

Familienzuwachs
LCMS-8060

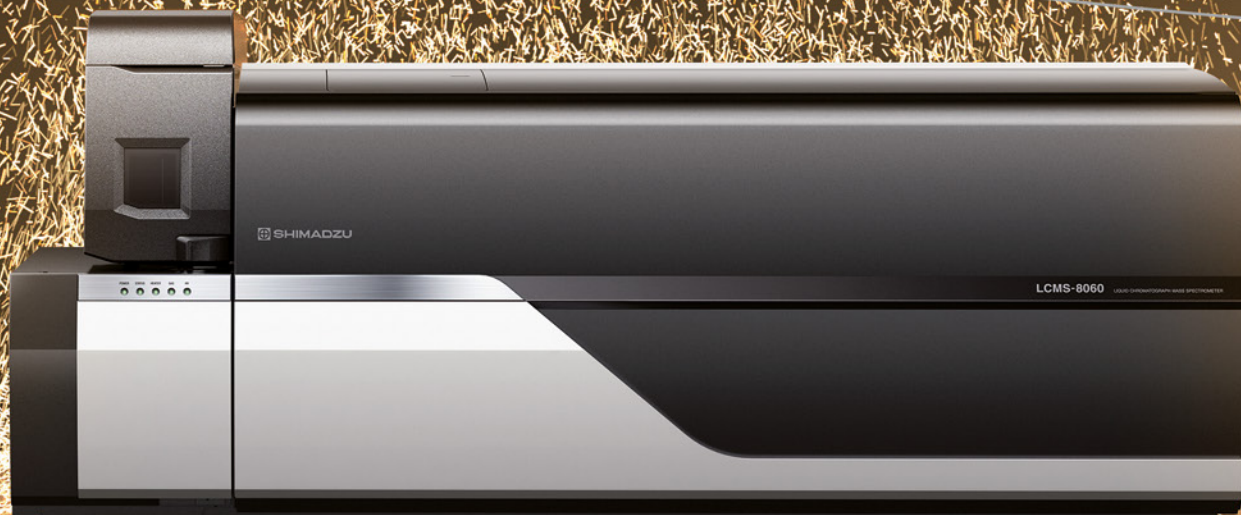
Schnellstes Triple-Quadrupol-System
erweitert LCMS-Produktportfolio

Die organische Belastung von
Abwasser bestimmen

CSB und TOC im Vergleich

Für flüssige und feste
Stoffe

Fluoreszenz-Spektralphoto-
meter RF-6000



APPLIKATION

- Probenvorbereitung ade... schnelle und direkte Ionisierung mit dem DART-LCMS-2020 4
- Direkte Identifizierung von Hochleistungspolymeren – Reaktive und konventionelle Pyrolyse-GC-MS mit Hilfe des GCMS-QP2010 Plus 6
- LEDs – die kleinen Helferlein des Alltags – Emissionsmessung mit der Emissionsoptik des UV-2600 12
- Die organische Belastung von Abwasser bestimmen – CSB und TOC im Vergleich 22

PRODUKTE

- Neue Geräteserie mit erweiterten Einsatzfeldern – Fluoreszenz-Spektralphotometer RF-6000 2
- Das Allzwecktool der Analytik – Unified Chromatography mit dem neuen SFE-SFC-MS System Nexera UC 8
- Probenvorbereitung auf das nächste Level geführt – Der neue Probengeber AOC-6000 10
- Familienzuwachs LCMS-8060 – schnellstes Triple-Quadrupol-System erweitert LCMS-Produktportfolio 18

AKTUELLES

- Antimon im Frühstückstee? – Neue Materialien im Test 14
- Genzo Shimadzus Reise um die Welt 17
- Analytische Lösungen für die Automobilindustrie – CAR-Symposium Bochum 20
- Schnelle und hochinformativ Analysen – TOC-Prozesstag in Duisburg (März 2015) 21
- Die freie Wahl – Alternativen zum Software-Wechsel 23
- Kluge Köpfe gesucht! »lab4you«-Programm für junge Wissenschaftler 24



NEWS – Das Shimadzu Kundenmagazin gibt es auch als WebApp (für iOS und Android) unter: www.shimadzu-webapp.eu oder als App fürs iPhone im AppStore.

Neues Gerät mit erweiterten Einsatzfeldern

Für flüssige und feste Stoffe: Fluoreszenz-Spektralphotometer RF-6000



Das neue Fluoreszenz-Spektralphotometer RF-6000 von Shimadzu

Mit dem Gerät RF-6000 führt Shimadzu die erfolgreiche Produktlinie der Fluoreszenzspektroskopie fort und ersetzt das wohlbekannte RF-5301PC. Die neue Generation des RF-6000-Systems ist universell einsetzbar. Sie kombiniert einen weiten Messbereich und hohe Empfindlichkeit unter Einsatz eines Breitband-Photomultipliers. Zusammen ergibt dies einen Messbereich von 200 bis 900 nm für

Emissions- als auch Anregungs-

Das RF-6000 ist ein Doppelm-

energetische Xenonlampe ist der Ausgangspunkt für die Anregungsmessungen. Als kontinuierliche Lichtquelle konzipiert, wird der damit eingehende phy-

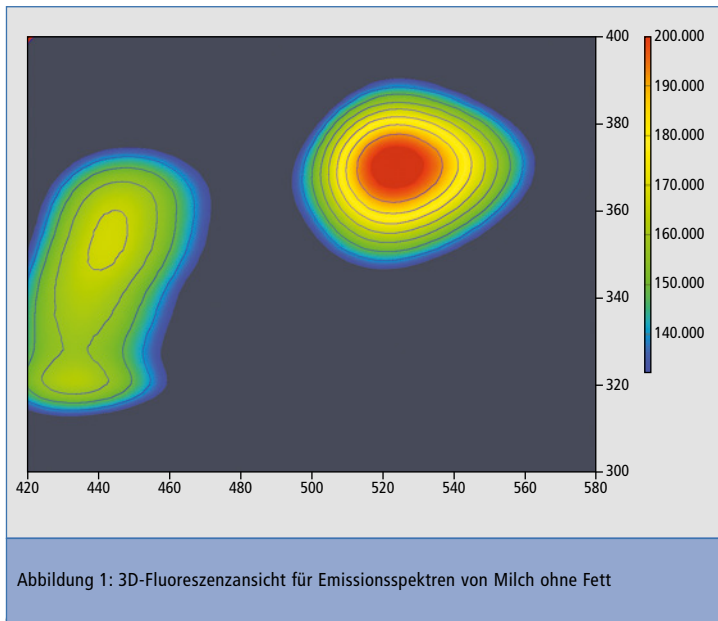


Abbildung 1: 3D-Fluoreszenzansicht für Emissionsspektren von Milch ohne Fett

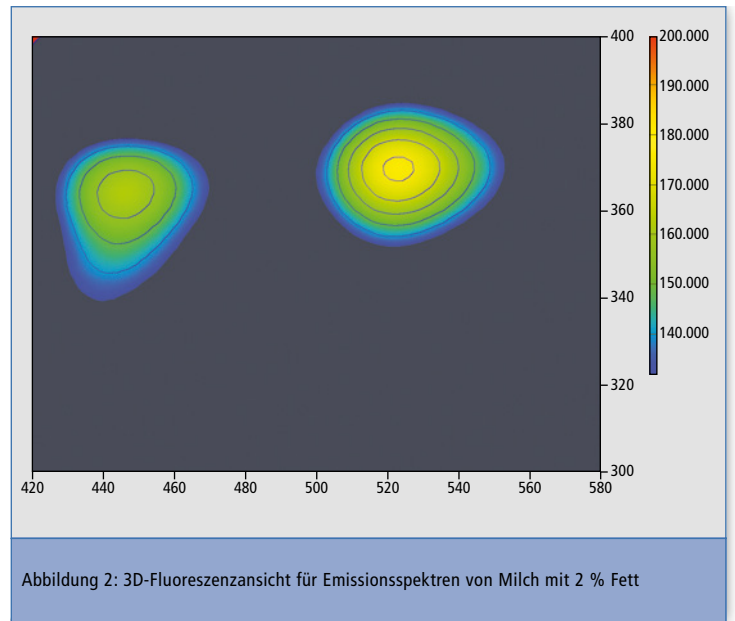


Abbildung 2: 3D-Fluoreszenzansicht für Emissionsspektren von Milch mit 2 % Fett

sikalische Effekt des Flackerns über ein weiteres Detektorsystem kompensiert.

Größerer Probenraum erweitert Applikationen

Neue Bauteile und Gerätekontrollen ermöglichen für die Kombination mit dem Breitbanddetektor ein Signal-Rausch-Verhältnis S/N von 350. Dies ist mehr als eine Verdoppelung des Werts der Vorgängerversion. Eine zusätzliche Neuerung zum Vorgängermodell ist der weitere Probenraum, der es ermöglicht größere voluminösere Zubehöre einzubauen. Dadurch erschließt sich ein Applikationsfeld von der einfachen Küvette mit vier polierten Seiten, über Sipper bis hin zur Integrationskugel.

Die Vielzahl an Zubehören erlaubt die Verarbeitung und Analyse von flüssigen und auch festen Stoffen. Die Anwendungsfelder sind die Lebensmittel- und Umweltanalytik sowie Bio- und Chemieapplikationen. Das System ist für die einfache Qualitätskontrolle, aber auch für die Ausbildung und Forschung konzipiert.

Software mit vorgefertigten Applikationen

Unterstützt wird das RF-6000 durch eine neue Software. Auf der Basis der Shimadzu LabSolutions-Plattform wurde die LabSolutions RF entwickelt. Die Software bie-

tet nicht nur die Gerätekontrolle, sondern auch vorgefertigte Applikationen für die Fluoreszenzspektroskopie. Es kann die Quantenausbeute und Effizienz ermittelt werden, sowie die Spektrenkorrektur durchgeführt werden. Für die Validierung gibt es ein eigenes Modul, mit dem Spezifikationen des Geräts nach vorgegebenen Industriestandards geprüft werden können.

Anwendungsbeispiel: Analyse von Milchfett

Stabilität, Empfindlichkeit und ein erweiterter Messbereich erlauben den Einsatz des RF-6000 in diversen Applikationsfeldern, in denen

die Fluoreszenz sowie die Chemo-, Bio- und Elektro-Lumineszenz eine Rolle spielen, etwa Pharmazentik, Chemie, Lebensmittel, Elektronik, Umwelt und Life Sciences. Auch 3D-Messungen sind mit hoher Aufnahme-geschwindigkeit möglich.

Als Beispiel für eine Hochgeschwindigkeit-3D-Messung ist hier die Analyse von diversen Milchsorten wiedergegeben. Der Fokus der Analyse lag auf der Wiederfindung von Milchfett. Es wurden Proben ohne Fett, 2 % Fett und 4,5 % Fett untersucht. In der Abbildung 1, 2 und 3 sind die Messungen in einer „Höhenlinien“-Ansicht abgebildet. Auf-

getragen wurde die Fluoreszenzintensitäten bei Anregung (300 – 400 nm) gegen die Emission (420 – 580 nm). Die dargestellten Sichten zeigen den Unterschied in den Fettgehalten.

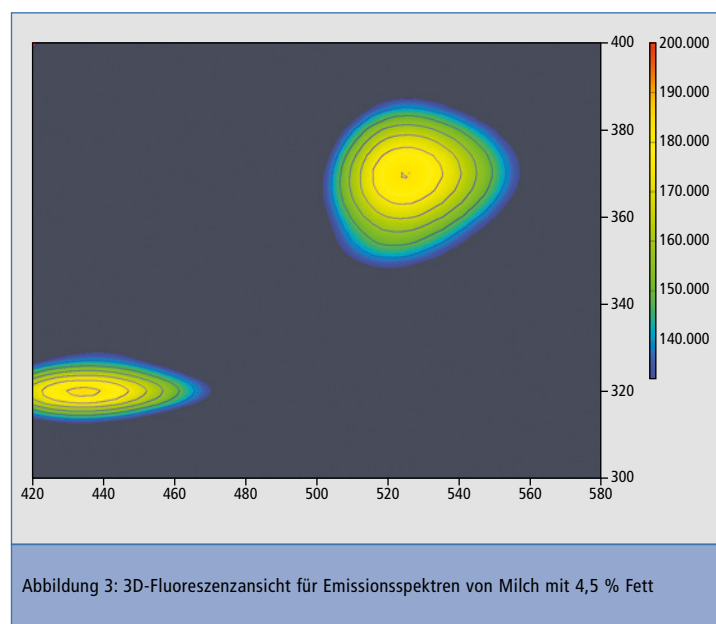


Abbildung 3: 3D-Fluoreszenzansicht für Emissionsspektren von Milch mit 4,5 % Fett

Probenvorbereitung ade ...

Die Alternative für Synthesechemiker – schnelle und direkte Ionisierung mit dem DART-LCMS-2020

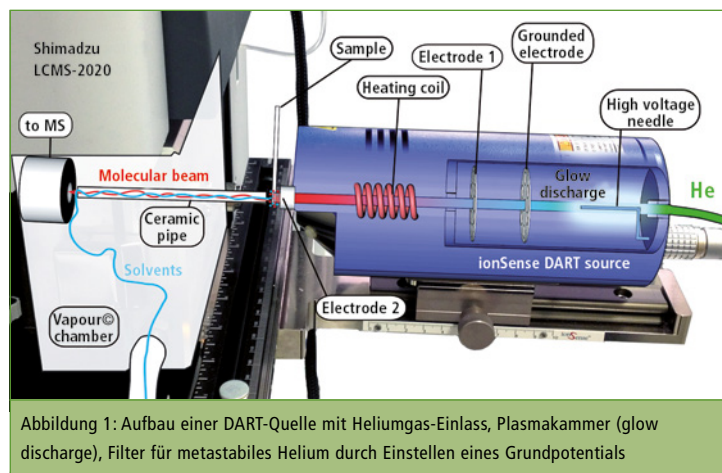


Abbildung 1: Aufbau einer DART-Quelle mit Heliumgas-Einlass, Plasmakammer (glow discharge), Filter für metastabiles Helium durch Einstellen eines Grundpotentials

Die organische Synthese komplexer Molekülstrukturen führt oft über mehrere Syntheseschritte und bedarf umfangreicher Aufreinigung der Zwischenstufen und Produkte. Manche Zwischenprodukte sind mit herkömmlichen Analyseverfahren nur nach zeitintensiver Methodenentwicklung nachzuweisen. Für eine aufwendige Analyse der Zwischenstufen und Nebenprodukte fehlt jedoch die Zeit. Deshalb bedeuten einfache, universale und schnelle Analyseverfahren auch in der Synthesechemie eine enorme Zeitersparnis.

Im Institut für Organische Chemie der Universität Basel, Schweiz, ist die Synthese neuer Strukturen mit unbekanntem Eigenschaften das tägliche Brot der Mitarbeiter. Zur Synthesekontrolle und Strukturbestimmung werden verschiedene massenspektrometrische Verfahren eingesetzt. Dabei ist es eine große Herausforderung, aus der Vielzahl der Möglichkeiten (GC-MS, LC-MS mit verschiedenen Ionisierungstechniken wie ESI, APCI, APPI, MALDI) für jedes neu synthetisierte Molekül die passende Analyseverfahren auszuwählen.

Aufgrund der verschiedenen Strukturen existiert bislang kein univer-

selles Verfahren. Niedermolekulare, apolare (hydrophobe) Verbindungen werden bevorzugt mit GC-MS untersucht. Die LC-MS mit ESI- und APCI-Quelle dient dem Nachweis polarer, oft geladener (ESI) oder thermisch stabiler, schwach polarer Verbindungen (APCI). Viele der zu untersuchenden Strukturen sind zudem ther-

misch labil. Die MALDI-Technik eignet sich besonders zur Analyse von Verbindungen mit hohem Molekulargewicht.

DART: schnelle Analyse von Syntheseprodukten direkt aus Reaktionsgemisch

Eine vielversprechende Alternative bietet die Ionisierungstechnik DART (Direct Analysis in Real Time), die eine direkte Ionisierung von Gasen, Flüssigkeiten und Feststoffen unter Atmosphärendruck erlaubt. Kombiniert mit einem Shimadzu LCMS-2020 Single-Quadrupol-Massenspektrometer wird die schnelle Analyse von Syntheseprodukten unmittelbar aus dem Reaktionsgemisch und ohne vorherige Probenvorbereitung möglich.

In der DART-Quelle findet unter Atmosphärendruck mit Hilfe eines elektrischen Potentials die Anregung eines Heliumstroms zu einem Heliumplasma statt (siehe Abbildung 1). Dieses metastabile Heliumplasma ionisiert Wassermoleküle, die wiederum Protonen auf die Probenmoleküle übertragen.

Verschiedene Möglichkeiten der Ionisierung

Neben dem Ladungstransfer über Wassermoleküle können die Analyten auch direkt ionisiert werden. Im negativen Modus erfolgt die Ionisierung über Sauerstoffanionen. Durch

diese „indirekte“ Ionisierung entstehen einfache Massenspektren, vorwiegend durch Bildung des protonierten Molekül-Ions $[M+H]^+$ beziehungsweise des $[M-H]^-$ Ions im negativen Modus. Je nach Struktur des Analyten können M^+ -Ionen (wie bei polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen) oder auch Fragmente entstehen. Mehrfach geladene Ionen oder Addukte mit Alkalimetallkationen werden nicht beobachtet.

Die DART-Quelle ist einfach zu installieren und ohne Optimierung der Parameter direkt „out of the box“ anwendbar. Die ionisierten Moleküle der Probe gelangen mit dem He-Strom durch ein Keramikrohr, das bei Bedarf einfach gereinigt werden kann, in das Massenspektrometer (siehe Abbildung 2). Kleine leichtflüchtige Moleküle wie Lösemittel und Wasser werden durch die Vorvakuumpumpe entfernt.

Abbildung 3 zeigt die qualitative Analyse eines Reaktionsgemischs aus einem Kolbenansatz ohne weitere Probenvorbereitung. Die Probe kann einfach mit einer Kapillare aus dem Reaktionskolben entnommen und in den Gasstrom der DART-Quelle gehalten werden. Ein Anwendungsbeispiel zeigt den Einsatz und Nutzen der DART-Quelle.

Kontrolle eines Synthesewegs

Besonders anspruchsvoll gestalten sich die Analysen von mehrstufigen Synthesewegen. Durch kontinuierliche Veränderung des Ausgangsmoleküls variieren die Masse sowie die Polarität und Stabilität der Verbindungen sehr stark und damit verbunden auch die geeigneten massenspektrometrischen Methoden. Abbildung 4 zeigt exemplarisch den Aufbau einer zyklischen Verbindung mit sechs aromatischen Ringen über zwölf Synthesestufen.



