

## Laboreröffnung mit Holzhammer

»Excellence in Science« ab jetzt in der Shimadzu Laborwelt auf über 1.500 qm live erleben.

## Weltpremiere: HPV-X

Die neue Hochgeschwindigkeits-Videokamera Hyper Vision HPV-X – 10 Mio. Bilder pro Sekunde!

## Der Mörder ist immer der Gärtner...

Ein Indizienprozess mit dem LCMS-8040-Triple Quadrupol



**APPLIKATION**

Der Zahn der Zeit – IR-Spektroskopie untersucht Alterung einer Polymertüte 2

Der Mörder ist immer der Gärtner ... Ein Indizienprozess mit dem LCMS-8040-Triple Quadrupol 6

Wenn es um die Wurst geht – Die Bestimmung des TOC in Phosphorsäure für die Lebensmittelindustrie 7

Den Durchblick behalten – Spektroskopie für die Qualitätssicherung von Augenspüllösungen 12

Nischen in der UV-Analyse neu definiert – Auslesen hoher Absorptionsswerte von TBC 16

**AKTUELLES**

Schimmelgeruch in Früchten und Gemüse? – Bestimmung von Trichloranisol und Tribromanisol 14

Laboreröffnung mit Holzhammer – »Excellence in Science« auf 1.500 qm; Welt- und Europapremieren 20

**PRODUKTE**

Spurenanalyse mit Plasmatechnologie – Weltpremiere – Der Barrier-Ionization-Discharge-Detektor 4

Hochleistungsathlet – IRTracer-100 neues FTIR-System 5

Die entscheidenden Schritte voraus – Weltpremiere – der neue HPLC-Photodiodenarray-Detektor SPD-M30A 8

Lange Winterperiode belastet das Abwasser von Flughäfen – Effiziente Überwachung durch Online-TOC 10

Neues Werkzeug für Gesundheitsvorsorge und Kosmetik – SPF Calculator-Software für UV-VIS-Geräte 17

Schockwellen – Weltpremiere – Die neue Hochgeschwindigkeits-Videokamera Hyper Vision HPV-X 18

Von zart bis hart – Der neue Mikrohärteprüfer HMV-G 19

# Der Zahn der Zeit

## IR-Spektroskopie untersucht Alterung einer Polymertüte



**1** 5 Jahre diente sie im Haushalt als Umhüllung von Gegenständen – zuverlässig und anspruchslos. Sie hatte ein Plätzchen an der Sonne an einem Fenster mit Aussicht. Doch dann, von einem Tag zum anderen, zerfiel die Plastiktüte zu Staub. Zuerst in einzelne Teile, die dann bei weiterer Berührung in noch kleinere Stücke brachen. Diese Tüte hat ein „fraktales“ Leben entwickelt.

diese Behauptung zu verifizieren, wurden die Fragmente der gealterten Plastiktüte mit Infrarotspektroskopie (IR) untersucht – zerstörungsfrei mit der ATR-Mess-technik (Abbildung 1). In diesem Fall wurde eine Diamant-ATR-Einheit gewählt. Da die Oxidation ein Oberflächenphänomen ist, eignet sich die ATR-Technik hierfür gut. Sie dringt je nach Wellenzahl, optischen Element und Fenster um 2 µm (bei 1.000 cm<sup>-1</sup>) in die Oberfläche ein.

**Was ist passiert?**

Durch die Sonneneinstrahlung hat eine Oxidation des Polymers eingesetzt, wie dies in der Literatur vielfältig dargestellt wurde. Um

**Theorie**

Bei der Oxidation von Polyethylen entstehen aus den langkettigen  $[-CH_2-CH_2-]_n$ -Hydroxyl,



Abbildung1: Der Stempel der Anpresseinheit des DuraSamplers drückt ein Zerfallsstück der Plastiktüte gegen das Diamantfenster

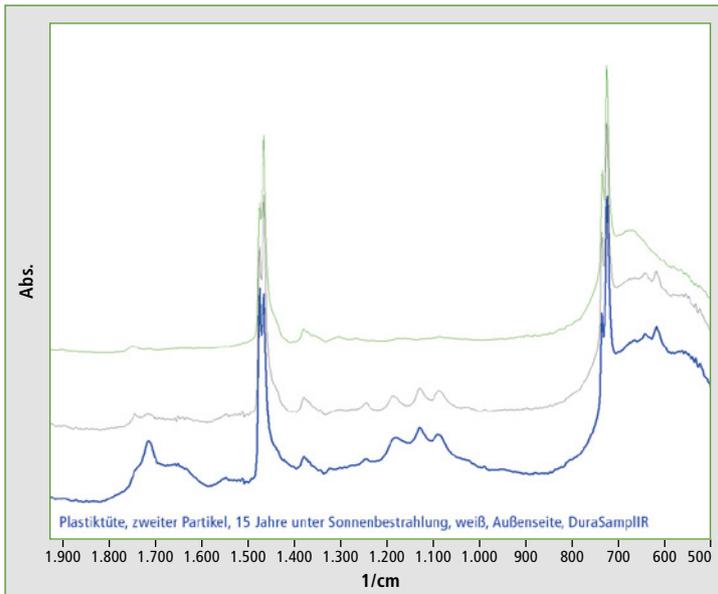


Abbildung 2: Infrarotspektren von verschiedenen Polyethylenproben. Die grüne Linienfarbe repräsentiert das „frische“ Polyethylen und grau (Innenseite) und blau (Außenseite) das gealterte Material

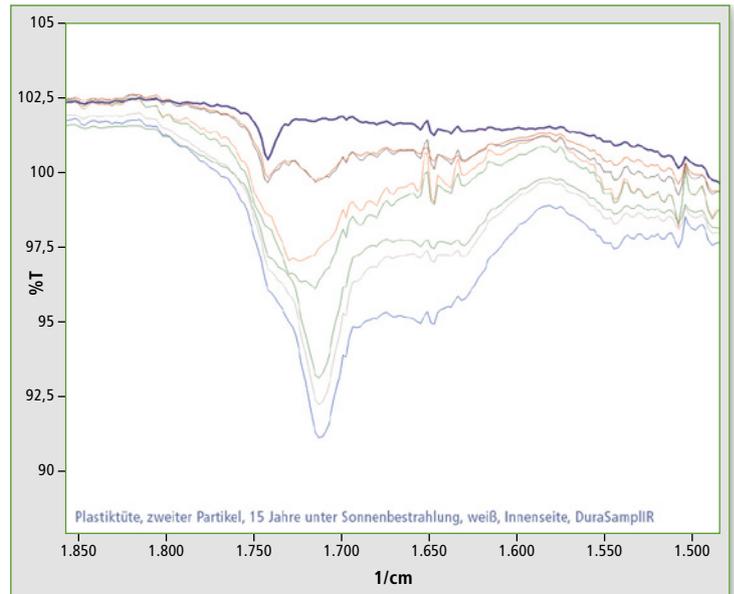


Abbildung 3: Darstellung von acht Infrarotspektren aus vier Proben. Die Spektren mit der Farbe dunkelblau bis hellrot stehen für die Innenseite und von grün bis blau für die Außenseite.

Carbonyl- und Vinylgruppen. Das Polymer wird kurzketziger, spröder, so dass das Material nach genügender Umsetzung oder fortgeschrittener Oxidation bricht.

Polyethylen liefert von Natur aus ein bandenarmes Infrarotspektrum. Drei signifikante Schwingungsbereiche lassen Raum für IR-Fenster, wovon eines im so genannten „Fingerprint“-Bereich liegt. Daher wird Polyethylen auch als Trägermaterial für andere hochviskose Substanzen (zum Beispiel Öle) eingesetzt, um deren infrarote Spektren zu messen.

Wie schon zuvor erwähnt, weist das Polyethylen ein einfach strukturiertes Spektrum auf. Das Spektrum vom Polyethylen wird interessant, wenn Zuschlagstoffe seine Zieleigenschaften beeinflussen sollen. Dann werden die Absorptionen in den IR-Fenstern durch Schwingungsbanden belebt. Bei der Oxidation von Polyethylen entstehen Carbonsäurederivate. Gerade diese CO-Schwingungen sind stark infrarot aktiv. Schon kleine Mengen generieren starke Absorptionen im Infrarotspektrum bei 1.700 - 1.750cm<sup>-1</sup>.

**Messungen**

Um ein Vergleichsspektrum zu generieren, wurde eine handelsübliche Polyethylen (PE) basierende

Plastiktüte weißer Farbe ohne Aufdruck gemessen. Dies dient als „frisches“ Polyethylen zur definierten Zeit „Null.“ Das Spektrum ist frei von CO Schwingungen aus der Gruppe der Carbonsäuren.

Die Proben der gealterten Plastiktüte wurden jeweils von beiden Seiten untersucht (Abbildung 2). Sie stammen aus dem weißen Bereich der Tüte, der der Sonne ausgesetzt war. So wurde die Vergleichbarkeit zur frischen Folie hergestellt, ohne dass Farbaufdrucke und Polymerschichten mit anderen Inhaltsstoffen die Ergebnisse verzerren würden.

In Abbildung 2 sind die Infrarotspektren zum Vergleich zwischen frischer und alter Folie dargestellt. Im Fingerprint-Bereich (1.000 - 1.400 cm<sup>-1</sup>) unterscheiden sich die Folien grundsätzlich durch unterschiedliche Beimischungen oder Füllstoffe. Polycarbonat als auch Acrylat passen nicht mit ihren Infrarotschwingungen zu der Tripletstruktur, die im Bereich 1.200 - 1.050 cm<sup>-1</sup> vorliegen.

Im Detail wäre zu klären, welche der Schwingungen in dem Fingerprint-Bereich der Alterung geschuldet sind. Einen einfachen Bereich zum Nachweis der Alterung findet man bei den Carbonsäureschwingungen. Dazu der

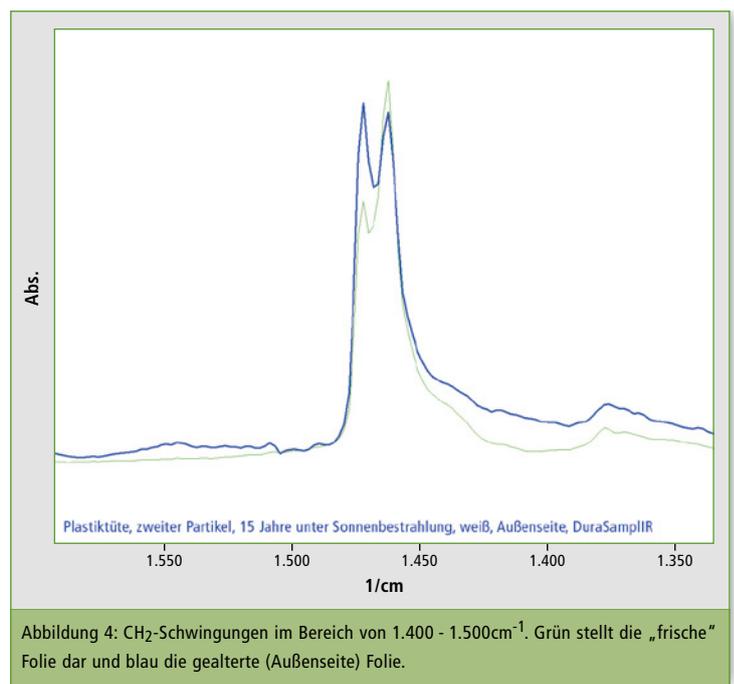


Abbildung 4: CH<sub>2</sub>-Schwingungen im Bereich von 1.400 - 1.500cm<sup>-1</sup>. Grün stellt die „frische“ Folie dar und blau die gealterte (Außenseite) Folie.

Vergleich der gealterten Folie – Vorderseite mit der Rückseite. Deutlich zu erkennen ist das Signal bei 1.710 cm<sup>-1</sup>, das ein Signal der Carbonsäuregruppe ist. Das Vorhandensein dieser Schwingung weist auf den Alterungsprozess hin.

# Spurenanalyse mit Plasmata

**Weltpremiere** – das neue Detektorkonzept: Der Barrier-Ioniza

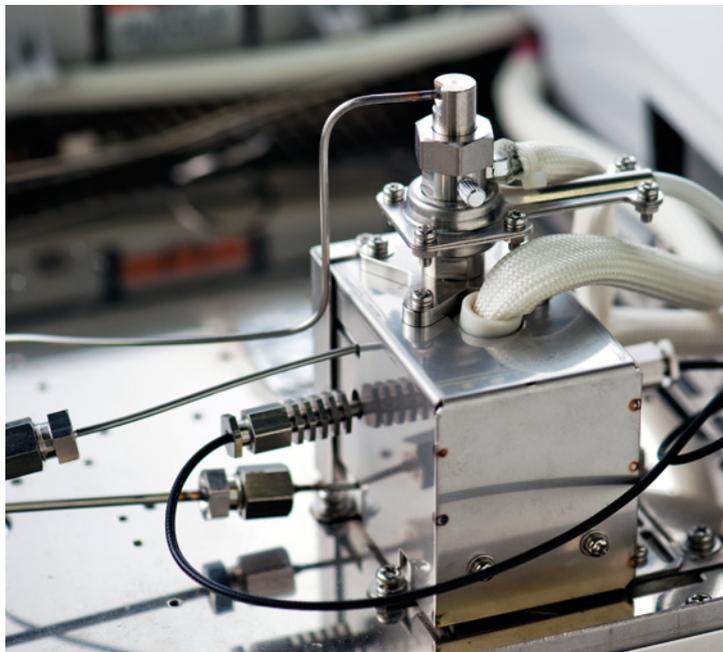


Abbildung 1: Barrier Ionization Discharge Detector (BID)

Schon lange besteht in der Gas-Chromatographie Bedarf für einen universellen Detektor, der robust, einfach, aber auch empfindlich ist. Der Flammen Ionisationsdetektor (FID) ist beliebt, weil er Langzeitstabilität und Empfindlichkeit hervorragend verbindet. Leider fehlen Permanentgase wie Sauerstoff, Stickstoff, Kohlendioxid etc. in seinem Detektionsspektrum. Der Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD oder TCD) kann alle Komponenten als universeller Detektor nachweisen, ist auch robust, aber leider für heutige Ansprüche nicht empfindlich genug. Hier bietet die Familie der Helium-Ionisations-Detektoren (HID) Abhilfe. Diese sind hochempfindlich, erfordern allerdings ein gewisses Feingefühl in der Handhabung; auch

bezüglich der Langzeitstabilität mussten bisher Abstriche gemacht werden.

