenge Zucht unterscheiden sich die Tiere auch genotypisch. Das Ziel der vorliegenden Studie bestand im Nachweis des K232A-Polymorphismus im Acyl-CoA: Diacylglycerol-Acyltranferase-1-Gen (DGAT1), das eine wichtige Rolle im Stoffwechsel übernimmt und so auch die Milchproduktion der Kühe beeinflusst – in Holstein-Rindern und slowakischem Fleckvieh in der Slowakei.

Proben von 87 Tieren der holsteinischen und 42 der slowakischen Fleckvieh-Rasse wurden genotypisch für den DGAT1-K232A-Polymorphismus (A und K Allele) mit Hilfe der PCR-RFLP-Technik analysiert. Die schnelle, automatische Detektion der PCR-Produkte mit dem Mikrochip-Elektrophorese-Gerät MCE-202 MultiNA ermöglichte eine eindeutige Identifizierung von drei unterschiedlichen Genotypen (AA-Homozygot, AK-Heterozygot und KK-Homozygot).

Die Holstein-Rasse wies Häufigkeiten von 0,8621 für das A-Allel und 0,1379 für das K-Allel auf. Die meisten Tiere waren AA-Homozygoten (Häufigkeit 0,7356) oder AK-Heterozygoten (Häufigkeit 0,2529). Nur eine einzige KK-Homozygote (0,0115) wurde in den untersuchten Proben gefunden. Die festgestellte Häufigkeit des Allels K in den überprüften slowakischen Holstein-Herden ist geringer als es für diese Rasse in anderen Ländern berichtet wird. Die genotypischen Daten für den K232A-Polymorphismus im slowakischen Fleckvieh zeigten sogar eine niedrigere Häufigkeit für das K-Allel (0,0476) als in der Holstein-Rasse. Diese Ergebnisse könnten genutzt werden, um weitere Assoziationsstudien zwischen diesem Genort und der Milchleistungen in diesen Rassen durchzuführen.

Einleitung

DGAT1 kodiert für das Enzym Acyl-CoA: Diacylglycerol-Acyltranferase, das in physiologischen Prozessen eine fundamentale Rolle beim zellulären Diacylglycerol-Stoffwechsel einnimmt, wie beispielsweise der Fettaufnahme im Darm, der Lipoproteinsynthese, der Fettgewebebildung und der Milchproduktion, die in den Triacylglycerol-Stoffwechsel in höheren Eukaryoten involviert sind [1]. Zusätzliche Untersuchungen haben den Einfluss einer K232A-Mutation (Austausch von Lysin gegen Alanin an Position 232 des DGAT1-Protein) auf die Funktion der resultierenden Enzyme gezeigt [2]. Andere Untersuchungen haben nachgewiesen, dass sich die zwei Allele beim K232A-Polymorphismus in mehreren Rassen aus verschiedenen Ländern trennen [3].

Ungeachtet dessen variiert die berechnete Häufigkeit der Allele je nach betrachteter Population außerordentlich, was unterschiedliche Zuchtziele bezüglich der Milchzusammensetzung in verschiedenen Ländern und Rassen widerspiegeln könnte. Mit dem Lysin-Austausch (K-Allel) war eine signifikante Abnahme von Protein- und Milchanteilen und ein Anstieg des Fettanteils verbunden. Der Alanin-Variante (A-Allel) war ein Anstieg der Protein- und Milchanteile und eine Abnahme des Fettanteils zuzuordnen [4; 5].

Die Mikrochip-Elektrophorese hat bei der DNA-Analyse in letzter Zeit viel Aufmerksamkeit errungen. Gründe dafür sind hohe Effizienz, hoher Durchsatz, Zeitersparnis, leichte Bedienbarkeit und geringer Verbrauch an Proben und Reagenzien [6]. Bei einer Mikrochip-Elektrophorese (MCE) werden Nukleinsäurefragmente unter Hochspannung elektrophoretisch in einem Chip mit mikrofeinen Kanälen getrennt, wobei ein automatischer Detektionsmechanismus sowie eine Online-Datenauswertung zum Einsatz kommt. MCE hat sich daher als wirkungsvolles Werkzeug zur elektrophoretischen Trennung von einer Vielzahl verschiedener DNA-Proben herausgestellt, womit eine brauchbare Alternative zu herkömmlichen Agarose oder PAGE Gelelektrophorese-Anwendungen zur Verfügung steht.

Material und Methoden

DNA aus Haarwurzeln und Blut wurde mit einem Maxwell 16 Magnetic Particle Processor und dem zugehörigen Maxwell Gewebe oder Blut Aufreinigungskit (Promega, USA) nach Anleitung des Herstellers isoliert. Genomische DNA wurde mit einer PCR-RFLP-Analyse für den Genort, der für den DGAT1 K232A-Austausch verantwortlich ist, genotypisch erfasst. PCR-Reaktionen wurden in einem Gesamtvolumen von 20 µL durchgeführt, wobei 10 - 50 ng genomischer DNA-Template, 1X PCR-Puffer, 2,5 mM $MgCl_2$, jeweils 0,2 mM dNTPs, 5 % DMSO, 0,8 U AmpliTaq Gold DNA-Polymerase (Applied Biosystems, USA) und 0,4 µM von jedem Primer eingesetzt wurden. Das PCR-Programm umfasste einen anfänglichen Denaturierungsschritt bei 95 °C für 5 min, 35 Zyklen bei 94 °C (60 s), 63 °C (60 s) und einen abschließenden Extensionsschritt für 10 min bei 72 °C. Modifizierte Primer zur Amplifikation des 352-bp-Fragments des Rinder-DGAT1-Gens (Sequenz-Abfolge. Nr. AY065621.1; forward-Primer: 5´-catcctcttcctcaagctgttct-3´; reverse-Primer: 5´-gggcgaagaggaagtagtagaga-3´) wurden mit Hilfe der Primer3-Software entwickelt (frodo.wi.mit.edu/primer3/input.htm).

Die Restriktionsendonuklease CfrI (Fermentas, Germany) wurde für

die Restriktion des 352-bp-PCR-Produkts eingesetzt. Das ungeschnittene Fragment repräsentiert die Lysin-Variante, während die CfrI-Fragmente von 199 und 153 bp die Alanin-Variante repräsentieren.

PCR-Produkte wurden mit dem automatisierten MCE-202 MultiNA-Mikrochip-Elektrophoresesystem (Shimadzu, Japan) in Verbindung mit einem DNA-500-Kit nach den Anweisungen des Herstellers analysiert. Ein SYBR Gold-Fluoreszenzfarbstoff zur DNA-Färbung (Invitrogen, USA) und eine 25 bp DNA Ladder (Invitrogen, USA) wurden zur Größenbestimmung der PCR-Produkte verwendet.

Die PowerMarker-v.3.25-Software [7] wurde zur Berechnung der allelen und genotypischen Häufigkeiten und zur Abschätzung der Abweichung vom Hardy-Weinberg-Gleichgewicht für einen bestimmten Genort gewählt.

Ergebnisse und Diskussion

87 Tiere der Holstein-Rasse und 42 Tiere der slowakischen Fleckvieh-Rasse waren hinsichtlich des K232A-Polymorphismus im DGAT1-Gen mit neuen Primern für eine PCR-RFLP-Genotypisierung untersucht worden. Neue Primer wurden zur Erzeugung des 352-bp-PCR-Produktes entwickelt. Das ungeschnittene Fragment repräsentiert die Lysin-Variante (K-Allel), die CfrI-Fragmente von 199 bp und 153 bp die Alanin-Variante (A-Allel). Die Abbauprodukte ließen sich durch schnelle, automatisierte und Hochdurchsatz-Mikrochip-Elektrophorese, die eine eindeutige Trennung von drei unterschiedlichen Genotypen zeigte, effektiv analysieren (Abb. 1).

Allel- und Genotyp-Häufigkeiten sowie die Abschätzung des Hardy-Weinberg-Gleichgewichtes wurden mit PowerMarker-v.3.25 berechnet und sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die beobachtete Häufigkeit des K-Allels in der slowakischen Holstein-Viehherde ist niedriger als es für diese Rasse in anderen Ländern berichtet wird. Im deutschen Holstein-Rind liegen die Allel-Häufigkeiten nach Berichten für die Lysin-Variante K bei 0,35 bis 0,548, abhängig von der Probe [4], wohingegen das französische Holstein-Rind eine Häufigkeit des K-Allels von 0,37 aufweist [9].

Die Daten bezüglich des K232A-Polymorphismus vom DGAT1-Gens in der slowakischen Fleckvieh-Rasse zeigen sogar niedrigere Häufigkeiten des Allels K (0,0476) als in der Holstein-Rasse. In 42 untersuchten Tieren wurden 38 AA-Homozygoten (Häufigkeit 0,9048), aber nur vier AK-Heterozygote (0,0952) entdeckt. Eine derartig geringe Häufigkeit wurde auch von Fleckvieh-Rindern berichtet [4; 8]. Ein Chi-Quadrat-Test fand im Falle der Holstein- und der Fleckvieh-Rassen eine Abweichung vom Hardy-Weinberg-Gleichgewicht bei den Häufigkeiten des DGAT1 K232A-Genotyps. Dieses Ungleichgewicht könnte mit der Probenentnahme der genotypischen Tiere zusammenhängen oder kann ein Ergebnis der indirekten Selektion dieses Genorts, verursacht durch die Selektion für die Milchproduktion sein.

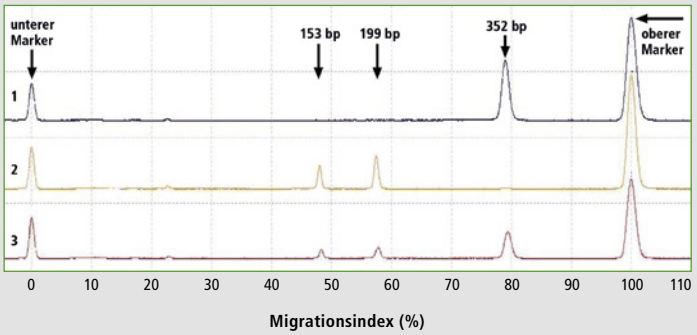


Abbildung 1: Repräsentative Ergebnisse der PCR-RFLP-Genotypisierung hinsichtlich des K232A-Polymorphismus des DGAT1-Gens in einer Holstein-Rasse mit Hilfe des Mikrochip-Elektrophorese-Geräts MCE-202 MultiNA. Spur 1: Genotyp KK; Spur 2: Genotyp AA; Spur 3: Genotyp KA.

Diese Ergebnisse könnten genutzt werden, um weitere Assoziationsstudien zwischen diesem Genort und Milchleistungen, zum Beispiel Milchproduktion, Fett und Proteingehalt in der Milch, durchzuführen. Etablierte Diagnostik der DGAT1-Varianten in individuellen Tieren könnte extrem hilfreich sein, um biochemische Wege, die in der Expression von Milchproduktionsleistungen involviert sind, weiter zu untersuchen oder mögliche Interaktionen mit anderen ursächlichen Genen zu untersuchen.

Rasse	N	Allel-Häufigeit		Genotyp-Häufigkeit			HWE	
		K	A	KK	KA	AA	χ^2	p-Wert
Holstein	87	0,1379	0,8621	0,0115	0,2528	0,7356	0,3490	0,5547
Gefleckt slowakisch	42	0,0476	0,9524	0	0,0952	0,9048	0,1050	0,7459

Tabelle 1: Allel- und Genotyp-Häufigkeiten sowie Hardy-Weinberg-Gleichgewicht des DGAT1 K232A-Polymorphismus in einer Testpopulation von Holstein- und slowakischen Fleckvieh-Rassen

Danksagungen

Dieser Beitrag wurde im Verlauf der Realisierung der „LAGEZ No. 26220120051“ und „MARKERY No. 26220220033“ Projekte geschrieben, die durch das Operational Programme Research and Development unterstützt und durch den European Regional Development Fund gefördert wurden.

Referenzen

1. Cases S., Smith S.J., Zheng Y.W., Meyers H.M., Lear S.R., Sande E., Novak S., Collins C., Welch C.B., Lusis A.J., Erickson S.K., Farese R.V.; 1998. Identification of a gene encoding an acylCoA: diacylglycerol acyltransferase, a key enzyme in triacylglycerol synthesis. Proc. Natl. Acad. Sci. USA, vol. 95, 1998, p. 13018 - 13023
2. Grisart B., Farnir F., Karim F., Cambisano N., Kim J.J., Kvasz A., Mni M., Simon P., Frere J.M., Coppieters W., Georges M.; 2004 Genetic and functional confirmation of the causality of the DGAT1 K232A quantitative trait nucleotide in affecting milk yield and composition. Proc. Natl. Acad. Sci. USA, vol.101, 2004, p. 2398 - 2403
3. Kaupe B., Winter A., Fries R., Erhardt G.; 2004. DGAT1 polymorphism in Bos indicus and Bos taurus cattle breeds. J. Dairy Res., vol. 71, no. 2, 2004, p. 182 - 187
4. Thaller G., Krämer W., Winter A., Kaupe B., Erhardt G., Fries R.; 2003. Effects of DGAT1 variants on milk production traits in German cattle breeds. J. Anim. Sci., vol. 81, 2003, p. 1911 - 1918
5. Weller J.I., Golik M., Seroussi E., Ezra, E., Ron M.; 2003. Populationwide analysis of a QTL affecting milkfat production in the Israeli Holstein population. J. Dairy Sci., vol. 86, 2003, p. 2219 - 2227
6. Zhang L., Dang L., Baba Y.; 2003. Microchip electrophoresis – based separation of DNA. J. Pharm. Biomed. Anal., vol. 30, 2003, p. 1645 - 1654
7. Liu K., Muse S.V.; 2005. Power Marker: An integrated analysis environment for genetic marker analysis. Bioinformatics, vol. 21, 2005, p. 2128-2129
8. Winter A., Kramer W., Werner F.A., Kollers S., Kata S., Durstewitz G., Buitkamp J., Womack J.E., Thaller G., Fries R.; 2002. Association of a lysine-232/alanine polymorphism in a bovine gene encoding acyl-CoA:diacylglycerol acyltrans-ferase (DGAT1) with variation at a quantitative trait locus for milk fat content. Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A., vol. 99, 2002, p. 9300 - 9305
9. Gautier M., Capitan A., Fritz S., Eggen A., Boichard D., Druet T.; 2007. Characterization of the DGAT1 K232A and variable number of tandem repeat polymorphisms in French dairy cattle. J. Dairy Sci., vol. 90, 2007, p. 2980 - 2988

Bestimmung von „Seltenen Erden" Elementen in Elektronikschrott

ICP-OES-Spektrometrie

Abbildung 1: ICPE-9000 simultanes ICP-OES-Spektrometer zur Beobachtung des Plasmas aus zwei Richtungen (mit dual View)

Nach IUPAC-Definition umfasst die Gruppe der sogenannten Seltenen Erden (Rare Earth Elements = REE) 17 Elemente des Periodensystems, allesamt Metalle. Anders als der Name vermuten lässt, kommen die Seltenen Erden in der Erdkruste recht häufig vor. Aufgrund ihrer geochemischen Eigenschaften liegen sie üblicherweise weit verstreut vor, und sie wirtschaftlich zu gewinnen ist schwierig – ob in mineralischer oder Erzform. Die größten Vorkommen sind in China (Mongolei), das den Weltmarkt kontrolliert.

