

Zwei Technologien, ein System

Nexera-i MT – HPLC plus UHPLC

Vanillin – natürlich oder synthetisch?

Analysiert mit IRMS und GCMS

Jubiläum: 60 Jahre GC und IR

Shimadzu als Pionier der ersten Stunde

60th
GC
ANNIVERSARY

60th
IR
ANNIVERSARY





APPLIKATION

Vanillin – natürlich oder synthetisch? GCMS und IRMS nehmen den Fingerabdruck von Vanillin 4

Sicher, sauber, schadstofffrei? Spezifische Analysemethoden für Kunststoffverpackungen von Lebensmitteln 6

Neu – Application Handbook Liquid Chromatography 12

Coenzym Q₁₀: Analyse eines Sensibelchens – Analyse von instabilen Verbindungen mittels online-SFE-SFC 16

PRODUKTE

Rivalen im Femtogrammbereich – Das neue GCMS-TQ8050 nimmt es mit der Empfindlichkeit eines HRMS auf 2

Zwei Technologien, ein System – Nexera-i MT – Methodentransfer leicht gemacht 10

AKTUELLES

GC-Pioniere der ersten Stunde
60 Jahre Gas-Chromatographie 13

Technologietreiber und Marktführer
60 Jahre Infrarot-Spektroskopie 14

Wissenschaft + Industrie = Mehrwert: Ingenieurwissenschaften der Universität Wladiwostok nutzen Prüfgeräte von Shimadzu 18

Rivalen im Femtogramm-bereich

Das neue GCMS-TQ8050 nimmt es mit der Empfindlichkeit eines HRMS auf



Abbildung 1: Das GCMS-TQ8050

Seit der Einführung der Triple-Quadrupol-Systeme GCMS-TQ8030 und GCMS-TQ8040 in den Jahren 2012 und 2014 haben sich diese Instrumente in der Umwelt- und Nahrungsmittelsicherheit fest etabliert, unter anderem für die Multikomponentenanalyse von Pestizidrückständen, in der forensischen Toxikologie sowie der Ana-

lyse von Stoffwechselprodukten (Metabolomik).

Da Regulierungsbehörden den bisher von der hochauflösenden Massenspektrometrie beherrschten Markt der Ultra-Spurenanalytik zunehmend für Triple-Quadrupol-Geräte öffnen als Alternative zu HRMS-Instrumenten (hochauflösende MS), können

MÄRKTE

- Chemical, Petrochemical, Biofuel and Energy
- Clinical
- Environment
- Food, Beverages, Agriculture
- Pharmaceutical
- Plastics and Rubber
- Automotive

auch besonders leistungsstarke TQ-Geräte für diese Analytik angeboten werden. Sie verbinden die Empfindlichkeit der HRMS mit der Robustheit und Benutzerfreundlichkeit eines TQs.

Gerätespezifische Nachweisgrenze im Femtogrammereich

Vor diesem Hintergrund arbeitet Shimadzu zusammen mit Referenzlaboratorien an adäquaten Lösungen für die Spurenanalytik der sogenannten POPs (Persistent Organic Pollutants = persistente organische Schadstoffe).

So wurde das kürzlich vorgestellte GCMS-TQ8050, das neueste Mitglied der GC-MS/MS Familie, speziell für den Einsatz in der Ultra-Spurenanalytik entwickelt. Es erreicht eine etwa 10-fach niedrigere Nachweisgrenze (IDL) als die Vorläufersysteme und ermöglicht damit Analysen im Femtogrammereich (Teile per Billiarde).

Neuer hocheffizienter Detektor

Seit langem sind die Massenspektrometer von Shimadzu bekannt für extrem hohe Scan-Geschwindigkeiten und Datenaufnahmeraten, die aufgrund der hochmodernen UFMS-Technologien (Ultra-Fast Mass Spectrometry = ultraschnelle Massenspektrometrie) ohne Verlust der Empfindlichkeit realisiert werden können. Kunden profitieren von einem optimierten Probendurchsatz bei höchster Datenqualität.

Ein neuer, hocheffizienter Detektor mit erhöhter Verstärkungsleistung unterstützt die UFMS-Techno-

I.D.	Compound name	Egg fat		Pig fat		Salmon		Oliveoil	
		GC-MS/MS	GCHRMS	GC-MS/MS	GCHRMS	GC-MS/MS	GCHRMS	GC-MS/MS	GCHRMS
1	2,3,7,8-TeCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
2	1,2,3,7,8-PeCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3	1,2,3,4,7,8-HxCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
4	1,2,3,6,7,8-HxCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
5	1,2,3,7,8,9-HxCDD	ND	(0.3)	ND	ND	ND	ND	ND	ND
6	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	(0.6)	(0.5)	ND	ND	ND	(0.2)	ND	ND
7	OCDD	(0.3)	3.6	(1.0)	(1.1)	ND	(0.5)	ND	ND
8	2,3,7,8-TeCDF	(0.2)	(0.3)	ND	ND	(0.3)	(0.4)	ND	ND
9	1,2,3,7,8-PeCDF	ND	(0.2)	ND	ND	ND	ND	ND	ND
10	2,3,4,7,8-PeCDF	(0.1)	(0.2)	ND	ND	(0.2)	(0.3)	ND	ND
11	1,2,3,4,7,8-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
12	1,2,3,6,7,8-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
13	1,2,3,7,8,9-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
14	2,3,4,6,7,8-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
15	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
16	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17	OCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Tabelle 1: Vergleichstabelle GCMS-TQ8050 versus HRMS hinsichtlich einer Realprobe. Quantitativer Wert der Dioxine in der Realprobe (pg/g).

nologie im Ultraspurenbereich. Eine zusätzliche Abschirmung zur Rauschverminderung verringert die Nachweisgrenze und verbessert die Systemrobustheit in der Routineanalytik.