## Das neue Detektor-konzept BID

Mit dem Barrier-Ionization-Discharge-Detektor (BID) bringt Shimadzu ein neues Konzept in der Helium-Ionisations-Technologie auf den Markt (Abbildung 1). Wie bei den meisten HID-Detektoren wird ein Heliumplasma durch elektrische Anregung von Heliumatomen erzeugt (Abbildung 2). Das dafür verwendete „Discharge Gas“ (hochreines Helium) wird am Kopf des Detektors eingeleitet. Die in der oberen Hälfte angeordneten Elektroden

Ein dünnes Rohr aus Quarzglas dient als die elektrische Barriere zwischen den Elektroden und dem Helium-Plasma. Die Elektroden haben somit keinen direkten Kontakt zum Helium Plasma, werden also nicht verschmutzt oder durch das Plasma selber in Mitleidenschaft gezogen. Das ist ein Grund für die Langzeitstabilität des Barrier Ionization Discharge Detektors. Tests haben gezeigt, dass sich die relative Empfindlichkeit auch über mehr als 3.000 Betriebsstunden kaum ändert, lediglich in den ersten Betriebswoche steigert der Detektor seine Empfindlichkeit ein wenig (siehe Abbildung 4).

Prinzipiell kann der BID in zwei Bereiche geteilt werden (Abbildung 3). Plasmaerzeugung im oberen Bereich, Ionisation und Detektion der chromatographisch getrennten Komponenten im unteren. Die Ionisation der Komponenten erfolgt nicht durch Kollision mit angeregten Heliumatomen, sondern durch Licht, welches vom Helium-Plasma emittiert wird. Die Ionisationsenergie des Lichts beträgt 17,7 eV, wodurch der BID in der Lage ist, alles mit kleinerer Ionisationsenergie zu messen; damit fallen lediglich Helium selber und Neon aus seinem Detektionsspektrum.

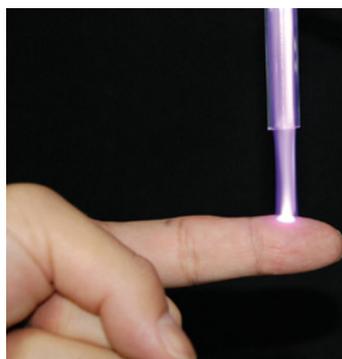


Abbildung 2: Plasmatechnologie des BID

(siehe Abbildung 3) bringen Helium in den angeregten  $He_2 A^1 \Sigma_u^+$  Zustand und erzeugen so ein kaltes Heliumplasma.

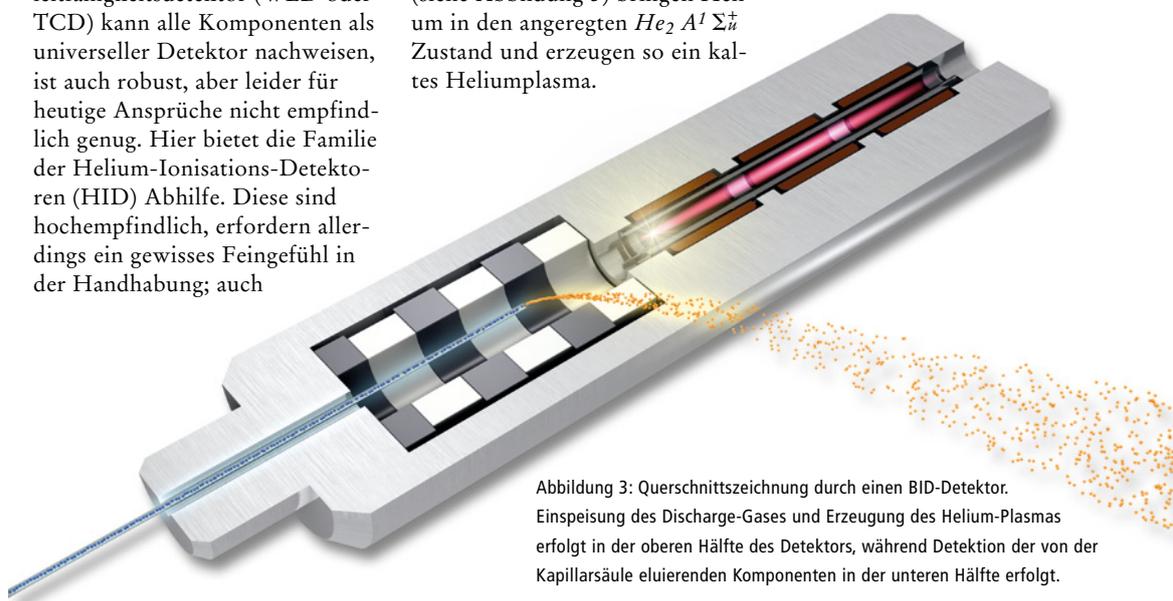


Abbildung 3: Querschnittszeichnung durch einen BID-Detektor. Einspeisung des Discharge-Gases und Erzeugung des Helium-Plasmas erfolgt in der oberen Hälfte des Detektors, während Detektion der von der Kapillarsäule eluierenden Komponenten in der unteren Hälfte erfolgt.

# Technologie

## Pulsed-Discharge-Detektor

### Verbesserte Nachweisgrenzen

Zur Substanzdetektion wurden spezielle Elektroden auf Basis von „Saphir Cobalt Alloy“ entwickelt. Damit erreicht der BID Nachweisgrenzen, die etwa 50 - 100 mal besser sind als beim TCD und je nach Substanz 1,5 - 5 mal besser als beim FID. Mit fünf Größenordnungen ist der dynamische Bereich des BID gleich dem des TCD und nur wenig kleiner als beim FID.

Trotz seiner hohen Empfindlichkeit zeigt sich der BID sehr tolerant gegenüber hohen Konzentrationen. Insofern kann er, wie ein

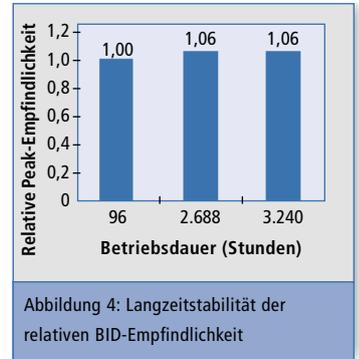
TCD, zur Flüssigprobenanalytik verwendet werden. Das für die Probe eingesetzte Lösungsmittel muss also nicht über „Heartcut Techniken“ ausgeblendet werden. Zwar wird der Detektor vom Lösungsmittel überladen, braucht aber nicht viel länger als ein FID, um wieder auf Basislinienniveau zu gelangen. Dies ist eine weitere Stärke der neuen Plasmatechnologie.

### BID schließt eine Applikationslücke

Durch Vereinigung von Langzeitstabilität mit großer Empfindlichkeit, füllt der BID eine Bedarfslücke zwischen dem robusten,

aber wenig empfindlichen TCD, und dem sehr empfindlichen, aber auch in der Handhabung anspruchsvollen Pulsed-Discharge-Helium-Ionsations-Detektor (PDHID).

Hohe Empfindlichkeit gepaart mit guter Toleranz bei Detektorüberladung bringen den BID auch als möglichen Ersatz für einen FID-Detektor ins Spiel. Insbesondere bei organischen Verbindungen mit Heteroatomen (zum Beispiel kurzkettige Alkohole, Aldehyde, Ketone) kann der BID mit höherer Empfindlichkeit gegenüber dem FID punkten. Somit füllt der Barrier-Ionization-Discharge-Detektor nicht nur eine Lücke,



sondern bietet auch neue Perspektiven für viele Applikationen, die zurzeit noch mehrere Detektoren benötigen (zum Beispiel Greenhouse Gas Analytoren).

# Hochleistungsathlet

## IRTracer-100 neues FTIR-System – empfindlich, schnell, hochauflösend

Das neue IRTracer-100 FTIR System (Fourier Transformation Infrarot Spectrophotometer) für den mittleren Infrarot-Bereich bietet Hochleistung durch und durch: die höchste Empfindlichkeit seiner Klasse (Signal-Rausch-Verhältnis von 60.000:1), höchste Auflösung (0,25  $\text{cm}^{-1}$ ), und hohe Messgeschwindigkeit (20 hochwertige Spektren pro Sekunde im Rapid-Scan-Modus). Damit lassen sich kleinste Verunreinigungen detektieren, schnelle chemische Reaktionen messen oder Halbleiter und andere Materialien präzise analysieren.

Ein Interferometer mit automatischer dynamischer Justage (ADA) gewährleistet die hohe Leistung im Einklang mit maximaler Stabilität. Das neue IRTracer-100 hat zudem eine automatische Trocknungseinheit und bietet umfangreiche Monitorfunktionen.



Abbildung 1: IRTracer-100 – kleinsten Kontaminanten auf der Spur

### Maßgefertigte System Konfigurationen

Das IRTracer-100 ist äußerst flexibel. Mit seinem vielfältigen Zubehör und der nutzerfreundlichen Software eignet es sich auch für sehr spezifische Applikationen. Messungen umfassen das Nahe bis zum Fernen Infrarot. In den gro-

ßen Probenraum lässt sich das Zubehör einfach einsetzen und wird von der automatischen Zubehörererkennung sogleich identifiziert.

Die Spezifikationen von Hardware und Software sind auf höchstem Niveau. Das IRTracer-100 zusammen mit der neuen LabSolutions IR Software macht es den Anwen-

dern einfach, die hohe Leistungsfähigkeit des Systems auszunutzen und in anspruchsvollen Applikationen einzusetzen.

Die LabSolutions IR Software hat umfangreiche Funktionen zur Datenbearbeitung, etwa die ATR-Korrektur (abgeschwächte Totalreflexion) und die Kubelka-Munk-Funktion, quantitative Funktionen wie die Mehrpunkt Kalibrationsmethode, die CLS-Methode sowie Suchfunktionen als Standard. Darüber hinaus stehen weitere optionale Software-Pakete bereit, um den Applikationsbereich zu erweitern – zeitabhängiges Messen, PLS-Quantifizierung, Mapping, Makro-Programmierung und mehr. Für die eindeutige Identifizierung von unbekanntem Proben beinhaltet die LabSolutions IR Software bereits eine Bibliothek mit 12.000 Spektren.

# Der Mörder ist immer der Gärtner ...

## Ein Indizienprozess mit dem LCMS-8040 Triple Quadrupol



Flüssigkeits-Chromatographie gekoppelt an Tandem-Massenspektrometrie (LC/MS/MS) bot eine sehr gute Möglichkeit. Durch die hier zugrunde liegende Methodik des „Multi Reaction Monitoring – MRM“ (Selektieren der gewünschten Muttersubstanz mittels des ersten Quadrupols [Q1], Fragmentieren dieser Substanz in der Kollisionszelle [q2], Auslesen eines oder mehrerer spezifischer Fragmente mittels des dritten Quadrupols [Q3]) (Abbildung 1) ist dieses Analysenverfahren anderen Methoden hinsichtlich Selektivität hochgradig überlegen. Auch ohne aufwändige Probenvorbereitungsschritte können viele Verbindungen mit der gleichen Analysenmethode bestimmt werden.

Viele wertvolle, mediterrane Pflanzen überwintern in der kalten Jahreszeit in Gewächshäusern, wo sie regelmäßig gegossen und gedüngt werden, um im folgenden Sommer ihre volle Pracht erneut zu entfalten. Doch ein Gewächshaus im schweizerischen St. Gallen wurde den Pflanzen zum Verhängnis. Sie waren mit einer unbekannt Substanz vergiftet worden. Die Kantonspolizei wurde eingeschaltet.

Ein Verdächtiger war schnell gefunden. Doch wie zu beweisen, dass die Pflanzen wirklich vergiftet wurden? Dies fiel in die Zuständigkeit des Forensisch-Naturwissenschaftlichen Dienstes der Kantonspolizei St. Gallen.

Soweit möglich, werden immer zwei verschiedene unabhängige Analysemethoden eingebracht, um Sachbeweise zu erbringen. Die Mitarbeiter des Forensisch-Naturwissenschaftlichen Dienstes mussten sich nun überlegen, welche Methoden einer gerichtlichen Prüfung standhalten.

### LC/MS/MS führt auf die Spur

Eine Option war das gerade installierte LCMS-8040-Triple Quadrupol Massenspektrometer von Shimadzu. Der Einsatz von

Die Erstellung der Nachweismethode wurde kurzerhand in das gerade stattfindende Benutzertraining für das LCMS-8040-Triple Quadrupol-MS und die dazugehörige LabSolution-Software eingebaut.

Die vollkommen automatisierte MRM-Optimierung wurde mit einer Verdünnung der aus den ver-

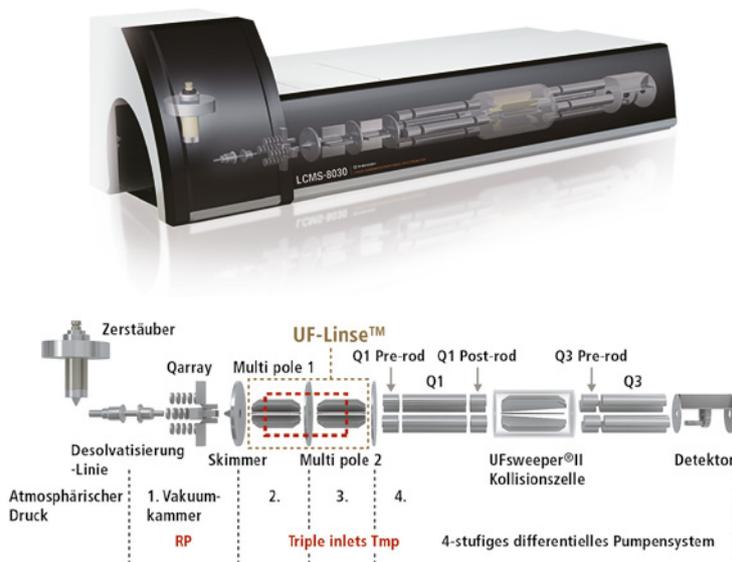


Abbildung 1: Schema des Triple Quadrupole LCMS-8040

dächtigen Pflanzenschutzmittelkanistern entnommen Substanz vorgenommen.

Eine HPLC-Methode war schnell hinzugefügt, allerdings wurde hier aufgrund des bestehenden Zeitdrucks weitestgehend auf die Optimierung der chromatographischen Bedingungen verzichtet. Schon kam der spannende Mo-

ment des Nachweises eines Pflanzengifts in der Blumenerde.