Da die Seltenen Erden Elemente (SEE) für die Elektro und Elektronik-Industrie wichtig sind, boomt die Nachfrage. In europäischen Ländern könnte es sich lohnen, Elektronikschrott zu recyceln, um von teuren Importen unabhängig zu sein [1].

Das ICPE-9000 (Abbildung 1) wurde für die Bestimmung von Seltenen Erden Elementen optimiert. Allgemein wird das simultane ICP-OES-Spektrometer für die Analytik von Elektronikschrott (Mobiltelefone, Notebooks, Elektronikplatinen etc.) eingesetzt. Die Proben wurden mit Brechern und Mühlen vorbereitet, homogenisiert und zum Schluss einem Mikrowellenaufschluss unterzogen.

Optimierte Systemkonfiguration für Seltene Erden Elemente

Die quantitative Bestimmung der Seltenen Erden Elemente erfolgte mithilfe des ICPE-9000 und der ICPEsolution-Software, Ver. 1.31. Das Spektrometer mit Vakuum-Optik eignet sich besonders gut für vollautomatische Multi-Element-Analytik umfangreicher Messreihen und ist äußerst flexibel. So muss beispielsweise die Bestimmung Seltener Erden Elemente auch in Anwesenheit von Hauptelementen aus der Probenmatrix wie Kupfer, Eisen, Zinn oder Zink möglich sein – und zwar mit einem einzigen Verfahren durch Anwendung axialer und/oder radialer Plasmabeobachtung. Verschiedene Systemparameter lassen sich innerhalb einer Methode nutzen, was ermöglicht, die Systemkonfiguration für unterschiedliche Proben zu optimieren und so eine hohe Genauigkeit und niedrige Nachweisgrenzen sicherzustellen.

Gerät	ICPE-9000
RF Generatorleistung	1,2 KW
Plasmagas	10 l/min
Hilfsgas	0,6 l/min
Trägergas	0,7 l/min
Plasmatorch	Minitorch
Systemkonfiguration	axial / (radial)

Tabelle 1: Geräteparameter zur Bestimmung Seltener Erden Elemente

lich angesichts Hunderter, in der Literatur genannter, Analyse-Wellenlängen für die SEE. Der Schlüssel zu einer erfolgreichen Analyse Seltener Erden Elemente ist die richtige Auswahl der optimalen Wellenlänge. Abbildung 2 zeigt eine Auswahl, die zur Kalibrierung genutzt wurde.

Bei qualitativen und quantitativen Analysen wurden die experimentellen Daten für Standardlösungen

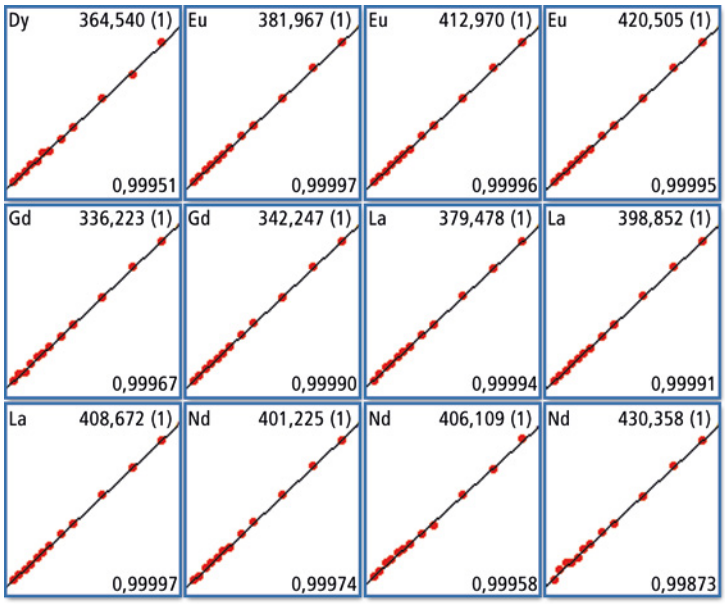


Abbildung 2: Kalibrationskurven ausgewählter Seltener Erden Elemente

Die Möglichkeit Wellenlängen zu ergänzen ist eine neue Funktion der ICPESolution-Software 1.31. Sie erlaubt dem jeweiligen Anwender Analyse-Wellenlängen hinzuzufügen, sofern sie nicht in der Datenbank enthalten sind. Diese Funktion ist äußerst nützlich wie für Proben mit den in Tabelle 1 aufgeführten Parametern ermittelt.

Referenzen:

1. The EU's Developing Raw-Materials Diplomacy, Bertelsmann Foundation, 2011

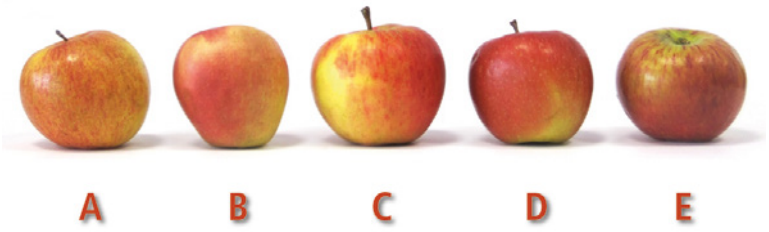
Wir schicken Ihnen weitere Informationen gerne zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp. **Info 405**

Golden Delicious, bitte in die Radiologie!

Energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie von Agrarprodukten

Apfel im Wunderland

»Was machst Du als Apfel hier beim Radiologen?«
»Ich bin nicht nur ein Apfel, ich bin ein Golden Delicious.«
»Also was machst Du hier, Golden Delicious?«
»Vorsorge.«
»Vorsorge? Gegen Schalenkrebs etwa?«
»Obwohl es Sie nichts angeht: gegen Stippe.«
»Staupe?«
»Stippe!!!«
»Was ist das denn?«
»Braune Flecken; auf der Schale und im Fruchtfleisch darunter.«
»Oh, und das ist schlimm?«
»Na, mir macht's nicht aus, nur den menschlichen Augen und Zungen.«
»Wieso?«
»Als Schönheitsfleck geht's nicht durch. Außerdem schmecke ich dann korkig und bitter. Wohl noch nie einen Apfel gegessen, was?!«
»Und wie hilft der Radiologe?«
»Wissenschaftler haben herausgefunden, dass die Neigung zur Stippe mit dem Kalziumgehalt zu tun hat. Bei über 30 mg/kg ist alles ok. Bei weniger als 20 bin ich krank. Bei zwischen 20 und 30 hängt viel von Magnesium und Kalium ab. Das ist von Apfel zu Apfel verschieden.«
»Ach was ... und wie hilft jetzt der Radiologe?«
»Er setzt mich in ein Analysegerät, ich werde schwach bestrahlt, und dabei wird mein Mineralstoffgehalt gemessen. So einfach.«
»Und danach?«
»Kann ich gehen.«
»Wohin?«
»Wohin!? Ins Verkaufsregal natürlich. Mir geht's doch gut! ...«



Probe	A	B	C	D	E
Ca (ppm)	225	139	246	661	172
K (ppm)	2.808	2.016	1.777	1.929	2.538
Verhältnis	12,5	14,5	7,2	2,9	14,8

Tabelle 1: FP-Messergebnisse diverser Äpfel. Messgerät EDX-720 in Standardkonfiguration. Alle Angaben in mg/kg (beziehungsweise ppm). Um die Lagerfähigkeit von Äpfeln im Kühlhaus zu verbessern, werden sie häufig mit $CaCl_2$ besprüht. Dies erklärt die erhöhte Kalziumkonzentration.

Äpfel in der Realität

Äpfel zählen zum gesündesten Fast-Food. Sie haben zwar keine Nährwerte in Rekordmenge, dafür aber ausgewogene Inhaltsstoffe. Ihre Polyphenole stärken das Immunsystem und können der Entstehung von Herz-Kreislauferkrankungen und Krebs vorbeugen.

Besonders eingelagerte Äpfel neigen aber dazu, Stippe auszubilden. Diese Flecken auf der Schale befallen auch das Fruchtfleisch darunter; es wird braun und schmeckt korkig.

Die Tendenz Stippe auszubilden korreliert mit dem Kalziumgehalt. Bei über 30 mg/ kg (30 ppm) ist alles in Ordnung, bei unter 20 mg/ kg (20 ppm) ist Stippe hingegen sehr wahrscheinlich. Bei einem Wert zwischen 20 - 30 ppm hängt viel von Elementen wie Magnesium und Kalium ab, die in Äpfeln in einer Konzentration von 25 - 50 mg/kg (Magnesium) und 500 - 1.500 mg/kg (Kalium) vorkommen.

Das EDX-720, ein energiedispersives Röntgenfluoreszenz-System, ist ein vielseitiges Analysengerät für die Agrarwissenschaft. Es bestimmt schnell und zuverlässig die Mineralstoffkonzentration von Kalzium (Ca) und Kalium (K) in Äpfeln. Der Messbereich des Geräts erstreckt sich von Natrium (Na) bis Uran (U) und Konzentrationen von wenigen ppm bis zu 100 %.

Für die in Tabelle 1 dargestellten Messergebnisse wurden standardlose FP-Messungen der Proben aus Abbildung 1 durchgeführt. Die Messzeit pro Probe lag bei 200 Sekunden. Vorteil dieser Messmethodik ist, dass keinerlei Probenvorbereitung notwendig ist. Der Apfel wird komplett in das Gerät gelegt und vermessen. Nach der Messung ist er unversehrt und kann weiterhin für den Verkauf verwendet werden. Durch den großen Probenraum von 150 x 300 mm können auch größere Früchte vermessen werden.

Neben Früchten kann das EDX-720 auch weitere für den Argrarbereich relevante Proben wie Boden oder Dünger auf ihre Zusammensetzung überprüfen.

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 406**

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: 7.340 · Englisch: 22.070

©Copyright
Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, November 2012. Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion gestattet.

Windows ist Warenzeichen der Microsoft Corporation. ©2012 Apple Inc. Alle Rechte vorbehalten. Apple, das Apple Logo, Mac, Mac OS und Macintosh sind Warenzeichen von Apple.

Welche TOC-Technik ist die Beste? Reinigungsvalidierung

TOC-L mit Autosampler ASI-L

Um Qualitätssicherung und Sicherheit in den Fertigungsanlagen der pharmazeutischen Industrie zu gewährleisten, ist es wichtig, eine Reinigungsvalidierung durchzuführen. Sie stellt sicher, dass die Menge an Reststoffen auf den Oberflächen der Produktionsgeräte innerhalb der zulässigen Grenzwerte liegt. Für die Reinigungsvalidierung mit Hilfe von TOC-Analysegeräten sind drei Verfahren verfügbar:

1: Probenahme von Spülwasser
2: Swab-Probe – wässrige Extraktion
3: Swab-Probe – Kohlenstoffmessung durch direkte Verbrennung.

Die Methoden werden hier im Detail beschrieben, wobei ein TOC-L_{CPH} Analysator zur Messung von Rückständen pharmazeutischer Produkte und ihrer Bestandteile eingesetzt wird.

Aufbereitung der Rückstandsproben

Um die Verfahren zur Reinigungsvalidierung zu bewerten, wurden Rückstandsproben hergestellt. Dazu wurden verschiedene pharmazeutische Produkte und ihre Bestandteile in Edelstahlgefäße gegeben. Die verwendeten wasserlöslichen und nicht-wasserlöslichen Substanzen sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Substanz	Wasserlöslichkeit	Lösungsmittel zur Lösungsherstellung
Tranexamsäure	löslich	Wasser
Koffein, wasserfrei	löslich	Wasser
Isopropylantipyrin	unlöslich	Ethanol
Nifedipin	unlöslich	Aceton
Gentashin-Salbe	unlöslich	Ethanol
Rinderon-Salbe	unlöslich	Aceton

Tabelle 1: Probenspektrum

Die wasserlöslichen und nicht-wasserlöslichen Substanzen wurden in Wasser bzw. in Ethanol oder Aceton gelöst, und ihre Konzentrationen wurden auf 2.000 mg C/l (= Kohlenstoff-Konzentration von 2.000 mg/l) eingestellt. Für die Rückstandsmessung wurde eine 5 cm^2 große Fläche auf der Oberfläche des Edelstahlgefäßes mit je 100 µl jeder Lösung benetzt und anschließend getrocknet. Der Kohlenstoffgehalt der Probe betrug also in allen Fällen 200 µg. Dabei wurden Gentashin-(Aminoglykosidantibiotikum) und Rinderon-Salbe (Kortikosteroid) ausgehend von der Bestimmung ihrer Kohlenstoffkonzentrationen aufbereitet, indem ein TOC-Analysator mit Feststoffmodul zum Einsatz kam.