LCMS-2020

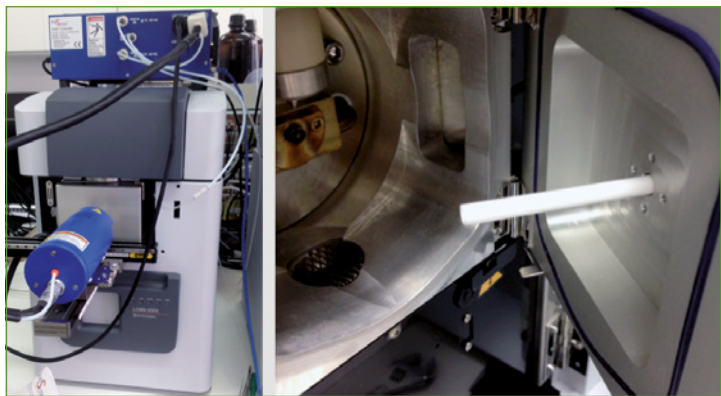


Abbildung 2: DART-Quelle der Firma IonSense, gekoppelt an das Single Quadrupol LCMS-2020 der Firma Shimadzu (Bild links). Die Kammer vor dem Einlass ins Hochvakuum (Bild rechts) steht bei Betrieb unter schwachem Vakuum.

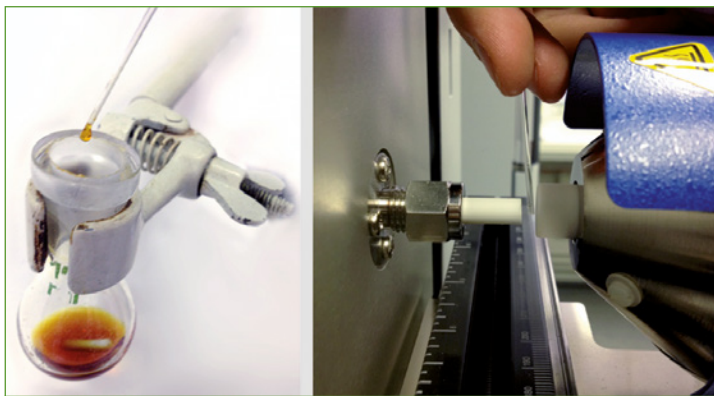


Abbildung 3: Probenahme aus einer Reaktionsmischung unbekannter Konzentration mit einer Glaskapillare und Probenmessung durch kurzes Halten in den Ionisationsstrahl zwischen DART-Quelle und LCMS-2020

Jede einzelne Stufe musste charakterisiert werden, wovon nur die ersten acht Syntheseprodukte mittels GC-MS ermittelt werden konnten; in der Abbildung ist das entsprechende Molekül-Ion M^+ blau dargestellt. Die pink markierten Zwischenstufen waren aufgrund thermischer Labilität oder zu hoher Masse mit GC-MS nur schwer zu identifizieren. Ab Synthesestufe neun erreichen die Moleküle einen für die GC-MS kritischen Massenbereich.

Auch die Analyse über LC-MS, mit ESI- oder APCI-Quelle, ist aufgrund der niedrigen Polarität der Verbindungen nicht leicht. Die DART-Quelle erweist sich in diesem Fall als die Methode der Wahl,

mit der ohne großen Aufwand alle grün hinterlegten Moleküle wunderbar analysiert werden können. Einen zusätzlichen Vorteil bietet die hohe Geschwindigkeit für den Polaritätswechsel (15 ms) des LCMS-2020, die die gleichzeitige Messung von positiv und negativ geladenen Molekülen erlaubt.

Zusammenfassung

Die Kombination der Ionisierungstechnik DART mit dem LCMS-2020 ermöglicht die Analyse chemisch sehr verschiedener polyaromatischer Verbindungen direkt aus den Reaktionsgemischen. Für die qualitative Messung wird nur ein Teströhrchen mit einer geringen Menge Probe in die

DART-Quelle gehalten, um ein Massenspektrum zu generieren. Sogar große hydrophobe Verbindungen werden im Heliumstrom ionisiert und können zuverlässig identifiziert werden. Die einfache Handhabung und die Robustheit dieser Analysetechnik machen das DART-LCMS-2020 unverzichtbar im Synthesealltag der Organischen Chemie an der Universität Basel.

Autor

Michel Rickhaus, Doktorand an der Universität Basel, Institut für Organische Chemie der Universität Basel, Schweiz

IMPRESSUM

Shimadzu NEWS, Kundenzeitschrift der Shimadzu Europa GmbH, Duisburg

Herausgeber
Shimadzu Europa GmbH
Albert-Hahn-Str. 6-10 · D-47269 Duisburg
Telefon: +49 (0)203 76 87-0
Telefax: +49 (0)203 76 66 25
shimadzu@shimadzu.eu
www.shimadzu.eu

Redaktion
Uta Steeger
Telefon: +49 (0)203 76 87-410
Ralf Weber, Tobias Ohme

Gestaltung und Produktion
m/e brand communication GmbH GWA
Düsseldorf

Auflage
Deutsch: 5.600 · Englisch: 6.930

© Copyright
Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, Juni 2015. Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion gestattet.
Windows ist Warenzeichen der Microsoft Corporation. ©2015 Apple Inc. Alle Rechte vorbehalten. Apple, das Apple Logo, Mac, Mac OS und Macintosh sind Warenzeichen von Apple.

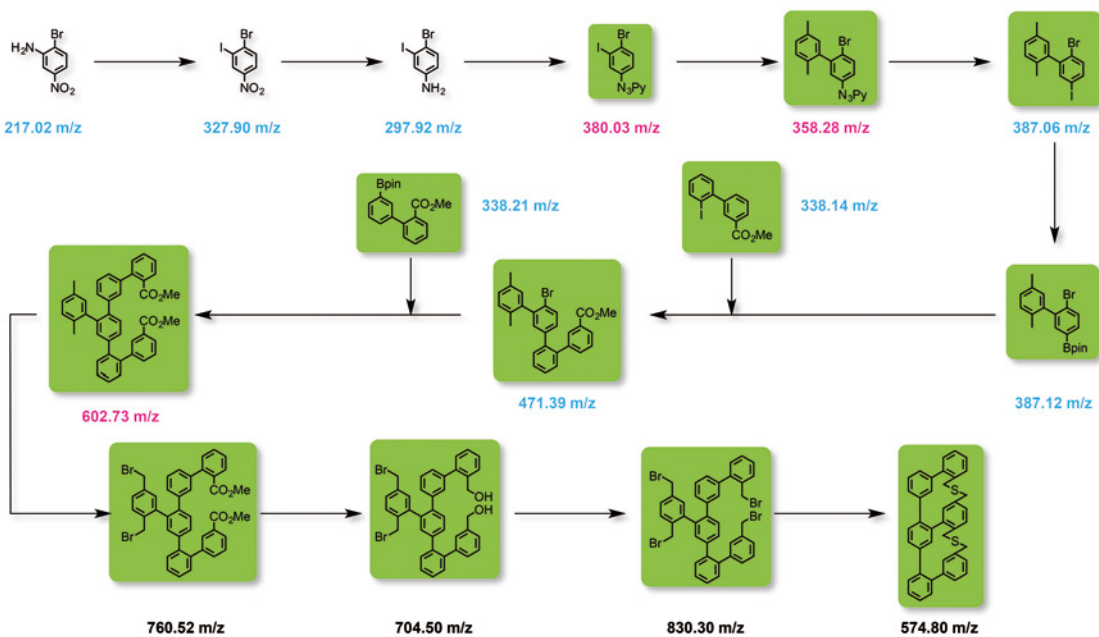


Abbildung 4: Syntheseweg des Zielmoleküls mit m/z 574,8 über 12 Synthesestufen. Blau: Kontrolle mit GCMS; pink: Kontrolle mit GCMS nur bedingt möglich; grün: Kontrolle mittels DART-MS.

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
• Applikationsnote
» Probenvorbereitung
ade...«



Direkte Identifizierung von Hochleistungspolymeren

Reaktive und konventionelle Pyrolyse-GC-MS mit Hilfe des GCMS-QP2010 Plus

Verschiedene neuere Klassen von Duroplasten und Hochleistungspolymeren werden dynamisch entwickelt bedingt durch sich rasch wandelnden Anforderungen von Industrie und Wirtschaft. Beispielsweise wird von den neueren Polymeren basierend auf dem seit 100 Jahre bekannten Werkstoff Phenolharz erwartet, dass sie in der Hightech-Industrie des Flugzeugbaus einsetzbar sind. Das beruht auf der guten bis ausgezeichneten thermostrukturellen Hitze und Flammfestigkeit, der erwünschten chemischen Beständigkeit, der ausgezeichneten elektrischen Isolierungseigenschaften, den verbesserten ablativen Eigenschaften und nicht zuletzt auf den relativ geringen Produktionskos-

ten. Aufgrund vergleichbarer spezifischer Schlüsseleigenschaften sind auch neuere Polyimide und Epoxidharze in zahlreichen Technikbereichen gefragt.

Die analytische Wissenschaft muss mit Geräten, Techniken und Methoden gerüstet sein, um die neuen Polymere zu charakterisieren. Die reaktive und die konventionelle Pyrolyse bieten sich als Lösungen an.

Pyrolysetechniken in Verbindung mit GC-MS sind wichtige Werkzeuge zur Bestimmung von Polymeren und Polymer-Additiven. Die reaktive Pyrolyse lässt sich als weitere Option der analytischen Pyrolyse ansehen mit dem Unter-

schied, dass dem Polymer ein Reagenz zugegeben wird, um die Zielmoleküle selektiv zu spalten und die übrig bleibenden Reaktionsprodukte zu identifizieren.

Im Vergleich: Konventionelle und reaktive Pyrolyse

Der Hauptunterschied zwischen konventioneller und reaktiver Pyrolyse besteht in der vom Pyrogramm erhaltenen Informationsdichte. Während die konventionelle Pyrolyse eine große Bandbreite an Pyrolyseprodukten erzeugt, liefert die reaktive Pyrolyse eine begrenzte Anzahl an Peaks – aber die Identifizierung ist genauer, und Rückschlüsse auf die Ausgangsmischung von Monomeren sind einfacher und exakter.

Während die konventionelle Pyrolyse eine höhere Temperatur verwendet (z.B. 650 °C), um kovalente Kohlenstoffbindungen statisch zu spalten, benötigt die reaktive Pyrolyse eine niedrigere Temperatur (z.B. 440 °C), um die Bildung von Pyrolyseprodukten zu unterbinden. Zudem ermöglicht sie eine effiziente selektive thermochemolytische Reaktion bezüglich gewünschter chemischer Bindungen, um Methanoladdukte zu bilden (z.B. Methylester, Methyläther etc.).

Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) in einer Konzentration von 25 Gewichtsprozent in Methanol ist das am häufigsten eingesetzte Reagenz zur reaktiven Pyrolyse: Dieses ist stark basisch und wird deshalb zur selektiven hydrolytischen Spaltung der Probe verwendet. Als Vorteil erweist sich, dass sich dieselbe Hardware-Konfiguration zur reaktiven wie konventionellen Pyrolyse einsetzen lässt.

Ausstattung und Anwendung

Für die Messungen wurde eine PY-2020iD Pyrolyseeinheit von den Frontier Laboratories Ltd. verwendet, deren Autosampler mit 48 Positionen mit einem GCMS-QP2010 Plus von Shimadzu gekoppelt war. Eine Kapillartrennsäule aus einem speziellen Metall (Ultra ALLOY-5; 0,25 mm Innendurchmesser x 30 m, Frontier Laboratories Ltd., Japan), beschichtet mit einem dünnen (0,25 µm) Film von Diphenyldimethylpolysiloxan wurde zur Trennung der Pyrolyseprodukte gewählt.

Diese Form der Pyrolyse verbessert die analytische Reproduzierbarkeit auf Grund eines homogenen Hitzeübertrags auf die Probe, die frei fallend in einem deaktivierten Edelstahl-Probengefäß in den Pyrolyse-Heizraum gebracht wird. Die Gerätekombination aus Autosampler und temperaturprogrammierbarem Pyrolyse-Heizraum ermöglicht die Geräteparameter zur Pyrolyse zu optimieren, wobei Memory-Effekte durch die Verwendung eines Konditionierungsprogramms reduziert werden. Um aber Verschleppungsprobleme zu vermeiden, ist es unverzichtbar, die Reinheit der Probenstrecke zwischen zwei Probendurchläufen durch Injektion einer Blank-Probe zu überprüfen. Der Probenaufgabe (Pyrolyse oder reaktive Pyrolyse) folgt dann eine GC-MS-Analyse zur Trennung und Identifizierung freigesetzter Substanzen.

Ergebnisse

Abbildung 1 zeigt reaktive und konventionelle Pyrogramme einer 2-Komponenten-Maleimid-Allylphenol-Rezeptur, ein additionsvernetztes Phenolharz. Solche Harze härten durch Doppelbindung-Alder-Reaktionen bei mittleren bis niedrigen Temperaturen wobei keine flüchtigen Verbindungen freigesetzt werden. Dadurch werden Produkte ohne Fehlstellen hergestellt.

Im Reaktiv-Pyrogramm (Abbildung 1a) handelt es sich bei den intensivsten Emissionen um Dimethyläther- und Allylderivate vom Bisphenol A, kleinere Oligomerfraktionen und Bernsteinsäure-

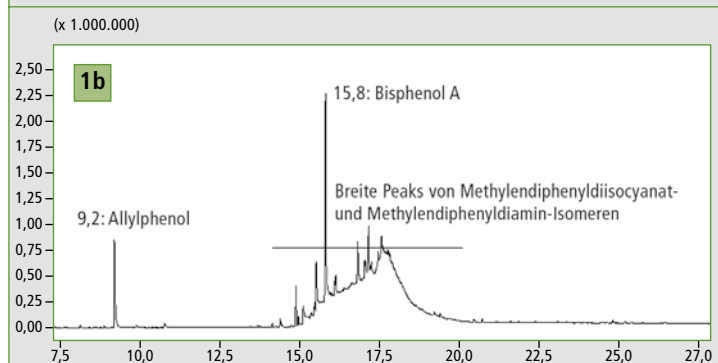
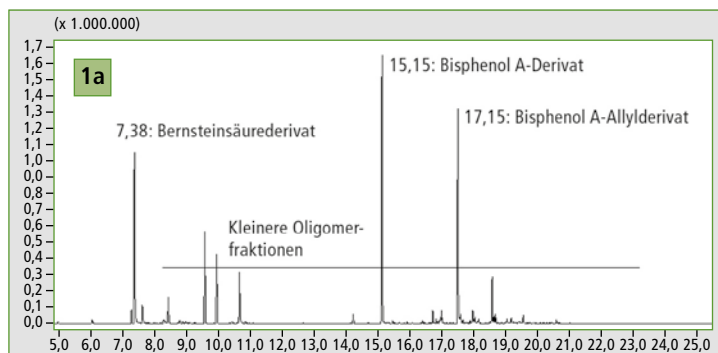


Abbildung 1a und 1b: Oben: Pyrogramm von Probe 1 nach reaktiver Pyrolyse GC-MS (TMAH/Methanol; 440 °C für 2 Minuten); unten: Pyrogramm von Probe 1 nach konventioneller Pyrolyse GC-MS (650 °C für 2 Minuten).

dimethylester. Die Hauptemissionen im konventionellen Pyrogramm (Abbildung 1b) sind Allylphenol, Bisphenol A, Methylendiphenyldiisocyanat- und Methylendiphenyldiamin-Isomere (breiter Peak). Unter Berücksichtigung aller Ergebnisse wurde dieses Harz als Reaktionsmischung des 4,4'-

keton (PEEK). Es ist zwar kostengünstiger, seine Verarbeitungstemperatur und Schlagfestigkeit sind aber geringer.

Die reaktive und konventionelle Pyrolyse lässt sich zur Fehleranalyse durch Vergleich eines fehlerhaften Polymers mit einem Referenzpolymer einsetzen.

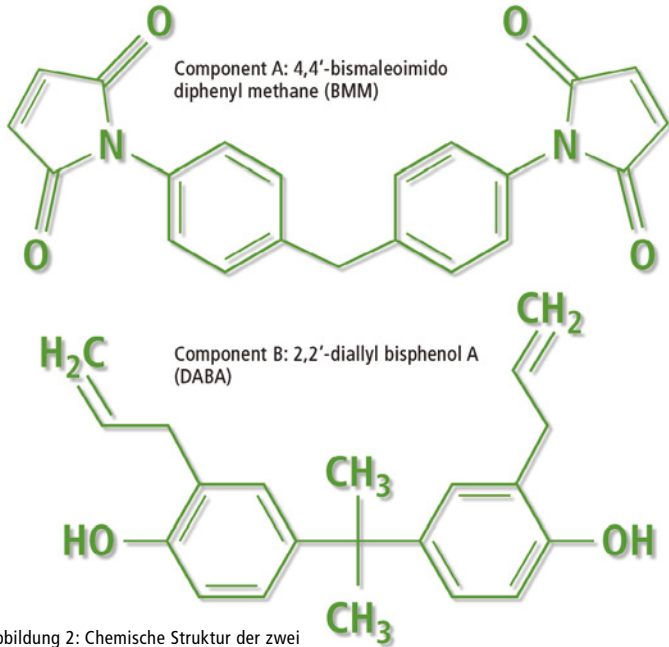


Abbildung 2: Chemische Struktur der zwei Monomere vor dem Aushärten

Bismaleimidodiphenylmethan mit 2,2'-Diallylbisphenol A (Abbildung 2) identifiziert. Diese Phenolharzrezeptur härtet zusätzlich durch Copolymerisation der Maleimid- und Alkylgruppen als Hauptreaktion.

Abbildung 3 zeigt das konventionelle Pyrogramm der Polyätherimid-Probe mit Hauptemissionen, die von phthalimid-basierten Verbindungen, Bisphenol A und alkylierten Phenolen her rühren. Polyätherimid weist ähnliche Charakteristiken auf wie Polyätheräther-

renzpolymer einsetzen. Durch Einsatz dieser vergleichenden Analyse könnten in Pyrogrammen erscheinende Unterschiede auf die Ursache des Fehlers hinweisen.

In den reaktiven Pyrogrammen in Abbildung 4 wurden zwei Polyurethan-Proben mit unterschiedlichen Flammenwiderstandseigenschaften verglichen. Mit Hilfe der reaktiven Pyrolyse wurde der Dimethyläther des Tetrabromobisphenol A im Polyurethan mit höherem Flammenwiderstand nachgewiesen. Tetrabromobisphenol A

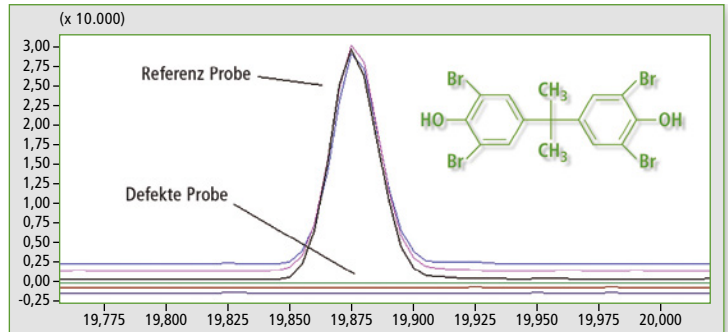
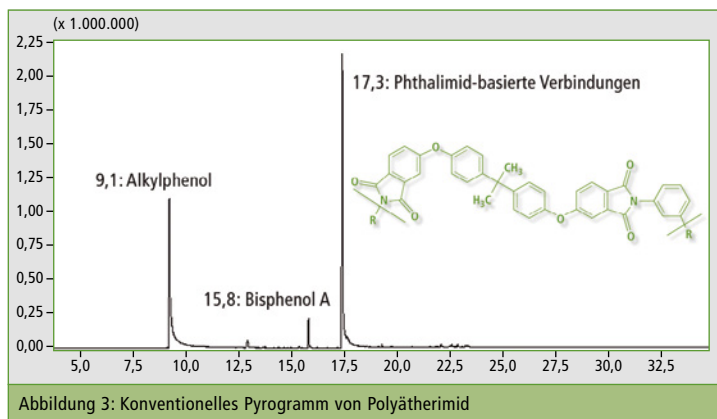


Abbildung 4: Daten der reaktiven Pyrolyse beim Vergleich von zwei Polyurethan-Proben mit unterschiedlichen Flammenwiderstandseigenschaften. In einer fehlerhaften Probe wurden keine Tetrabromobisphenol A-Derivate (Flammschutzmittel) gefunden (jeweils dreifache Messungen).