### Die Vorgehensweise

25 g der belasteten Erde wurden mit 50 ml Reinstwasser aufgeschwemmt und anschließend filtriert. Zusätzlich wurde eine unbelastete Erde als Blindkontrolle extrahiert. Sollte diese schnelle

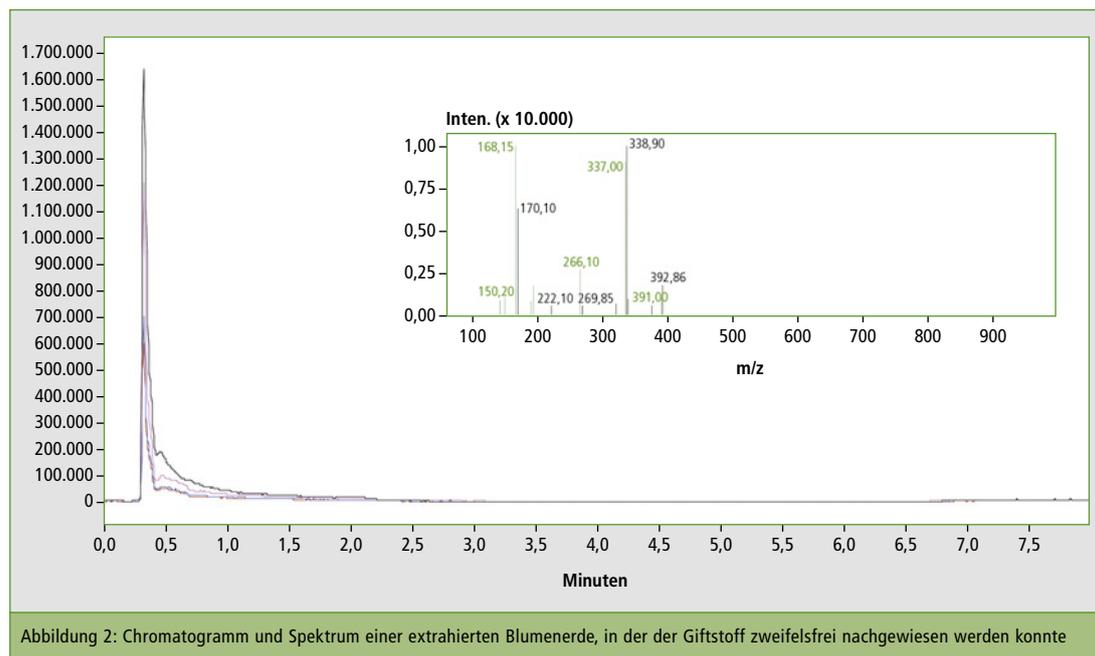


Abbildung 2: Chromatogramm und Spektrum einer extrahierten Blumenerde, in der der Giftstoff zweifelsfrei nachgewiesen werden konnte

# Wenn es um die Wurst geht

## Die Bestimmung des TOC in Phosphorsäure für die Lebensmittelindustrie

und einfache Methode schon ausreichend sein, um den Täter zu überführen? Ja!

In allen fünf untersuchten Blumenenerden konnte das Pflanzengift zweifelsfrei nachgewiesen werden (Abbildung 2). 1 µl der filtrierten Lösung wurde in das LCMS-8040 injiziert, welches an ein Nexera X2 UHPLC System gekoppelt ist. Die Messmethode enthielt neben den optimierten Massenübergängen (MRMs) einen Scan („Abfahren“ eines definierten Massenbereiches“) im positiven sowie im negativen Ionisierungsmodus. Dies ist aufgrund der herausragenden Geschwindigkeitsparameter ohne Sensitivitätsverlust möglich, da das LCMS-8040 als eines der schnellsten Systeme auf dem Markt mit nur 15 ms Zeit für Polaritätswechsel, einer Scalegeschwindigkeit von 15.000 u/s und Dwellzeiten von 1 msec bietet.

### Die zweite Detektionsmethode

Als zweite Detektionsmethode wurde ein DART-TOF-MS (Direct Analysis in Real Time – Time Of Flight) eines anderen Herstellers gewählt.

DART ist eine Ionenquelle, die augenblicklich Gase, Flüssigkeiten und Feststoffe unter Umgebungsdruck ionisiert. DART benötigt keine Probenvorbereitung, so dass Feststoffe und Flüssigkeiten mit Massenspektrometern in ihrem nativen Zustand analysiert werden können. Die Ionisierung findet direkt an der Probenoberfläche statt, wobei der Ionisierungsprozess eine Interaktion der zu analysierenden Moleküle mit elektronisch angeregten Atomen oder vibronisch angeregten Molekülen umfasst.

Auch Shimadzu hat eine DART Ionisierungsquelle für sein Single Quadrupol Massenspektrometer LCMS-2020 wie auch für seine Triple Quadrupol Massenspektrometer LCMS-8030 und LCMS-8040 im Angebot.

Und tatsächlich war der Mörder der Gärtner ...

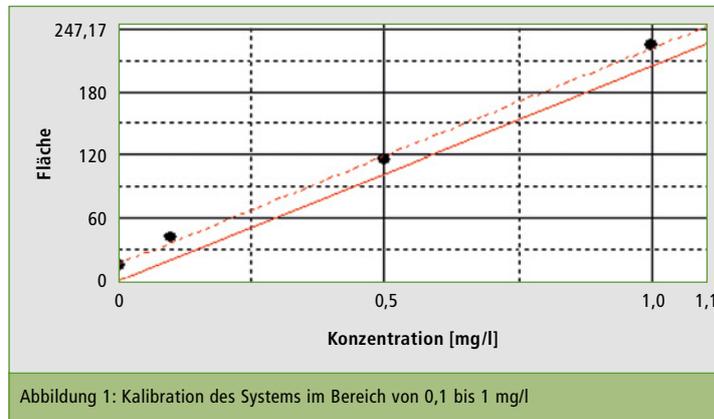


Abbildung 1: Kalibrierung des Systems im Bereich von 0,1 bis 1 mg/l

Eine der industriell meist verwendeten anorganischen Säuren ist die Phosphorsäure. Sie dient als Ausgangsstoff für die Herstellung von phosphathaltigen Düngern. Außerdem wird sie zur Produktion von wasserenthärtenden Mitteln als Waschmittelzusatz genutzt.

Auch in der Lebensmittelindustrie wird sie eingesetzt – als Säuerungs- und Konservierungsmittel in Getränken oder als Antioxidans in Fleisch- und Wurstwaren. Gerade für solche Anwendungen ist es wichtig, eine reine, frei von Fremdstoffen enthaltene Säure zu verwenden. Hersteller und Verarbeiter von Phosphorsäuren nutzen zur Qualitätskontrolle mehr und mehr den Summenparameter TOC (Total Organic Carbon). Dieser Parameter ist ein Maß für die Verunreinigung der Phosphorsäure durch organische Komponenten.

### Nass-chemische UV-Oxidation bei 80 °C

Die Bestimmung des TOC-Gehalts in der Phosphorsäure erfolgt mittels nass-chemischer UV-Oxidation mit einem TOC-V<sub>WP</sub>. Seine zentrale Technik ist die kraftvolle Oxidation durch die Verbindung von Natriumpersulfat und UV-Oxidation bei 80 °C. Diese drei Merkmale gewährleisten, dass alle

gelösten Kohlenstoffverbindungen zu CO<sub>2</sub> umgesetzt werden.

Bei Anwesenheit von Persulfat-Ionen und UV-Strahlung entstehen OH-Radikale, die eine starke oxidative Wirkung besitzen und die organischen Komponenten in Kohlendioxid umsetzen. Ein Trägergas transportiert das entstandene Kohlendioxid zur Detektion zum NDIR-Detektor. Eine automatische Reagenzien-Vorbereitung beseitigt zuvor eventuelle Verunreinigungen der Reagenzlösungen und minimiert so den Blindwert des Geräts.

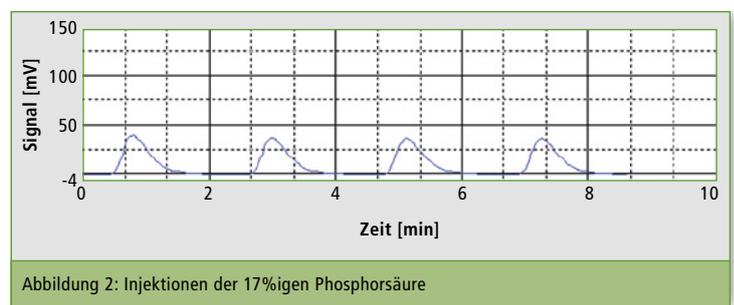


Abbildung 2: Injektionen der 17%igen Phosphorsäure

Die Kalibrierung des Systems erfolgte in zwei verschiedenen Bereichen. Hier die Kalibrierung im Bereich von 0,1 bis 1 mg/l. Die Bestimmung des TOC in der Phosphorsäure erfolgte mittels NPOC-Methode (Non-Purgable Organic Carbon). Neutrale oder alkalische Proben werden zuvor angesäuert, um die anorganischen Carbonate und Hydrogencarbonate zu zersetzen. Bei der Phosphorsäure konnte darauf verzichtet werden.

Die Phosphorsäurekonzentration spielt bei der Bestimmung keine wesentliche Rolle, es ist lediglich darauf zu achten, dass die Säure nicht zu viskos ist. Daher wurde die 85%ige Phosphorsäure 1:5 mit Wasser verdünnt. Die nun 17%ige Säure wurde über einen Oct-1 Autosampler ins Gerät gebracht und analysiert. Für jede Analyse wurde ein Aliquot der Säure von 3.000 µl injiziert. Die damit gemessene Phosphorsäure (17%ig) wies eine Konzentration von 0,61 mg/l TOC auf. Die Standardabweichung über drei Injektionen lag bei 1,8 %.

# Die entscheidenden Schritte

**Weltpremiere** – der neue HPLC-Photodiodearray-Detektor SPD



Abbildung 1: HPLC Photodiodearray-Detektor der ersten Generation, SPD-M1A



Abbildung 2: Der neue SPD-M30A

Mit der Einführung des SPD-M30A Detektors ist die *Nexera X2* UHPLC-Familie um ein weiteres Mitglied gewachsen. Wie die Photodiodearray-Detektoren der Vergangenheit (Abbildung 1), so ist auch der neue Detektor (Abbildung 2) den stetig wachsenden Anforderungen der modernen Hochleistungs-

ren sehr schnelle Datensammelraten haben. Gleichzeitig sollte es bei ultraschnellen Trennungen nicht zu Empfindlichkeitseinbußen kommen.

und die Durchflusszelle sind entscheidende Komponenten.

### Weglänge und Zellvolumen

Um möglichst informationsreiche Daten zu erhalten, müssen die Geräte eine gute spektrale Auflösung liefern. Zusammen mit der hohen Empfindlichkeit stellt sie das Optimum dar und ist eine der Stärken des neuen SPD-M30A. Auch die durchdachte optische Einheit, die modernste Elektronik

Um den heutigen Anforderungen der UHPLC gerecht zu werden, müssen die Detektorzellen bei gleichzeitig möglichst langer optischer Weglänge (Typisch: 1 cm für Standard-HPLC-Zellen) ein möglichst geringes Zellvolumen haben. Zuleitung und Form der Zelle müssen einen möglichst schnellen Flüssigkeitsaustausch unterstützen

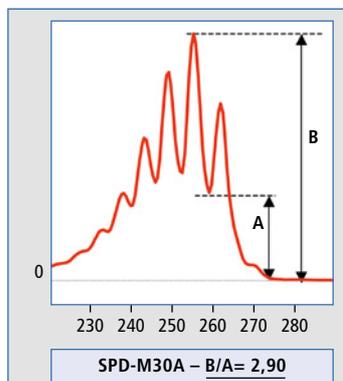


Abbildung 3 zeigt das Benzolspektrum, das man mit dem SPD-M30A erhält. Anhand des Verhältnisses des Maximums B und des Minimums A, lässt sich erkennen, dass der Detektor eine sehr gute spektrale Auflösung hat.

Flüssigchromatographie um einen Schritt voraus.

In Zeiten der UHPLC, bei denen Peakbreiten von weniger als einer Sekunde nichts Außergewöhnliches mehr sind, müssen Detekto-

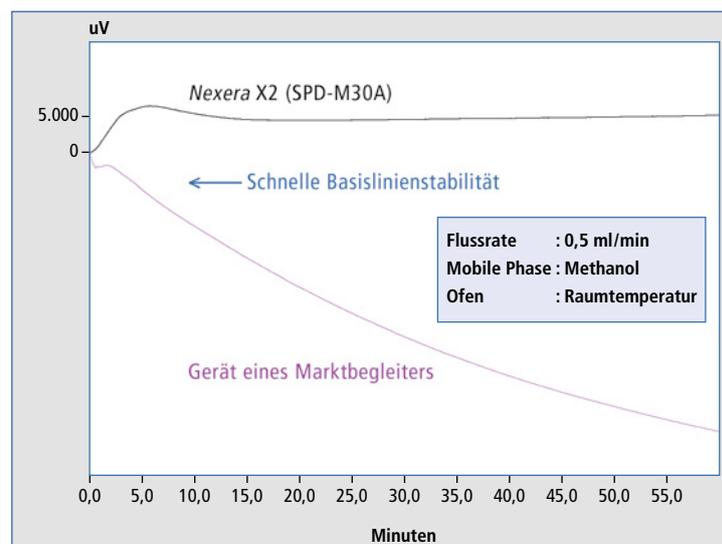


Abbildung 4 zeigt, dass der neue SPD-M30A binnen 20 Minuten nach dem Einschalten eine stabile Basislinie hat, wohingegen ein Konkurrenzgerät selbst nach einer Stunde noch eine deutliche Basisliniendrift zeigt

# voraus

## -M30A

und somit die Dispersion minimieren. Die Kombination von optischer Einheit und Durchflusszelle sollte so gestaltet sein, dass Brechungsindexeffekte vernachlässigbar sind.

### Die Nutzen der Leistungsmerkmale

Die optische Einheit wurde für den Einsatz von Kapillar-Durchflusszellen optimiert. Dabei kommt ein 1024-Element-CMOS-Photodiodearray zum Einsatz. Diese Kombination erlaubt eine hohe spektrale Auflösung von 1 nm. (Abbildung 3). Des Weiteren ist die komplette optische Einheit thermostatisiert. Dadurch ist das Gerät nach dem Einschalten schneller betriebsbereit und wesentlich unempfindlicher gegen Schwankungen der Umgebungstemperatur (siehe Abbildungen 4 und 5).