1: Spülwasserproben

Bei dieser Probenuntersuchung erfolgt eine TOC-Bestimmung des letzten Spülwassers, das für die Reinigung der Produktionsausrüstung verwendet wurde. Dieses Verfahren eignet sich für Systeme, die sich nur schwer demontieren lassen wie zum Beispiel CIP (Clean in Place)-Ausrüstung oder Röhren mit geringem Innendurchmesser. Schwierigkeiten treten bei diesem Verfahren dann auf, wenn die Rückstände nicht wasserlöslich sind.

Um die Wiedergewinnungsrate verschiedener Substanzen bei Anwendung der Untersuchung von Spülwasserproben zu bewerten, wurden 100 ml reines Wasser in das Edelstahlgefäß mit der getrockneten Probe gegeben.

Substanz	TOC-Konzentration	Wiedergewinnungsrate [TOC-Konz. – Leerprobe / theoretische Konz.]
Leerprobe	0,030	– –
Tranexamsäure	2,14	105 %
Koffein, wasserfrei	2,19	108 %
Isopropylantipyrin	2,20	109 %
Nifedipin	2,17	107 %
Gentashin-Salbe	0,117	4,35 %
Rinderon-Salbe	0,333	15,2 %

Tabelle 2: Ergebnisse der TOC-Messung von Spülwasserproben

Nach 15-minütigem Rühren wurde das entstandene Spülwasser einer TOC-Messung unterzogen.

Messbedingungen

Analysegerät: TOC-L_{CPH}
Katalysator: Hoch empfindlicher Katalysator
Messgröße: TOC (= NPOC-Methode)
Eichkurve: 2-Punkt-Kalibrierkurve mit Hilfe einer wässrigen 0 - 3 mgC/l Kalium-hydrogenphthalat-Lösung
Injektionsvolumen: 500 µl

man diese Ergebnisse, wird klar, dass die Untersuchung von Spülwasser mit dieser Methode unzuverlässig ist, weil sich die Wiederfindungsraten von wasserunlöslichen Substanzen stark unterscheiden.

2: Wischprobenerfassung – Wasserextraktion

Die Methode der Wasserextraktion nach Wischprobenerfassung (Swab Sampling Water Extraction) besteht im Auswischen der inneren Oberfläche einer Produktionsanlage mit einem faserigen Wischmaterial, anschließender Extraktion der anhaftenden Substanzen mit Wasser und TOC-Bestimmung der extrahierten Lösung. Da der Rückstand physikalisch von einem festgelegten Bereich der Geräteoberfläche entfernt und anschließend analysiert wird, ist die Probeneffizienz hoch. Allerdings sind wasserunlösliche Rückstände schwer zu extrahieren, da Wasser für die Rückstandsextraktion verwendet wird. Entsprechend dürfte eine Reinigungsvalidierung bezüglich derartiger Rückstände aus den gleichen Gründen schwierig sein wie bei der Spülwassertechnik (Rinse Sampling).

Um die Rückgewinnung der verschiedenen Substanzen durch die Swab Sampling Water Extraction-Technik zu beurteilen, wurde die Probe, die auf den Edelstahlbehälter aufgebracht worden war, mit einem 5 cm^2 großen Stück des faserigen Wischmaterials abgewischt. Dieses wurde anschließend in ein Glasgefäß mit 100 ml reinem Wasser überführt. Der Rückstand wurde dann durch einstündiges Rühren extrahiert, um danach die TOC-Messung durchzuführen. Da das verwendete Wischmaterial (Alpha 10 von Texwipe Co.) aus Polyester besteht, wurde sehr wenig organisches Material der Wischsubstanz selbst extrahiert.

Messbedingungen

Analysegerät: TOC-L_{CPH}
Katalysator: Hoch empfindlicher Katalysator
Messgröße: TOC (= NPOC-Methode)
Eichkurve: 2-Punkt-Kalibrierkurve mit Hilfe einer wässrigen 0 - 3 mgC/l Kaliumhydrogenphthalat-Lösung
Injektionsvolumen: 500 µl
Wischmaterial: 5 cm^2 große Stücke des Wischmaterials Texwipe Alpha 10, gewaschen in reinem Wasser und getrocknet

Substanz	TOC-Konzentration	Wiedergewinnungsrate [TOC-Konz. – Leerprobe / theoretische Konz.]
Leerprobe	0,059	– –
Tranexamsäure	2,19	107 %
Koffein, wasserfrei	2,23	109 %
Isopropylantipyrin	1,90	92,2 %
Nifedipin	1,86	89,9 %
Gentashin-Salbe	0,093	1,70 %
Rinderon-Salbe	0,208	7,45 %

Tabelle 3: Ergebnisse für die Wischprobenerfassung – Wasserextraktion-Messung

Substanz	TOC-Konzentration	Wiedergewinnungsrate [TC-Konz. – Leerprobe / theoretische Konz.]
Leerprobe	0,00	– –
Tranexamsäure	202	101 %
Koffein, wasserfrei	201	100 %
Isopropylantipyrin	210	105 %
Nifedipin	212	106 %
Gentashin-Salbe	200	100 %
Rinderon-Salbe	209	104 %

Tabelle 4: Messergebnisse für die Swab-Sampling – Direct-Combustion-Technik

Da der Kohlenstoffgehalt jeder Rückstandsprobe 200 µg betrug, sollte die gemessene TOC-Konzentration 2 mg C/l entsprechen, sofern die Probe vollständig im Wasser gelöst wurde.

Für die Leerprobe wurde die Messung in derselben Weise durchgeführt, wobei das Wasser in ein Edelstahlgefäß gegeben wurde, auf dessen Oberfläche keine getrocknete Probe vorhanden war. Die bei der Leerprobe ermittelte Konzentration wurde von jeder gemessenen TOC-Konzentration subtrahiert und das Resultat mit dem theoretischen Sollwert von 2 mgC/l verglichen, um die Wiedergewinnungsrate zu ermitteln. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt.

Wasserlösliche Tranexamsäure und wasserunlösliches wasserfreies Koffein zeigten die erwartet hohen Wiedergewinnungsraten. Die wasserunlöslichen Isopropylantipyrin und Nifedipin besaßen ebenfalls hohe Wiedergewinnungsraten. Die Wiedergewinnungsraten von Gentashin und Rinderon-Salbe lagen allerdings mit weniger als 20 % sehr niedrig. Betrachtet man diese Ergebnisse, wird klar, dass die Untersuchung mit dieser Methode unzuverlässig ist, weil sich die Wiederfindungsraten von wasserunlöslichen Substanzen stark unterscheiden.

Für die Leerprobe wurde die Messung in derselben Weise durchgeführt, wobei ein Edelstahlgefäß abgewischt wurde, auf das vor der durchzuführenden Extraktion noch keine Probe aufgebracht worden war. Die bei der Leerprobe ermittelte Konzentration wurde von jeder gemessenen TOC-Konzentration subtrahiert und das Resultat mit dem theoretischen Sollwert von 2 mgC/l verglichen, um die Wiedergewinnungsrate zu ermitteln. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 dargestellt.

Wie erwartet, zeigten die wasserlösliche Tranexamsäure und das wasserfreie Koffein hohe Wiederfindungsraten, wohingegen die wasserunlöslichen Isopropylantipyrin und Nifedipin Wiederfindungsraten von etwa 90 % aufwiesen. Die Wiedergewinnungsraten von Gentashin und Rinderon-Salbe lagen allerdings beide mit weniger als 20 % sehr niedrig. Betrachtet man diese Ergebnisse, wird klar, dass die Untersuchung mit dieser Methode unzuverlässig ist, weil sich die Wiederfindungsraten von wasserunlöslichen Substanzen stark unterscheiden.

3: Methode der direkten Verbrennung von Wischproben

Die Methode der direkten Wischprobenverbrennung besteht im Abwischen der inneren Oberfläche eines Produktionsgeräts mit einem Stück anorganischem Glasfaserfilter als Wischmaterial und anschließender Messung durch direkte Kohlenstoffverbrennung. Das Wischmaterial mit anhaftenden Rückständen wird einfach in das Wägeschiffchen gegeben und der Kohlenstoffgehalt direkt mit einem TOC-Analysegerät bestimmt, welches mit einer Solid Sample Combustion Unit (SSM-5000A) verbunden ist.

Durch diese Technik lassen sich wasserunlösliche Rückstände, die schwer mit Wasser zu extrahieren sind, erfassen, und eine Bestimmung lässt sich schnell und einfach durchführen, ohne dass eine Vorbehandlung wie Probenextraktion oder Ähnliches notwendig wäre.

Substanz	Wasserlöslichkeit	Wiederfindungsrate		
		Spülwasserproben – TOC-Messtechnik	Wischprobenerfassung/ Wasserextraktion – TOC-Messtechnik	Technik der direkten Verbrennung von Wischproben
Tranexamsäure	löslich	105 %	107 %	101 %
Koffein, wasserfrei	löslich	108 %	109 %	100 %
Isopropylantipyrin	unlöslich	109 %	92,2 %	105 %
Nifedipin	unlöslich	107 %	89,9 %	106 %
Gentashin-Salbe	unlöslich	4,35 %	1,70 %	100 %
Rinderon-Salbe	unlöslich	15,2 %	7,45 %	104 %

Tabelle 5: Zusammenfassung der Messergebnisse

Um die Wiederfindungsraten der unterschiedlichen Substanzklassen mit Hilfe der Wischproben-Direktverbrennungstechnik zu bewerten, wurden Glasfaserfilter als Wischmaterial eingesetzt, um die am Edelstahlbehältnis anhaftende Probe abzuwischen, und die Glasfaserfilter wurden dann in ein SSM-5000A-Probenschiffchen überführt. Anschließend wurde die TC-Bestimmung durchgeführt.

Messbedingungen

Analysegerät: TOC-L_{CPH} + SSM-5000A Feststoff-Verbrennungseinheit (IC-gesteuerter Bypass sowie System mit Zellumschaltendem Ventil-Set)
Zellenlänge: Kurze Zelle
SSM Trägergas: 400 ml/min Sauerstoff
Messgröße: TC
Eichkurve: 1-Punkt-Kalibrierkurve mit Hilfe einer wässrigen 1%-igen Glukose-Lösung
Wischmaterial: Advantec Glasfasergewebe QR-100 (Durchmesser 45 mm) wärmebehandelt bei 600 °C für 15 Minuten

Da der Kohlenstoffgehalt in jeder der zu messenden Rückstandsproben 200 µg betrug, sollte der TC-Gehalt bei 200 µg liegen, sofern die Probe vollständig abgewischt wurde. Für die Leerprobe wurde die Messung in derselben Weise durch Auswischen eines Edelstahlgefäßes ohne eingesetzte Probe durchgeführt. Der Wert der Leerprobe wurde von jedem TC-Wert subtrahiert und das Resultat mit dem theoretischen Erwartungswert von 200 µg verglichen, um die Wiederfindungsrate zu bestimmen. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 4. Hohe Wiederfindungsraten von etwa 100 % wurden für alle Substanzen erhalten unabhängig davon, ob sie wasserlöslich oder wasserunlöslich waren.

Schlussfolgerung

Die hier verwendeten Techniken und ihre zugehörigen Wiederfindungsraten sind in Tabelle 5 zusammengefasst. Bei Einsatz von Wasserextraktionsmethoden (Spülwasser und Wischprobenerfassung), ergaben sich für Substanzen, die sich schwer in Wasser lösen, zum Teil hohe, aber auch niedrige Wiederfindungsraten. Der Unterschied hängt wahrscheinlich von der unterschiedlichen Adhäsion der Probe zu der Edelstahloberfläche ab.

Im Gegensatz dazu wurden hohe Wiederfindungsraten für alle Substanzen erhalten, wenn die Methode der direkten Verbrennung von Wischproben gewählt wurde, und zwar unabhängig davon, ob die Verbindungen wasserlöslich oder wasserunlöslich waren. Dadurch wurde die Rückstandsbewertung zulässig. Diese Technik wird somit als effektivste Messmethode für die Durchführung einer Reinigungsvalidierung angesehen, insbesondere wenn mehrere Verbindungen im gleichen Gefäß hergestellt werden.

AKTUELLES

NEU: Umfassendes Applikationshandbuch

Online- und Labor-TOCs

Als ein führendes Unternehmen in der TOC-Technologie hat Shimadzu seine Erfahrungen in einem Applikationshandbuch zusammengefasst. Hier die Kapitel:

1. Umweltanalytik
Der TOC wird in den unterschiedlichsten Umweltmatrices analysiert – von Grund- bis Meerwasser, von Trink- bis Abwasser, vom Boden bis zum Klärschlamm. Von den Unterschiedlichkeiten der Umwelt-Applikationen und ihren ungleichen Herausforderungen handelt dieser Part.

2. Pharmazeutische Industrie
Die Bestimmung des „TOC" ist in der Pharmakopoeia beschrieben – nicht nur das Verfahren selbst, sondern auch eine Prüfung, um die Eignung eines TOC-Analysators für die Analytik zu belegen.