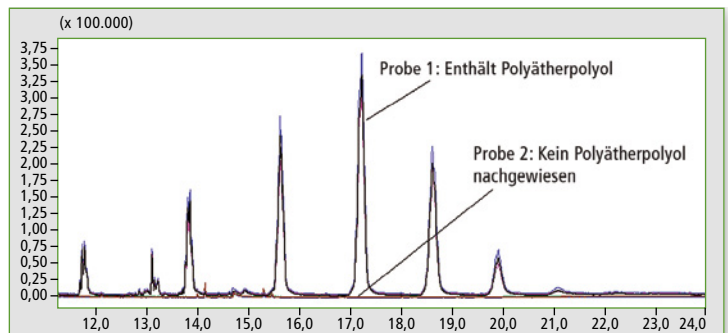


Abbildung 5: Polyätherpolyol-Verteilung von Polyurethanproben nach reaktiver Pyrolyse GC-MS: Vergleich zweier verschiedener Polyurethanproben (jeweils dreifache Messungen).

wird allgemein als Flammschutzmittel in vielen Polymeranwendungen eingesetzt und lässt sich reaktiv in eine Polymerkette einbinden.

Auch hinsichtlich Reproduzierbarkeit der Ergebnisse funktioniert die reaktive Pyrolyse gut, wie in Abbildung 5 gezeigt. Dort ist eine Polyätherpolyol-Verteilung einer Polyurethanprobe nach dreifacher Messung wiedergegeben, verglichen mit einer Polyurethanprobe ohne ein Polyätherpolyol im Polymergrundgerüst.

Die chemische Analyse von Duroplasten ist bei Verwendung konventioneller Spektraltechniken eine anspruchsvolle Aufgabe. So liefert beispielsweise eine Fourier-Transformierte Infrarot-Spektroskopie (FTIR) wenig Information über die Probe, da eine Vielzahl möglicher chemischer Strukturen typische Resonanzfrequenzen der Target-Strukturen erzeugen können. Die Kombination von reaktiver und nicht-reaktiver Pyrolyse kann geeigneter sein, da diese Techniken bestimmte Bindungen

selektiv aufbrechen und die erhaltenen Verbindungen können dem Analytisten ein Bild über die Ausgangssubstanzen vermitteln.

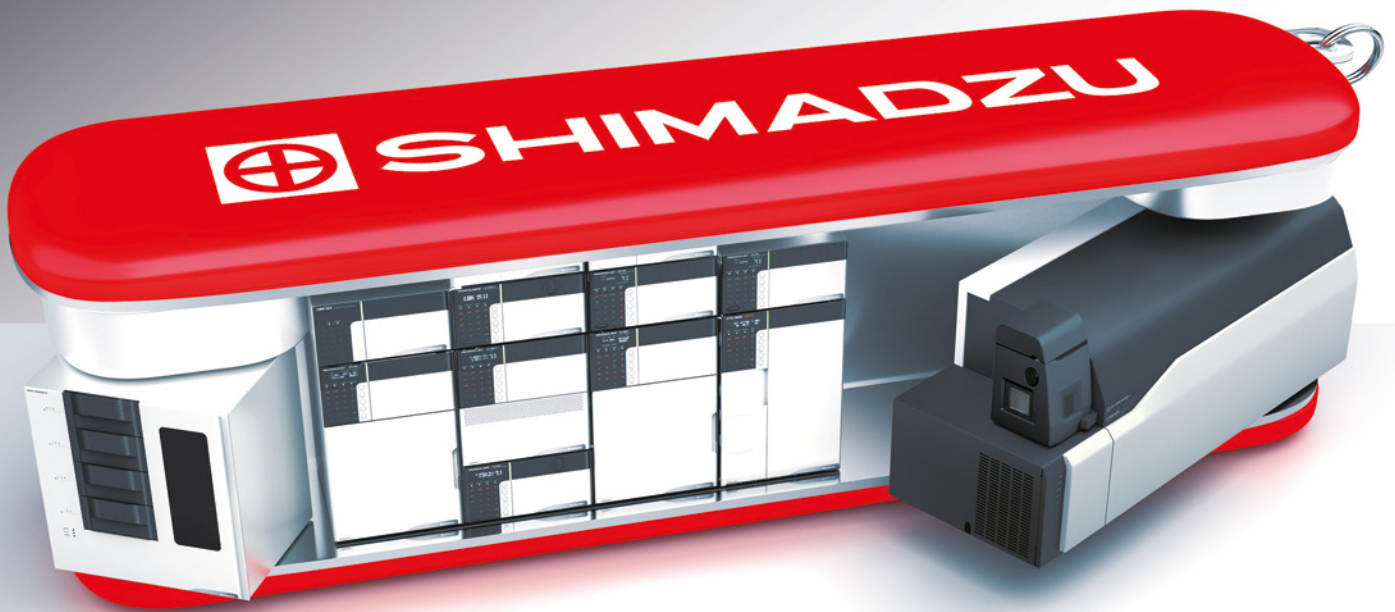
Fazit

Die Kombination von reaktiver und konventioneller Pyrolyse erscheint als ein sehr leistungsstarkes Werkzeug zur Charakterisierung von duroplastischen Polymeren mit einem komplexen Vernetzungssystem.

Zudem kann die zusätzlich durchgeführte reaktive Pyrolyse die von Duroplasten erhaltenen Daten neu bewerten oder vereinfachen. In einigen Fällen lässt sich die Pyrolyse als Werkzeug für Fehleranalysen einsetzen, wenn ein Materialproblem seine Ursache in der Zusammensetzung des Polymers hat.

Autoren

Franky Puype und Jiri Samsonek, Institut für Qualitätsprüfung und Zertifizierung, Zlin, Tschechische Republik, E-Mail: fpuype@itczlin.cz



Das Allzwecktool der Analytik

Unified Chromatography mit dem neuen SFE-SFC-MS System Nexera UC

Die neue SFE-SFC-MS Plattform Nexera UC vereint schnelle, einfache online Probenextraktion mit chromatographischer Trennung nach neuestem Stand der Technik und hochempfindlicher Detektion. Das 'unified chromatography' System ermöglicht die komplette Automatisierung von SFE-Probenaufbereitung und anschließender Analyse mittels Flüssig- oder überkritischer Flüssigchromatographie.

von 31,1 °C und über dem kritischen Druck von 73,8 bar gehalten wird.

Schnelle, effiziente, günstige und umweltfreundliche Extraktion

In diesem Zustand wird die Dichte des Mediums stark von Änderungen der Temperatur und des Drucks beeinflusst und seine physikalischen und thermischen

wendung von „überkritischem“ CO₂ für die Extraktion und auch chromatographische Trennungen ist daher schneller, effizienter, günstiger und umweltfreundlicher als die Benutzung giftiger organischer Lösungsmittel wie Hexan, Heptan oder Chloroform.

Geringeres Fehlerrisiko

Das Nexera UC Unified-Chromatography-System vereint SFE und SFC in einer gemeinsamen Flusslinie. Zielkomponenten werden aus festen Proben extrahiert, wie zum Beispiel Dried-Blood-Spots, Lebensmittel oder Polymere und anschließend automatisch zur LC oder SFC/MS-Analyse überführt. Dieser automatisierte Arbeitsablauf reduziert deutlich das Fehlerrisiko während der Probenauf-

bereitung sowie die Gesamtdauer der Messung (siehe Abbildung 1).

Überkritisches CO₂ wird in das Extraktionsgefäß eingeleitet, wo dann statische und/oder dynamische Extraktionsbedingungen über den Druck oder die Temperatur für jede Probe angepasst werden können. Da die Extraktion aller Substanzen lichtgeschützt und anaerob stattfindet, wird die Zersetzung instabiler, lichtempfindlicher, thermolabiler oder leicht oxidierbarer Substanzen vermieden. Anhand von Änderungen in Druck und Temperatur kann die Lösemittelstärke des CO₂ angepasst und die Selektivität genau kontrolliert werden.

Nach Extraktion in der SFE-Einheit wird das in der Probe enthal-

Konventionelle Methode zur Probenaufbereitung (QuEChERS) – ca. 35 min.



SFE Probenaufbereitung – 5 min.



Abbildung 1: Zeitersparnis in der Probenaufbereitung mit dem Nexera UC System

In der überkritischen Flüssigextraktion (SFE) und -chromatographie (SFC) wird so genanntes „überkritisches“ Kohlenstoffdioxid als Extraktionsmedium, beziehungsweise mobile Phase verwendet. Überkritisches CO₂ beschreibt einen fluiden Zustand von Kohlenstoffdioxid, wobei es über seiner kritischen Temperatur

Eigenschaften liegen zwischen denen der Gas- und der Flüssigphase. Kompressibilität und Diffusionskoeffizient des überkritischen Lösungsmittels sind höher, während die Viskosität gegenüber der reinen Flüssigkeit verringert ist, dadurch ist es wesentlich besser geeignet zum Durchsetzen permeabler Feststoffe. Die Ver-

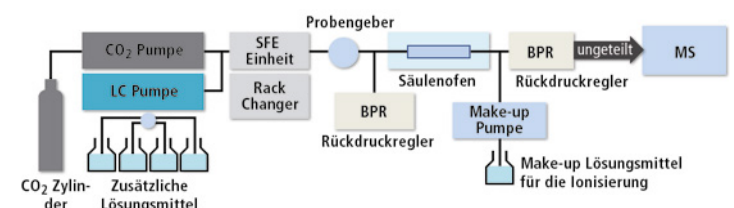


Abbildung 2: System Konfiguration des Nexera UC SFE-SFC-MS Systems

tende Kohlendioxid zur chromatographischen Analyse in die SFC-Flusslinie überführt (siehe Abbildung 2).

Die starken Veränderungen der Eigenschaften von CO₂ durch kleine Änderungen in Druck und Temperatur nahe des kritischen Punkts sind in der SFE von Vorteil, da so die Extraktionsselektivität leicht angepasst werden kann. Genau das bedeutet aber auch, dass überkritische Bedingungen ein wenig robuster Arbeitsbereich für die SFC sind, wo Veränderungen in der Dichte des Lösungsmittels Einfluss auf die Selektivität der Trennung haben. Änderungen in der Selektivität durch Wechsel der Säulendimensionen, Partikelgröße oder Flussrate sind unerwünscht.

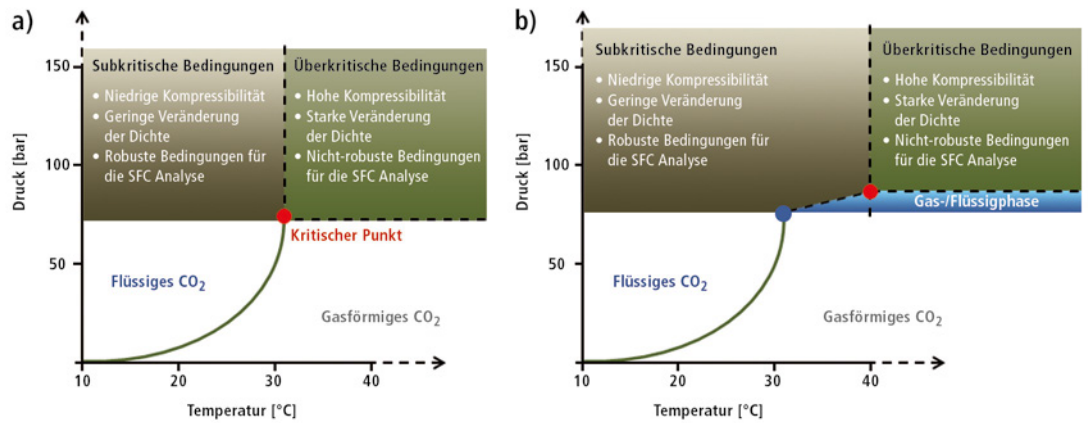


Abbildung 3: Phasendiagramm von a) reinem CO₂ (kritischer Punkt bei 73,8 bar, 31,1 °C) und b) 96,5 % CO₂ / 3,5 % MeOH (kritischer Punkt bei 83 bar, 40 °C), [Eric Lesellier ICOA, UMR 7311, SFC 2014]

Viele Lösungsmittel sind mit Kohlendioxid mischbar (zum Beispiel MeOH, EtOH (Wasserstoffbrückenbindungen), ACN [Dipole]) und bieten zusätzliche Wechsel-

einiger vordefinierter Methodenparameter (Abbildung 4).

Durch das Verdunsten des CO₂ hinter dem Rückdruckregler wird eine stärker konzentrierte Probe erzeugt und so eine Verbesserung der Sensitivität einer SFC/MS-Trennung, verglichen mit der LC/MS-Kopplung erreicht. Außerdem besitzt die Nexera UC einen Rückdruckregler mit mini-

malem Durchflussvolumen, der in der Flusslinie verbleiben kann, wenn die Probe in den Detektor überführt wird. Rückdruckregler mit größerem Durchflussvolumen verursachen starke Peak-Dispersion und müssen umgangen werden. In der Nexera UC kann das gesamte Eluat ungeteilt, direkt in das MS geleitet werden, für besonders hohe Detektionsempfindlichkeit (Abbildung 5).

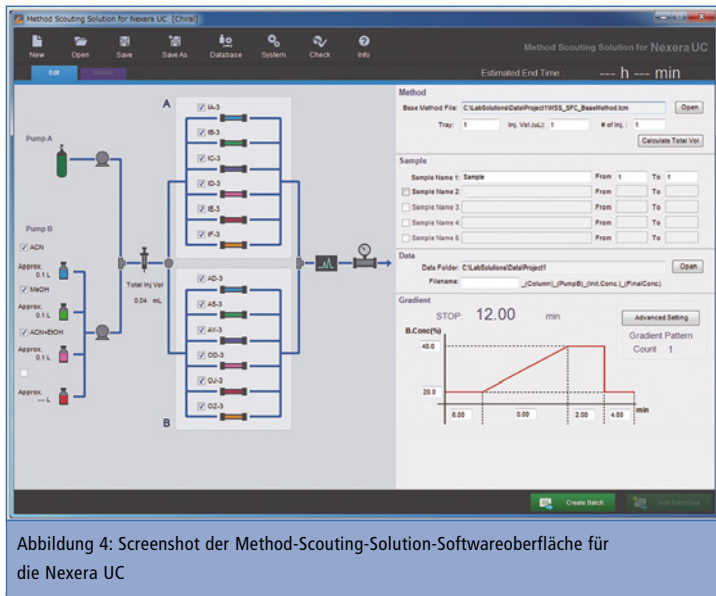


Abbildung 4: Screenshot der Method-Scouting-Solution-Softwareoberfläche für die Nexera UC

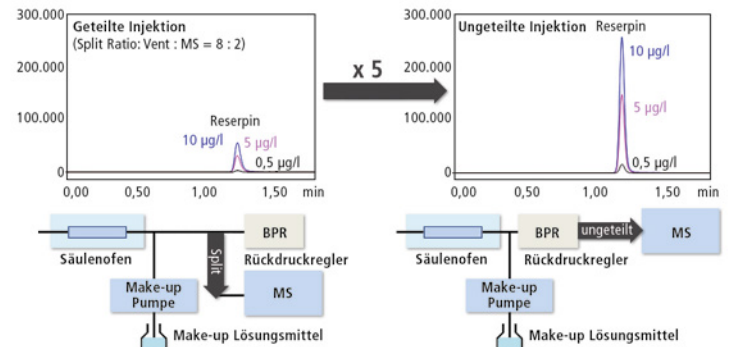


Abbildung 5: Verbesserte Empfindlichkeit durch vollständige Probenüberführung

Robuster Arbeitsbereich

CO₂ im kritischen Zustand ist unpolar und die Lösemittelstärke wird oft durch Zusatz eines polaren Co-Eluenten erhöht. Sobald ein zusätzliches organisches Lösungsmittel zugesetzt wird, ist die mobile Phase nicht wirklich „überkritisch“, wird aber trotzdem zumeist so bezeichnet. Die somit „subkritischen“ Bedingungen bedeuten wesentlich geringere Variabilität in der Dichte durch kleine Veränderungen von Druck und/oder Temperatur und sind deshalb ein besserer, robusterer Arbeitsbereich für reproduzierbare SFC-Analysen (siehe Abbildung 3).

wirkungen. Dadurch bewirken sie kontrollierbare Veränderung der Retention und liefern eine wertvolle Möglichkeit die Selektivität einer Trennung zu beeinflussen.

Einfache Methodenentwicklung

Die Methodenentwicklung mit dem Nexera UC System wird durch die Method-Scouting-Option sehr vereinfacht. Diese ermöglicht schnelles Testen von bis zu zwölf Trennsäulen mit vier zusätzlichen Lösungsmitteln neben CO₂. Die zugehörige Method-Scouting-Solution-Plattform erstellt sämtliche Scouting-Methoden automatisch, entsprechend

Probenvorbereitung auf das nächste Level geführt

Der neue Probengeber AOC-6000



Der neue Probengeber AOC-6000

Über ein Jahrzehnt war der Probengeber AOC-5000 das Maß aller Dinge für verschiedene Injektionstechniken, und ist auch heute noch ein zuverlässiger Sampler für die tägliche Laborarbeit. Allerdings hat sich in den letzten Jahren das Anforderungsprofil vieler Laboratorien stark erweitert – von einfachen Probenvorbereitungen mit anschließender Injektion hin zu komplexen automatisierten Probenpräparationen. Automatisierte Systeme machen die Probenvorbereitung und das Ergebnis der Analyse verlässlicher, weil der Einflussfaktor „Mensch“ reduziert wird; gleichzeitig erhöhen sie die Effizienz und minimieren die Kosten.

Mit dem AOC-6000 steht jetzt ein Probengeber zur Verfügung, der dieses erweiterte Anforderungsprofil nicht nur erfüllt, sondern sogar neue Standards in der integrierten Probenpräparation setzt.

Neue Entwicklungen

Das Hauptaugenmerk bei der Entwicklung des AOC-6000 wurde

auf die Erweiterung seines Einsatzgebiets gelegt. Die automatische Spritzenaustauscheinheit (Abbildung 1) spielt hierbei eine zentrale Rolle. War der AOC-5000 noch auf die Verwendung einer Spritze während des Betriebs beschränkt, kann der AOC-6000 im laufenden Betrieb auf bis zu sechs verschiedene Spritzen zurückgreifen – Flüssigspritzen (1–10.000 µl),



Abbildung 1: Spritzenaustauscheinheit

Headspace-Spritzen (1–5 ml) oder SPME-Halterungen.