Um das Rauschen noch mehr zu verringern, kommt eine spezielle Hochleistungs-Deuterium-Lampe zum Einsatz.

### Die zentrale Rolle der Kapillardurchflusszelle

Die neue Kapillar-Durchflusszelle (Abbildung 6) hat eine optische Weglänge von 1 cm, was bei den meisten analytischen Zellen Stan-

dard ist. Besonders jedoch ist, dass diese Zelle ein Volumen von nur 1 µl hat und wegen der extrem gut reflektierenden Kapillare und dem Einsatz moderner Lichtleitertechnologie Streulicht und Bre-

zeigt ein Chromatogramm-Overlay des Vorgängermodells, SPD-M20A mit 2,5 µl UFLC-Zelle und dem SPD-M30A mit Standardzelle. Sehr deutlich ist der Unterschied in den Signalintensitäten, die sich

Für extrem hochempfindliche Messungen steht die optionale HS-Zelle mit einer Schichtdicke von 85 mm und einem Volumen von nur 8,5 µl zur Verfügung. Abbildung 8 zeigt einen Vergleich der Standardzelle des neuen SPD-M30A gegenüber der optionalen HS Zelle.

Um den Anforderungen im geregelten Bereich (z.B. GLP und GMP) gerecht zu werden, verfügen die Zellen des SPD-M30A über eine ID-Funktion, die anhand der Datenfiles eine Rückführbarkeit auf die verwendete Zelle gewährleistet.

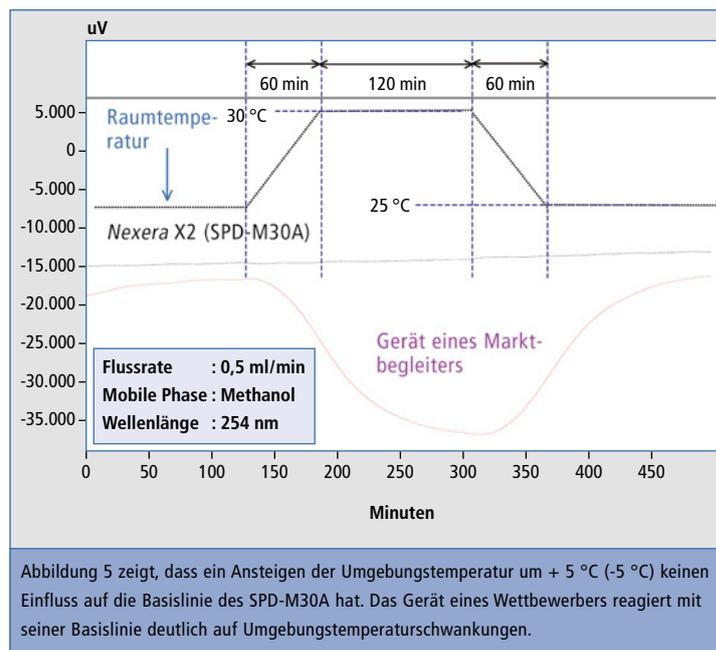


Abbildung 5 zeigt, dass ein Ansteigen der Umgebungstemperatur um + 5 °C (-5 °C) keinen Einfluss auf die Basislinie des SPD-M30A hat. Das Gerät eines Wettbewerbers reagiert mit seiner Basislinie deutlich auf Umgebungstemperaturschwankungen.

chungsindexeffekte auf ein Minimum reduziert.

Eine Zelle mit dieser Geometrie ist eine optimale Lösung für den Einsatz im Semi-Micro-Bereich, in der UHPLC sowie in der Standardanalytischen HPLC. Abbildung 7

aufgrund der unterschiedlichen optischen Schichtdicke ergeben. Gut zu sehen ist aber auch, dass aufgrund geringerer Dispersion und wegen des kleineren Zellvolumens mit dem SPD-M30A höhere Bodenzahlen und somit eine bessere Auflösungen erreicht werden.



Abbildung 6: Standard Kapillarzelle des SPD-M30A

### „Futureproof Design“

Es ist bekannt, dass für ultraschnelle Trennung eine hohe Datensammelrate (Sampling Frequency) erforderlich ist. Theoretisch sollte man mindestens 20 Datenpunkte pro Peak haben, um diesen richtig abzubilden. Demnach sollte bei Peakbreiten von einer Sekunde die Datensammelrate größer 20 Hz sein.

Mit dem neuen SPD-M30A lassen sich gemäß den Anforderungen verschiedene Datensammelraten von bis zu 200 Hz wählen, was eine saubere Abbildung von Peaks mit Breiten von 0,1 s erlaubt. Abbildung 9 zeigt die Abbildung eines Peaks, der mit einer Basisbreite von ca. zwei Sekunden der unterschiedlichen Datensammelraten aufgenommen wurde. Deutlich ist zu erkennen, dass selbst

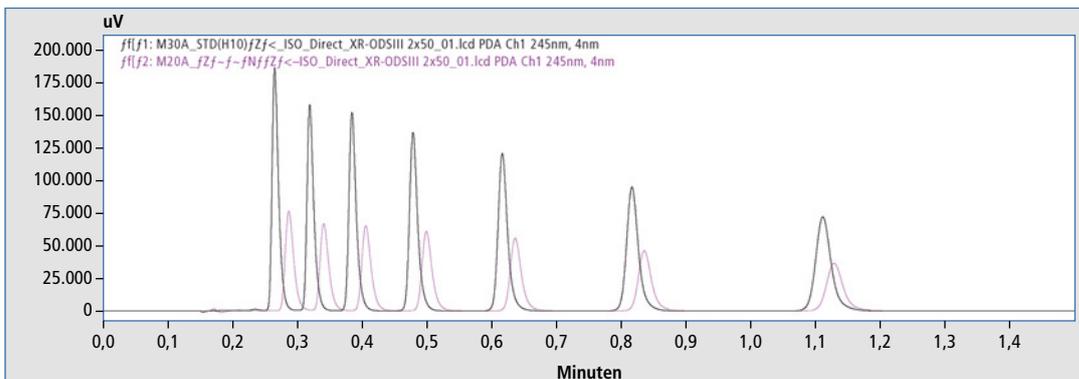


Abbildung 7: Vergleich SPD-M20A mit UFLC-Zelle (rot) gegen SPD-M30A mit Standard-Kapillarzelle (schwarz) unter gleichen chromatographischen Bedingungen

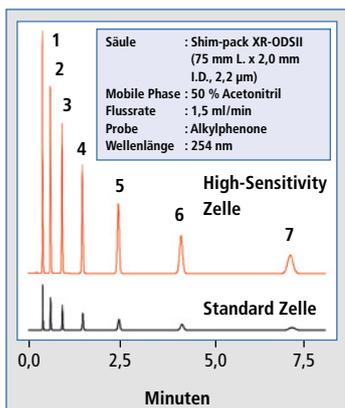


Abbildung 8: Vergleich der SPD-M30A Standard-Kapillarzelle mit der optionalen HS-Zelle

eine Datensammelrate von 100 Hz gegenüber 40 Hz eine genauere Darstellung des Peaks erlaubt. Man sieht auch, dass bei einer Peakbasisbreite von ca. zwei Sekunden die 200 Hz Datensammelrate keine signifikante Verbesserung zeigt.

**Software erweitert Nutzungsbereich**

Zusätzliche Features in der neuen LabSolution Software erweitern den Nutzungsbereich in der Photodiodenarray-Detektion:

- Mit „intelligent Peak Deconvolution Analysis“ (i-PDeA) ist es möglich, überlappende Peaks

Säule	Shim-pack XR-ODSII (75 mm L. x 2,0 mm I.D., 2,2 m)
Mobile Phase	50 % Acetonitrile Solution
Flussrate	1,0 ml/min
Probe	Alkylphenone
Wellenlänge	245 nm

Tabelle 1: Analytische Bedingungen zu Abbildung 9

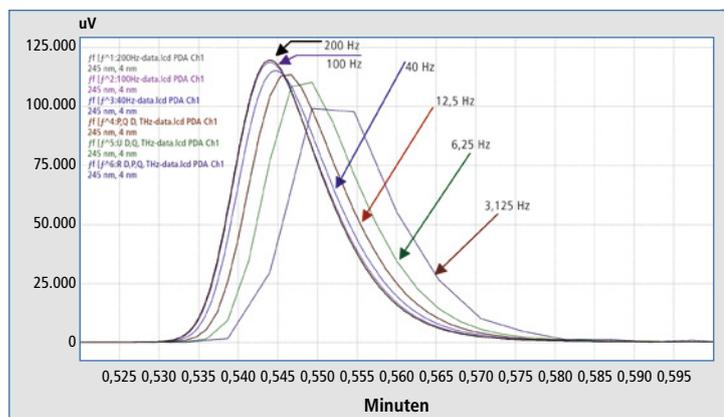


Abbildung 9: Chromatogramoverlay bei unterschiedlichen Datensammelraten

beziehungsweise Peaks mit Verunreinigungen und unterschiedlichen Spektren mit Hilfe der 1. Ableitung des Spektrums sauber zu quantifizieren

- Der „intelligent Dynamic Range extension Calculator“ (i-DReC) erlaubt die Quantifizierung von hochkonzentrierten Proben, deren Signal den Linearen Detektorbereich um ein Vielfaches übersteigt. Dabei wird die Standardgerade, welche innerhalb des linearen Detektorbereiches erstellt wurde, zur Quantifizierung ohne Extrapolieren verwendet. Praktisch wird so ohne zusätzliche Hardware der lineare Detektorbereich um einige Zehnerpotenzen vergrößert

Beide Funktionen sind sehr benutzerfreundlich angelegt und es ist möglich, neben der manuellen Parametereinstellung auch die Parameter automatisch zu wählen.

**Fazit**

Der neue SPD-M30A nimmt hochauflösende Daten in bester Qualität auf. In Punkto Empfindlichkeit und Schnelligkeit bleiben keine Wünsche mehr offen. Die neuen Softwarefeatures, i-PDeA und i-DReC erweitern den Nutzen erheblich.

# Lange Winterperiode von Flughäfen

Effizient



Die lange Frostperiode des letzten Winters hat auch den Flughäfen zugesetzt. Heftiger Schneefall führte im Extremfall dazu, dass der gesamte Flugverkehr eingestellt wurde, wenn die Räumdienste es nicht schafften, die Rollfelder schneefrei zu bekommen. Die frostigen Temperaturen hinterlassen aber auch noch weitere „Spuren.“

führt dort zur deutlichen Erhöhung der organischen Fracht. Auch wenn die verwendeten Mittel biologisch abbaubar sind, müssen die Abwässer einer kontrollierten Behandlung zugeführt werden. Für

Eis und Schnee auf den Tragflächen der Flugzeuge erhöhen deren Gesamtgewicht und wirken sich negativ auf die Aerodynamik aus. Daher müssen die Maschinen aus Sicherheitsgründen direkt vor dem Start enteist werden. Das verwendete Enteismittel ist meist ein Gemisch aus Wasser, Glycol und Zusatzstoffen. Die genaue Zusammensetzung hängt unter anderem von der Außentemperatur ab.

**TOC kontrolliert organische Fracht des Abwassers**

Bei dem Besprühen der Flugzeuge mit dem Enteismittel, gelangt es in die Abwasserkanalisation und



Abbildung 1: TOC-4200

# de belastet das Abwasser

## nte Überwachung durch Online-TOC verhindert Umweltschäden



den Flughafenbetreiber ist es daher sehr wichtig, die organische Belastung seines Abwassers zu kennen. Als Beurteilungsparameter hat sich hier der Summenparameter TOC durchgesetzt.

TOC (Total Organic Carbon) spiegelt die Belastung an organischer Substanz im Abwasser wider, als ein Maß für die Konzentration organisch gebundenen Kohlenstoffs. Je nach Einsatz des Enteisungsmittels können die TOC-Werte extrem schwanken.

### Kontinuierliche Online-Kontrolle durch NPOC

Nun findet man auf einem Flughafengelände selten ein Labor mit Laboranten, daher wird hier ein Analysengerät benötigt, das kontinuierlich die organische Kohlenstoffbelastung überwacht und dabei wartungsarm und relativ autark arbeitet.

Wichtig für die Bestimmung des TOC ist die Differenzierung zwischen organischem und anorgani-

schem Kohlenstoff. Carbonate und Hydrogencarbonate sind schließlich in jedem natürlichem Gewässer enthalten. Die meist genutzte Methode zur TOC-Bestimmung ist daher die sogenannte NPOC-Methode. Hierbei wird die Probe mit einer Säure angesäuert um die enthaltenen Carbonate und Hydrogencarbonate zu CO<sub>2</sub> umzusetzen. Anschließend wird das entstandene Kohlendioxid durch einen Gasstrom ausgetrieben, der durch die Probe geleitet wird.

### Bewährt und leistungsstark – der TOC-4200

Der Prozessanalysator TOC-4200 ist prädestiniert für diese Applikation. Der TOC-4200 ist ein leistungsfähiger Analysator, der mit einer katalytischen Verbrennung bei 680 °C arbeitet. Nachdem der Analysator automatisch den anorganischen Kohlenstoff entfernt hat, wird eine Teilmenge auf einen 680 °C heißen Platin-Katalysator injiziert. Hier werden alle vorhandenen organischen Verbindungen zu Kohlendioxid oxidiert. Das ent-

standene CO<sub>2</sub> wird durch ein Trägergasstrom zu einem hochempfindlichen und CO<sub>2</sub>-selektiven NDIR-Detektor geleitet und vermessen. Anhand einer externen Kalibrierung wird die TOC-Konzentration berechnet.

Die integrierte Verdünnungsfunktion lässt TOC-Analysen bis zu 20.000 mg/l zu, außerdem erlaubt es die automatische Verdünnung der Probe bei Messbereichsüberschreitung.

Der Messwert wird direkt an eine Messwarte gesendet, die bei einer Grenzwertüberschreitung entsprechende Maßnahmen einleitet, oder es werden vom Analysator direkt Maßnahmen ergriffen. So könnte zum Beispiel automatisch ein Schieber geschlossen werden, der das Einleiten von kontaminiertem Wasser in das Fließ- oder Standgewässer verhindert.

### Mehrere Probenströme auf einem Gerät

Auf einem Flughafengelände kann es mehrere separate Abwassersammlersysteme geben. In diesem Falle müssen mehrere Probenströme mit einem Gerät vermessen werden, und es kommt der Probenstromwechsler zum Einsatz (siehe Abbildung 2). Hier gelangt die Probe über ein Sieb in die Probenkammer. Dort wird sie mit einem rotierenden Messer homogenisiert, bevor sie dem Gerät zur Analyse zugeleitet wird. Dadurch lassen sich selbst stark partikelhaltige Proben problemlos vermessen.