3. Chemische Industrie
In der chemischen Industrie hat die Wareneingangskontrolle einen hohen Stellenwert. Neben der gezielten Analyse von bekannten Verbindungen helfen Summenparameter dabei, die Einsatzchemikalien hinsichtlich ihrer Verunreinigungen zu beurteilen.

4. TOC-Spezialapplikationen
Der Summenparameter TOC ist durch seine Aussagekraft vielseitig einsetzbar. Oftmals liegt es an Forscherdrang und Einfallsreichtum der Anwender, die eine analytische Fragestellung aufdecken wollen, und dann im TOC den Schlüssel zur Antwort finden.

5. Rund um den TOC
Dieser Applikationsbereich beschäftigt sich mit den einzelnen Modulen, Kits, Optionen und unterstützenden Funktionen der Shimadzu-TOC-Analysatoren. Aber auch Begrifflichkeiten und Methoden werden beschrieben.

6. TOC-Prozessanalytik
Gerade in der Prozessüberwachung ist es wichtig, schnelle, kontinuierliche und aussagekräftige Informationen über die organische Belastung von Wässern zu erhalten. Bei der TOC-Prozessanalytik wird die Probe stetig dem Messgerät zugeführt und gemessen. So kann die Messwarte schnell auf eventuelle Prozessänderungen reagieren. Der Analysator lässt sich maßgeschneidert der Aufgabe anpassen.

Wir schicken Ihnen gerne ein Exemplar zu. Bitte notieren Sie hierfür die entsprechende Kennziffer auf der Antwortkarte oder bestellen Sie über die News App bzw. News WebApp.
Info 407

Von Kohlestaub bis Stahl

Partikelgrößenmessung – Die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten des neuen SALD-2300

Kohle und Stahl, Zechen und Eisenhütten – was einst das Ruhrgebiet zum industriellen Zentrum Deutschlands machte, hat sich durch den strukturellen Wandel zu einer Wissensregion entwickelt, hochtechnisiert, mit einer erstklassigen Forschungsstruktur und gekennzeichnet durch neue Industrien und einen starken Dienstleistungssektor.

Die Attraktivität des Standorts Ruhrgebiet ist nach wie vor charakterisiert durch seine zentrale Lage innerhalb Europas verbunden mit einer hervorragend ausgebildeten Infrastruktur – wozu zum Beispiel auch der größte Binnenhafen der Welt zählt.

War die Stadt Essen im 19. Jahrhundert durch seine Zechen die führende Kohlestadt, so wurde Duisburg, heute die Heimat von Shimadzu Europa, zum bedeutendsten Eisen- und Stahlstandort. Zwar kommt noch heute fast ein Drittel des in Deutschland erzeugten Roheisens aus Duisburger Hochöfen, doch die Stahlproduktion und Metallverarbeitung konzentriert sich zunehmend auf High-Tech-Produkte.

Geschichte wird neue Geschichte geschrieben. Das Ruhrgebiet hat seit den 1960er Jahren erfolgreich seinen Strukturwandel vollzogen. Auch Shimadzu ist Teil dieses Prozesses.

SALD-2300

Das Stadtbild Duisburgs prägen noch heute Spuren der Schwerindustrie. Aber aus einstigen Produktionsstätten sind längst Freizeit- und Kulturstätten geworden. Innovative Start-Up-Unternehmen siedeln auf früheren Werksgeländen. An Orten mit

Geschichte und neue Technologien

Als Nachfolger des erfolgreichen Standardmodells SALD-2201 wurde der Messbereich des SALD-2300 auf 17 - 2.500 µm erweitert. Hierbei können nicht nur trockene, sondern sogar flüssige Dispersion bis zur maximalen Größe von 2.500 µm vermessen werden. Der Umbau des Geräts von Trocken- zur Nassmessung wurde revolutioniert und gelingt in Sekunden.

Durch den einzigartigen Aufbau des Strahlengangs sind automatisierte Messungen im 1-Sekunden-Intervall möglich. Damit lassen sich zeitabhängige Prozesse in bislang unerreichbarer zeitlicher Auflösung größentechnisch erfassen.

Bewährte Funktionen und Zubehöre wurden beibehalten und verfeinert. Auch das SALD-2300 gibt es mit einer High-Concentration-Cell, eine Kalibrierung des Gerätes ist weiterhin nicht notwendig. Eine Auswertung kann nach Mie aber auch nach der Fraunhofer-Näherung erfolgen. Bei unbekanntem Brechungsindex erleichtert ein Software-Assistent das Finden eines geeigneten Brechungsindex.

Durch Verwendung einen leistungsstärkeren Lasers ist ähnlich dem SALD-7101H die Messung selbst stark absorbierender Substanzen wie schwarzer Rußpartikel möglich. Im Vergleich zum Vorgängermodell können Proben mit einer zehnfach geringeren Konzentration gemessen werden. Das Rührwerk des Samplers MS-23 ermöglicht Partikel einer Dichte von bis zu 7,8 g/cm^3 zu pumpen. Da dieser Wert der Dichte von Stahl entspricht, können selbst Stahlkugeln mit einem Durchmesser von 2,5 mm gemessen werden.

Kohle und Stahl – zwei Materialien die das neue Partikelmessgerät von Shimadzu zu messen vermag. Das SALD-2300 vereint Geschichte mit innovativer Technologie.

Fehlstellenanalyse an einer Leiterplatte

Infrarot-Mikroskopie

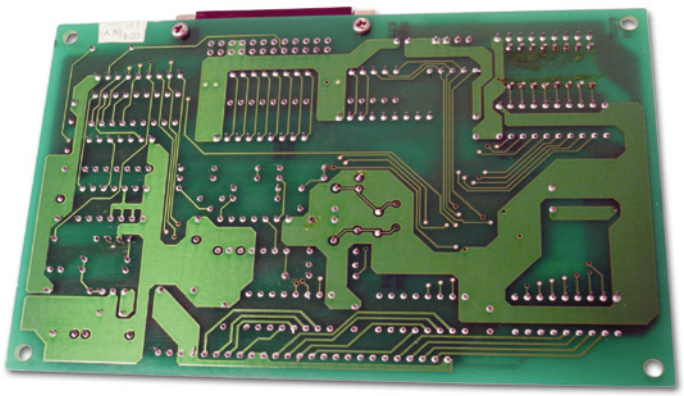


Abbildung 1: Ansicht einer typischen Leiterplatte mit sauberen Leiterabbildungen

Was verursacht zum Beispiel Fehlstellen bei Leiterplatten, etwa Kavernen, Blasen oder Fehlen einer Substanz? Das ist wichtig zu wissen für die Herstellung der Platte oder ihren Gebrauch. Wie kann man die Störung identifizieren? Die Infrarotspektroskopie gibt hierauf Antworten.

Für die hier diskutierten Messergebnisse wurde das FTIR-Spektrophotometer IRPrestige-21 eingesetzt kombiniert mit dem Infrarot-Mikroskop AIM-8800 und dem ATR-Objektiv ATR-8800M.

Mit der ATR-Mikroskopie lässt sich eine Materialprüfung zerstörungsfrei durchführen. ATR bedeutet abgeschwächte Totalreflexion (Attenuated Total Reflection). Die Messung identifiziert nicht nur das Material, sondern auch dessen physikalische Gegebenheiten.

Das ATR-Objektiv ist mit einem Germanium-Kristall ausgerüstet. Der Objektivkopf wird auf die Probenoberfläche aufgesetzt, ein Infrarotstrahl hindurch geschickt, im 30-Grad-Winkel auf die Probe geschickt und von dieser reflektiert. Der Strahl dringt ca. 1 µm in die Probenoberfläche ein und nimmt die spektralen Informationen des Materials auf. Die Auflagefläche des Objektivs liegt bei 50 µm im Durchmesser.

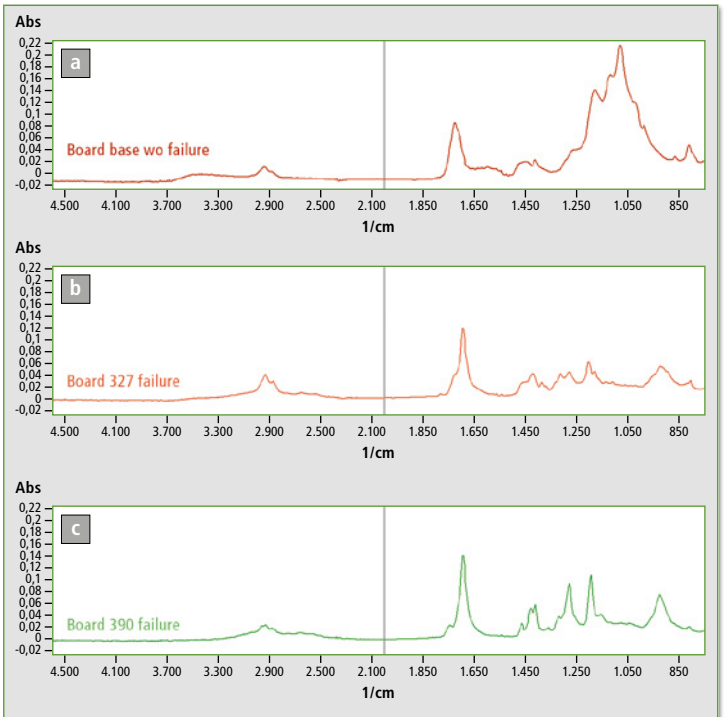


Abbildung 2: Drei Infrarotspektren als Messergebnis einer Mikro-ATR-Messung von der Messung einer Leiterplatte. (a) Spektrum mit dunkelroter Linienfarbe als Ergebnis der Leiterplattenoberfläche, (b) Spektrum mit roter Linienfarbe als Ergebnis der Oberfläche von einer Fehlstelle, (c) Spektrum mit grüner Linienfarbe als Ergebnis einer zweiten Fehlstelle

In der Darstellung sind alle drei Infrarot-Spektren übereinander gelegt und der Teilbereich bei 1.700 cm^{-1} vergrößert worden. Deutlich sind die unterschiedlichen Bandenlagen der CO-Signale zu erkennen. Bei 1.720 cm^{-1} ist dies das Signal des Grundmaterials und bei 1.690 cm^{-1} die Signale der Störungen.

Ursache der Fehlstellen identifiziert

Wie aus der Literatur bekannt, werden die Platten je nach Qualität aus Glasfasermatten im Verbund mit Harzen hergestellt – oder aus Papier, getränkt mit Harzen oder Phenolen. Das infrarote Spektrum (a) in der Abbildung 2 zeigt typische Merkmale von Silikonen (breite Banden bei 1.200 - 950 cm^{-1}) und Harzen (~1.720 cm^{-1}, -C = O zum Beispiel Acrylharz-Bandenlage). Bei der Bestimmung der Fehlstellen als Einzelmessung wurden weitere verschiedene Spektren detektiert. In den Spektren (b) und (c) ist dies zu erkennen. In allen Spektren der Fehlstellen ist das dominante Signal der Säure bei 1.690 cm^{-1} (-[C = O]-OH Säuregruppe) zu finden.

In Spektrum (b) zeigt das Ergebnis der Messung einer der Fehlstellen eine hohe Übereinstimmung mit Succinic acid (Bernsteinsäure). Bernstein ist ein natürliches Harz.

Spektrum (c) und die Suche für die zweite Fehlstelle ergab Übereinstimmungen mit der Adipinsäure.

Der Bereich der Fehlstellen

Mit diesem Wissen lassen sich auch größere Bereiche mit Hilfe

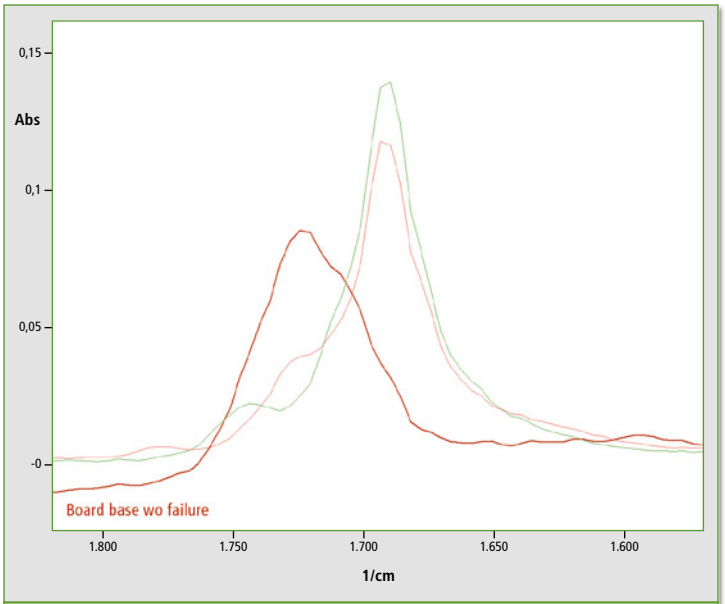


Abbildung 3: Teilbereich aus den Spektren der Abbildung 2, Darstellung der unterschiedlichen Bandenpositionen der Carbonylgruppen

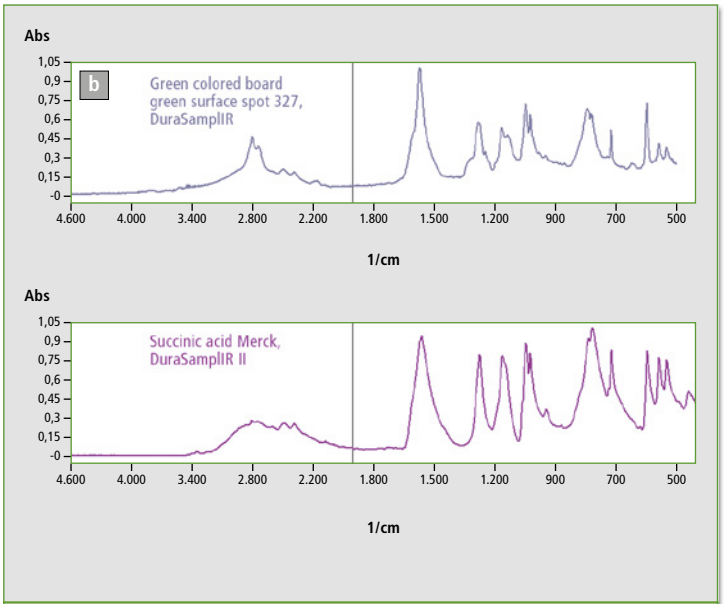


Abbildung 4: Die Spektrumsuche in der Bibliothek zeigte für das Spektrum (b) eine gute Übereinstimmung mit dem Spektrum der Bernsteinsäure

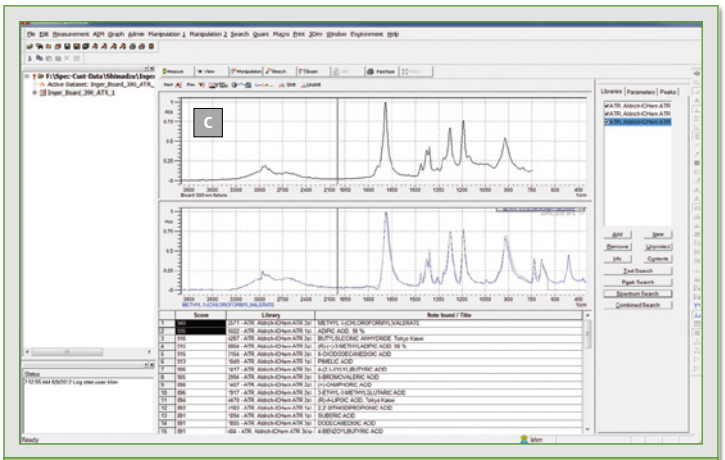


Abbildung 5: Spektrum (c) und Suchergebnis der Aldrich-Ichem Bibliothek von STJapan-Europe. Ein Treffer ist in der Adipinsäure zu finden.