Daneben wurden weitere kleinere Änderungen entwickelt, die die Möglichkeiten des AOC-6000 erweitern. Der Fast-Injection-Modus erlaubt die diskriminierungsfreie Injektion von Kohlenwasserstoffen bis zu einer Kettenlänge von C 40. Ein kleiner Kontaktsensor im Injektionskopf ermöglicht die Detektion des Bodens eines Vials, sodass auch kleinste Probenmengen genutzt werden können. Liegen 5 µl einer Probe vor, ist es möglich, mit dem AOC-6000 präzise 3 x 1 µl aus dieser Probe zu injizieren. Ein Vortex-Mixer (Abbildung 2) erlaubt, die intensive Vermischung von unterschiedlichen Lösungsmitteln und Reagenzien. Es können Vials einer Größe von 2 ml, 10 ml oder 20 ml mit bis zu 2.000 rpm geschüttelt werden.

Neue Möglichkeiten

Eines der neuen Einsatzgebiete ergibt sich durch die Kombination des AOC-6000 mit den High-End-Geräten GCMS-TQ8040 (Abbil-



Abbildung 2: Vortex-Mixer

dung 3) oder GCMS-QP2010 Ultra. Durch das patentierte Design des Hochvakuumbereichs dieser Systeme können ohne Sensitivitätsverlust zwei chromatographische Trennsäulen gleichzeitig betrieben werden. Somit entsteht die Möglichkeit, voll automatisiert verschiedene Probentypen auf die jeweils ideale chromatographische Trennsäule aufzubringen und anschließend mit höchster Empfindlichkeit zu analysieren. Zum Beispiel kann auf diese Weise eine Flüssigprobe zunächst auf eine unpolare Trennsäule aufgebracht werden, während gleichzeitig die Headspace-Probe im Inkubator vorbereitet wird. Ist die Vorbereitung abgeschlossen, kann ein Teil des Gasraums direkt im nächsten Schritt auf eine zweite, polare Säule aufgebracht werden.

Komplexe Probenvorbereitungen leicht gemacht

Das größte Potenzial besitzt der AOC-6000 allerdings bei komplexen Probenvorbereitungen. Meist müssen hierfür sehr unterschiedliche Arbeitsschritte kombiniert, stark differierende Volumina bewegt und hochreaktive Komponenten miteinander vermischt werden. Einige Beispiele für komplexe Vorbereitungen sind die Addition eines internen Standards, die Erzeugung einer Kalibrationsreihe oder die Derivatisierung von Substanzen, die ohne chemische Umsetzung nur schwer mittels Gas-Chromatographie analysiert werden können. Der AOC-6000 bringt für diese Grundaufgaben bereits fertige Arbeitsvorschriften mit, die sehr leicht in die Laborroutine übernommen werden können und somit einen einfachen Einstieg in die automatisierte Probenpräparation ermöglichen.



Abbildung 3: Kombination aus GCMS-TQ8040 und AOC-6000

Eine sehr arbeitsintensive und fehleranfällige Routinearbeit im Labor ist die Erstellung einer Verdünnungsreihe. Wird der AOC-6000 benutzt, reicht es den Probengeber mit Chemikalien und Gefäßen zu bestücken sowie die vorgefertigte Basismethode zu parametrisieren. Anschließend finden automatisiert die vollständige Präparation sowie die anschließende Injektion in das GC-MS statt. Abbildung 4 zeigt eine Kalibrationsgerade, die mit Hilfe des AOC-6000 erstellt wurde und Abbildung 5 zeigt die zugehörige schrittweise Vorgehensweise.

Mit diesen Grundaufgaben sind die Möglichkeiten des Probensamplers allerdings noch lange nicht ausgeschöpft. In jedem analytischen Labor gibt es spezielles Know-How und Besonderheiten, welche bei einer Automatisierung einer Probenpräparation berücksichtigt werden müssen. Um dieses einmalige Wissen bestmöglich in die Probenvorbereitung zu integrieren, besteht die Möglichkeit in enger Kooperation mit erfahre-

nen Shimadzu-Ingenieuren, individualisierte Methoden zu entwickeln und in die tägliche Laborpraxis zu integrieren.

Smarte Software-Kontrolle

Besonders wichtig für eine einfache und effiziente Nutzung eines Probengebers ist die Art der Integration der Steuersoftware in das chromatographische Datenerfassungssystem. Meist werden die Probengeber über eine zweite Software gesteuert, so dass es zu Problemen bei der Synchronisation zwischen Probengeber und Chromatographen kommen kann. Nicht so beim AOC-6000, der vollständig in die seit Jahren erprobte GCMSsolution-Software integriert ist. Hierdurch werden alle zur Probenpräparation und Messung benötigten Parameter in einer Software gesetzt und können so sehr einfach im Nachhinein eingesehen und überprüft werden.

In Abbildung 6 ist ein Screenshot der GCMSsolution gezeigt. Jede der insgesamt sechs bereits vorin-

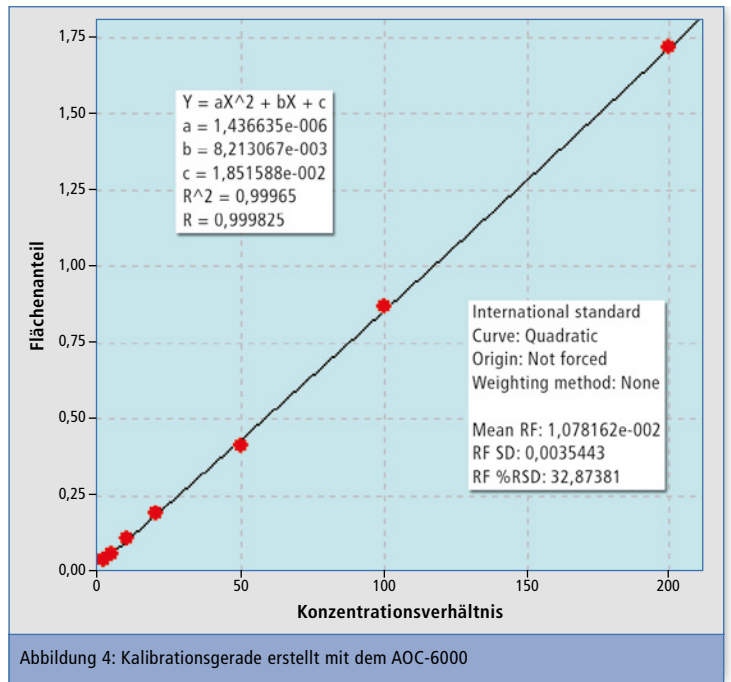


Abbildung 4: Kalibrationsgerade erstellt mit dem AOC-6000

- Schritt 1** • Füge Lösungsmittel in jedes Probengefäß (2 ml)
- Schritt 2** • Füge Stammlösung in jedes Probengefäß
- Schritt 3** • Füge internen Standard in jedes Probengefäß (Option)
- Schritt 4** • Füge Protektionsagens in jedes Probengefäß (Option)
- Schritt 5** • Mixe die Probe mit dem Vortexer

Abbildung 5: Die schrittweise Vorgehensweise zur Erstellung einer Kalibrationsgeraden mit dem AOC-6000

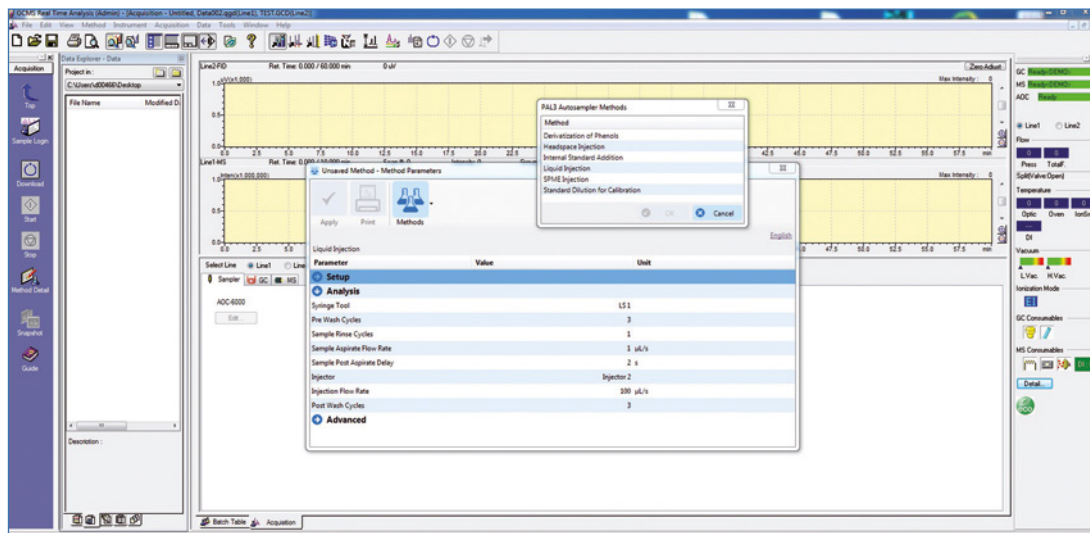


Abbildung 6: Die Steuersoftware GCMSsolution für Probenvorbereitung und Injektion

stallierten Methoden ist in drei Parametergruppen unterteilt. Hierdurch wird es dem Nutzer sehr einfach gemacht, die Basisparameter (Setup + Analysis) einer Methode zu wählen. Müssen spezielle Parameter angepasst werden, die ein erhöhtes Maß an Wissen über die Injektionstechniken verlangen, kann dies über den Advanced-Bereich durchgeführt werden.

Diese hohe Flexibilität gepaart mit einfacher Handhabbarkeit lassen den AOC-6000 neue Standards für integrierte Probenpräparation setzen und ermöglichen Routine- wie High-End-Nutzern ein breites Einsatzspektrum.

LEDs – die kleinen Helferlein des Alltags

Emissionsmessung mit der Emissionsoptik des UV-2600

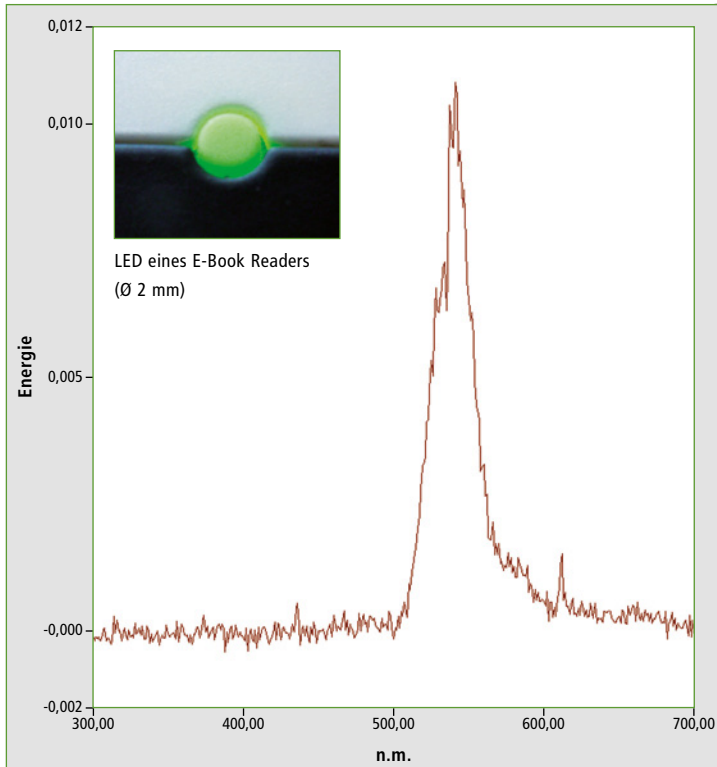


Abbildung 1: LED mit einem Durchmesser von 2 mm in einem E-Book Reader und das sichtbare Spektrum von 300 bis 700 nm

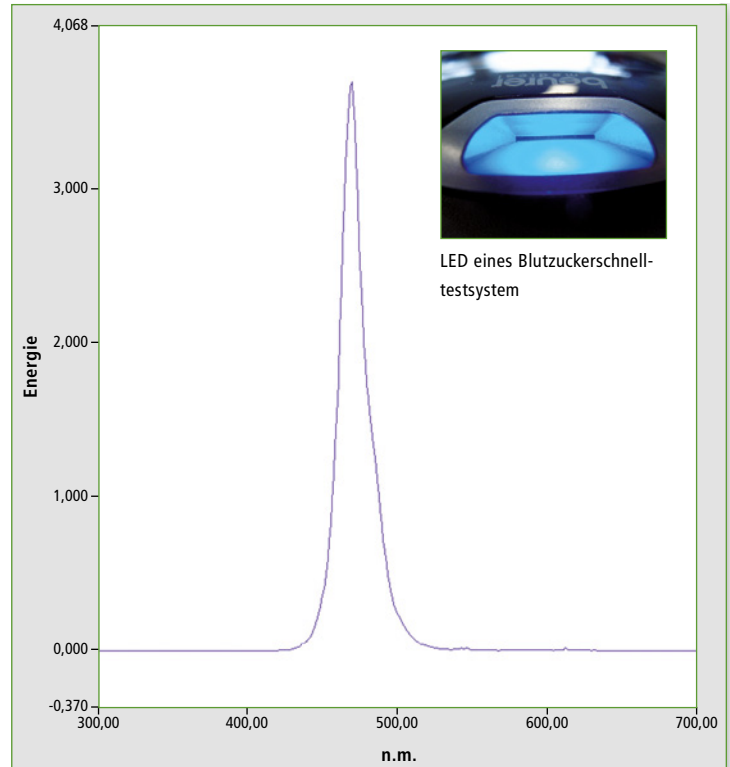


Abbildung 2: LED von einem Blutzuckerschnelltestsystem, zum Ausleuchten des Schachts (vorne ca. 1,5 cm), in den das Teststäbchen eingeführt wird. Die LED befindet sich unter einer Kunststoffplatte, die als Diffuser genutzt wird; darunter das sichtbare Spektrum von 300 bis 700 nm

Arbeiten, während wir schlafen – aus der deutschen Sage sind dafür die „Heizelmännchen“ bekannt. In der heutigen Zeit sind die LEDs hiervon eine moderne Variante, kleine technische Helferlein in Anlehnung an Daniel Düsentrieb, die beispielweise den Zustand eines Elektrogeräts wiedergeben. Diese LEDs finden sich überall und machen sich eindringlich nachts bemerkbar, in „tiefer“ Dunkelheit.

Mit roten, blauen, grünen oder orangefarbenen Farben, werden sie in Büros, in Verkehrsmitteln und Haushalten eingesetzt. In Ampelanlagen der neuesten Generation sparen sie

vielen Kommunen bares Geld durch intensive Leuchtkraft bei geringem Stromverbrauch.

Je nach Zielsetzung der Beleuchtung durch LEDs ist die Lichtabstrahlung zu dosieren. Eine Ampel soll durch ihre Strahlkraft die Verkehrsteilnehmer zur Aufmerksamkeit bringen, während eine LED an einem E-Book-Reader nur signalisieren soll, dass er eingeschaltet ist. Würde eine intensive grüne LED an einem E-Book leuchten,

kann dies bei längerem Lesen zu einer kurzfristigen Rot-Grün-Fehlsichtigkeit führen.

Was ist eine LED?

LED steht für licht-emittierende Diode. Die Diode besteht aus Halbleiter-Material, das abhängig von seiner Zusammensetzung Licht in verschiedenen Farben ausstrahlen kann. Das Lichtphänomen ist den Lumineszenzen zuzuordnen. Die Farben dieser

Lumineszenzen sind abhängig von der Dotierung der Halbleiter mit Mischungen aus anorganischen Salzen, die unter anderem aus seltenen Erden sind. Durch die Dotierung lässt sich eine sogenannte konkrete Lichtfarbe mit einer festen analytischen Wellenlänge fixieren. [1]

In der vorliegenden Applikation werden diverse LEDs aus dem täglichen Leben auf ihre Leuchtkraft und ihre Farbemission untersucht.

Die LEDs wurden hierbei nicht isoliert, sondern im eingebauten Zustand betrachtet. Je nach Bestimmung werden die LEDs direkt sichtbar oder werden hin-

Quelle	Farbe der LED	Verstärkung des Detektors*	Analytische Wellenlänge	Intensität der Energie
E-Book-Reader	Grün	4	542 nm	0,011
Blutzuckermessgerät	Blau	2	469 nm	3,698
UV-2700 Einschaltanzeige	Grün	4	500 nm	0,019
Monitor-Einschaltknopf	Blau	4	461 nm	1,2

Tabelle 1: Quellen von LEDs, deren Farbe und Charakterisierung mit Hilfe der Emissionsmessung im UV-VIS-Messbereich (300 - 700 nm).

*Maximale Verstärkungsstufe zur Auslastung des eingesetzten Photomultipliers ist hierbei 6.

ter Diffuser-Platten installiert, da sie nicht punktuell, sondern Bereiche ausleuchten sollen.

Welches Spektrum ist zu erwarten?

Aufgrund der Charakteristik von einfarbigen LEDs sind Bandenspektren zu erwarten, mit einer aussagekräftigen analytischen Bande, die die Anorganik widerspiegelt. Die LED ist somit monochromatisch. Anders verhält es sich mit Weißlicht emulierenden LEDs, die durch Kombination zum Beispiel einer blauen LED mit einem lumi-

In der Literatur zeigt sich, dass mit Salzen seltener Erden die Welt der LEDs bunt gestaltet wird. Für die grünen und blauen Farben haben sich Gallium, Indium oder Mischungen aus beiden als einsetzbar gezeigt. [1], [2]

Die Messungen

Um eine Emissionsmessung durchführen zu können, wird das detektierende Analysengerät von seinen eigenen Lichtquellen abgeschnitten. Anstelle der Standardlichtquellen (D2-Lampe und Halogenlampe) des Geräts wird das Licht

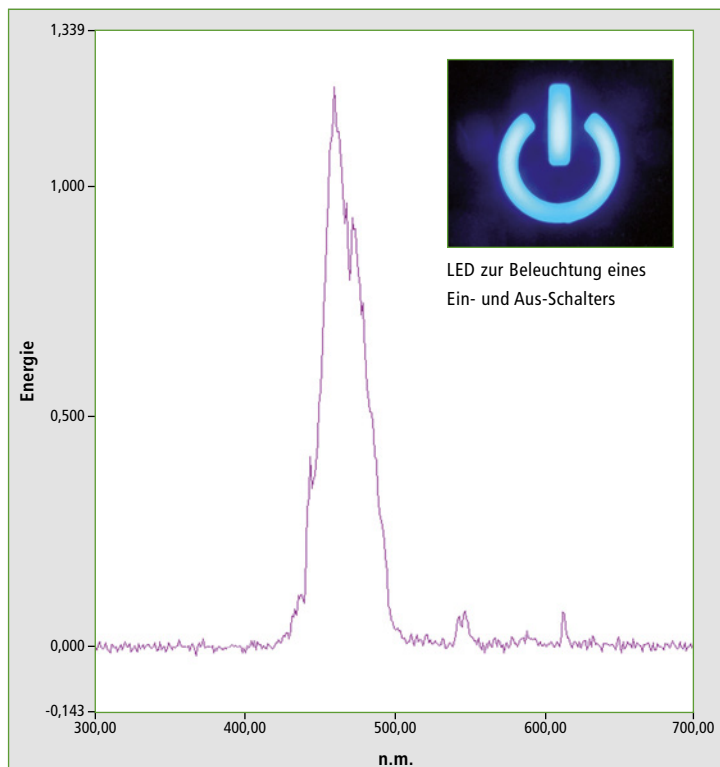


Abbildung 3: Blaue LED zur Beleuchtung eines Monitor Ein- und Aus-Schalters und das sichtbare Spektrum von 300 bis 700 nm

neszierenden Farbstoff, der durch das „Blau“ angeregt, breitbandig emittiert und somit das sichtbare Spektrum abdeckt, in dem die Grundfarben grün, rot und blau bedient werden.