Nach der Probenentnahme werden Kammer und Filter mit Spülwasser gereinigt. Die Spülfunktion verhindert Carry-over-Effekte beim Wechsel der Probenströme.

Das Messprogramm ist für jeden Probenstrom individuell zu wählen, auch die Reihenfolge der Messung der Probenströme kann der Nutzer frei bestimmen.

Die automatische Verdünnungsfunktion, die Selbstkontrolle der Kalibration und die optimierte Probennahme erlauben ein weitgehend selbstständiges Arbeiten des Messgeräts auf dem Flughafen. Vielfältige Alarm- und Status-Signale erleichtern die Erkennung von Grenzwertüberschreitung oder Wartungsbedarf. Neben den herkömmlichen Möglichkeiten steht eine Modbus-Kommunikation zur Verfügung. Ein optionaler Webbrowser ermöglicht die Einsicht des Geräts von jedem vernetzten Computer aus. Damit ist der TOC-4200 das ideale Gerät zu kontinuierlichen TOC-Bestimmung der Abwasserströme auf Flughäfen, besonders in der Winterzeit.

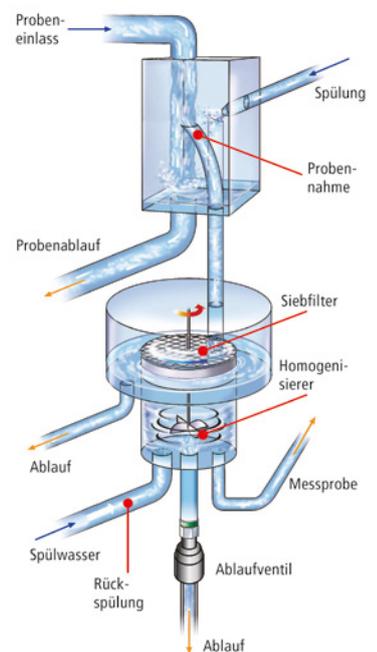
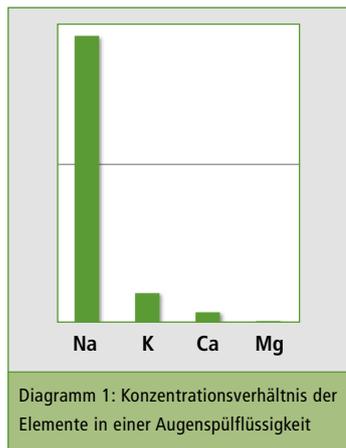


Abbildung 2: Probenstromwechsler

Die Augen gehören zu den wichtigsten Sinnesorganen – und sie sind sehr empfindlich gegenüber Unfällen, was besondere Sicherheitsvorkehrungen erforderlich macht. In Laboratorien zum Beispiel könnten Partikel oder Chemikalien das Auge schädigen. Dann müssen die Augen mit einer speziellen Spüllösung behandelt werden.

Die Qualitätssicherung einer derartigen Lösung ist sehr wichtig, um zu gewährleisten, dass die Spülung hilft statt schadet – etwa durch Mikroorganismen, die eine Infektion verursachen können. Daher muss die Abfüllung steril erfolgen.

Um eine Kontamination zu verhindern, kann eine Plastikflasche



unmittelbar nach dem Extrudieren und Formen befüllt werden. Das abgefüllte Medium muss temperaturstabil sein und führt automatisch zu einer schnellen Abkühlung des Flaschenmaterials. Die Produktivität dieser Fertigungstechnik, bekannt als blow fill seal ([bfs] Blasen-Füllen-Verschließen-Verfahren), ist erheblich höher als alternative Verfahren, bei denen zum Beispiel zusätzlich Luft als Kühlmedium eingesetzt wird – ganz abgesehen von dem dadurch erhöhten Risiko von Verunreinigungen. Deshalb bietet das Unternehmen Holopack® (in der Nähe von Stuttgart) diese Technik an (Eine abgefüllte, untersuchte Probe wird in Abbildung 1 gezeigt).

Ein anderer Aspekt bei der Qualitätssicherung betrifft die Analyse der Inhaltsstoffe. In der Regel sind die Salzgehalte der Augen-

# Den Durchblick behalten

## Spektroskopie für die Qualitätssicherung von Augenspüllösungen



spüllösung dem Hersteller genau bekannt. Aber um Wägefehler auszuschließen oder um die Stabilität und die letztendlich vorliegende Konzentration der Elemente im Endprodukt zu überprüfen und zertifizieren, ist ein zusätzlicher Kontrollschritt unverzichtbar. Schnell und zuverlässig sollen die Konzentrationen der Elemente Natrium (Na), Kalium (K), Magnesium (Mg) und Kalzium (Ca) bestimmt werden.

### AAS oder ICP-OES?

Zum Nachweis von Na, K, Mg und Ca ist es möglich, die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelten Plasmas (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy [ICP-OES]) sowie die und Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) einzusetzen. Mit dem ICPE-9000-System und dem AA-7000 Dual Atomizer erfüllt Shimadzu die Anforderungen der Qualitätssicherung.

Aus wirtschaftlichen Gründen ist das AA-7000 das bevorzugte Gerät, wenn es um die Analyse von bis zu vier oder fünf Elementen geht. Sollen sechs oder mehr Elemente bestimmt werden, ist das ICPE-9000-System besser geeignet (Abbildung 2). Weitere Entscheidungskriterien können diese Vorauswahl beeinflussen, wie zum Beispiel die unterschiedlichen

etwa 100 Mal geringer ausfällt (Diagramm 1). Legt man zugrunde, dass die Probenvorbereitung heute hochautomatisiert sein und möglichst wenig Arbeitszeit erfordern sollte, so muss ein einziger Vorverdünnungsschritt ausreichen, um alle Elemente in der Probe zu bestimmen – statt diverse manuelle Verdünnungsschritte durchzuführen, um für jedes Element den Arbeitsbereich des Analysegeräts zu treffen.

Eine 100-fache Vorverdünnung wurde für diese Probe ausgewählt. So ist es möglich, Magnesium (jetzt 0,36 ppm) sowie Calcium und Kalium per Flammenatomabsorptionstechnik mit dem AA-7000F zu bestimmen. Zur Messung von Natrium muss die beobachtete Absorptionswellenlänge auf die um Faktor 200 weniger empfindliche 330,3 nm Linie verschoben werden (im Vergleich zur gebräuchlicheren 589,0 nm Linie).

Nachweisgrenzen der Analysemethoden. Bei Augenspüllösungen spielt dieses Kriterium keine entscheidende Rolle, da alle vier Elemente in hoher Konzentration enthalten sind. Denn, um Augenirritationen zu vermeiden, soll hierdurch die menschliche Tränenflüssigkeit nachgeahmt werden.

### Analytische Fragestellung

Die analytische Herausforderung dieser Probe besteht in den höchst unterschiedlichen Konzentrationen der Elemente Na, K, Mg und Ca. So ist beispielsweise Natrium in hohen ppm-Konzentrationen enthalten, während der Magnesiumgehalt

### Micro Sampling

Um bei der Methodenentwicklung flexibler zu sein und die letzten Schritte des Optimierungsprozesses möglichst individuell zu gestalten, ist das Micro-Sampling-System von Shimadzu perfekt geeignet für die Messung von Augenspüllösungen, etwa durch die mögliche Verwendung eines Ionisierungspuffers wie er vorgeschrieben ist für die Bestimmung von Natrium in Trinkwasser (gemäß der deutschen Trinkwasserverordnung).



Abbildung 1: Untersuchungsgegenstand: Mit bfs-Technik abgefüllte, sterile Augenspüllösung

Ein AA-7000F in Kombination mit einer ASC-7000-Probenaufbereitungsstation erlaubt eine automatisierte Flammen-Micro-Sampling-Technik (Abbildung 3). Hierbei wird eine Flammen-

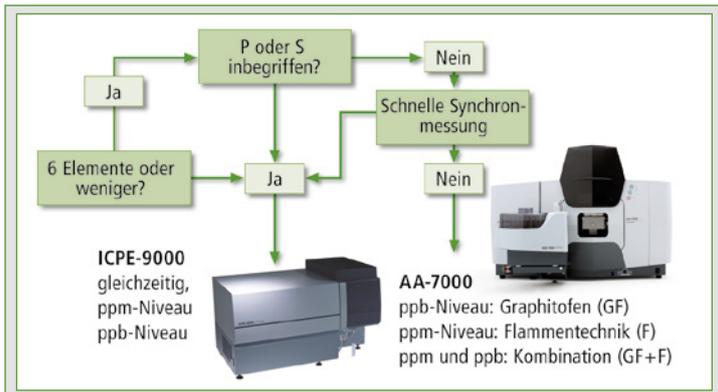


Abbildung 2: Das Flussdiagramm lässt die geeignete Element-Analysetechnik erkennen

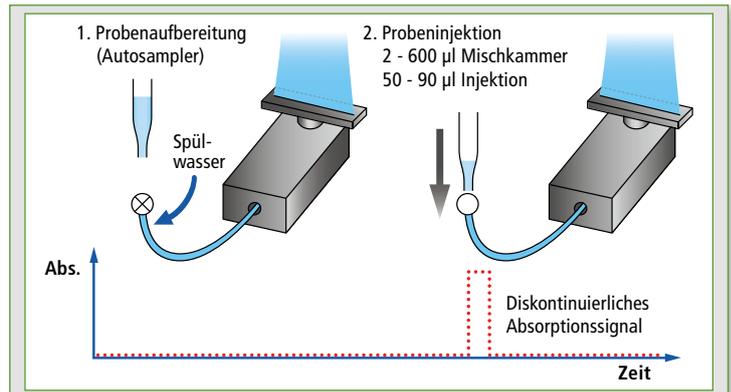


Abbildung 3: Flammen-Micro-Sampling-Technik

Atomabsorptionsanalyse mit kleinen Probenvolumina durchgeführt (50 - 90 µl), wohingegen bei der konventionellen Flammentechnik (im Folgenden „kontinuierliches Flammenverfahren“ [“flame continuous method“]) die Probe durchgehend mit einer Flussrate von etwa 8 ml/min angesaugt wird und große Probenvolumina erfordert.

Im ersten Schritt kann die Probe verdünnt und es können Wasser, Ionisierungspuffer und/oder Standardlösungen (Standardadditions-Verfahren) hinzugefügt werden. Die homogenisierte Lösung wird im zweiten Schritt injiziert.

Die Flammen-Micro-Sampling-Technik bietet verglichen mit dem kontinuierlichen Flammenverfahren zahlreiche Vorteile: Analysen sind bei sehr geringen Probenmengen möglich und mit dem Sampler ist eine automatische weitere Verdünnung der Probe durchführbar sowie die Zugabe von Pufferlösungen, um so Interferen-

zen zu kompensieren. Darüber hinaus lässt sich, da nur sehr geringe Probenmengen eingebracht werden, die Flammen-Micro-Sampling-Technik sehr wirksam einsetzen, um Proben mit hohem Matrixgehalt zu analysieren, die

Absorptionssignal von Magnesium in Abbildung 4 dargestellt. Die Wiederfindungsrate lag für alle gemessenen Elemente in einem guten Bereich (Tabelle 2). Das AA-7000 kombiniert mit der Micro-Sampling-Technik ist ein

Gerät	AA-7000 mit Autosampler inklusive Microsampling Kit			
Zu messendes Element	Na	K	Ca	Mg
Wellenlänge	330,3 nm	766,5 nm	422,7 nm	285,2 nm
Spaltbreite	0,2 nm	0,7 nm	0,7 nm	0,7 nm
Flammentyp	Luft-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Luft-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Luft-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Luft-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Gasflussrate	1,8 l/min	2,0 l/min	2,0 l/min	1,8 l/min
Probennahmezeit	20 Sek.	20 Sek.	20 Sek.	20 Sek.
Interferenzpuffer	CsCl-Lösung	—	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Lösung	—
Arbeitsbereich	10,0 - 40,0	1,25 - 5,00	0,50 - 2,00	0,25 - 1,00

Tabelle 1: Verfahrensparameter für die Qualitätssicherung hoch-konzentrierter Elemente in Augenspüllösungen

beim kontinuierlichen Flammenverfahren den Brenner zusetzen können. Dazu zählen auch Augenspüllösungen.

### Methode und Ergebnisse

Um die Messergebnisse zu verdeutlichen, sind Kalibrierung plus

Analyt	Erwartet (gewichtet)	Ergebnis (gemessen)	Wiederfindungsrate
Na	158 mol/l	157 mol/l	99,4 %
K	10,0 mol/l	9,81 mol/l	98,1 %
Ca	3,24 mol/l	3,28 mol/l	101,2 %
Mg	1,48 mol/l	1,48 mol/l	100,0 %

Tabelle 2: Messergebnisse für die Augenspüllösung

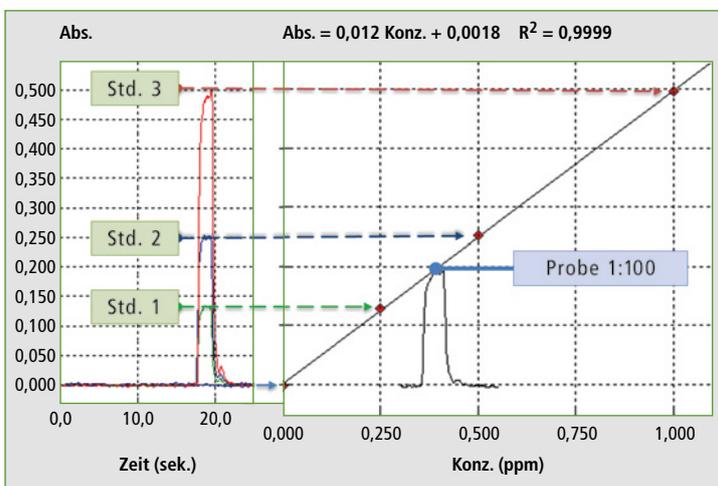


Abbildung 4: Magnesium-Absorptionssignale der Kalibrierung und Probe

hochmodernes Atomabsorptionsspektrometer für hochpräzise Messungen von Elementkonzentrationen in Augenspüllösungen, aber auch in Mineralwässern (siehe Shimadzu News 01/2011).