Abbildung 6: Darstellung des Mappings im Beobachtungsmodus über einen ausgesuchten sichtbaren Bereich der Probe, die Ansicht wurde aus ca. 400 x 300 µm großen Fenstern erstellt

der „Mapping“ Funktion analysieren. In den Abbildungen 6 und 7 ist ein Mapping der Fehlstelle auf der Leiterplatte wiedergegeben.

Abbildung 6 zeigt die Ansicht der Leiterplatte aufgebaut aus einzelnen Aufnahmen in 400 x 300 µm Fenstern. Der betrachtete Messbereich entspricht einer Fläche von 1,25 zu 1,65 cm. Die 800 Spektren wurden in einem Abstand von 500 µm gemessen.

Die Analyse der Leiterplatte mit einem Mapping ist in Abbildung 7 zu sehen, wobei die Ansicht die Fläche gegen die Intensität einer ausgesuchten Wellenlänge wiedergibt. Die Maxima in der Abbildung weisen auf Veränderungen an der Oberfläche hin. Alle Maxima entsprechen dem Spektrum des Belags mit dem Signal der CO-Bande bei 1.690 cm^{-1}. In den flachen Bereichen wird das Grundmaterial Spektrum (a) der Abbildung 2 gefunden. Diese Ansicht lässt auf eine ungleichmäßige Verteilung der Schicht und verschiedene Schichtdicken schließen. An den Positionen, an denen nur das Spektrum (c) gefunden wurde ist die Schichtdicke mindestens 1 µm stark, während die anderen Positionen Schichtdicken von unter 1 µm repräsentieren.

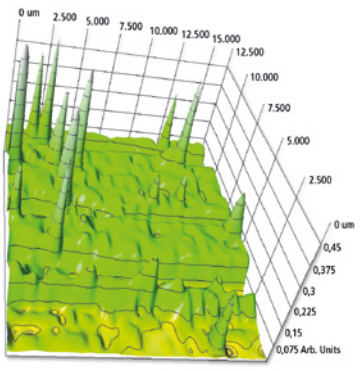


Abbildung 7: 3D-Ansicht der Analyse aus 800 gemessenen Infrarotspektren, wobei Fläche gegen Intensität bei einer analytischen Wellenlänge um 1.700 cm^{-1} wiedergegeben ist

Knusper, knusper, Knäuschen ...

Texturanalyse von Lebkuchen

Abbildung 1: EZ-Test-LX mit kleinem Schraubspannzeug

Wer könnte der Versuchung widerstehen, herzhaft in einen leckeren Lebkuchen zu beißen? Sicherlich die wenigsten, es sei denn aus Angst vor den Kalorien und aus Sorge um die Zähne. Denn je knackiger und krosser ein Produkt, desto härter ist es in der Regel auch.

Um Verbraucher vor Problemen zu schützen, setzen moderne lebensmitteltechnische Labore immer mehr Texturanalysatoren ein. Sie sind nicht nur unentbehrlich bei Qualitätskontrolle und dem Nachweis bei Haftungsausschlüssen, sondern eignen sich auch zur Entwicklung neuer Produkte. Um allen Anforderungen in der heutigen Zeit gewachsen zu sein, bedarf es hier besonders flexibler Geräte und moderner Steuerungen.

Genau an diesem Punkt setzt der neu entwickelte Texturanalysator EZ-Test-X an. Dank des neuen Kontrollers, sind alle Kraftmessdosen nun wahlweise in der Genauigkeitsklasse 1 beziehungsweise sogar 0,5 gemäß ISO-7500 und EN 10002-2 erhältlich. Dabei deckt jeder einzelne Kraftaufnehmer den gewaltigen Messbereich von 1/1 bis 1/500 der gewählten Nennkapazität stufenlos ab. Somit können mit hervorragender Präzision Messungen bis zu 5.000 N aber insbesondere auch im meist kritischen unteren Bereich von nur 2 Millinewton durchgeführt werden.

Auch die Verfahrgeschwindigkeiten und Positionsgenauigkeiten wurden weiter optimiert, so dass nun auch Prüfgeschwindigkeiten von bis zu 2.000 mm/min mit einer Genauigkeit von 0,1 % erreicht werden können. Diese Leistung gewährleistet der hochmoderne Kontroller, der bis zu 1.000 Daten pro Sekunde an den PC senden kann.

Nicht nur für die Lebensmittelindustrie

Damit eignet sich die EZ-Test-X nicht nur für die Lebensmittelindustrie, sondern kann auch überall dort eingesetzt werden, wo kleinste Kräfte oder kompakte Proben sicher und reproduzierbar bestimmt werden müssen. Typische Einsatzbereiche sind hier zum Beispiel die Vermessung von Filamenten, aber auch die Klebstoffprüfungen, Schertests von sensiblen Elektronikbauteilen oder Reibungstest von Kunststofffolien. Die umfassende Trapezium-X-Software unterstützt dabei alle gängigen Normen und Regularien und lässt dabei die Möglichkeit zu, die Versuche selbstständig zu optimieren und zu parametisieren.

Dadurch lassen sich ebenso die klassischen Standardverfahren zur Kenndatenermittlung von Kunststoffen, Metallen, Keramiken und sonstigen Materialien oder Produkten durchführen.

Um dies zu realisieren, besteht die Möglichkeit, weitere hochsensible Messsensoren wie Feindehnungsaufnehmer anzuschließen – auch das neue Videoextensometer TRViewX mit der einzigartigen Genauigkeitsklasse von 0,5 gemäß EN9513.

Ein umfangreiches Zubehör gewährleistet hierbei den sicheren Halt ihres Probekörpers sowie eine exakte Positionierung. Durch die weiten Ausleger der Traverse lassen sich selbst großformatige Proben wie Platinen, aber auch ganze Brote oder eben oben beschriebenen Printen testen.

Abbildung 2: Modernes Keilspannzeug in Verbindung mit einer Hochleistungskraftmessdose

Die Weihnachtszeit kann also kommen ...

DYMAT 2012 – Ein Rückblick

Testmaschinen und Hochgeschwindigkeitskamera für die Materialforschung

Der Ort der Veranstaltung – das Konzerthaus Freiburg

Das dynamische Verhalten von Materialien schützt Menschenleben, schont Gerät und erhöht die Wirtschaftlichkeit: Eine verbesserte Crashfestigkeit von Autos, Zügen, Schiffen oder Flugzeugen macht Reisen und Gütertransporte sicherer. Weltraumsatelliten sind heute besser geschützt vor kleinstem Weltraumschrott und Turbinenblätter widerstandfähiger als je zuvor. Welche Auswirkungen haben durch Explosionen ausgelöste Druckwellen auf Gebäude? Wie verhalten sich Metalle bei hoher Geschwindigkeit? In allen Fällen spielt das dynamische Verhalten der Materialien eine entscheidende Rolle.

Im DYMAT Interessenverband tauschen Ingenieure und Materialwissenschaftler aller Länder ihre Forschungsergebnisse und neue Erkenntnisse über das dynamische Verhalten von Materialien aus.

Hochgeschwindigkeitskamera HPV-2

Als ein Unternehmen mit einem großen materialwissenschaftlichen Segment hat Shimadzu die zehnte DYMAT-Konferenz Anfang September in Freiburg als Sponsor unterstützt und eine Auswahl seiner Testmaschinen gezeigt. Besonderes Interesse erfuhr die Hochgeschwindigkeitskamera HPV-2, die schnellste Rissausbreitungen in Materialien verfolgt. Die hohe Auflösung von 312 x 260 px bei einer Geschwindigkeit von 1 Mfps dokumentiert im Rahmen ballistischer Untersuchungen den Moment nach einem Einschlagtest mit höchster Detailgenauigkeit.

Da bis zu vier Kameras miteinander synchronisiert werden können, ist es möglich, 3D-Bilder oder Bilder aus vier verschiedenen Blickrichtungen aufzunehmen. Anwendungen wie DIC (Digital Image Correlation) sind durch den speziellen Aufbau der Kamera leicht zu realisieren.

Auch dynamische Universalprüfmaschinen, wie die MMT, standen im Mittelpunkt. Diese Systeme werden für die Schwingprüfung von künstlichen Gelenken, Knochen, Zähnen und Tissue Engineering eingesetzt, aber auch für feine elektronische Bauteile bis hin zu Ermüdungsversuchen von komplexen Produkten. Das MMT-Tischmodell ermöglicht dynamische Versuche bis zu 100 Hz Frequenz bei bis zu 500 N Prüfkraft und bis zu 20 mm Hub. Umfangreiches Zubehör wie zum Beispiel Dehnungsmesssysteme und Klimakammern machen den Einsatz noch flexibler und ermöglichen weitere Testprozeduren.

Die einwöchige Konferenz behandelte verschiedene Themen rund um Materialien wie Stahl, Beton, Polymere oder energieabsorbierende Materialien, beschäftigte sich mit Verbindungen oder Biomechanik und hatte zahlreiche Vorträge zu experimentellen Techniken. Die Pausen wurden von den Wissenschaftlern zu Networking und Austausch genutzt. In zahlreichen Gesprächen erhielt Shimadzu direkte Anregungen und neue Impulse von den Anwendern aus aller Welt.

Fröhliche und gesunde Wiss

Nexera UHPLC – Schnelle Analyse von Resveratrol in Rotwein

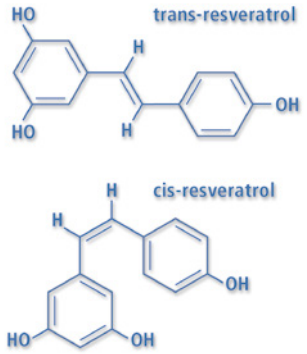


Abbildung 1: Strukturformeln von trans- und cis-resveratrol

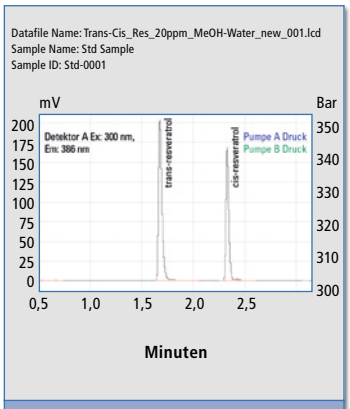


Abbildung 2a: Chromatogramm eines 20-ppm-Standardgemischs von trans- und cis-resveratrol (Fluoreszenzdetektion)

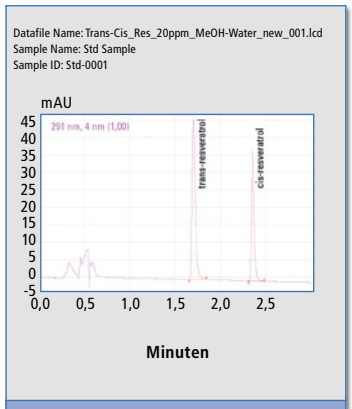


Abbildung 2b: Chromatogramm eines 20-ppm-Standardgemischs von trans- und cis-resveratrol (UV-Absorbtion SPD-M20A)

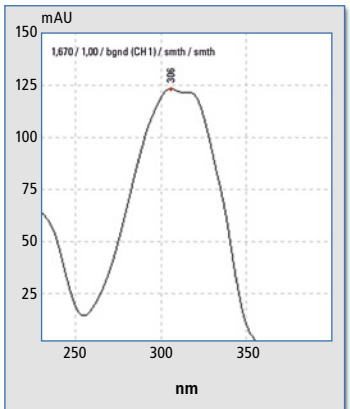


Abbildung 3a: UV-Absorptionsspektrum von trans-resveratrol

Abbildung 4: Der Fluoreszenzdetektor, RF-20 AXS mit thermostatisierter Durchflusszelle

Die Substanz Resveratrol ist Bestandteil des pflanzeneigenen Immunsystems, das sich vermehrt bei Stress durch Pilzbefall, Bakterien, Virusinfektionen oder schädlichen Umwelteinflüssen bildet. Chemisch ausgedrückt ist Resveratrol ein Phytoelaxan, das zur Gruppe der Polyphenole gehört. Neben der antioxidativen Wirkung hat es weitere gesundheitsfördernde Stärken wie zum Beispiel antiinflammatorische und chemopräventive Effekte, und ist deshalb im Fokus der Forschung.