Da das Leuchtphänomen einer Lumineszenz somit eine Emission ist, kann man die Lichtintensität mit einer Emissionsmessung charakterisieren. Die Emissionsmessung mit der UV-VIS-Spektroskopie ermöglicht es, die Intensität, die Farbe, die Signal-Halbwertbreite oder die dominante Wellenlänge zu ermitteln.

einer externen Lichtquelle mit Hilfe eines Lichtleiters in die Optik des UV-VIS-Instruments eingeschleust. Der Lichtleiter ist eine Lichtwegverlängerung und ermöglicht es, den Kopf des Lichtleiters direkt auf einer Lichtquelle aufzusetzen.

Um die Intensität einordnen zu können, ist auch der Detektor zu kontrollieren. An ihm kann die Empfindlichkeit der Detektion eingestellt werden. In dieser Applikation wurden die Messungen mit dem Shimadzu UV-2600 durchgeführt, ausgerüstet mit ei-

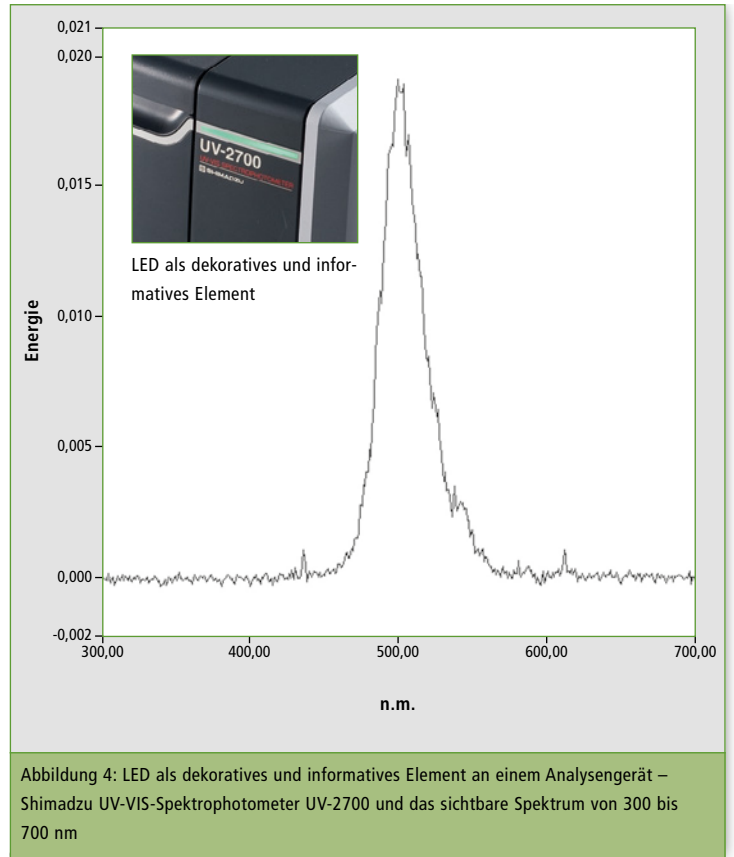


Abbildung 4: LED als dekoratives und informatives Element an einem Analysengerät – Shimadzu UV-VIS-Spektrophotometer UV-2700 und das sichtbare Spektrum von 300 bis 700 nm



Abbildung 5: Shimadzu Lichtleiter – Emission Probe – und in der Zoom-Aufnahme links das Bündel der Lichtleiter, welches eingesetzt wird, um die Emissionen zu erfassen

ner Emissionsoptik (Abbildung 5). Als Proben dienen LEDs aus dem täglichen Umfeld (Abbildungen 1 bis 4).

Der Lichtleiter wurde direkt auf die Lichtquelle an den Geräten aufgesetzt. Die Umgebung wurde nicht verdunkelt. Einflüsse durch Leuchtstoffröhren der Raumbelichtung sind nicht auszuschließen, aber als minimal einzustufen. In Tabelle 1 sind die Ergebnisse zusammengefasst. Die analytische Wellenlänge der einfarbigen LEDs wird durch die eingesetzten chemischen Verbindungen bestimmt.

Mit Hilfe der Emissionsoptik lassen sich einfach und schnell LEDs im eingebauten Zustand kontrollieren und qualifizieren. Andere Lichtquellen lassen sich direkt mit diesem Zubehör prüfen.

Literatur:

- [1] Seltene Erden; Maren Liedtke, Harald Elsner; http://www.bgr.bund.de/DE/Gemeinsames/Produkte/Downloads/Commodity_Top_News/Rohstoffwirtschaft/31_erden.pdf?__blob=publicationFile&v=2
- [2] Characterization of Light Emitting Diodes (LEDs) by UV-Visible Spectrophotometry, C. Mark Talbott, Robert H. Clifford, SSI-JAIMA-UV001

Antimon im Frühstückstee?

Neue Materialien im Test



In den Regalen des Einzelhandels gibt es in jüngster Zeit Teebeutel anderer Ausführung, Form und Haptik. Einige scheinen aus Kunststoff gefertigt. Das Polymer PET wird in der Nahrungsmittelindustrie schon weitreichend als Verpackungsmaterial verwendet, und Antimon (Sb) kommt im Verlauf der Produktion zum Einsatz. Die Wirkung von Antimon und seine Verbindungen auf Gesundheit und Umwelt schwanken zwischen unbedenklich und schädlich. Kann Sb das Nahrungsmittelprodukt verunreinigen?

Zerstörungsfreie Prüfverfahren, wie FTIR und EDX, geben Anhaltspunkte bezüglich des Materials, aus dem ein Teebeutel gefertigt ist, sowie des im Teebeutel enthaltenen Antimonanteils. Die

hochempfindliche ICP-OES-Technik kommt zusätzlich für die Elementaranalyse des aufgebrihten Tees sowie des aufgebrihten Teebeutels ohne Tee zum Einsatz. Die Konsumentennachfrage nach Tee ist in den letzten Jahren gestiegen. Dies schließt ein Wachstum des Segments ein, das in Teebeuteln verkauft wird. Neben den traditionellen, aus Zellulose gefertigten Teebeuteln gibt es mittlerweile auch eine neue Art von Beuteln aus Kunststoff. Papier kann bei längerer Wassereinwirkung beeinträchtigt werden, es treten Risse auf und der Beutel verliert seine Funktionalität – daher die neuere Generation von Teebeuteln aus Kunststoff. Natürlich werden auch weiterhin Teebeutel aus Zellulose hergestellt; andere ähneln einem groben Netz, das stark an

Kunststoff erinnert. Welche Materialien werden tatsächlich verwendet? Um diese Frage zu beantworten, wurden verschiedene Teebeutel unterschiedlicher Anbieter analysiert. Solche Materialien lassen sich leicht mit einer zerstörungsfreien Infrarot-Analyse prüfen. Für die Probenvorbereitung wird das Material einfach auf dem Fenster eines Einfach-Reflexions-ATR-Zubehörs platziert. Das Material wird mit einem Stempel auf das Diamantfenster gepresst, und anschließend lässt sich eine Messung des Infrarot-Spektrums durchführen.

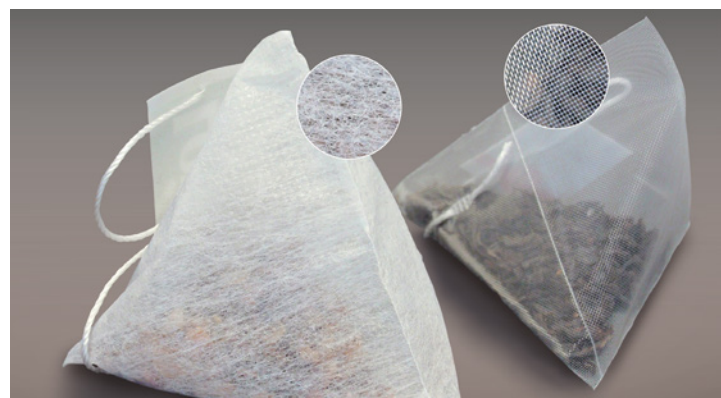
Teebeutel im Test

Verschiedene Teebeutel wurden analysiert, und das Ergebnis war erstaunlich: Es wurden unterschiedliche Klassen von Teebeutel-Material festgestellt. Den Spektren in Abbildung 1 zufolge waren die Teebeutel aus reinem PET, aus Zellulose plus PET oder aus nahezu 100 % Zellulose (ohne PET, Nylon oder PP). Neben Zellulose war PET (Polyethylenterephthalat) das bevorzugte Material. Dieses Polymer wird als Ober-

PET ist wahrscheinlich der gebräuchlichste Kunststoff für die Herstellung von Flaschen für Erfrischungsgetränke. Bei seiner Produktion wird üblicherweise Antimon als Katalysator eingesetzt. Jüngste Untersuchungen weisen darauf hin, dass Antimon allmählich von der Flasche in die abgefüllte Flüssigkeit übertritt. Antimon unterliegt der strengen Kontrolle der Richtlinie 98/83/EC über die Qualität von Wasser für den menschlichen Verzehr. Die Grenze von 5 µg/l darf im Trinkwasser nicht überschritten werden. Für Erfrischungsgetränke in Flaschen ist diese Vorschrift nicht anwendbar. Vor diesem Hintergrund wurde untersucht, ob Antimon (verwendet wird die chemische Form Antimontrioxid) als Katalysator bei der Produktion von PET-Fasern für Teebeutel eingesetzt worden ist.

Einfache zerstörungsfreie Elementanalytik

Für ein schnelles Screening der Teebeutel auf Antimon wurde die energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie eingesetzt. Wie



Teebeutel im Vergleich – Zellulose ohne PET, Nylon oder PP, neben Zellulose plus PET (Polyethylenterephthalat)

flächenmaterial für Zellulose oder als Hauptbestandteil eingesetzt. Dass selbst Beutel mit einer scheinbar zelluloseartigen Struktur aus PET gefertigt waren, war überraschend. Aber beim Einsatz von PET tritt ein Problem auf.

die FTIR-Analyse ist sie zerstörungsfrei. Beide Methoden sind oberflächenempfindlich. Je nach Probenbeschaffenheit messen beide gerade einmal einen Millimeter tief ins Material. Manchmal werden sogar nur die ersten Mikro-

meter messtechnisch erfasst. Die FTIR lieferte molekulare Informationen über Material und Molekültypen, EDX dagegen Elementinformationen auf ppm-Niveau in den Einheiten mg/kg (Elemente und Konzentrationen). Die EDX-Analyse bestätigt die Anwesenheit von Antimon in den PET-Teebeuteln. Für die Messung wurde der Tee aus dem Beutel entfernt. Acht Lagen des Beutels wurden übereinander geschichtet, um die Intensität des Signals zu erhöhen. Mehr Atome im gleichen Volumen produzieren ein größeres Signal. Vor dem Start des Analyseprozesses, wurde der gefaltete Beutel im Gerät mit Klebeband fixiert. Die elementare Zusammensetzung der Probe war nach einer Messdauer von nur 3 Minuten entschlüsselt. Neben Ti (Titan) konnte ein geringer Anteil von 231 ppm an Sb (Antimon) gefunden werden (Abbildung 2). Ein Teebeutel aus Zellulose enthält für gewöhnlich kein Sb, Kunststoffbeutel dagegen schon. Für ein energiedispersives Röntgenfluoreszenzspektrometer ist es eine Herausforderung, ähnliche organische Substanzen zu unterscheiden (Zellulose vs. Kunststoff), falls die elementare Zusammensetzung gleich ist. Aber mit Hilfe der kombinierten Ergebnisse von FTIR und EDX lässt sich eindeutig feststellen, dass ein Teebeutel aus PET (FTIR) ist und etwa 200 ppm Sb (EDX) enthält. Ursprünglich handelt es sich bei der EDX Spektroskopie um eine Screening-Methode. EDX ist eine Messtechnik, die benötigte Informationen über den Elementgehalt einer Probe innerhalb kürzester Zeit liefert. Häufig wird die energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie aufwendigeren Analytentechniken vorgeschaltet, um die Anzahl an zu vermessenden Proben zu reduzieren. EDX kann quantitative Messungen mit oder ohne Standards bis hin zum einstelligen ppm-Bereich durchführen. Aber im Vergleich sind die Nachweisgrenzen und die Präzision von Techniken wie AAS und ICP noch überlegen. Eine höhere Genauigkeit ist zumeist mit einer aufwendigeren Probenaufbereitung bei letztgenannten verbunden. Die Eignung der jeweiligen Methode hängt von den Anforderungen an die spezifische Fragestellung bzw. Analytik ab.

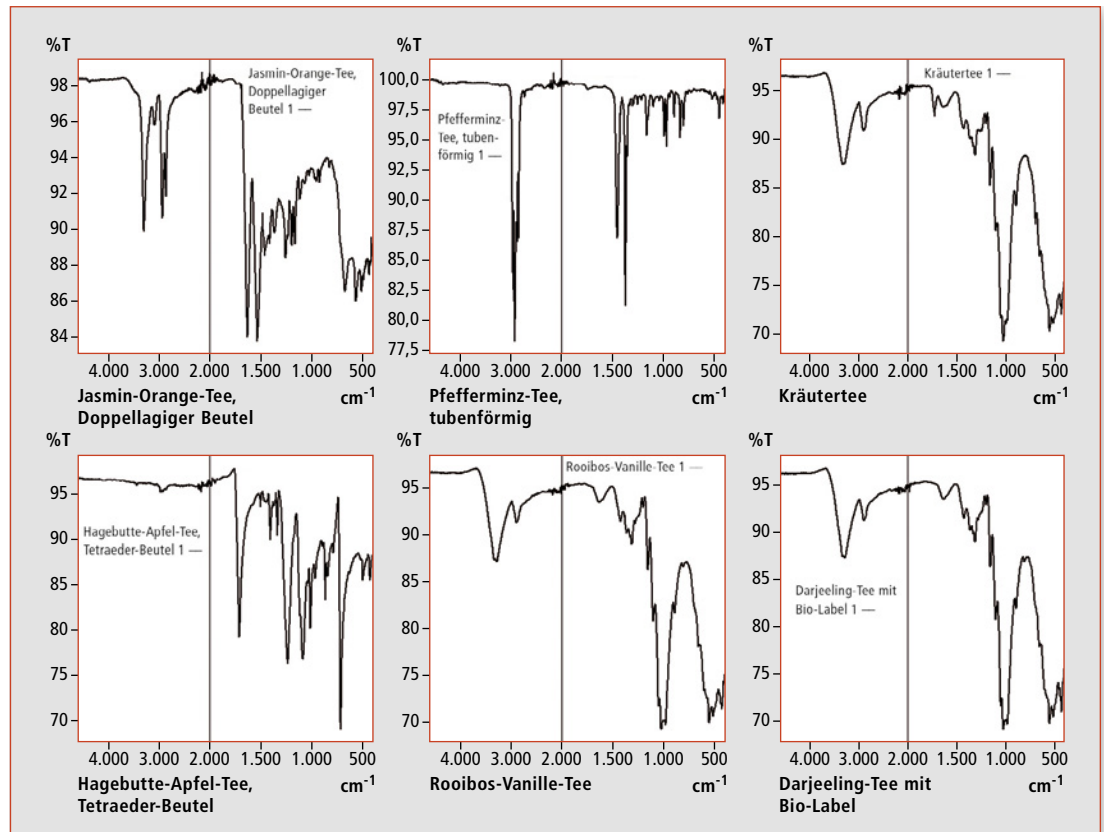


Abbildung 1: Beispiele für Infrarotspektren von Teebeuteln, gemessen mit einer diamantbasierten ATR von oben (1-3, links nach rechts) nach unten (4-6, links nach rechts): (1 Jasmin/Orange) Nylon, (2 Pfefferminz) Polypropylen PP, (3 Kräutertee) Zellulose plus PET, (4 Hagebutte/Apfel) PET und (5 Rooibos/Vanille plus 6 Bio-Darjeeling) Zellulosespektrum.

Ein Meisterstück der Analyse

Der mit EDX gefundene Nachweis von Antimon führte zum nächsten Schritt, der Analyse von aufgebühtem Tee. Eine solche wasserbasierte Flüssigkeit erfordert eine empfindlichere Analysetechnik. Hier bietet sich die optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) an. Diese schnelle Methode detektiert mehr als 70 Elemente gleichzeitig. Die Nachweisgrenze liegt üblicherweise im unteren ppb-Bereich [$\mu\text{g/l}$] und für einige Elemente auch darunter. Für eine Antimon-Analyse erweist sich die Hydridtechnik als die beste Wahl in Bezug auf Empfindlichkeit und der damit verbundenen Aussagekraft der Ergebnisse. Dabei kommt die Probe in Kontakt mit einer NaBH_4 -Lösung, und Elemente wie Quecksilber, Arsen, Selen und Antimon bilden gasförmige Verbindungen (Vorreaktion). Im nächsten Schritt wird die gebildete Gasphase von der übrigen Flüssigkeit abgetrennt, so dass nur die Hydridbildner (Gas-

phase) analysiert werden. Im Unterschied zur üblichen direkten Probenzerstäubung (mit nur 2–4 % an erzeugtem Proben-Aerosol) analysiert man mit der Hydridtechnik nahezu 100 % der Elemente (Gasphase nach der Vorreaktion). Dies sorgt für eine höhere Empfindlichkeit, mit dem positiven Nebeneffekt, praktisch matrixfrei zu arbeiten.