Bei dieser Methode handelt es sich um ein interessantes Werkzeug für klinische und pharmazeutische Anwendungen gemäß FDA CFR 21 Part 11. Darüber hinaus spricht die Möglichkeit, alle Parameter zu optimieren und selbst innerhalb einer Multi-Element-Sequenz eine individuelle Probenverdünnung durchzuführen, für die Micro-Sampling-Technik.

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 410**



# Schimmelgeruch in Früchten und Gemüse?

Bestimmung von Trichloranisol und Tribromanisol mit SPME gekoppelt mit einer Comprehensive GCxGC und einem massenspektrometrischen Nachweis (HS-SPME-GCxGC-qMS-NCI)

Von Erich Leitner

Institut für Analytische Chemie und Lebensmittelchemie, Technische Universität Graz, Österreich

Die Verbindung 2,4,6-Trichloranisol (TCA) wird in der Literatur oft erwähnt, insbesondere seit H.R. Busers Veröffentlichung, in der TCA als die Schlüsselsubstanz für den „Korkgeschmack“ im Wein identifiziert wurde.<sup>1</sup> Zahlreiche andere Berichte sind hinsichtlich sensorischer Effekte in Nahrungsmitteln durch TCA und auch 2,4,6-Tribromanisol (TBA) publiziert worden. 1990 fand J.C. Spadone heraus, dass 20 % des brasilianischen Rohkaffees mit TCA kontaminiert war.<sup>2</sup> Zuletzt war TBA in den Nachrichten bezüglich der Produktrückrufe der Pharmaunternehmen Pfizer und Johnson & Johnson, die Produkte wegen kontaminierter Verpackungen vom Markt zurückziehen mussten. Eine verlässliche und empfindliche Methode zur Bestimmung von TBA und TCA in Früchten und Gemüse, die unerwünschten Schimmelgeruch aufweisen, wurde entwickelt.

## Sensorische Eigenschaften und Quellen von TBA und TCAs

TCA und TBA besitzen einen unangenehmen schimmeligen Geruch, den Menschen selbst in sehr geringen Konzentrationen registrieren. Diese Verbindungen lassen sich von Menschen mit unterschiedlicher Intensität in unterschiedlichen Lebensmitteln wahrnehmen.<sup>3</sup> Abbildung 1 zeigt die chemischen Strukturen der beiden Verbindungen.

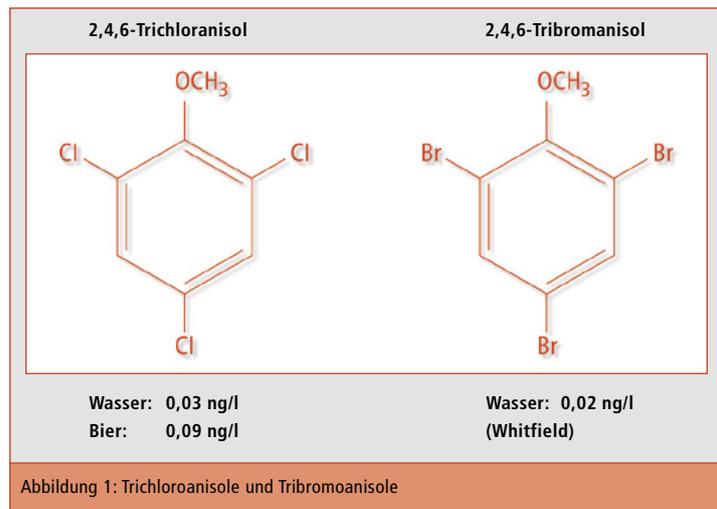


Abbildung 1: Trichloroanisole und Tribromoanisole

Keine dieser Substanzen wird vorwiegend in Lebensmittelprodukten zugegeben, aber beide Verbindungen werden aus chlorierten Phenolen gebildet, die als Bakterizide (PCP) gegen Mikroorganismen zum Einsatz kommen. Der Entstehungsmechanismus konnte bei der Produktion von Weinflaschenschlüssen aus Naturkork nachgewiesen werden. Mehrere Arten von Mikroorganismen konnten in als auch auf Naturkork als Ergebnis des Produktionsprozesses gefunden werden. Die Bildung erfolgt entweder durch direkte Methylierung von Trichlorphenol und/oder Tribromphenol oder durch eine Methylierungsreaktion nach Dechlorierung von chlorierten Phenolen mit mehr als drei Chlor- oder Bromatomen. Aus der großen Anzahl halogener Anisol-Verbindungen werden TCA und TBA in den geringsten Konzentrationen wahrgenommen.

## Analyse-Techniken

Auf Grund der hohen Flüchtigkeit der Verbindungen ist eine

hochauflösende Gas-Chromatographie (GC) die Methode der Wahl für die Analyse. Ein Elektronen-Einfangdetektor (ECD) oder ein Massenspektrometer wird für den selektiven und sensitiven Nachweis halogener Substanzen empfohlen. Erste Messungen an verschiedenen Früchten und Gemüse mit einem gering auflösenden Quadrupol-MS im selected ion monitoring Modus

(SIM) zeigten allerdings, dass eine derartige Technik zur Analyse von Proben aus der Praxis wegen der massiven spektralen Interferenzen nicht geeignet ist (Abbildung 2).

Zur Lösung dieses Problems wurde eine Kombination aus einer multidimensionalen Chromatographie (Comprehensive GCxGC) mit einer negativen chemischen Ionisierung (NCI) eingesetzt. Bei der Comprehensive GCxGC werden zwei Säulen unterschiedlicher Polarität in Reihe geschaltet. Bei diesem Aufbau besitzt die erste Säule üblicherweise die konventionellen Dimensionierungen, wohingegen die zweite Säule erheblich kürzer ist (0,5 - 3 m).

Alle, von der ersten Säule eluierten Verbindungen werden im Kopfraum der zweiten Säule kryothermisch durch Einblasen von kaltem Stickstoffgas fokussiert und danach für eine konstante Zeitspanne (Modulationsfrequenz, gewöhnlich 2 - 8 s) durch Einblasen von heißem Stickstoff in die zweite Säule freigesetzt. Auf

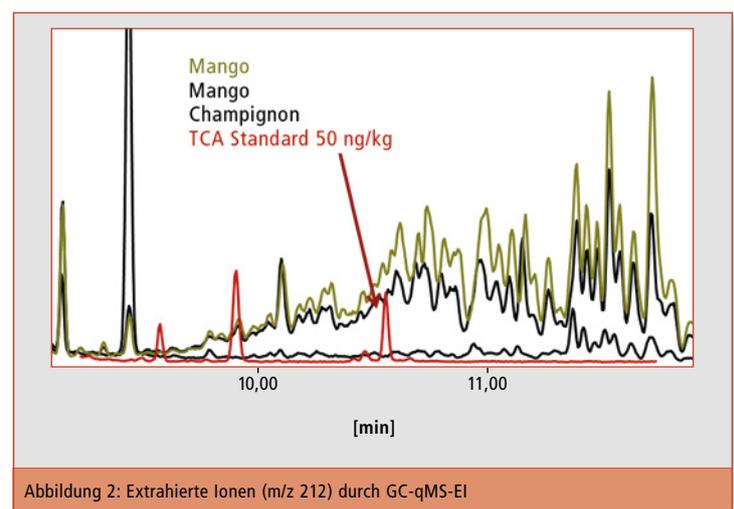


Abbildung 2: Extrahierte Ionen (m/z 212) durch GC-qMS-EI

diese Weise werden Peaks aus der ersten Dimension fraktioniert und auf der zweiten Säule findet eine zusätzliche Trennung statt.

Für einen besseren Überblick der Trennung werden die resultierenden Daten gewöhnlich in einem sogenannten Kontour-Plot anstelle von Chromatogrammen dargestellt. Im Kontour-Plot wird die Retentionszeit der ersten Säule gegen die Retentionszeit der zweiten Säule grafisch dargestellt, wobei die maximale Länge der y-Achse der Modulationsfrequenz entspricht. Verbindungen, die parallel zur y-Achse dargestellt sind, werden in einem 1 dimensionalen Chromatographiesystem nicht getrennt. Zusätzlich führt die Modulation der Peaks zu einer besseren Empfindlichkeit, da eine Peakbreite von normalerweise fünf bis sechs Sekunden in einem Comprehensive System auf 200-400 ms vermindert wird.

### Einsatz der negativen chemischen Ionisierung

Das Signal-Rausch-Verhältnis (S/N) für 10 ng/kg TCA wurde von 18:1 (Elektronenstoßionisation (EI) im SIM-Modus) auf 72:1 (NCI im SIM-Modus) gesteigert. Wenn NCI in Verbindung mit der Comprehensive GCxGC eingesetzt wird, lässt sich eine weitere Steigerung des S/N auf 300:1 beobachten, woraus eine Quantifizierungsgrenze von 0,1 ng/kg resultiert. Der einzige Nachteil der Methode besteht in der Bildung von Fragmenten, die mit den Halogenatomen korrespondieren ( $m/z = 35$  und  $37$  für Chloranisole und  $m/z = 79$  und  $81$  für Bromanisole), was den Einsatz von deuterierten Standards unmöglich macht. Abbildung 2 zeigt den Kontour-Plot der Standardprobe mit der Konzentration von 10 ng/kg für jede der unterschiedlichen halogenisierten Anisole. Abbildung 3 zeigt Kontour-Plots von halogenisierten Anisolen einer Mangoprobe aus der Praxis. Die Probenaufbereitung wurde mit einer automatisierten Headspace-Festphasen-Mikroextraktion (HS-SPME) durchgeführt, wobei eine 2 cm 50/30  $\mu\text{m}$  Divinylbenzol/Carboxene/Polydimethylsiloxan-Kapillare bei 80 °C für 60 min zum Einsatz kam. Die Pro-

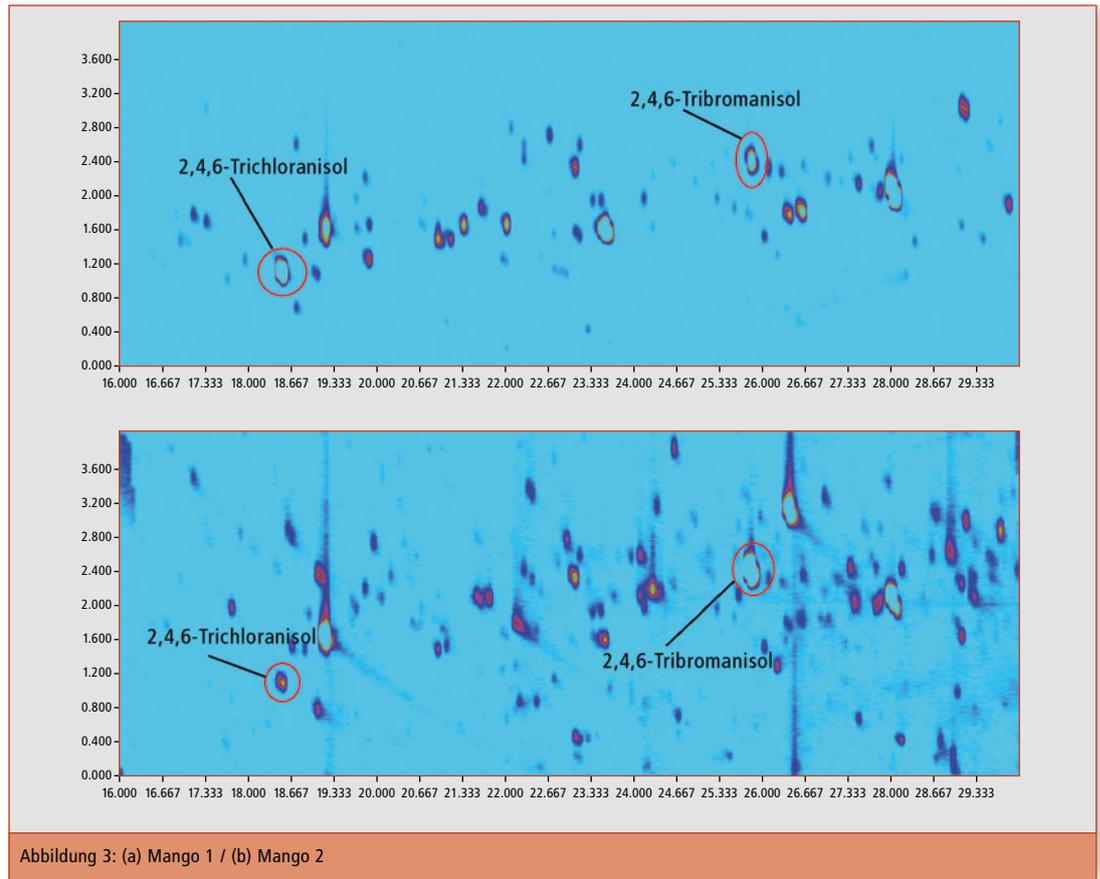


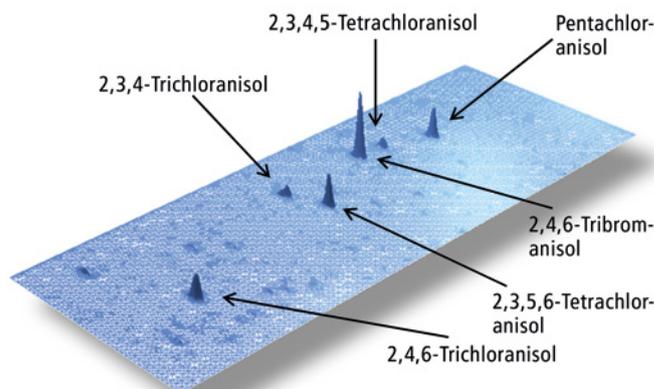
Abbildung 3: (a) Mango 1 / (b) Mango 2

benmenge betrug 1 g des homogenisierten Materials. Der Kalibrierbereich lag zwischen 1 - 100 ng/kg.

### Schlussfolgerung

Für die comprehensive, zweidimensionale Gas-Chromatographie

und einfach. Die Bestimmung der Zielsubstanzen ohne irgendeine Interferenz aus einer Matrix ist mit dieser Kombinationsmethode möglich. Erste Ergebnisse von Proben aus der Praxis (Mango, Knoblauch und verschiedene Speisepilze), bezogen über ein



Standard je 10 ng/kg, Haloanisole

gekoppelt an eine automatisierte SPME unter Zuhilfenahme von NCI wurde gezeigt, dass es sich um eine selektive und empfindliche Methode zur Bestimmung der geruchsaktiven Verbindungen 2,4,6-Trichloranisol und 2,4,6-Tribromanisol handelt. Gleichzeitig ist die Technik verlässlich

Lebensmittelgeschäft, zeigten erschreckend hohe Kontaminationsgehalte. Eine gründliche Untersuchung von verschiedenen Früchten und Gemüsearten ist in Planung.