Resveratrol liegt in der Natur als trans- und cis-Form vor (siehe Abbildung 1, Strukturformel von Resveratrol) und findet sich hauptsächlich in der Traubenschale – und in geringeren Mengen in den Traubenkernen, Stielen, Reben und Wurzeln des Weinstocks. Hohe Konzentrationen sind vor allem in jenen Reben, deren Immunsystem durch klimatische Schwankungen stark gefordert wird. Einfach gesagt, wird man in deutschen Weinen größere Mengen finden, als zum Beispiel in südfranzösischen.

Resveratrol ist in Rotwein in der Regel stärker ausgeprägt als in Weißwein, da hier die Maische länger beim abgepressten Saft bleibt.

Die Untersuchung

In dieser Applikation wird eine schnelle und hochauflösende Analyse von Resveratrol mit dem *Nexera* UHPLC System vorgestellt. Die Abbildungen 2a und 2b zeigen die Chromatogramme eines 20-ppm-Standardgemischs von trans- und cis-resveratrol. Die analytischen Bedingungen sind in Tabelle 1 aufgelistet. Auf den Abbildungen 3a und 3b sieht man die UV-Absorbtionsspektren von trans- und cis-resveratrol.

Aufgrund der Photosensitivität von Resveratrol (ein Großteil von trans-resveratrol wird bei UV-Strahlung in die cis-Form umgewandelt) empfiehlt es sich, den Fluoreszenzdetektor nach dem Photodiodenarray-Detektor zu schalten, um so eine Zersetzung durch die starke Anregungsenergie des Fluoreszenzdetektors zu vermeiden.

Trennsäule:	Shim-pack XR-ODS III (150 mm x 2 mm, 2,2 µm)	
Mobile Phase:	A: 0,2 % Ameisensäure – Wasser (MilliQ)	
	B: 0,2 % Ameisensäure – Acetonitrile (HPLC Grade)	
Gradientenprogramm		
Zeit	**Funktion**	**Wert**
0,0 min	BCONC	23 %
1,00 min	BCONC	23 %
2,5 min	BCONC	40 %
2,51 min	BCONC	100 %
4,00 min	BCONC	100 %
4,01 min	BCONC	23 %
Flussrate:	0,7 ml/min	
Säulentemperatur:	60 °C	
Detektion (Fluoreszenz):	RF-20 AXS EX: 300 nm, EM: 386 nm Messzellentemperatur 20°C	
Detektion (UV, Photodiodenarray):	SPD-M20A D2 Lampe, 291 nm	

Tabelle 1: Analytische Bedingungen

enschaft

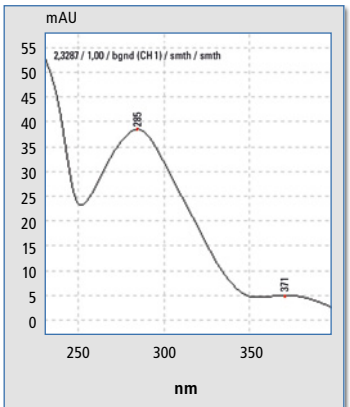


Abbildung 3b: UV-Absorptionsspektrum von cis-resveratrol

Neben der extrem hohen Empfindlichkeit (Signal-Rausch-Verhältnis der Ramanstreuung von Wasser > 2000), bietet der RF-20 AXS (Abbildung 4) auch die Möglichkeit die Durchflusszelle zu thermostatisieren. Durch Verringern der Zelltemperatur lassen sich Temperatur-Quenching-Effekte reduzieren und somit die Empfindlichkeit noch weiter erhöhen. Die Abbildungen 5a und 5b zeigen ein Overlay von trans- und cis-resveratrol bei verschiedenen Zelltemperaturen (20 °C, 30 °C und 40 °C). Bei beiden Formen erkennt man daran, dass bei 20 °C gegenüber 40 °C eine Empfindlichkeitssteigerung von mehr als 10 % vorliegt.

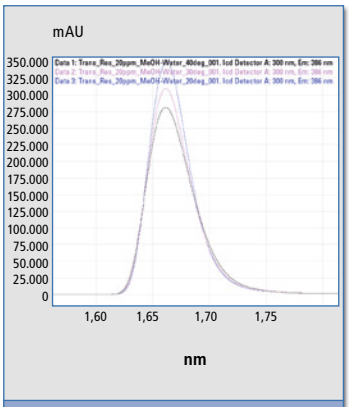


Abbildung 5a: Overlay von trans-resveratrol bei 20, 30 und 40 °C Zelltemperatur

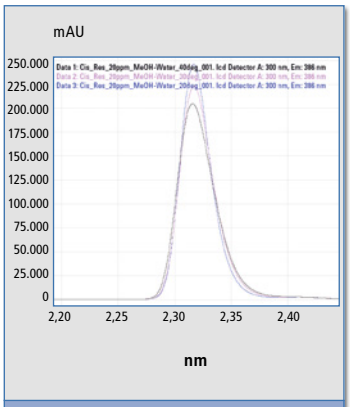


Abbildung 5b: Overlay von cis-resveratrol bei 20, 30 und 40 °C Zelltemperatur

Die Probe aufs Exempel

Der Shimadzu Jubiläumswein zum 60. Geburtstag der UV-Spektroskopie und zum 55. der IR-Spektroskopie wurde auf Resveratrol getestet. Die Weinprobe wurde mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion gemäß dem Protokoll in Abbildung 6 vorbereitet.

Die Quantifizierung ergab Konzentrationen von 35,7 mg/l trans-resveratrol sowie 40,4 mg/l cis-resveratrol, was einer reellen Konzentration im Wein von 7,1 mg/l trans-resveratrol beziehungsweise 8,1 mg/l cis-resveratrol entspricht. Diese Konzentrationen liegen in dem zu erwartenden Bereich für deutsche Rotweine.

So trägt dieses Experiment wissenschaftlich zur Erkenntnis bei, dass Rotwein in Maßen genossen auf die Gesundheit bezogen auch seine positiven Effekte hat.

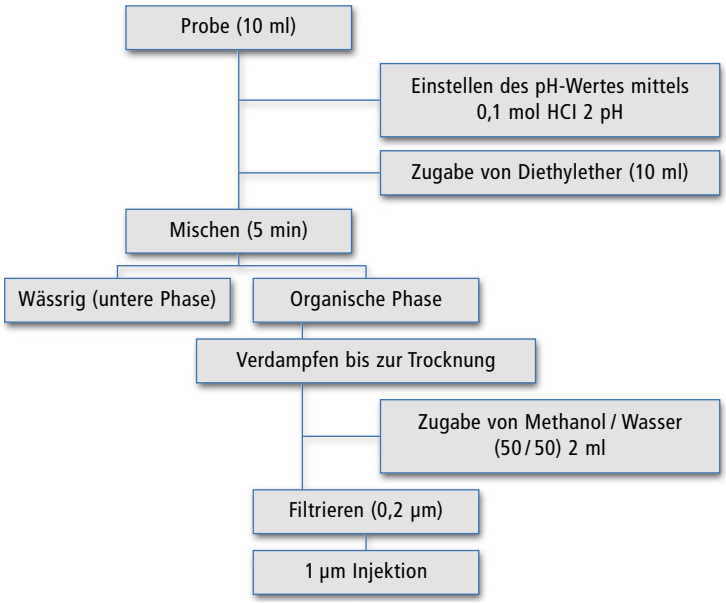


Abbildung 6: Probenvorbereitung

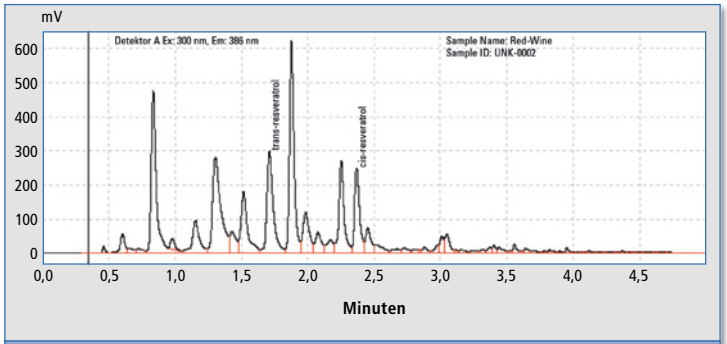


Abbildung 7: Fluoreszenzchromatogramm: Analyse des Shimadzu Jubiläumsweins

Attraktive Unterschiede ...

TD-20 Thermodesorber – Vergleichende Emissionsanalysen von

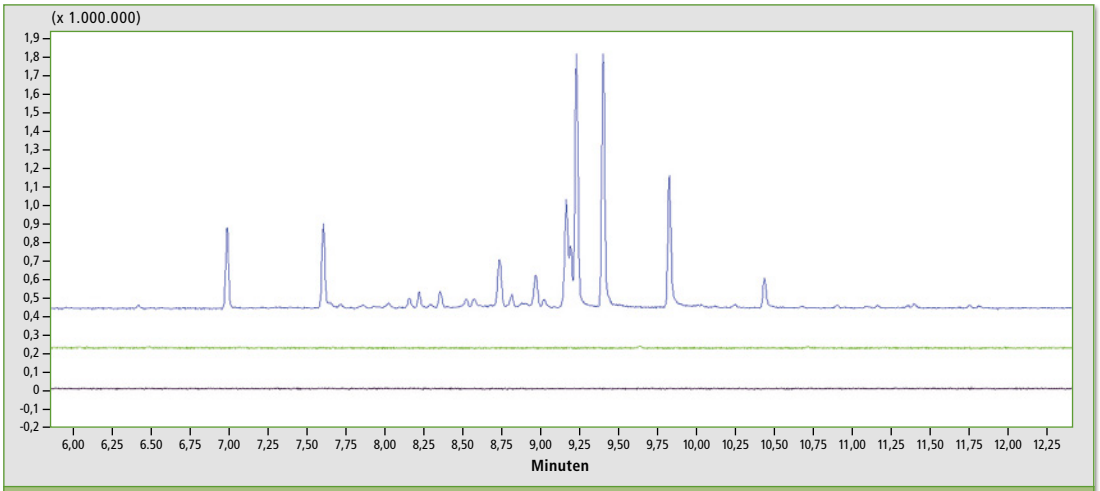


Abbildung 1: Vergleich von Emissionen geringen Molekulargewichts einer riechenden PVC-Probe (blaues Chromatogramm) und einer Referenz-PVC-Probe (grünes Chromatogramm). Verglichen wurden die Proben mit einer Leerprobe, d.h. mit Laborluft in einem Glasrohr (schwarzes Chromatogramm). TD-20-Messbedingungen: 90 °C, 30 Minuten.

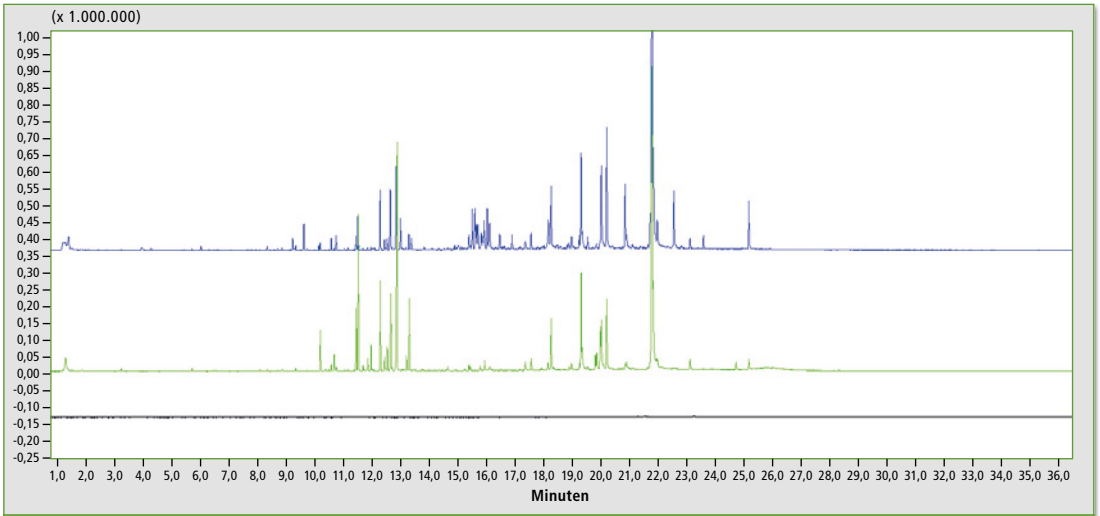


Abbildung 2: Vergleich der Emissionen einer Gummi-Charge mit guten physikalischen Eigenschaften (grünes Chromatogramm) und unzureichenden physikalischen Eigenschaften (blaues Chromatogramm). Das schwarze Chromatogramm zeigt das Ergebnis einer Leerprobe. TD-20-Messbedingungen: 120 °C, 60 Minuten.

Von Franky Puype und Jiri Samsonek
Institute for Testing and Certification, Zlin, Tschechische Republik

Polymere sind allgegenwärtig und im täglichen Leben unverzichtbar. Obwohl sie meistens von hoher Qualität sind, können doch Mängel auftreten. In der Regel ist die Ursache unbekannt, so dass chemische Analysen durchgeführt werden müssen. Ausgasungen, Farbstiche, Brüche, Beschlagen, Anlaufen und Verunreinigungen lassen sich einfach feststellen, sofern eine Referenzprobe vorhanden ist. Diese so genannte vergleichende Methode wird in der wissenschaftlichen Gemeinschaft allgemein anerkannt.