Beutel, Teebeutel und loser Tee

Zunächst wurden drei unterschiedliche Teebeutel ausgewählt, entsprechend den unterschiedlichen Arten des Beutelmaterials. Im Startexperiment wurde der Tee aus den Beuteln entfernt, um herauszufinden, welches Material den größten Anteil an Antimon freisetzen kann. Für jede Probe wurden 200 ml Leitungswasser zum Sieden gebracht, und die Proben wurden für 5 Minuten aufgebüht. Bei dem zusammen mit einem Zellulose-Teebeutel (mit PET beschichtet) gebühten Leitungswasser wurde ein Gehalt von $1,8 \pm 0,5 \mu\text{g/l}$ Antimon gefunden. Lei-

tungswasser, das mit einem anderen Teebeutel in Kontakt war (grobmaschiges PET-Netz), ergab $2,8 \pm 0,3 \mu\text{g/l}$ Antimon. Beide Ergebnisse bewegen sich innerhalb eines akzeptablen Bereichs, da typisches Leitungswasser bis zu $3 \mu\text{g/l}$ Antimon enthält und im Trinkwasser bis zu $5 \mu\text{g/l}$ erlaubt sind. Als letzte Probe wurde ein aus sehr fein-strukturiertem PET bestehender Beutel überprüft. Diese Probe setzte den höchsten Anteil an Antimon frei, und das Wasser enthielt nach dem 5-minütigen Brühprozess $8,4 \pm 0,8 \mu\text{g/l}$. Die Ursache für diese signifikant höhere Konzentration scheint sich aus der Klassifikation dieser Probe als „fein-strukturiertes“ PET abzuleiten. Die Gesamtoberfläche des Materials ist erheblich größer als beispielsweise bei einem grobmaschigen PET-Beutel. Folglich ist die Kontaktfläche mit den Flüssigkeiten durch die feine Struktur enorm vergrößert. Der mit PET beschichtete Beutel aus Zellulose besitzt ebenfalls eine große Gesamtoberfläche, aber der PET-Anteil ist in diesem Material verhältnismäßig gering. ♦

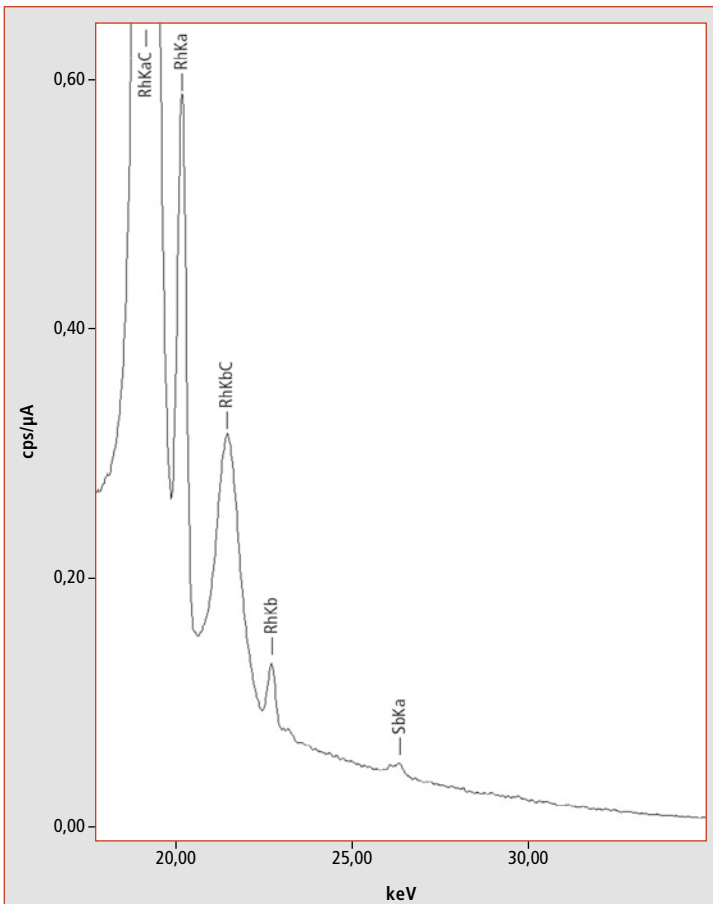


Abbildung 2: Ausschnitt eines EDX-Spektrums, das Rh- und Sb-Linien zeigt. Rh-Linien werden durch die Röntgenröhre erzeugt; die Röhre enthält ein Rh-Target.

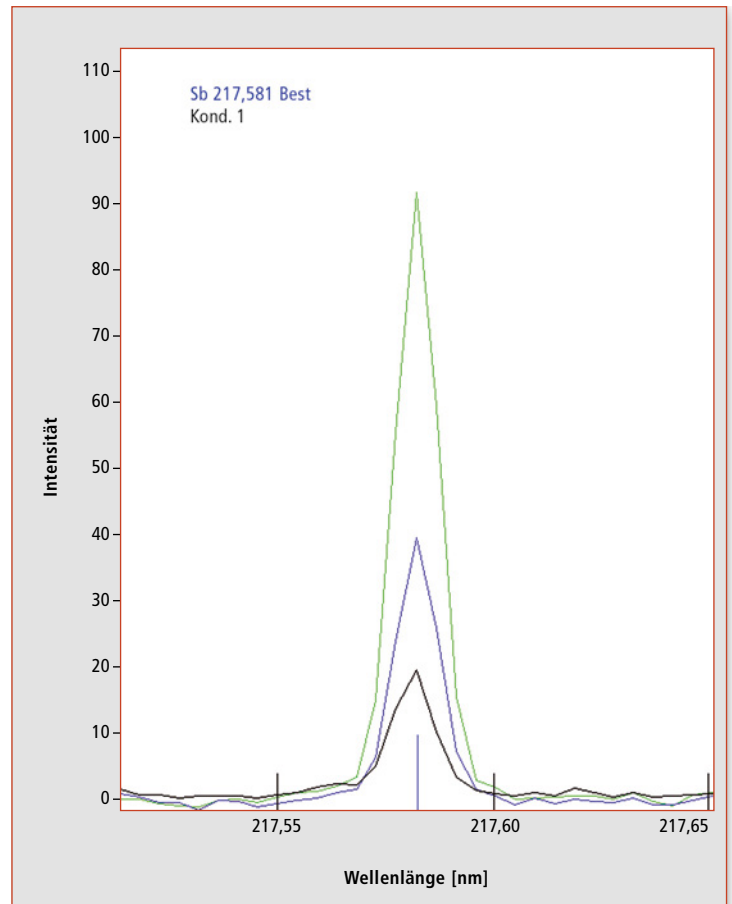


Abbildung 3: Emissionsprofil von Antimon, erzeugt durch die ICP-OES-Technik. 5 µg/l Sb (blau), 10 µg/l Sb (grün) und eine fünffache Verdünnung von Tee, der mit dem fein-strukturierten PET-Beutel hergestellt ist (schwarz).

so dass die Möglichkeit der Antimon-Freisetzung beschränkt ist. Da ein fein-strukturierter PET-Teebeutel am kritischsten zu sein scheint, konzentrierten sich die weiteren Experimente auf den konkreten Anwendungsfall. Bei gleicher Menge Leitungswasser und gleicher Brühdauer wurde mit diesem Teebeutel Tee (Hagebutte mit Apfel) zubereitet, und das Endprodukt enthielt $15,4 \pm 0,5 \mu\text{g/l}$ Antimon. Die unterschiedlichen Teebestandteile scheinen die Oberfläche mehr zu beanspruchen und die antimonfreisetzenden Eigenschaften sind erhöht.

Antimon im Rohmaterial?

Die Analyse ergab, dass ohne Beutel gebrühter Tee eine Antimon-Konzentration von nur $2,3 \pm 0,1 \mu\text{g/l}$ aufwies, was für keine signifikant erhöhte Konzentration spricht. Damit ist der Tee für den Verzehr bezüglich der festgestellten Antimonkonzentration sicher. Zusätzlich wurden andere Ele-

mente kontrolliert, da ICP-OES den gesamten Wellenlängenbereich gleichzeitig analysiert. So konnte beispielsweise die Abwesenheit von Arsen, Quecksilber und Selen bestätigt werden. Das detektierte Signal ist lediglich für Antimon erhöht (Abbildung 3).

Fazit

Es wurde gezeigt, dass die Folgeerscheinungen, die mit modernen Materialien Hand in Hand gehen, nicht immer offensichtlich sind. Das Teebeutelmaterial mit dem höchsten Antimon-Anteil und auch dem höchsten Potenzial, dieses Element im Verlauf des Brühvorgangs freizusetzen ($15,4 \pm 0,5 \mu\text{g/l}$), macht optisch eher den Eindruck von Zellulose als von Kunststoff. Es scheint so, als sei die Struktur der traditionell verwendeten Zellulosebeutel für den Gebrauch dieses Kunststoffmaterials imitiert worden. Aber mit Hilfe der bekannten spektroskopischen FTIR-, EDX- und ICP-

OES-Techniken lassen sich diese Hintergründe untersuchen und Verborgenes enthüllen. Der Weg, eine Antimon-Exposition zu vermeiden oder zu minimieren, kann nur darin bestehen, Teebeutel zu meiden oder Informationen über das Material der Beutel vom Hersteller einzuholen.

Material und Methoden

Die FTIR-Analyse wurde mit einem Shimadzu IRAffinity-1S durchgeführt, ausgestattet mit einem Specac Quest Einfach-Reflexions-ATR, ein Zubehör für abgeschwächte Totalreflexion mit einem monolithischen Diamantkristall. Die Probe wurde mit einer Kraft von ca. 200 N auf ein 2-mm-Fenster aus Diamant zur Infrarotanalyse gepresst – dabei handelt es sich um eine Oberflächenanalyse. Die Identifizierung erfolgte mit der Hilfe von Bibliotheken. Sechs Teebeutel verschiedener Anbieter und Machart wurden analysiert.

Die EDX-Analyse erfolgte mit einem EDX-8000 von Shimadzu. Standardfreie FP-Messungen wurden mit einer Messdauer von drei Minuten durchgeführt. Mehrere Lagen des Teebeutels wurden übereinander gelegt, um das S/N-Verhältnis zu erhöhen. Die ICP-OES-Analyse wurde mit einem ICPE-9820 von Shimadzu durchgeführt. Das für die Hydridtechnik eingesetzte Zubehör ist das hydride ICP (ESI Elemental Scientific). Da die Empfindlichkeit gegenüber Sb (III) und Sb (V) unterschiedlich ist, sicherte die Verwendung von Thioharnstoff-Lösung, dass alle Proben und Standardlösungen ausschließlich Sb (III) enthalten können.

Danksagung:

Besonderer Dank gilt Albert van Oyen (Carat GmbH) für die Einblicke in dieses faszinierende Thema.

Für Sie gelesen

In G.I.T. Laboratory Journal 1-2/2015 und FOOD LAB 1/15

Genzo Shimadzus Reise um die Welt



Genzo in Duisburg ...

1875 im japanischen Kyoto gegründet, hat sich Shimadzu aus einer „Werkstatt“ zu einem Weltunternehmen entwickelt. 140 Jahre später ist es weltweit eines der führenden Unternehmen in der instrumentellen Analytik und der bildgebenden Diagnostik. Shimadzu betreibt mittlerweile Produktionsstätten und Distributionszentren in 76 Ländern und beschäftigt weltweit mehr als 10.000 Mitarbeiter.



... und bei der Brotzeit im Münchner Hofbräuhaus.

Der Gründer Genzo Shimadzu wäre heute bestimmt stolz zu sehen, wie sich sein Unternehmen aus kleinen Anfängen dynamisch entwickelt hat. Symbolisch hierfür steht die erste Ballonfahrt Japans, die Shimadzu 1877 mit einem selbst entwickelten Heißluftballon über den Kaiserpalast in Kyoto führte. Die Ballonfahrt und die Eroberung der Lüfte in den folgenden Jahren stehen auch für den Übergang der Ära der industriellen Revolution in das Zeitalter der Wissenschaft.

Anlässlich des 140-jährigen Bestehens entwarf Shimadzu eine Aktion, die alle Mitarbeiter weltweit einbindet. Nun reist der Unternehmensgründer als traditionelle

japanische Puppe zu den Niederlassungen auf fünf Kontinenten. Ziel ist es, alle Mitarbeiter in einem Buch mit japanischem Reisepapier unterschreiben zu lassen, als Zeichen ihrer Zugehörigkeit zur Shimadzu Familie. Denn ohne seine wertvollen Mitarbeiter hätte Shimadzu diese Geschichte nicht schreiben können. Die Events, bei denen die Kollegen zusammen kommen, werden als Erinnerung auf einer internen digitalen Weltkarte präsentiert. So können alle Mitarbeiter die Reise mitverfolgen. Hie und da gibt es besondere Eindrücke aus Städten oder von bekannten Sehenswürdigkeiten

wie dem Hofbräuhaus in München.

Bereits seit Februar reist die Genzo Shimadzu Puppe quer durch Europa und wird insgesamt zwölf Länder sehen, bevor sie im Juli von Russland aus die Rückreise nach Japan antritt.

Auf Europatournee

Februar

- München, Deutschland
- Darmstadt, Deutschland
- Jena, Deutschland

März

- Berlin, Deutschland
- Hannover, Deutschland
- Langenfeld, Deutschland
- Duisburg, Deutschland
- Basel, Schweiz
- Zagreb, Kroatien
- Sarajevo, Bosnia-Herzegowina

April

- Belgrad, Serbien
- Wien, Österreich
- Prag, Tschechische Republik
- Bratislava, Slowakische Republik
- Mailand, Italien
- Paris, Frankreich
- Lyon, Frankreich



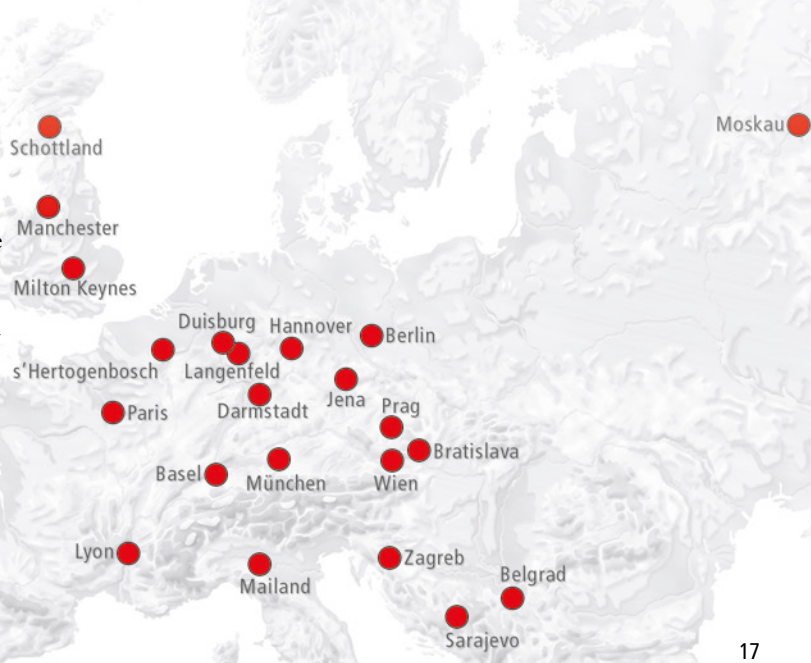
Erfinder unter sich – Genzo und Nikola Tesla in Belgrad

Mai

- s’Hertogenbosch, Niederlande
- Milton Keynes, Großbritannien
- Schottland, Großbritannien
- Manchester, Großbritannien

Juni

- Moskau, Russland
- Kyoto, Japan



Mit seinen bisherigen Triple-Quadrupole-Systemen LCMS-8030, -8040 und -8050 hat Shimadzu Zeichen gesetzt hinsichtlich Geschwindigkeit, Empfindlichkeit und Ausstattung. Mit der Einführung des neuen LCMS-8060 (Abbildung 1) erreicht die Erfolgsgeschichte der LCMS-Triple-Quadrupol-Familie einen weiteren Höhepunkt.

Familienzuwachs

»Changes Everything ...« LCMS-8060 als schnellstes Triple-Quadrupol-System erweitert LC-MS-Produktportfolio

mit den Hochgeschwindigkeitsparametern im LCMS-8060 vereint wird.

Kleinste Substanzmengen in komplexen Matrices – oder ohnehin geringe Probenkonzentrationen, die zur Verringerung von Matrixeffekten weiter verdünnt werden müssen – sind nun nachweisbar. Als Beispiel sei hier das (d6)-Norepinephrin aufgeführt. Von dieser Substanz können gerade mal 5 ppt aus Plasma extrahiert und dennoch detektiert werden (Abbildung 4).

Einheitliche Software für alle Triple-Quadrupol-Modelle

Die wachsenden Anforderungen bei der Quantifizierung im Spurenbereich in der klinischen Forschung, der Lebensmittelanalyse und in anderen Marktsegmenten,



Abbildung 1: Das LCMS-8060 kombiniert höchste Geschwindigkeit mit weltweit höchster Empfindlichkeit

Das jüngste Mitglied der UFMS-Familie (Ultra-Fast Mass Spectrometry) kombiniert neben der beheizten ESI-Quelle alle UF-Technologien. Dazu gehört der UFsweeper III, eine mit Argongas gefüllte Kollisionszelle, die durch ihre Hochgeschwindigkeitstechnologie Dwell-Zeiten von 0,8 ms je MRM zulässt. Weiterhin wird die UF-Scan-Geschwindigkeit von 30.000 Da/s und die UF-Polaritätswchselzeit mit 5 ms beibehalten; sie konnten bereits beim LCMS-8050 überzeugen. Ebenso wird die Empfindlichkeit durch

den neuen UF Qarray (Abbildung 2) gesteigert.

Durch ein leistungsfähigeres Vakuumsystem des LCMS-8060 und dem optimierten Ioneneinlass, bestehend aus Desolvation Line (DL) und Orifice, ist es gelungen, eine erhöhte Anzahl an Ionen ins Massenspektrometer einzubringen.

Weltweit beste Empfindlichkeit trifft höchste Geschwindigkeit

Der neue UF Qarray, der auf der Quadrupoltechnologie basiert, mi-

nimiert mittels elektrischer Felder die Streuung der Ionen, die beim Übergang von der DL in die erste Vakuumkammer entsteht. Der Aufbau des weiterentwickelten UF Qarray ähnelt dem des Vorgängers und bewahrt dadurch ebenfalls die geringe Anfälligkeit gegenüber Verschmutzungen. Durch das neuartige Design des UF Qarrays wird die Ionenfokussierung und damit der Eintritt der Ionen in die nächste Vakuumkammer optimiert, so dass ein effizienter Ionenstrahl gewährleistet ist. Diese effektive Fokussierung der Ionen führt zusammen mit einer verbesserten Reduktion des Hintergrundrauschen zu einem deutlich verbesserten Signal-Rausch-Verhältnis und somit zu höherer Sensitivität (Abbildung 3).

Mit dem neuen UF Qarray ist Shimadzu technologisch ein Durchbruch gelungen, der hohe, sich vermeintlich widersprechende Anforderungen kombiniert, wie etwa steigende Sensitivität und Robustheit von LCMS-Systemen. Neue Applikationen werden denk- und machbar, wenn die weltweit beste Empfindlichkeit

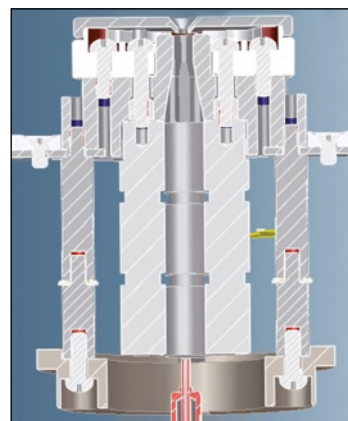
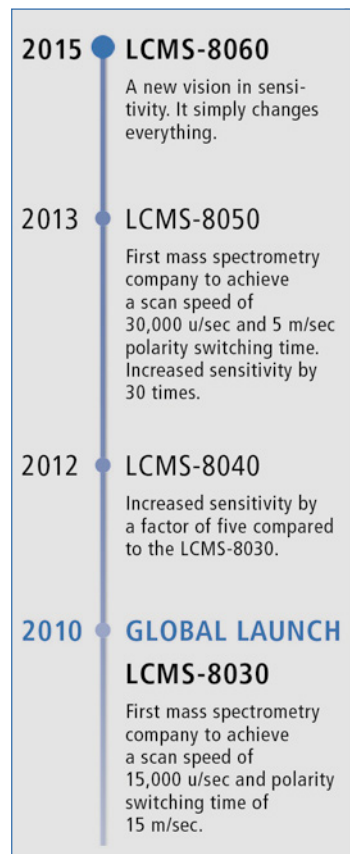
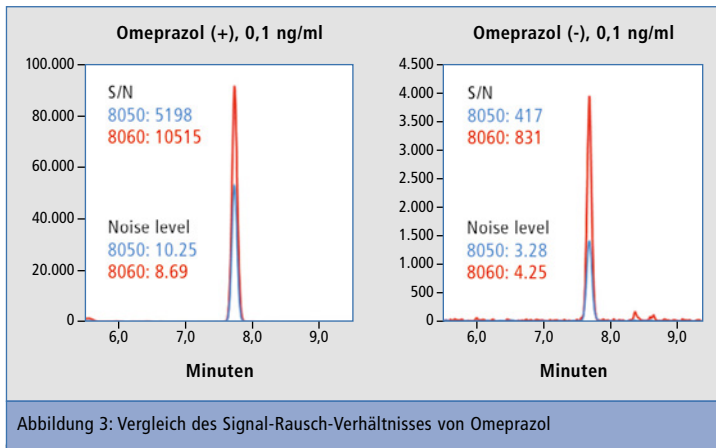


Abbildung 2: Das UF Qarray ist der Schlüssel zu höherer Sensitivität



stellen hohe Ansprüche an die Gerätetechnik sowie den Anwender. Das LCMS-8060 bietet nicht nur technischen Fortschritt auf höchstem Niveau, sondern auch die Gerätesoftware wird kontinuierlich den sich ändernden Bedürfnissen der Anwender angepasst.