### Referenzen

1. H.R. Buser, J. Agric. Food Chem. 30, 359-362 (1982).
2. J.C. Spadone, J. Agric. Food Chem. 38(1), 226-233 (1990).
3. Anonymous: [www.knowabouthhealth.com/third-tylenol-recall-by-jjs-mcneil/4075/](http://www.knowabouthhealth.com/third-tylenol-recall-by-jjs-mcneil/4075/)

### Erich Leitner

studierte technische Chemie an der Technischen Universität Graz, Österreich, mit dem speziellen Fokus auf analytischer Chemie. Er diplomierte 1992 und promovierte 2005 in der Lebensmittelchemie. Er besitzt eine über 25-jährige Erfahrung in der organischen Spurenanalytik mit gas-chromatographie-basierten Methoden. Er spezialisierte sich auf den Nachweis geruchsaktiver Substanzen unter Einsatz analytischer und humansensorischer Techniken.

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 411**



# Nischen in der UV-Analyse neu definiert

## Auslesen hoher Absorptionswerte von tert.-Butylcatechol (TBC) ohne Einsatz von farbmétrischen Verfahren

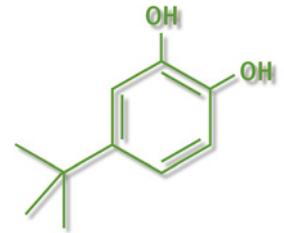


Abbildung 2: Strukturformel von TBC (tert.-Butylcatechol)



Abbildung 1: UV-2700

Seit dem ersten Routineeinsatz vor beinahe 70 Jahren ist die UV-VIS-Spektroskopie in den meisten Labors ein Basiswerkzeug – mit weiter Verbreitung in Forschung, Qualitätskontrolle und Qualitätssicherungslabors der chemischen und pharmazeutischen Industrie.

Der UV-VIS-Markt ist in Bereiche aufgeteilt, deren Grenzen durch die Qualität von Beugungsgittern,

Detektoren und Strahlungsquellen festgelegt werden. Zur „normalen“ Gruppe gehören Geräte, die Absorptionswerte in der Größenordnung 2 bis 4 auslesen. Systeme der Forschungskategorie erweitern diesen Bereich auf die Absorptionsstufen 4,5 bis 5 – durch vorgeschaltete Monochromatoren zur weiteren Reduzierung des Streulichts. Darüber gibt es die Klasse der Geräte mit herausragenden Parametern, die Doppel-

monochromatoren und hochentwickelte Wellenlängenantriebe einsetzen, um Absorptionswerte von 7 bis 8 zu erreichen.

### Kleiner, leichter und leistungsstärker

Mit der Einführung des neuen Lo-Ray-Light™ Gitters hat Shimadzu die Marktnischen der konventionellen Spektralphotometer neu definiert. Dieses neue Gitter verringert das Streulicht erheblich und ermöglicht damit einem Einzelmonochromator (wie im UV-2600) ein Leistung größer 5 Abs zu erreichen, und mit einem Doppel-Monochromator (UV-2700) eine Absorptionsstufe von >8 – und das in einem Gerät mit weniger Größe und Gewicht als die herkömmlichen Zweistrahlensysteme. Das Gitter bietet zudem einen weiteren Wellenlängenbereich als jedes Gitter einer früheren Generation, was dem UV-2600 ermöglicht, mit der optionalen ISR-2600 Plus Integrationskugel (mit zusätzlichem InGaAs-Detektor (Indium/Galliumarsenid) bis zu 1.400 nm auszulesen.

Diese Neuentwicklung bietet den Anwendern eine neue Wahlmöglichkeit. Es ist nicht mehr erforderlich, in ein hochspezifisches System mit Doppelgitter und Doppel-Monochromator zu investieren, um einen hohen Absorptionsbereich abzudecken. Das kompakte UV-2700 mit einem Drittel der Größe eines gängigen Referenzinstruments erfordert nur einen Bruchteil der Kosten.

### Anwendungsbeispiel TBC

Hier ein Beispiel, wie sich Kosten der Geräteausstattung sowie der gesamten Anwendung sparen lassen: Ein Chemieunternehmen nutzte ein Verfahren zur Bestimmung von TBC, ein Inhibitor für Polymerisationsreaktionen, der die Handhabungszeit von Bindemitteln verlängert. Dies beinhaltet eine Reaktion mit NaOH, bei der ein roter Farbstoff entsteht. Diese Farbe wurde zur Mengenbestimmung genutzt, da sie eine geringe Absorption zeigt, was die Notwendigkeit von Verdünnungsschritten reduziert. Eine direkte Messung von TBC bei 275 nm

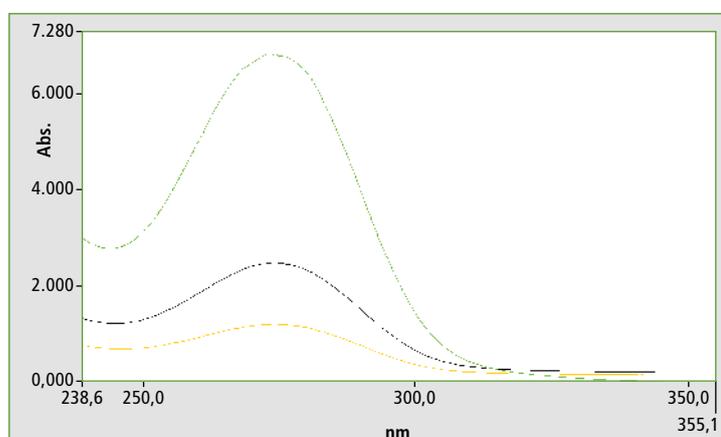


Abbildung 3: Hohe Stufen der Absorptionsspektren von TBC

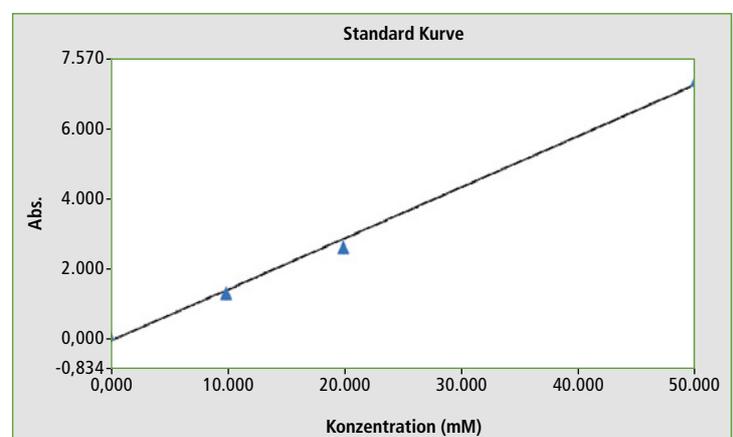
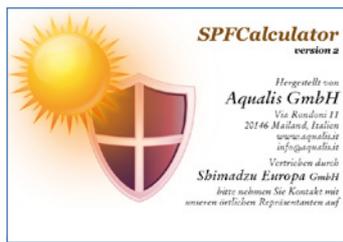


Abbildung 4: Kalibrationskurve der TBC-Methode, hohe Absorptionsstufen gegen die Konzentration in mM

# Neues Werkzeug für Gesundheitsvorsorge und Kosmetik

## SPF Calculator-Software für UV-VIS-Geräte



war mit herkömmlichen 0 - 4 Abs UV-VIS-Geräten nicht möglich, da die höchsten Konzentrationen von TBC (50 mM) eine Absorption von nahezu 7 Abs haben.

Durch Einsatz eines UV-2700 ist es möglich, den Absorptionspeak von TBC bei 275 nm direkt zu messen. Die Abbildung 3 stellt die Absorptionsverläufe von 10, 20 und 50 mM TBC (Achsenkalibrierung 0 - 8 Abs) dar.

Die Abbildung zeigt, dass es möglich ist, eine Probe zu scannen, die bei 275 nm ein Absorptionsmaximum von 6,87 hat. Die Fähigkeit, dieses Produkt direkt zu quantifizieren, wird anhand eines Diagramms aus der Standardquantifizierung in der UVProbe Software von Shimadzu gezeigt, in dem die Absorption über der Konzentration aufgetragen ist.

Das Verhältnis von Absorption zu Konzentration bleibt bis zu sehr hohen Absorptionswerten linear. Hierfür bietet das UV-2700 einen 'High Absorbance'-Scan an, der in Verbindung mit der Dämpfung des Referenzstrahls Lichtintensitäten misst, die weniger als ein Zehnmillionstel der Energie des offenen Strahlengangs betragen.

### Zusammenfassung

Das Shimadzu UV-2700 ist ein erschwingliches und kompaktes Gerät, das den messbaren Konzentrationsbereich hoch absorbierender Substanzen, die sich mit UV-Spektroskopie direkt untersuchen lassen, dramatisch erweitert. Es bietet eine Leistung, die bisher nur von Geräten der Oberklasse mit Doppel-Monochromator zu bekommen war, die für die meisten Labors zu groß und zu teuer waren.

### Geräte:

UV-2700, UVProbe-Software, Abschwächer, Standardküvettenhalter, 1 cm Quarzglasrückvette

Eine neue Software für UV-VIS-Geräte, die im Gesundheitsvorsorge und Kosmetikbereich eingesetzt werden, übertrifft die neuen Anforderungen, die ab Juli 2013 für Herstellung und Vertrieb von Kosmetikartikeln gelten – festgelegt durch die Europäische Gemeinschaft. Weitere Regelungen sind Colipa [2], FDA [3], Boots Star Rating [4] und JCIA (Joint Commission International Accreditation – Gesundheitsorganisation). Sie alle sind in der SPF Calculator-Software enthalten, die sogar dabei hilft, einige physikalische Eigenschaften zu berechnen. Dieses Produkt wurde in Zusammenarbeit mit dem italienischen Unternehmen Aqualis Software House aus Mailand entwickelt.

Der SPF Calculator zeigt 17 Parameter, die für die Qualifizierung eines Sonnenschutzmittels erforderlich sind. Die Software enthält mehr Informationen als von den

Richtlinien gefordert. Der Calculator ist leicht zu handhaben, und Nutzer benötigen nur ein einfaches Training. Bei Änderung der Regularien kann die Software aktualisiert werden. Die 17 Parameter, die sich berechnen lassen, sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Anwender können das Sonnenschutzmittel einfach testen und die Formulierung wo nötig ändern, noch bevor die kostspieligen in vivo-Messungen durchgeführt werden.

Shimadzu bietet eine einfach zu handhabende Komplettlösung an: Das Paket enthält ein UV-2600 und eine ISR-2600 Integrationskugel in Kombination mit UVProbe und SPF Calculator und stimmt mit den Anforderungen der europäischen Kosmetikverbände überein. Die Stärke des Pakets liegt darin, dass sich weitere Parameter wie Farbe, Aussehen, Qualität der Verpackung usw. unter Einsatz derselben Kombination bestimmen lassen.

### Referenzen

[1] Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on cosmetic products

- [2] Colipa, (European Cosmetics Trade Association) 'In Vitro Sun Protection Methods' group
- [3] Sunburn Protection Factor (SPF). Food and Drug Administration (United States). 2009-04-30; 'Questions and Answers: FDA announces new requirements for over-the-counter (OTC) sunscreen products marketed in the U.S.', updated 6/23/2011
- [4] Measurement of UVA: UVB Ratio According to the Boots Star Rating System (2008 Revision), Boots, Nottingham, UK, 2008

UVAPFO	UVAPF	Verhältnis (UVAPF/SPF-Kennung)	UVA-Dosis
Strahlungsenergie	Umrechnungsfaktor	Bestrahlungsdauer	kritische Wellenlänge (Vor-Bestrahlung)
kritische Wellenlänge (Nach-Bestrahlung)	UVA-I/UV FDA	kritische Wellenlänge FDA	Star Rating FDA
UVA/UVB Vor-Bestrahlung Boots	UVA/UVB Nach-Bestrahlung Boots	kritische Wellenlänge Boots	Boots Star Rating
Japan PA rating			

Table 1: Parameter-Auswahl für die SPF-Dokumentation

### 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: 4.730 · Englisch: 16.390

#### © Copyright

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, August 2013. Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion gestattet.

Windows ist Warenzeichen der Microsoft Corporation. ©2013 Apple Inc. Alle Rechte vorbehalten. Apple, das Apple Logo, Mac, Mac OS und Macintosh sind Warenzeichen von Apple.

# Schockwellen

**Weltpremiere** – Die neue Hochgeschwindigkeits-Videokamera  
Hyper Vision HPV-X



Abbildung 1: Aufbau eines HPV-X-Systems bestehend aus Kamerakopf und Netzteil

Bereits die Vorgängermodelle der neuen HPV-X Hochgeschwindigkeitskamera halten schnellste Ereignisse verlässlich fest – mit sehr gutem Auflösungsvermögen bis zu einer Geschwindigkeit von einer Million Einzelbildern pro Sekunde (1 Mfps). Diese Merkmale machen sie innerhalb kurzer Zeit zu einem Standardwerkzeug für Industrie und Forschung, um bislang unsichtbare Phänomene sichtbar zu machen.

Der Anwendungsbereich der HPV-Serie ist breit gefächert: Beobachtung der Kraftstoffeinspritzung in Verbrennungsmotoren, der Feinverteilung von Tropfen durch Tintenstrahldrucker, der Materialprüfung, aber auch der Visualisierung von Maschinenprozessen. In der Forschung untersuchen die Kameras hydrodynamische Vorgänge, Zerstörungsprozesse oder die Ausbreitung von Stoß- und Schockwellen.

## Einzigartige Eigenschaften

Die neue HPV-X Ultrahochgeschwindigkeitskamera behält die guten Eigenschaften ihrer Vorgängerversionen, übertrifft sie jedoch in entscheidenden Details. So kann die HPV-X nun mit einer

Geschwindigkeit von 10 Mio. Bildern pro Sekunde aufnehmen. Der neu entwickelte FT-CMOS-Sensor, ein Hochleistungs-Chip, liefert speziell in schwierigen Belichtungssituationen bessere

**Die HPV-X im Fokus**

**Sensor:** CMOS (FTCMOS)

**Aufnahmegeschwindigkeit:** 10 Mio. Bilder pro Sekunde (Mfps)

**Anzahl Bilder:** 256

**Auflösung:** 400 x 250 px

Konstant hohe Auflösung bis 10 Mfps

Unterstützt die Synchronisation mehrerer Kameras

Aufnahmen. Überstrahlungseffekte (auch Blooming genannt) stellen sensorbedingt kein Problem dar und sind kaum mehr wahrnehmbar.