Ziel von Mängelanalysen ist es nicht, „Nieten“ auszusortieren, sondern unerwartete Faktoren vorauszusagen sowie zu neuen Ansätzen und Vermeidungsstrategien zu kommen. Wirtschaftlich betrachtet, kann die Mängelanalyse Herstellern viele Unannehmlichkeiten ersparen und ihren Kunden während der Gewährleistungsdauer helfen.

TD-20 exzellent für Polymeranalysen

Aus analytischer Sicht genügt es, eine Polymermatrix auf nichtgebundene Moleküle zu überprüfen, um die Ursache für den Defekt zu finden. Die direkte thermische Extraktion flüchtiger und halbflüchtiger Bestandteile des Polymers mit Hilfe des TD-20 bietet den großen Vorteil, dass sie schnell durchführbar ist und nahezu ohne Probenvorbereitung auskommt. Ein Stück Polymer wird in ein Glasrohr gesteckt, das auf beiden Seiten mit Glaswolle verschlossen wird.

Kühlung – Probennahme – Desorbieren – und los geht's!

Der Thermodesorber TD-20 hat ein programmierbares hitzefestes Ventil mit sechs Anschlüssen, das an eine mit TENAX TA gefüllte Kühlfalle angeschlossen ist. Vor und während der Probennahme wird diese Falle auf 50 °C unterhalb der Umgebungstemperatur

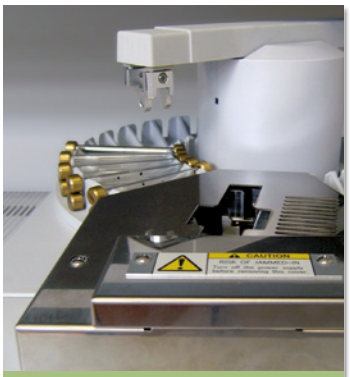


Abbildung 3: TD-20: Hinten, Thermodesorptionsröhrchen im Sampler. Vorne: Heizeinheit zur Desorption

Defekten in Polymeren

gekühlt, um eine große Anzahl von Analyten aufkonzentrieren zu können.

Während der Probennahme wird das Polymer im Glasrohr erhitzt, und im Temperaturbereich zwischen Umgebungstemperatur und 280 °C können sich Emissionen entwickeln. Der breite Temperaturbereich ist für die Bewertung von Mängeln wie Geruchsbildung oder hochmolekularen Verunreinigungen hilfreich.

Nach der Probennahme wird die mit TENAX TA gefüllte Falle schnell auf ihre Maximaltemperatur erhitzt und die interessierenden Analyte werden re-desorbiert und in die Analysesäule übertragen. Danach wird das angeschlossene GCMS nach Signal vom TD-20 gestartet.

Abbildung 4: TD-20 mit GCMS-QP2010 Ultra

Bewertung von Gerüchen

Im folgenden Beispiel ist ein Profil flüchtiger Inhaltsstoffe von PVC-Proben dargestellt, die wegen ihres Geruchs bemängelt wurden (Abbildung 1). Durch vergleichende Analysen wurde in der riechenden Probe eine Mischung freier aliphatischer Alkohole festgestellt, die zum Weichmacher Diisononylphthalat verestern sollten. Die nicht veresterten Bestandteile riefen aufgrund ihrer Flüchtigkeit einen typischen Geruch hervor.

Gummi im Test

Der TD-20 ist vielseitig. Seine Software ist leicht zu bedienen, er erlaubt äußerst empfindliche Analysen und ist somit für zahlreiche Anwendungsbereiche geeignet und hat eine sehr gute Reproduzierbarkeit selbst bei schwierigen Matrices. Mithilfe eines Emissionsprofils lassen sich viele neue Informationen über die Unterschiede zwischen Chargen erhalten.

Abbildung 2 vergleicht Chromatogramme von mangelhaftem Gummi mit unzureichenden physikalischen Eigenschaften sowie von einem Referenzgummi mit Qualitätsmerkmalen. Beide Chromatogramme zeigen Emissionen von Kohlenwasserstoffen und üblichen Gummiadditiven. Ein schneller Vergleich der Peaks macht deutlich, dass das mangelhafte Gummi Nonylphenol enthält, das in der Referenzprobe nicht vorhanden ist. Nonylphenol ist ein alkylierter phenolischer Weichmacher mit vielen Isomeren. Die Anwesenheit von Nonylphenol, in diesem Fall als Verunreinigung, hat einen starken Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften von Gummimaterial.

Probenrohr (Rohr der Falle)	
Probenanzahl	48
Maße des Rohrs	1/4" (6,35 mm) x 90 mm
Heiztemperatur	80 - 400 °C (einstellbar Schritten zu 1 °C)
Flussrate	21 - 150 ml/min (einstellbar Schritten zu 1 ml)
Überführungsstrecke	
Rohrleitungsmaterial	Silcosteel©
einstellbare Temperatur	80 - 350 °C (einstellbar Schritten zu 1 °C)
Ventileinheit	Ventil
Ventil	Valco 6-fach Hochtemperaturventil (1/16")
Rohrleitungsmaterial	Silcosteel©
einstellbare Temperatur	80 - 300 °C (einstellbar Schritten zu 1 °C)
Kühlfalle	
Rohr der Falle	3,2 mm Außendurchmesser (2 mm Innendurchmesser) x 100 mm, Silcosteel©-Rohr
Adsorbens	Tenax TA (50 - 60 mg)
Kühltemperatur	von 50 °C unter Raumtemperatur bis 0 °C (einstellbar Schritten zu 1 °C)
Heiztemperatur	80 - 350 °C (einstellbar Schritten zu 1 °C)
Heizzeit	0 - 30 min (einstellbar Schritten zu 0,01 min)
Interface	
einstellbare Temperatur	80 - 350 °C (einstellbar Schritten zu 1 °C)
Gase	
Trägergas	Helium (Reinheit: 99,9999 %), 0,5 - 0,9 MPa
Spülgas	Luft (entfeuchtet), 0,2 - 0,3 MPa
Spülgas-Verbrauch	3 l/Durchgang (max.)
Komplettsystem	
Zulässige Umgebungsbedingungen	Temperatur: 18 - 28 °C; 50 % - 70 % Feuchte
Lagerungsbedingungen	Temperatur: 0 - 40 °C
Elektrischer Anschluss	AC 220 V - 240 V (mit Transformator)
Abmessungen	323 (B) x 500 (H) x 500 (T) mm + 190 (B) x 206 (H) x 235 (T) mm (Transformator)
Gewicht	43 kg + 20 kg (Transformator)

Tabelle 1: Detaillierte Beschreibung des TD-20

Need for Speed !

Neue UFMS-Systeme

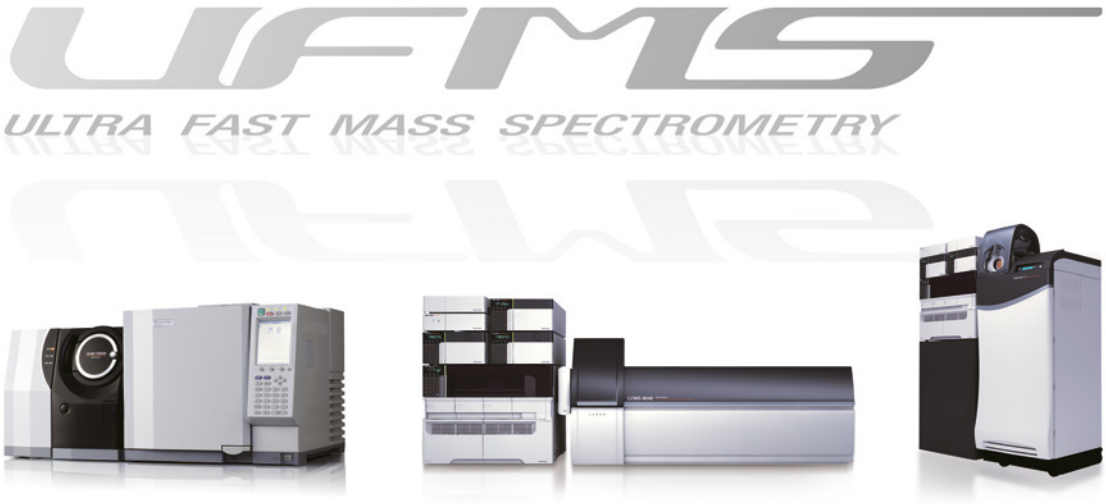


Abbildung 1: GCMS-TQ8030, LCMS-8040 und LCMS-8080

Insbesondere bei der Flüssigkeits-Chromatographie (LC) bedingt eine immer größer werdende Anzahl an Proben in der Hochdurchsatz-Routineanalytik den Trend, die Trennungen zu beschleunigen um den gestiegenen Anforderungen von immer mehr Probenmaterial in kürzester Zeit gerecht zu werden. Derzeit werden bei schnellen chromatographischen Trennungen Signalbreiten von nur wenigen Sekunden erzeugt. Für die an solche LC-Systeme gekoppelten Detektoren, besteht damit gleichermassen die Anforderung Singale entsprechend schnell und valide erfassen und weitergeben zu können.

Im Zusammenhang mit massenspektrometrischen Analysen bedeutet Geschwindigkeit daher nicht nur den hohen Probendurchsatz alleine, sondern damit verbunden auch die Generierung eines maximalen Informationsgehaltes in sehr kurzer Zeitspanne. Moderne und schnelle GCMS- und LCMS-Analysensysteme erreichen eine wesentlich höhere Datenqualität und Datendichte im Vergleich zu den bislang genutzten Systemen. Dies führt gleichzeitig zu einer wesentlich verbesserten Spektrenqualität und zu einer verbesserten, verlässlichen Reproduzierbarkeit bei der Quantifizierung.

Shimadzu hat hierzu drei neue schnelle UFMS-Systeme eingeführt, die eine herausragende Datenqualität mit einem hohen Anspruch an Geschwindigkeitsparameter vereinen.

Die neuen Triple-Quadrupol-Massenspektrometer – LCMS-8040, LCMS-8080 und GCMS-TQ8030 – bieten dabei ein Höchstmaß an Funktionalität für verschiedene Anwendungsbereiche, etwa der Lebensmittelkontrolle oder bei Arzneimitteltests. Zusammen mit dem LCMS-8030 bilden die neuen Systeme eine technologische Plattform, die jede individuelle Anforderungen bedient.

LCMS-Serie

Zu den wichtigsten Anforderungen einer schnellen Triple-Quadrupol LCMS-Analytik in einem regulierten Umfeld gehört neben der Empfindlichkeit der Systeme, eine schnelle Datenaufnahmerate bezüglich der Scangeschwindigkeit und der Anzahl an MRM-Übergängen (Multiple Reaction Monitoring) die pro Sekunde gemessen werden können. Daneben spielen im Falle einer komplexeren Analytik auch schnelle Polaritätswechselzeiten eine große Rolle.

Schnelle Triple-Quad-MS Systeme bieten dabei die Möglichkeit, neben der Aufnahme von MRMs auch bei schneller LC-Analytik, durch die Kombination verschiedener experimenteller Ansätze (Produktionen-Scans, Neutral-Loss-Scans, Precursor-Ion-Scans, usw.) den Informationsgewinn einer Messung ohne Kompromisse an die individuellen Fragestellungen des Benutzers anpassen zu können.

Daneben ermöglicht die LabSolution-Software in Verbindung mit den schnellen LCMS-Systemen eine Optimierung des Systems auf eine zu analysierende Verbindung innerhalb von wenigen Minuten. Die einzeln methodisch optimierten Substanzen können anschließend entweder über die einzelnen Methoden, oder in einer individuell gestaltbaren Komplettmethode miteinander kombiniert und vermessen werden.

Stabilität und einfache Wartung unterstützen den „Zeit ist Geld"-Aspekt. Die hohe Empfindlichkeit von LCMS-8040 und LCMS-8080 erweitert darüber hinaus die einzelnen Anwendungsbereiche erheblich.

LCMS-8040 – das stabile und kraftvolle Arbeitspferd

Bedingt durch verbesserte Ionenoptiken und einer weiterentwickelten Kollisionszelltechnologie sorgt das LCMS-8040 für eine deutlich höhere MRM-Empfindlichkeit. Durch die verbesserte Ionenfokussierung und eine höhere Kollisionszelleffizienz konnte die Empfindlichkeit des LCMS-8040 im Vergleich zu seinem kleineren Bruder, dem LCMS-8030, bei der Messung der Standardsubstanz Reserpin um das Fünffache gesteigert werden.