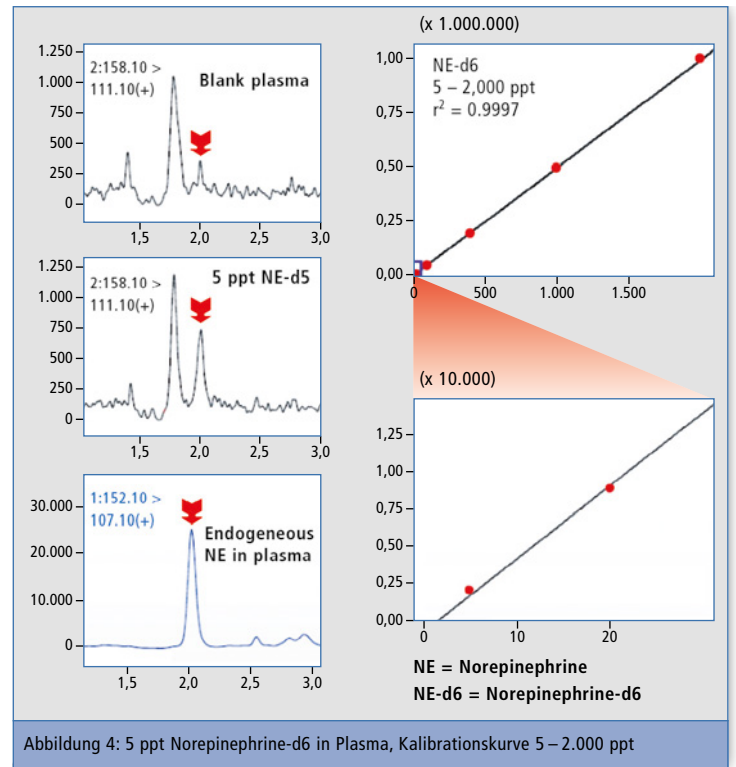
Gesteuert wird das LCMS-8060 sowie alle anderen Triple-Quadrupol-Modelle und die Shimadzu HPLC/UHPLC-Systeme mit der LabSolutions LCMS-Software. Eine gemeinsame Benutzeroberfläche ermöglicht die Übersicht und Steuerung der Hardware sowie die gleichzeitige Bearbeitung erster Analysedaten.

Zusätzliche Funktionen

Die exzellenten Geschwindigkeitsparameter der LCMS-Systeme und die fortschrittliche Software ermöglichen, zusätzliche hilfreiche Funktionen wie den sogenannten Synchronized Survey Scan (SSS) durchzuführen. Dieses zusätzliche

MS/MS-Experiment wird ausgelöst, wenn im dazugehörigen Experiment eine vorher definierte Intensität überschritten wird. Mit dieser Funktion können beispielsweise ein MRM und der dazugehörige, qualitative Produktionen-Scan nahezu gleichzeitig innerhalb eines Analysedurchgangs durchgeführt werden, ohne dass die Genauigkeit der quantitativen Analytik darunter leidet.

Am Beispiel von mit Flunitrazepam dotierten und extrahierten Vollblutproben (Abbildung 5) kann eindrucksvoll demonstriert werden, dass trotz des gleichzeitig gemessenen Synchronized Survey Scans eine gute Reproduzierbar-



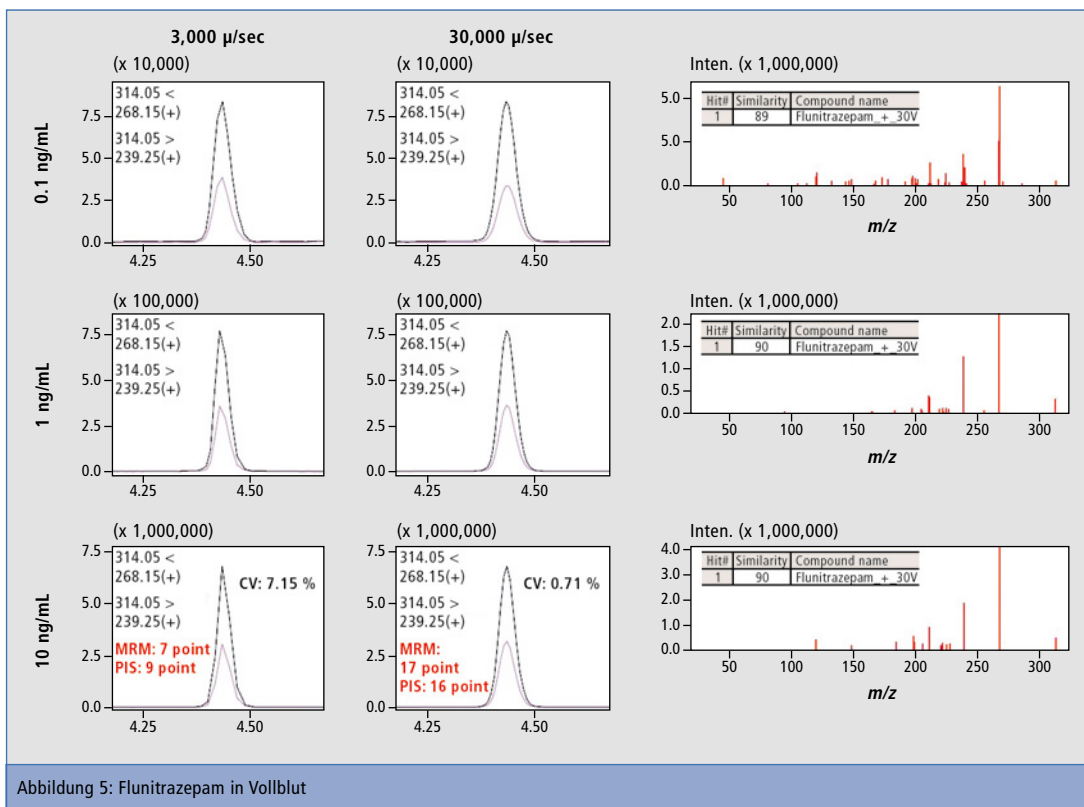
keit der Peaks erreicht wird. Dies gelingt nur mit Hilfe der hohen UF-Scan-Geschwindigkeit, die gewährleistet, dass eine ausreichende Anzahl von Datenpunkten generiert wird, die notwendig ist, um den Peak exakt zu beschreiben. Zusätzlich zu den quantitativen Ergebnissen werden qualitativ

hochwertige Massenspektren erhalten, die sogar bei geringen Konzentrationen eine gute Übereinstimmung mit den Bibliotheksspektren aufweisen. Dadurch wird eine eindeutige Charakterisierung der Peaks möglich.

Arbeiterleichterung durch vollautomatische MRM-Optimierung

Eine echte Arbeiterleichterung bedeutet die verbesserte, vollautomatische MRM-Optimierung. Musste man in früheren Versionen das Mutterion noch manuell ermitteln und eingeben, so ist es nun ausreichend, das Molekulargewicht anzugeben. Die Software berechnet dann die protonierten bzw. deprotonierten Ionen sowie alle möglichen Addukte und zieht diese bei der Optimierung in Betracht.

Mit dem LCMS-8060 ist es Shimadzu gelungen, die MS-Technologien vorangegangener Modelle weiter zu entwickeln. Dabei wurde viel Wert auf Robustheit und eine einfache Handhabung des Massenspektrometers gelegt. Die herausragende Performance des Geräts ist so über einen langen Zeitraum gewährleistet.



Neuartige analytische Lösungen für die Automobilindustrie

CAR-Symposium in Bochum

Chancen und Herausforderungen zukünftiger Mobilität – über dieses Thema diskutierten etwa 1.000 Manager und Entscheider im Februar 2015 während des alljährlichen Internationalen CAR-Symposiums in Bochum. Dieser hochrangige Branchentreff bringt Hersteller und Zulieferer der Automobilindustrie zusammen.

gramm des CAR-Symposiums präsent.

Umweltverträglichkeit und Recycling, steigende Rohstoffkosten und immer anspruchsvollere Kundenanforderungen an die Qualität der eingesetzten Werkstoffe bis hin zum Endprodukt sind wichtige Herausforderungen der Auto- und Zulieferindustrie. Mit Spek-



Abbildung 1: Prof. Ferdinand Dudenhöffer (links), Universität Duisburg-Essen, Lehrstuhl für Allgemeine Betriebswirtschaftslehre und Automobilwirtschaft, an der ExDop Lichtleiter-Sonde auf dem Shimadzu Stand

Als wichtiger Wirtschafts- und Beschäftigungsfaktor sowie Rohstoffverarbeiter steht die Automobilindustrie angesichts der wachsenden Absatzzahlen auch in der Umwelt- und Verbraucherschutzverantwortung. In den letzten Jahren wurden deutliche Akzente gesetzt, etwa durch umweltfreundlichere Materialien oder strengere Entsorgungsrichtlinien. Shimadzu als Zulieferer fortschrittlicher Lösungen und Techniken war als Partnerunternehmen in der Ausstellung und im Vortragspro-

gramm des CAR-Symposiums präsent. Umweltverträglichkeit und Recycling, steigende Rohstoffkosten und immer anspruchsvollere Kundenanforderungen an die Qualität der eingesetzten Werkstoffe bis hin zum Endprodukt sind wichtige Herausforderungen der Auto- und Zulieferindustrie. Mit Spek-

troscopie, Chromatographie, Massenspektrometrie, Systemen für die Umweltanalytik, Waagen, und Testmaschinen bietet Shimadzu ein umfassendes Produktportfolio, um diesen Herausforderungen zu begegnen.

- Typische Applikationsbeispiele sind die quantitative Bestimmung von gefährlichen Substanzen in Kraftfahrzeugen nach der Richtlinie des Europäischen Parlaments über Altfahrzeuge. Danach gelten Stoffverbote für

Schwermetalle wie Quecksilber, Cadmium und Blei. Diese Elemente lassen sich einfach und schnell mit einem energiedispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometer wie EDX-7000 quantifizieren.

- Die Qualitätskontrolle von Kraftstoffen, Schmiermitteln und Motorölen bzw. Additiven erfolgt mit dem simultanen ICP-OES-Spektrometer ICPE-9820 nach internationalen Normen, wie beispielsweise der ASTM 5185 für die Elemente Calcium, Magnesium, Phosphor, Schwefel und Zink.
- Die eindeutige Identifizierung von Werkstoffen wie Plastik, Polymer und Gummi erlaubt die Molekülspektroskopie mit FTIR-Spektrometern wie IR-Affinity-1S für den mittleren Infrarotbereich.
- Bei Schadenanalysen an Polymer-Materialien und -Bauteilen in Kraftfahrzeugen ist die Pyrolyse GC-MS die Methode der Wahl.

Hochleistungsmaterialien auf dem Prüfstand

Ein weiterer Applikationsbereich ist die Materialprüftechnik. Die Eigenschaften von Materialien sind vielfältig und weisen je nach wirkenden Kräften und Umgebungsbedingungen ein unterschiedliches Verhalten auf. Für die Entwicklung von hochleistungsfähigen Materialien benötigen die F&E-Abteilungen der Automobilhersteller sehr genaue und zuverlässige Daten für die Produktion und Qualitätskontrolle. Die Shimadzu Prüfmaschinen sind auf dem neusten technologischen Stand hinsichtlich der Regelungstechnik, der Sensorik oder der Informationsverarbeitung und unterstützen damit zuverlässig die Entwickler und Anwender. Mit Prüfmaschinen der AG-Xplus

Serie lassen sich zuverlässig auch unbekannte Materialien ohne Vor-test vergleichen. Die Regelung ermöglicht die dehnungsgeregelte Versuchsdurchführung gemäß ISO 6892-2009 für Stahlproben sowie für Kunststoffe und Keramik.

High-Speed-Kamera für Materialprüfung und Kraftstoffeinspritzung

In einer Vielzahl wissenschaftlicher Bereiche geschehen die wirklich interessanten Phänomene innerhalb Bruchteilen einer Sekunde. Ultra-Hochgeschwindigkeitskameras wie die HPV-X ermöglichen die Beobachtung dieser Momente in der Materialprüfung oder bei der Optimierung der Kraftstoffeinspritzung. Mit ihrem völlig neu entwickelten CMOS-Sensor erlaubt die HPV-X nun Aufnahmen mit einer Geschwindigkeit von bis zu 10 Millionen Bildern pro Sekunde (10 MFps).

Neu: Lichtleiter-Sonde für Verbrennungsprozesse

Zur Optimierung der Verbrennungseigenschaften in Motoren bietet Shimadzu die neue Lichtleiter-Sonde ExDop, die die Effizienz des Verbrennungsprozesses auf Grund der Transmission (typischerweise 60 %) im Wellenlängenbereich von ca. 200 bis 600 nm erfassen kann. Dieses Verfahren ist geeignet, die konventionellen Drucksensoren zu ersetzen.

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:

• www.shimadzu.eu/car-symposium-2015



Schnelle und hochinformativ Analysen

Das die Prozessanalytik in der Industrie immer mehr an Bedeutung gewinnt, zeigte der TOC-Prozesstag Anfang März bei Shimadzu in Duisburg. Mehr und mehr Prozessanalytoren kommen zum Einsatz, wo bisher zeitaufwendige Laboranalytik eingesetzt wurde. Der organische Gesamtkohlenstoff TOC ist ein wichtiger Parameter in verschiedensten Bereichen der Wasserüberwachung und lässt sich einfach online bestimmen.

Shimadzu hat 25 Anwender, Planer und Ingenieure aus verschiedenen Segmenten der Prozessanalytik zusammengebracht. Mehrere Referenten aus Wissenschaft sowie Chemie, Pharmazie und Papierindustrie präsentierten den Teilnehmern anwendungsbezogene Vorträge.

TOC schützt Produktqualität und Anlagen

Das Thema „Reinstwasser-Überwachung“ von Ulrich Richter, infraLeuna GmbH, fokussierte Wasser nicht nur als Lösemittel, sondern auch als Energieträger. In einem großen Chemiapark in Deutschland stellt der Standortdienstleister Wasser für verschiedene Anwendungen bereit. Um den Bedarf zu decken, werden hier bis zu 350 m³/h an Wasserdampf erzeugt – in verschiedenen Druckstufen. Dessen Großteil fließt in verschiedene chemische Prozesse als Energieträger.

Reinstes Wasser ist essenziell, um den Prozessen und den Produkten nicht zu schaden. Organische Verunreinigungen im Wasser können sich bei der Herstellung und Verarbeitung hochreiner Chemikalien negativ auf die Qualität auswirken. Der TOC als Indikator zeigt das Maß an organischen Verunreinigungen an; in Reinstwasser erlaubt der Grenzwert eine maximale TOC-Konzentration von 0,1 mg/l.

Herausforderung für Kläranlagen

Ein weiterer Vortrag („TOC als Leitparameter für die Überwa-

TOC-Prozesstag in Duisburg – 25 Experten tauschen sich zu neuesten Anwendungen aus

chung der Spurenstoffentnahme? Ein Praxistest“ von Peter Maurer, Universität Stuttgart, Bau- und Umweltingenieurwissenschaften) machte deutlich, vor welchen großen Herausforderungen kommunale Kläranlagen stehen. Industrielle Klärwerke reinigen die Abwässer auf einen bestimmten vereinbarten Einleiter-Wert. Dabei werden in der biologischen Reinigungsstufe zuerst die „leicht“ abbaubaren Stoffe umgesetzt. Es gibt aber auch zahlreiche Substanzklassen, die von der Biologie einer Kläranlage nur schwer oder gar nicht abgebaut werden. Diese Stoffe gelangen in letzter Instanz in die kommunalen Kläranlagen, die immer größere Schwierigkeiten haben, diese Stoffe aus dem Wasser zu entfernen.

Da kein mikrobiologischer Abbau erfolgt oder auch unvollständig ist, werden hier oftmals Filter mit unterschiedlichen Adsorptionsmedien eingesetzt, wie etwa Aktivkohle oder Sand, um das Wasser zu reinigen. Es werden unterschiedliche Filtrations- und Adsorptions-Verfahren entwickelt und optimiert.

Auch in diesem Bereich stellt der TOC einen wertvollen und aussagekräftigen Parameter dar. Denn auch wenn die Einzelverbindungen im Abwasser meist im niedrigen µg/l-Bereich vorliegen, sind alle Verbindungen als Summe im TOC erfassbar und daher relevant. Die Bestimmung der Einzelparameter nimmt für eine effektive Prozessoptimierung zu viel Zeit in Anspruch.

Papierindustrie: Schnelle Informationen durch TOC

Auch in der Papierindustrie wird der Summenparameter TOC genutzt. Hans-Thomas Armbruster von der Papierfabrik August Koehler AG beschrieb, dass an einer Maschine 35 verschiedene Papiersorten hergestellt werden mit bis zu 20 Sortenwechseln monatlich.

Für jede Papiersorte werden bestimmte Ausgangsstoffe und Chemikalien eingesetzt. Entsprechend verändert sich die Zusammensetzung des Abwassers. Im Gegensatz zum CSB wird beim TOC die kurze Analysendauer geschätzt. Denn sobald die Papiersorte gewechselt wird, ändert sich das entstehende Abwasser, das zur ARA (Abwasser-Reinigungsanlage) gelangt. Die Mitarbeiter der ARA können dadurch schnell Informationen über das ankommende Abwasser erhalten.

Der TOC-Gehalt wird aber auch an die Papiermacher weitergeleitet. Denn die Zusammensetzung des Abwassers gibt auch Auskunft über die Dosierung der eingesetzten Ausgangsstoffe und Chemikalien. So hilft der TOC, neben weiteren Parametern wie etwa pH-Wert und Leitfähigkeit, diese Zugabe zu verfeinern.

TOC-Systeme sind messtellenspezifische Konfigurationen

Die Einsatzgebiete des TOC in der chemischen Industrie sind genau so vielfältig wie die Anforderungen an die Analytik. Die Probenahme und die Einbindung in einen Prozess ist bei jeder Messstelle eine „Maßanfertigung.“ Das System muss sich an den Prozess anpassen – nicht umgekehrt.