In einem Satz zusammengefasst: Die zeitliche Realisierung höchster Geschwindigkeit, feinsten Auflösung und großer Zahl der

gespeicherter Bilder machen die HPV-X so besonders.

## Separate Signalverarbeitung unterstützt Geschwindigkeit

Herausforderung jeder Hochgeschwindigkeitskamera auf dem Markt ist die Signalverarbeitung. Sie ist der geschwindigkeitsbestimmende Schritt während einer Aufnahme.

Shimadzu hat daher Signalaufnahme und Signalverarbeitung zeitlich voneinander entkoppelt. Jeder Sensor ist mit einem internen Speicher versehen. Das analoge Aufnahmesignal wird zunächst ohne zeitaufwändige Signalverarbeitung direkt in den Speicher verschoben. In einem zweiten Schritt – nachdem die Aufnahme beendet ist – wird dieser Speicher ausgelesen und die analogen Signale verarbeitet. Fasste dieser interne Speicher 100 Bilder bei den Vorgängern HPV-1 und HPV-2, so speichert die neue HPV-X bei Belegung von zwei Speicherbänken mehr als doppelt so viele – nämlich bis zu 256 Bilder.

## Hohe Auflösung auch bei hohen Geschwindigkeiten

Mit der HPV-X ist es möglich zwischen Aufnahmelänge und

Auflösung zu wählen. Der interne Speicher fasst insgesamt 128 Einzelbilder. Damit sind entweder Aufnahmen mit 128 Bildern bei voller Auflösung 400 x 250 Pixel möglich oder Aufnahmen mit 256 Bildern bei leicht reduzierter Aufnahmequalität, jedoch identischer Pixelanzahl.

Andere Hochgeschwindigkeitskameras müssen die Auflösung verringern, wenn die Aufnahmegeschwindigkeit steigt. Die Ultrahochgeschwindigkeitskameras von Shimadzu erhalten ihre hohe Auflösung auch bei hoher Aufnahmegeschwindigkeit. Somit lassen sich ultraschnelle Ereignisse weit genauer analysieren.

## Einfache Bedienung

Die HPV-X ist sehr kompakt und leicht zu bedienen. Genauso wie bei den Vorgängermodellen bietet die einfache Systemanordnung aus Kamerakopf und Laptop-Computer eine kompakte und transportable Konstruktion, was die Einrichtung vor Ort besonders einfach macht. Außerdem nutzt das System die gleiche, bei Nutzern sehr beliebte HPV-Software. Intuitive Bedienung und leicht zu verstehende Aufnahmeeinstellungen machen es einfach, ultraschnelle Videos aufzuzeichnen.

# Von zart bis hart

## Der neue Mikrohärteprüfer HMV-G

**D**enkt man an die Mikrohärteprüfung, so fallen einem in erster Linie die Bestimmungen der Gefügebestandteile von harten metallischen oder keramischen Proben ein. Zwar machen die Untersuchungen zu den Seigerungen von Kristallen, Härteverläufen von Nitrierschichten und Schweißverbindungen und systematischen Härteermittlungen von neuen Materialien die Mehrzahl der Anwen-

kann der HMV-G in den Bereich der Ultramikrohärte vorstoßen und mit Kräften von lediglich 9,81 Milli-Newton bis 49,04 Milli-Newton messen. Somit lassen sich sehr harte Materialien sowie auch dünne Schichten gleichermaßen untersuchen, wie zum Beispiel Metallfolien für die Herstellung von Solarzellen.

### Zwölf wählbare Lastbereiche

Hierbei unterstützt die Auswahl aus bis zu zwölf wählbaren Lastbereichen von HV0,001 bis HV2. Dank der kraftkompensierten Bauweise lassen sich darüber hinaus noch bis zu vier Lastbereiche frei definieren, die in Grenzfällen sehr nützlich sein können. Und sollte es einmal passieren, dass ein zu großer oder zu geringer

Lastbereich gewählt wurde, dann ermöglicht ein motorbetriebener Messrevolver das einfache Um-



Abbildung 3: Großer alphanumerischer LCD Touchscreen

schalten auf ein anderes Objektiv, ohne dass der Versuch erneut durchgeführt werden müsste.

Insgesamt wurde bei der Entwicklung des neuen HMV-G auf flexibles wie komfortables Arbeiten Wert gelegt. Der C-förmige Rahmen vergrößert den Probenraum erheblich, so dass sich auch großvolumige Proben oder Bauteile einfach vermessen lassen. Der Messrevolver ist in zwei Ausführungen erhältlich, mit der Möglichkeit, bis zu zwei Eindringkörper sowie vier Objektive gleichzeitig zu montieren.

### Drei Baureihen für verschiedenste Einsätze

- Je nach Anwendungsbedarf stehen überdies drei Baureihen zur Wahl:
- die manuelle Version, die sich für die Lehre eignet sowie für die hochpräzise Messung bei kleineren Messaufgaben in der Forschung
  - die Kamera- und PC-gesteuerte Ausführung für komplexere und intensive Messtätigkeiten, die automatisch die Objekteindrücke vermisst
  - die vollautomatische Version für große Messserien und regelmäßige

ge Härteprofilverläufe, die über eine Autofokus-Funktion und einen automatisierten Kreuztisch verfügt

Insbesondere der vollautomatisierte Härteprüfer HMV-G-FA bietet mit seiner Vielzahl an Funktionen ein Höchstmaß an Komfort und Leistungsfähigkeit bei minimalem Arbeitsaufwand.

### Dedizierte Unterstützungsfunktionen

Durch die integrierte „StageViewer“-Funktion lässt sich der gesamte Kreuztisch auf Proben untersuchen. Ein „EdgeDetector“ erkennt hierbei die Probengeometrien und stellt sie vereinfacht auf dem Bildschirm dar. Durch die optimierte Bildgebung lassen sich sogar reale Proben mit Kratzern oder hellen beziehungsweise dunklen Untergründen automatisch bestimmen, ohne dass es aufwändiger Probenvorbereitungen bedarf, etwa Polieren. Die Reihennmessungen erfolgen dann durch einfaches Anklicken der Anfangs- und Endpunkte oder durch Auswahl von Einzelpunkten.

All diese Unterstützungsfunktionen sowie die hervorragenden Messeigenschaften und Präzisionen der neuen HMV-G-Serie ermöglichen es auch weniger trainierten Anwendern, schnelle Messergebnisse zu erzielen. Getreu dem Motto „Everybody can become an expert.“

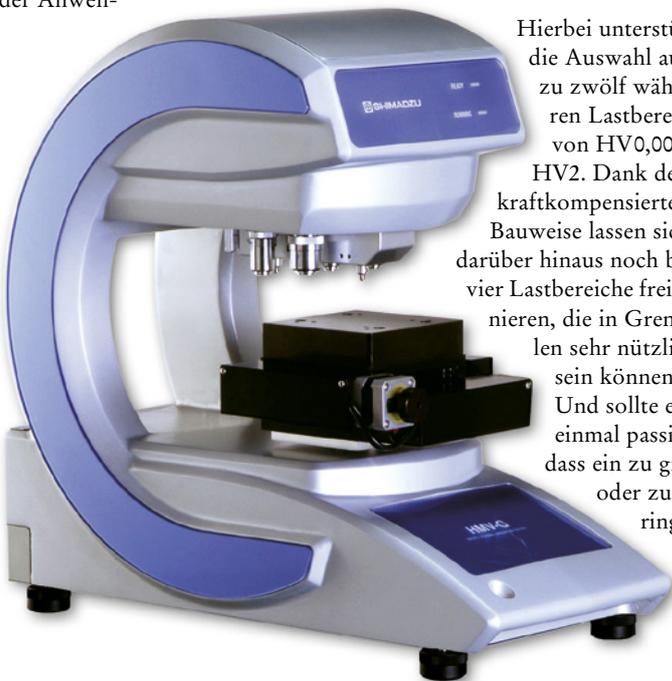


Abbildung 1: Mikrohärteprüfer HMV-G

ungsgebiete aus, jedoch steigt die Anzahl der Messungen, bei der insbesondere kleine Prüfkräfte benötigt werden, mit dem raschen Fortschreiten der Leichtbauweise rapide an.

Die komplett neu entwickelten Mikrohärteprüfer der Baureihe HMV-G tragen dieser Entwicklung Rechnung, denn sie vereinen alle geforderten Merkmale in einem Gerät.

Die HMV-G Modelle verfügen über einen enorm großen Kraftbereich, der vom klassischen Mikrohärtebereich von 0,098 N bis zu 1,96 N bis hin zum Kleinlasthärtebereich bis 19,61 N reicht. Zudem

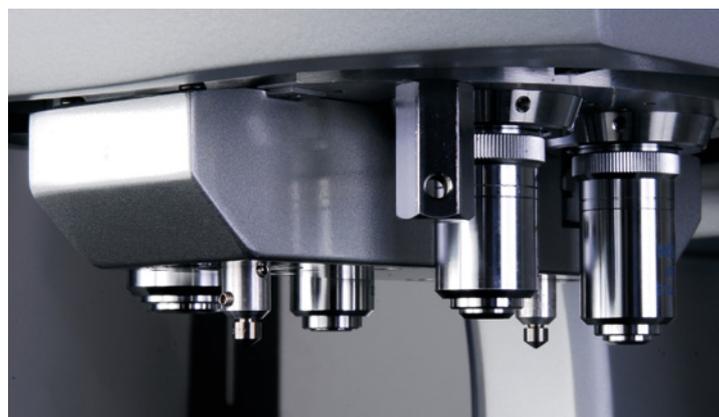


Abbildung 2: Revolverkopf mit bis zu zwei Eindringkörpern und vier Objektiven

# Laboreröffnung mit Holzhammer

„Excellence in Science“ auf 1.500 qm; Welt- und Europapremieren



Traditionelle Kagamiwari-Zeremonie mit dem Geschäftsführer der Analytical Division Teruhisa Ueda, dem Shimadzu-CEO Akira Nakamoto, Konsul Kiyoshi Koinuma sowie den Europa-Geschäftsführern Yasuo Miura und Jürgen Kwass (v.l.n.r.)

Es hätte nicht besser geplant werden können: zur Eröffnung der neuen Shimadzu Laborwelt am 15. April begrüßten strahlender Sonnenschein und leuchtende Kirschblüten 150 Gäste aus ganz Europa. Blühende Kirschen symbolisieren in der japanischen Kultur den Aufbruch – das Leitmotiv für diesen Tag mit Eröffnungszeremoniell mit Vertretern aus Wirtschaft und Politik, einer japanische Kagamiwari-Zeremonie, einem Rundgang durch die Labore sowie Welt- und Europa-Premieren neuer Produkte.

Nach kurzen Reden u.a. von Akira Nakamoto, President Shimadzu Corporation, dem japanischen Konsul Kiyoshi Koinuma, Duisburgs Oberbürgermeister Sören Link sowie Yasuo Miura, President Shimadzu Europa, durchschnitten sie das Band und übergaben die neue Laborwelt ihrer Bestimmung. Anschließend Führungen durch die Labor- und Seminarräume zeigten Live-Demonstrationen ausgesuchter Anwendungen und Technologien an sieben Stationen.

Auch die vier Produktpremieren erhielten ihre Bühne.

## Kagamiwari-Zeremonie mit Holzhammer und Reiswein

Die Einweihung der Laborwelt schloss eine japanische Kagamiwari-Zeremonie ab. Mit Holzhämmern wurde der Deckel eines Sakefasses durchgeschlagen, wozu gehört, dass der Reiswein ordentlich spritzt. Ein gemeinsamer „Kanpai“ (Toast) aus hölzernen Sakeschalen mit allen Gästen rundete die Dramaturgie ab. Journalisten von Print und Fernsehen haben das Ereignis begleitet und darüber berichtet.

Während der folgenden Tage von 15. - 19. April wurden den Kunden der Shimadzu-Niederlassungen Europas die „Laboratory World“ mit den einzelnen Produktsegmenten vorgestellt.

Auf einem Areal von über 1.500 qm sind Testflächen für alle Bereiche der Instrumentellen Analytik entstanden – von Chromatographen, über Spektralphotometer, TOC-Analysatoren, Massenspektrome-

tern und Waagen bis hin zu Materialprüfmaschinen. Die Massenspektrometrie hat ihren eigenen Bereich erhalten; diese Technologie wurde von Shimadzu in den letzten Jahren wesentlich ausgeweitet. Zusätzlich wurden der Laborraum für Kundenanwendungen und die Seminarflächen vergrößert. Insgesamt hat Shimadzu 3,2 Mio. Euro in den Ausbau der Labor- und Trainingsflächen investiert.

„Während der gesamten Woche haben wir hier weit über 200 Kunden begrüßt“, erklärte Jürgen Kwass, Geschäftsführer Europa. „Die Räume der Laboratory World sind so konzipiert, dass sich neben den großzügigen Produkt- und Laborstationen auch Areale für Diskussion und Austausch befinden.“ Shimadzu geht davon aus, dass durch die erweiterten Regularien zu Verbraucher- und Produktsicherheit der Test- und Analysebedarf – und somit der Trainingsbedarf – auch in Zukunft weiter steigen wird.

## Eine Welt- und drei Europapremieren

Neben der neuen „Laboratory World“ hat Shimadzu vier neue Produkte vorgestellt:

- die Hochgeschwindigkeitskamera Hyper Vision HPV-X. Durch den schnellsten Sensor der Welt mit 10 Mio. Bildern/sek (FPS) zeichnet sie Phänomene bei Explosionen, Schockwellen oder in Produktionsprozessen auf (siehe Seite 18)
- der HS-20 Headspace-Probengeber für die Gas-Chromatographie für die präzise Analyse flüchtiger und semi-flüchtiger Verbindungen in einem großen Siedepunktsbereich
- das UHPLC-System Nexera X2 mit dem weltweit empfindlichsten Photodiodenarray-Detektor für Routineanalysen und Anwendungen in streng



regulierten Umgebungen (siehe Seite 8)

- der hochempfindliche Gas-Chromatograph Tracera, der durch neuartige Plasmatechnologie nahezu alle Arten von Spuren organischer und anorganischer Verbindungen detektiert – etwa 100 mal sensitiver als der Universaldetektor TCD und doppelt so empfindlich wie FID (siehe Seite 4).