Das LCMS-8030 und das LCMS-8040 sind in Bezug auf Ihre Scan-Geschwindigkeit von 15.000 u/s

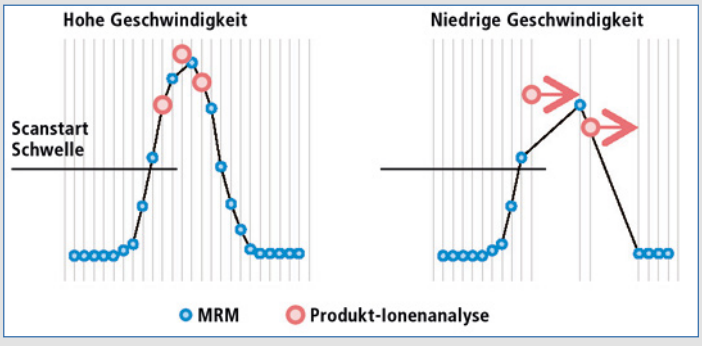


Abbildung 2: Getriggerte Produkt-Ionenanalyse bei der MRM-Aufnahme

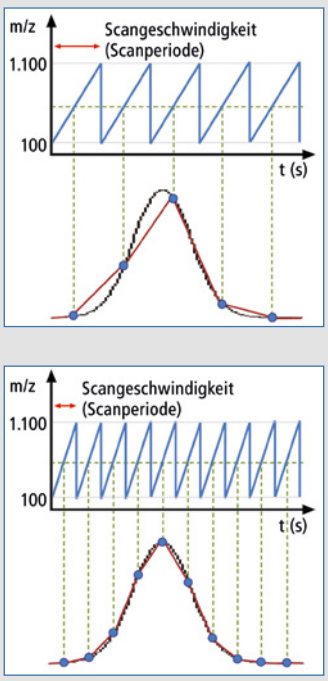


Abbildung 3: Einfluss der Datenpunkte auf die Signalform

(in 0,1 u Scanschritten) ungeschlagen. Diese hohe Geschwindigkeit zahlt sich dabei von Beginn an aus, da bereits die MRM-Optimierungstechnik von Shimadzu auf einer schnellen Abfolge von automatisierten Fließ-Injektionsanalysen beruht, die nur Minuten benötigen. Zusammengesetzte Substanzmischungen lassen sich so in einem unbeaufsichtigten Arbeitsablauf optimieren, ohne weitere zusätzliche Spritzeninjektionen. Für ein LCMS-8030 optimierte MRM-Parameter und die damit erzeugten Methoden lassen sich auf ein LCMS-8040 übertragen. Kurze Dwell- und Pausezeiten sichern die Generierung einer hohen Anzahl von Datenpunkten im Verlauf eines Signals und damit eine zuverlässige Quantifizierung auch bei einer schnellen und komplexeren Analytik. Zusätzlich erlauben die hohen Scan- und Spannungseinstellzeiten die Verknüpfung unterschiedlicher Experimente in einer Analyse, beispielsweise eine Kombination aus MRMs und getriggertem Produkt-Ion-Scan zur Quantifizierung und zusätzlicher qualitativer Absicherung der Ergebnisse (siehe Abbildung 2, links).

Bestimmte patentierte Technologien im Bereich der Quadrupole vereinigen die hohe Empfindlichkeit der Systeme mit einer schnellen Datenaufnahmerate. Schnelle Polaritätswechselzeiten von 15 ms ermöglichen daneben die gleichzeitige Messung von positiv und negativ ionisierten Verbindungen in einem Lauf. Die schnellen Datenaufnahmeraten erzeugen mehr Datenpunkte und haben daher einen unmittelbaren Einfluss auf die Signalform und das quantitative Ergebnis (Abbildung 3).

Die neue UFsweeper™ II Technologie des LCMS-8040 ermöglicht die ultraschnelle Aufnahme von bis zu 555 MRMs pro Sekunde mit minimalen Dwell und Pausezeiten von etwa einer Millisekunde. Selbst bei derartig hoher Frequenz der MRM-Abarbeitung werden die erzeugten Fragmente schnell und effizient aus der Kollisionszelle entfernt. Dadurch werden als Cross-Talk bezeichnete Verschleppungen minimiert und eine eindeutige Identifizierung und Quantifizierung gewährleistet. Um die Anzahl der Datenpunkte bei einer Multi-Komponenten Analytik noch weiter zu erhöhen, ermöglicht die LabSolution-Software die Zeitplanung der MRM-Aufnahme auf Basis der Elutionszeiten der unterschiedlichen Analyten (MRM-Synchronisation).

Das Säubern und Warten des LCMS-8040 erfolgt schnell und einfach. Die Möglichkeit zum Austausch der Desolvation-Line ohne Unterbrechung des Vakuums gewährleistet einen stabilen Betrieb ohne lange Ausfallzeiten.

Die LabSolution-Software in Verbindung mit Methodenpaketen (mit Datenbanken und Methoden zur MRM-Aufnahme von Pestiziden, Tierarzneimitteln, Drogen oder Wasserkontaminationen) ermöglichen einen schnellen und einfachen Analyseeinstieg.

LCMS-8080 – der Beste seiner Klasse hinsichtlich Empfindlichkeit und Quantifizierung

Um höchste Empfindlichkeiten zu erreichen, ist es unerlässlich, so viele Ionen wie möglich effizient zum Detektor zu befördern. Komplexe Technologien wie koaxiales heißes Gas, das eine effiziente Ionisation durch Zusammenführung und Aufheizen des Gasstroms von der Ionenquelle liefert, ermöglichen dem LCMS-8080, dieses Ziel leicht zu erreichen. Hot-Source-Induced-Desolvation (HSID) entfernt effizient Neutralteilchen. Zusätzlich macht es die laminare Strömungstechnik möglich, große Ionenmengen einfach zum Detektor zu übertragen und dies mit einer hohen Transmissionseffizienz bei hohen Geschwindigkeiten. Diese einzigartigen Technologien lassen sich bei vielen Applikationen vorteilhaft ausnutzen bei denen ein Höchstmaß an Sensitivität unabdingbar ist.

Das LCMS-8080 erreicht aufgrund seiner Bauweise zwar nicht die Geschwindigkeitsvorteile der 8030/8040er Bauserie. Die extrem hohe Empfindlichkeit erlaubt aber dafür eine immer noch schnelle High-End Analytik im Spurenbereich in sehr komplexen Matrizes. Damit komplettiert das LCMS-8080 die Bauserie.

Die geringe Standfläche des Gesamtsystems spart zudem Laborplatz. Daneben läuft das System ebenso unter der etablierten, anwenderfreundlichen LabSolution-Software.

GCMS-Serie – einzigartige Empfindlichkeit und Geschwindigkeit

Das neue GCMS-TQ8030 hat die herausragende Leistungsfähigkeit, den Bedienkomfort der GCMS-QP2010 Single-Quadrupols und integriert die UFMS-Technologien aus dem LCMS-8030.

Das GCMS-TQ8030 bietet eine Empfindlichkeit und Geschwindigkeit, mit der sich kein anderes Triple-Quadrupol-GCMS messen kann. Dies gründet auf den herstellergeschützten Technologien von Shimadzu, wie die hocheffiziente Ionenquelle, die Techniken zur Rauschunterdrückung, die High-Speed-Scanning-Kontrolle (ASSP) und die UFsweeper-Technologie (Tabelle 1).

Das UFsweeper mit seiner einzigartigen Konstruktionsweise baut ein Pseudo-Oberflächenpotenzial auf, welches die Ionen aus der Kollisionszelle beschleunigt. Zusammen mit dem Reinigungsmechanismus nach jedem Übergang bewirkt dies sogar bei einer ultraschnellen Messung (600 Übergänge/s) eine Analyse ohne Cross-Talk.

Beschreibung	Patent	Enthalten im MS-System	Anwendervorteile
Hochempfindliche Ionenquelle	US7939810	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra	Ultrahohe Empfindlichkeit
High-Speed-Scanning-Steuerung (Advanced Scanning Speed Protocol, ASSP™)	US6610979	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE	Ultrahohe Scangeschwindigkeit mit hervorragender Qualität der Massenspektren (keine Verzerrung) und kein Intensitätsverlust
Rauschunterdrückungstechnologie (Overdrive Linsen)	US6737644	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE	Verbessertes Signal/Rausch-Verhältnis auf Grund der Rauschunterdrückung
Hochleistungsquadrupol-Massenfilter	US5227629	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE	Einstellbare und hoch genaue Massenauflösung
Hocheffiziente Kollisionszelle (UFsweeper®)	Patent angemeldet	GCMS-TQ8030	Ultrahohe MRM-Geschwindigkeitsanalytik ohne Cross-Talk

Tabelle 1: Herstellergeschützte Technologien von Shimadzu

Abbildung 4: Twin-line Konfiguration des GCMS-TQ8030

Die einzigartige Fähigkeit des GCMS-TQ8030, Hochgeschwindigkeit-Datenerfassung mit ASSP, MRM und Full Scan (Q3) in nur einem Lauf (sogar in der Fast- oder Comprehensive-Anwendung) durchzuführen, erbringt Ergebnisse von hoher Qualität, die so zuvor nicht gesehen worden sind. Bedingt durch höchste Empfindlichkeit und Selektivität lassen sich die MRM-Daten für eine quantitative Zielanalyse nutzen. Q3-Full-Scan-Daten mit Komplettspektren und LRI- (Lineare Retentionsindex-) Informationen werden für eine genaue Identifizierung eingesetzt, um falsch positive oder negative Ergebnisse sicher zu vermeiden und bieten zudem Informationen von nicht Target-Komponenten. Diese Methodik sorgt für das leistungsfähigste Werkzeug für die Routineanalytik, z.B. eine QuEChERS vorbereitete Matrix für das Pestizid-Screening.

Bei der Comprehensive-GC handelt es sich um einen Anwendungsbereich, bei dem die Detektor-Geschwindigkeit des Massenspektrometers sehr wichtig ist. Diese Analyse-Anwendung steigert die Trennleistung des Systems drastisch, wobei zwei Säulen in Reihe geschaltet sind und ein Modulator zwischen den beiden Säulen die Injektion in die zweite Säule steuert. Die zweite Säule ist zumeist eine kurze Kapillarsäule (2,6 Meter) mit einem reduzierten Innendurchmesser (ID = 0,1 - 0,15 mm) und mit einer orthogonalen stationären Phase wie bei der Säule der ersten Dimension. Typische Peak-Basisbreiten, die bei Comprehensive-GCxGC-Anwendungen erreicht werden, liegen zwischen 200 - 600 ms. In der Konsequenz muss das System imstande sein, einen Datenpunkt für die benötigte Information mit einer Abtastfrequenz von 50 - 20 Hz zu erfassen (alle 0,02 - 0,06 sec ein Datenpunkt mit der kompletten Information über einen Massenbereich von mindestens 350 amu). Nur dann ist es geeignet, verlässliche quantitative Informationen zu liefern. Shimadzu bietet beide GCMS-Serien (Single- und Triple-Quadrupol) für Comprehensive-Anwendungen an (Abbildung 5).

Neben der ultrahohen Scan-Geschwindigkeit der Single- und Triple-Quadrupole stellt die patentierte ASSP-Funktion ein Schlüsselmerkmal dar. Durch Einsatz dieser einzigartigen Technologie wurde ein Durchbruch hinsichtlich der Nachweisempfindlichkeit bei der Hochgeschwindigkeitsanalytik erreicht. Darüber hinaus ist die Spektrumqualität sogar bei einer Scan-Geschwindigkeit des Quadrupol-Systems von 20.000 u/s unverändert.

Flexibilität ist die eine Haupteigenschaft der GCMS-Baureihen von Shimadzu. Die hochleistungsfähige Turbomolekularpumpe mit Doppeleinlass und die Differenz-Vakuumkonstruktion mit optimierten Oberflächen erlauben die Einstellung eines Säulen-Durchflusses bis zu 15 ml/min (GCMS-QP2010 Ultra) beziehungsweise 10 ml/min für das GCMS-TQ8030. Dies ermöglicht den Einsatz eines Twin-Line-MS-Systems, bei dem zwei Säulen gleichzeitig im Massenanalysator ohne einen Verlust an Empfindlichkeit installiert sind. Ein Twin-Line-System lässt sich für eine reibungslose Erfassung von Datensätzen auf verschiedenen Säulen einsetzen, ohne Manipulation der Säulen oder Belüftung des MS. Dies steigert die Produktivität drastisch (Abbildung 4).

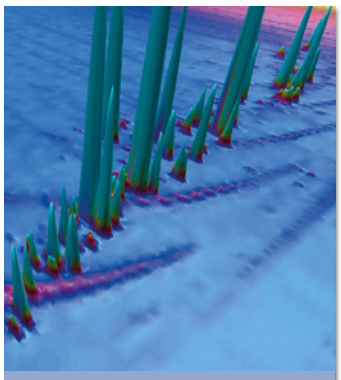


Abbildung 5: Dreidimensionale Informationen durch GCxGC Anwendung

GCMS-Software

Die von der GCMS-QP2010-Serie bekannte Software GCMSsolution bietet eine rasche Einarbeitung in die MS/MS-Methodenentwicklung. Die AART-Funktion garantiert eine automatische Einstellung der Retentionszeiten und lässt sich, zum Beispiel für einen Methodentransfer von einer konventionellen zu einer schnellen Säule nutzen. Die COAST-Funktion spielt eine wichtige Rolle bei der MRM-Methodenentwicklung und eröffnet eine unkomplizierte Entwicklung verschiedener Methoden für einen MS/MS-Erfassungsmodus.

GCMS-QP2010 Ultra und GCMS-TQ8030

- Hochleistungsquadrupol-Systeme bietet höchste Empfindlichkeit bei ultrahoher Geschwindigkeit (20.000 µ/s, 100 Hz)
- Bereitstellung des flexibelsten Systems, erweiterbar mit multidimensionalen Techniken und einer riesigen Auswahl an peripherer Ausstattung für zukünftigen Bedarf

GCMS-QP2010 SE

- Routine-Gerät mit überragendem Preis-Leistungs-Verhältnis. Erfüllt alle Anforderungen zahlreicher Anwendungsgebiete
- Anwenderfreundlich; Easy sTop-Funktionalität für einfache Wartung des Einlass-Systems

Zusammenfassung

Anwender profitieren von den Shimadzu UFMS-Systemen durch weiter verbesserte Datenqualität und höhere, nie zuvor gekannte Geschwindigkeit. Einzigartige Technologien setzen einen neuen globalen Standard in der Massenspektrometrie, indem sie tiefere Einsichten und Ergebnisse liefern und so zu einer besseren Produkt- und Kunden- bzw. Patienten-Sicherheit führen.

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 408**