Die Rolle der Prozessanalytik (PAT) wurde von zwei Praktikern erörtert – Dr. Martin Gerlach von Bayer Technology Services sowie Thomas Pützer von BASF. Die Wichtigkeit von Online-Messungen steigt stetig an, um Prozesse zu steuern, zu optimieren und um die Produktqualität zu kontrollieren. Auch hinsichtlich Umweltschutz nimmt die Bedeutung der Prozessanalytik weiter zu. Dazu werden unterschiedlichste Analysemethoden und Parameter eingesetzt. Als einer von mehreren Parameter ist der Summenparameter TOC jedoch ein sehr wichtiger.



Die organische Belastung von Abwasser bestimmen

CSB und TOC im Vergleich

Die Europäische Union verfolgt, den Verbrauch an giftigen Chemikalien zu beschränken. Chrom VI (Cr [VI]) zum Beispiel, ist ein sehr giftiger Stoff und wird in der Galvanotechnik oder in Holzschutzmitteln eingesetzt. Im Anhang XIV der europäischen Chemikalienverordnung REACH wird er als „Substance of Very High Concern“ geführt (besonders besorgniserregender Stoff). Chrom VI ist aber auch eine der wichtigsten Reagenzien bei der CSB-Analyse (Chemischer Sauerstoffbedarf), der als Summenparameter die Belastung von Abwasser mit organischen Stoffen quantifiziert.

CSB-Bestimmung

Der CSB-Wert kennzeichnet die Menge an Sauerstoff, die nötig ist, um die organischen Verbindungen im Abwasser chemisch zu oxidieren. Dabei wird der Probe ein chemisches Oxidationsmittel (Chromat-Ionen) zugesetzt. Die Cr(VI)-Ionen werden zu Cr(III) reduziert und oxidieren dabei alle oxidierbaren Substanzen. Bei der CSB-Bestimmung wird der Verbrauch an Cr(VI)-Ionen erfasst und in Verbrauch O₂ umgerechnet. Neben den organischen Verbindungen können auch andere Verbindungen (Nitrite, Bromide, Iodide, Metallionen und Schwefelverbindungen) oxidiert werden und damit den Messwert beeinflussen.

TOC-Bestimmung (Total Organic Carbon)

Im Gegensatz zur CSB-Bestimmung ist die TOC-Bestimmung frei von umweltschädlichen Chemikalien. Der TOC spiegelt direkt die Belastung an organischer Substanz im Abwasser wider, da er den gesamten Kohlenstoff aus organischen Stoffen erfasst. Er gibt das Maß für die Konzentration

organisch gebundenen Kohlenstoffs an.

Für die Bestimmung wird die Probe in der Regel zuerst angesäuert, um die anorganischen Verbindungen, Carbonat und Hydrogencarbonat in Kohlendioxid umzuwandeln. Danach entfernt ein Luftstrom das gelöste CO₂ aus der Probe. Die verbleibenden organischen Kohlenstoffverbindungen werden nun mit Hilfe hoher Tem-

peratur (Katalysator) oder nasschemisch wiederum zu CO₂ oxidiert. Das enthaltene Kohlendioxid wird mit einem Detektor (NDIR) spezifisch bestimmt. Dadurch ist die TOC-Bestimmung frei von den Einflüssen, wie sie bei den anderen Parametern beschrieben ist. Auf Grund dieser Tatsache ist der TOC-Parameter in vielen Regelwerken verankert. Ein weiterer Vorteil der Methode ist die relativ einfache Umsetzung in ein kontinuierliches Messverfahren.

Korrelationen zwischen CSB und TOC

In den letzten Jahren hat der TOC-Parameter immer mehr den CSB-Parameter ersetzt. Da die Grenzwerte für die organische Belastung im Abwasserbereich jedoch meistens als CSB-Wert festgelegt sind, wird versucht, eine Korrelation zwischen den beiden Parametern zu finden. Dies kann aber nur eine empirisch ermittelte Korrelation

CSB = 2.087 mg/l
TOC = 522 mg/l
Korrelation CSB/TOC = 4,00

Die Beispiele zeigen die Bandbreite der Korrelationsfaktoren. Hinzu kommt, dass bei der CSB-Bestimmung auch nicht organische Verbindungen wie zum Beispiel Nitrite, Bromide, Iodide, Metallionen und Schwefelverbindungen mit erfasst werden. Daher können die Korrelationsfaktoren

im Abwasser zwischen 2,5 und 4 liegen und auch schwanken, wenn sich die Zusammensetzung des Abwassers ändert.

Fazit

Im Gegensatz zur CSB-Bestimmung kommt die TOC-Bestimmung ohne umweltschädlichen Reagenzien aus. Die Bestimmung eines Korrelationsfaktors zwischen CSB und TOC ist von verschiedenen Faktoren abhängig und können da-

her schwanken. Daher wäre es sinnvoller, direkte TOC-Grenzwerte zu bestimmen, anstatt einen Faktor festzulegen, der für alle Abwässer gleich ist.



ASI-L und TOC-L

sein, da der Faktor für die Einzelverbindung unterschiedlich ist.

1. **Beispiel Glucose (C₆H₁₂O₆)**
1.000 mg/l
CSB = 1.067 mg/l
TOC = 400 mg/l
Korrelation CSB/TOC = 2,66
2. **Beispiel Aceton (C₃H₆O)**
1.000 mg/l
CSB = 2.207 mg/l
TOC = 621 mg/l
Korrelation CSB/TOC = 3,55
3. **Beispiel Ethanol (C₂H₆O)**
1.000 mg/l

Die freie Wahl

Alternativen zum Software-Wechsel

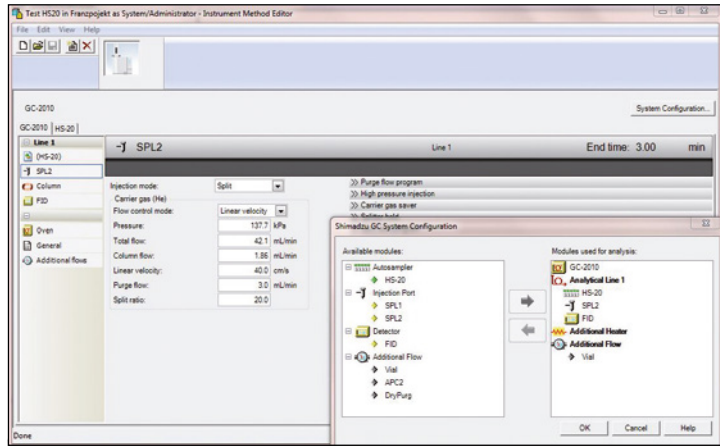


Abbildung 1: Screenshot einer Shimadzu GC-2010 Plus Konfiguration und Methodenentwicklung in Empower 3. In der „System Configuration“ werden die verfügbaren Module zu einer analytischen Linie zusammengesetzt. Passend für die ausgewählten Module bietet die Methodenentwicklung alle Parametereingaben für Temperaturen, Gasflüsse und -drücken.

Da hat man endlich die instrumentelle Lösung für eine analytische Anforderung gefunden, und dann passt die gewohnte Software nicht! Was tun – auf den Nutzen der besseren Hardware zu verzichten oder eine neue Software im Labor etablieren?

Gute Software-Lösungen sind für den Betrieb chromatographischer Systeme nebst Zubehör wie Autosampler, Injektoren und Detektoren unabdingbar geworden. Sie automatisieren die gesamte Analytik und unterstützen bei der Methodenentwicklung sowie bei anschließender Auswertung und Darstellung der Resultate. Mit der Funktionalität sind Chromatographie Datensysteme (CDS) im Umfang enorm gewachsen, weshalb der Wechsel zu einer neuen Software eine nicht unerhebliche Einarbeitungsphase mit sich bringt. Die gewohnte Software für die benötigte Hardware zu erweitern, würde somit vieles vereinfachen.

Aus diesem Grunde beschreibt Shimadzu den Weg, neu entwickelte Hardware-Lösungen möglichst in den gängigsten CDS-Systemen mittels Gerätetreiber zu implementieren. Zwei Vertreter dieser CDS-Lösungen sind Empower (Waters Corporation) und OpenLAB (Agilent Technologies).

Kompatibel mit Empower Version 2 und 3

Empower ist zurzeit in der Version 3 erhältlich, eine große Zahl von Anwendern arbeitet aber noch mit der Version 2. Der Shimadzu GC-Treiber für Empower ist kompatibel mit beiden Versionen und seit Januar 2015 in der erweiterten Version 2.0 verfügbar. Neben den Gas-Chromatographen GC-2010 Plus, GC-2010 und GC-2014 sind auch die Autosampler AOC-20i für Flüssig- sowie HS-20 für Headspace-Injektion im GC-Treiber integriert.

Optional ist auch ein Treiber für den AOC-5000 und AOC-5000 Plus

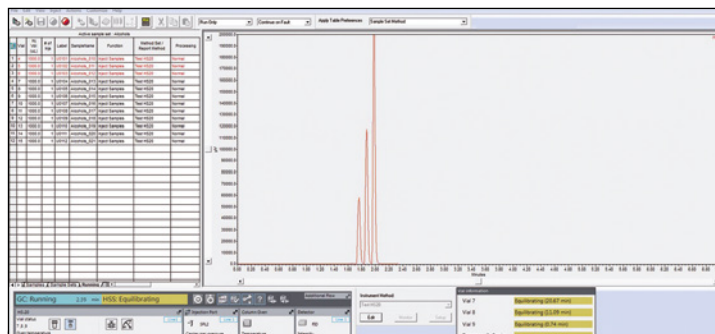


Abbildung 2: Screenshot aus Empower Version 3 während einer Headspace-Analysensequenz. Die Sequenztafel auf der linken Seite zeigt rot markiert die laufende sowie alle bereits durchgeführten Analysen. Links unten zeigt der Instrument-Monitor den aktuellen Status des GC und des Headspace-Autosamplers HS-20. Ein weiteres Fenster des Instrument-Monitors gewährt Einblick in den Fortlauf der Headspace-Probenvorbereitung (Equilibrierung).

verfügbar, falls neben Flüssig und Headspace Interesse an weiteren Injektionstechniken, wie Solid Phase Micro Extraction (SPME) und In-Tube Extraction (ITEX) besteht.

Einfach und effizient

Über den mitgelieferten „Shimadzu Configuration Wizard“ kann man auf einfachstem Wege ein Shimadzu GC-System, wahlweise mit AOC-20i oder HS-20, in Empower einbringen. Innerhalb der Software können die einzelnen Module des GC dann beliebig zu analytischen Linien konfiguriert werden. Für den neuen Treiber wurde das Layout der Systemkonfiguration und der Methodenentwicklung weiter vereinfacht. Module einer analytischen Linie sind über eindeutige Symbole erkennbar; über die Symbole öffnet sich die Parametereingabe für das entsprechende Modul.

Typisches Design und Funktionalität

Ebenfalls in einem neuen Design und funktionell in beiden CDS-Paketen gleich gestaltet, ist die Statusanzeige oder Instrument Monitor (Abbildung 2). Alle Module einer analytischen Linie sind mit den zugehörigen Parametern übersichtlich dargestellt – beginnend beim Autosampler, über Injektor, Säulenofen bis hin zu den Detektoren. Für einen detaillierten Überblick über die Ist-Zustände sind die Fenster der einzelnen Module erweiterbar; im Stand-by-Betrieb können Sollwerte auch geändert werden. Für den HS-20 ist ein weiteres Fenster mit Vial-

Informationen verfügbar. Ist die Equilibrierungszeit der Proben länger als die Analysendauer des GC, bereitet der HS-20 die Proben so vor, dass der GC möglichst kontinuierlich messen kann. Werden mehrere Headspace-Proben gleichzeitig equilibriert, sind im Fenster die jeweiligen Zeiten gelistet und mit einem Blick kann man auch bei überlappender Headspace-Probenvorbereitung den Fortschritt der Analysensequenz verfolgen.

Neu – Shimadzu GC-Kontrolle in OpenLAB EZChrom Edition

Mit der Treiberentwicklung für OpenLAB EZChrom Edition sind die Shimadzu-Systeme GC-2010, GC-2010 Plus und GC-2014 für die verbreitetsten CDS-Software-Pakete verfügbar. OpenLAB unterstützt zudem den Dual-Line-Betrieb des GC-2010 (Plus), inklusive der AOC-20i Dual-Tower-Konfiguration – das heißt: ein AOC-20i Sampler für jede Linie. Für größten Probendurchsatz kann so in zwei analytischen Linien simultan injiziert werden.

Dies ist nicht möglich in Empower, da in dieser Software nur eine analytische Linie aktiv betrieben werden kann. Eine zweite Linie kann konfiguriert werden, ist aber für Messungen nicht gleichzeitig verfügbar.

Flexibel und effizient

Abbildung 3 zeigt ein Beispiel für den Dual-Line-Betrieb unter OpenLAB. Es werden zwei Chromatogramme während eines GC-Laufs gemessen, entsprechend sind mehr Ergebnisse in gleicher Zeit verfügbar. Der Instrument Monitor zeigt den aktuellen Status des GC und informiert detailliert über den Ist-Zustand aller Module einer analytischen Linie. Über einen Umschaltknopf im Monitorfenster ist es möglich, zwischen beiden analytischen Linien umzuschalten.

Die analytischen Linien können für unterschiedliche Applikationen eingerichtet werden. Alle Methodenparameter werden individuell gesetzt, mit Ausnahme des Temperaturprogramms des GC-Säulenofens. ▶

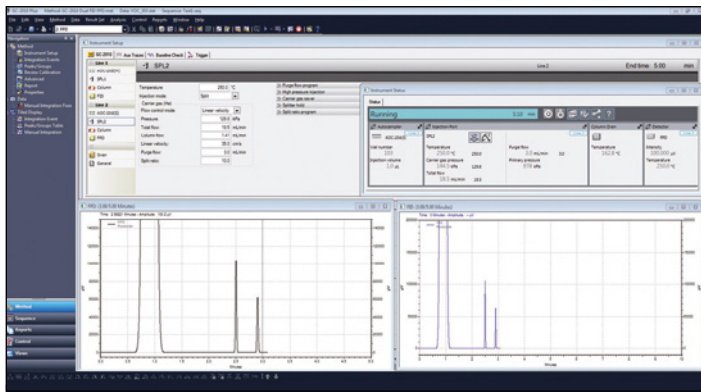


Abbildung 3: Screenshot aus OpenLAB, während des Analysenlaufs einer GC-2010 Plus Dual-Line-Konfiguration mit AOC-20i Dual Tower. Das Methoden-Entwicklungsfenster zeigt die beiden analytischen Linien, jeweils bestückt mit einem AOC-20i, Split-Injektor, Säule und Detektor. Unten sind die „Real Time“ Chromatogramme für beide Detektoren angezeigt. Oberhalb des rechten Chromatogramms zeigt der Instrument-Monitor den GC-Status und die Übersicht aller Module einer analytischen Linie. Durch einen Umschalt-Knopf kann jederzeit zur Sicht der anderen analytischen Linie gewechselt werden.

Mittels AOC-20i Dual Tower bietet sich die freie Wahl, zwei Proben simultan zu injizieren oder wahlweise im beliebigen Wechsel die analytischen Linien einzeln zu benutzen.

Simultane Injektion bedeutet immer zeitgleich. Eine weitere Injektion kann erst folgen, wenn die Messung auf beiden analytischen Linien abgeschlossen ist. Ist einer der beiden AOC-20i Türme aufgrund unterschiedlicher Spülzyklen schneller als der andere, so wartet dieser bis gleichzeitig injiziert werden kann.

Neben der Effizienz bietet der Dual-Line-Betrieb auch mehr Flexibilität. OpenLAB ist als „Stand-alone“ und „Client-Server“ Lösung erhältlich. Bei Client-Server-

Installationen bedient man sich eines Netzwerks, das eine beliebige Zahl von Instrumenten zugänglich macht. Messergebnisse und Methoden werden zentral auf einem Server gespeichert und sind wie die Instrumente von jedem PC im Netzwerk verfügbar. Mit den nötigen Zugriffsrechten, kann man so von jedem Ort eines Unternehmens die Kontrolle für ein Instrument übernehmen. Hier zeigen sich die Stärken eines Dual-Line-Systems. Ohne notwendige Anwesenheit im Labor kann man entscheiden, wie eine beliebige Probe, auf welcher analytischen Linie gemessen wird.

Fazit

Die Entwicklung leistungsfähiger CDS-Software-Lösungen bietet

neue Möglichkeiten, chromatographische Analysen zu automatisieren und aus der Ferne zu überwachen. Der kontinuierliche Fortschritt in Software und Hardware begründet die enorme Effizienzsteigerung analytischer Prozesse während der letzten Jahre. Gute Hardwarelösungen nur über eine einzige Software-Lösung zugänglich zu machen, genügt nicht dem Anspruch, individuell mög-

lichst immer das beste Gesamtpaket anzubieten.

Insofern hat Shimadzu begonnen, in seiner LabSolutions Software Gerätetreiber für chromatographische Systeme anderer Hersteller einzubinden (z.B. Agilent GC und LC) sowie den Weg fortzuführen, Shimadzu-Geräte für die gängigsten Software-Pakete zugänglich zu machen.

Kluge Köpfe gesucht!



»lab4you«-Programm für junge Wissenschaftler

Im Rahmen des „lab4you“-Programms bietet Shimadzu jungen Naturwissenschaftlern aus ganz Europa die Chance, mit etwas Glück für ihre Forschungs- bzw. Examensarbeit einen Laborplatz in der hochmodernen „Shimadzu Laboratory World“ in Duisburg zu gewinnen. Dort stehen ihnen die neuesten analytischen Geräte aus der HPLC/UHPLC und Massenspektrometrie zur freien Verfügung, um die besten Analyse-Ergebnisse zu erzielen. Unterstützt werden sie dabei von den Produktspezialisten der Shimadzu Europa GmbH. Voraussetzung für

eine Teilnahme ist der Abschluss eines naturwissenschaftlichen Studiums, ein interessantes Forschungsthema und Vorkenntnisse in der HPLC/UHPLC und/oder Massenspektrometrie. Bewerben können sich Masterstudenten, Doktoranden und Postdoktoranden aus allen wissenschaftlichen Bereichen, in denen Chromatographie und Massenspektrometrie eine Rolle spielen.

Bewerbungen

in englischer Sprache sind möglich auf www.shimadzu.eu/lab4you mit einem kurzen Abstract der Forschungsarbeit.

Shimadzu live

HPLC	EuromedLab	HPV Summer School	ICCM	TIAFT
21.06. - 25.06.2015 Genf, Schweiz www.hplc2015-geneva.org	22.06. - 24.06.2015 Paris, Frankreich www.paris2015.org	01.07. - 02.07.2015 Berlin, Deutschland www.shimadzu.eu/hpv-summer-school-2015	19.07. - 24.07.2015 Kopenhagen, Dänemark www.iccm20.org	30.08. - 04.09.2015 Florenz, Italien www.tiaft.org

Wenn Sie die Shimadzu News regelmäßig erhalten wollen, senden Sie uns einfach Ihre Post-Adresse an folgende E-Mail: shimadzu-news@shimadzu.eu

Registrieren Sie sich für unseren Newsletter: www.shimadzu.eu/newsletter

Registrierung Newsletter



@ShimadzuEurope