Darüber hinaus besitzt der neue Detektor eine mindestens fünfmal längere Lebensdauer als die Vorgängermodelle; dies ermöglicht eine hochempfindliche Analytik mit längerer Beständigkeit.

Die Kombination aus gewinkelter Ionenoptik, Overdrive-Linsensystem und verbesserter Detektorleistung gewährleistet minimiertes Rauschen, auch wenn die Ultraspurenanalytik eine hohe Verstärkung der Detektorempfindlichkeit erforderlich macht.

Fazit

Das neue GCMS-TQ8050 ist perfekt zugeschnitten für Anwendungen in der Spurenanalytik: wie

dem Nachweis extrem geringer Mengen, Dioxin in Lebens- und Futtermitteln sowie in Umweltproben, POP-Komponenten, Chemikalien mit endokriner Wirkung, Verunreinigungen in Pharmazeutika und Drogen in Haarproben.

Tabelle 1 zeigt einen Vergleich von Realproben zwischen dem GCMS-TQ8050 und einem JEOL-HRMS-System. In Kombination mit einem Aufreinigungssystem der MIURA GO-HT-Baureihe und einem BUCHI Speedextractor PSE (vgl. Dioxin S3 Flyer) zur Probenvorbereitung, ist es ein leistungsfähiges Werkzeug zur Analyse von Dioxinen in Nahrungs- und Futtermitteln, entsprechend der seit Juni 2014 geltenden EU-Verordnung 589/2014.

Literatur

Verordnungen (EU) Nr. 152/2009 (Futtermittel) und (EU) Nr. 589/2014 (Nahrungsmittel)



Abbildung 2: Gewinkelte Ionenoptik

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
• Flyer: Dioxin S3





Vanillin – natürlich oder synthetisch?

GCMS und IRMS nehmen den Fingerabdruck von Vanillin

Vanillin ist einer der beliebtesten Aromastoffe der Welt. Traditionell wird es durch das Mazerieren von Vanilleschoten (*Vanilla planifolia* und andere Species) hergestellt. Allerdings deckt die weltweite natürliche Vanilleproduktion lediglich etwa 1 % des Bedarfs der globalen Lebensmittelindustrie ab. Daher werden 99 % des verwendeten Vanillin-Aromas entweder synthetisch (petrochemischer Ursprung) oder biotechnologisch (zum Beispiel aus Ferulasäure, Eugenol, etc.) hergestellt.

Der Preisunterschied zwischen natürlichem und synthetischem Vanillin beträgt ungefähr das 100-fache. Daher ist es kein Wunder, dass natürliches Vanillin eines der meist gefälschten Lebensmittelzusatzstoffe der Welt ist. Wie können Verbraucher vor Fälschdeklarationen geschützt werden?

Natürliches Vanillin und der synthetische Nachbau sind chemisch identisch. Jedoch hinterlassen die Ausgangssubstanzen und der Herstellungsprozess Spuren in der Isotopenverteilung des fertigen Produkts. Somit kann der „Isotopen-Fingerabdruck“ zur Unterscheidung herangezogen werden.

Kopplung von GCMS und IRMS enthüllen komponentenspezifische Isotopensignatur

Ein herkömmlicher Elementaranalysator, gekoppelt mit einem hochauflösenden Sektorfeld-Massenspektrometer (Isotope Ratio Mass Spectrometer, IRMS) kann mit sehr hoher Genauigkeit die Isotopensignatur von Reinmaterialien bestimmen. Allerdings befindet sich die Zielsubstanz Vanillin in einem komplexen Vanilleextrakt in einem Konzentrationsbereich von 2 bis 300 µg pro ml⁻¹. Daher müssen zuerst die Substanzen voneinander getrennt werden.



Natürliche Vanille. Der Name stammt vom spanischen »vainilla«, kleine Hülse oder Schote

Anschließend können die Isotopenverhältnisse der Zielsubstanz und bei Bedarf auch der Begleitkomponenten (Component Specific Isotope Analysis, CSIA) einzeln bestimmt werden. Dazu wird ein GCMS mit einem IRMS gekoppelt. Das Unternehmen Imprint Analytics aus dem österreichischen Neutal verwendet weltweit als erstes ein Shimadzu GCMS (GCMS-QP2010 Ultra) für diese Kopplung.

Für die Bestimmung des ¹³C/¹²C Verhältnisses in Vanillin (Hoffman und Salb, 1979 [1]) kam die CSIA-Technik zum ersten Mal kommerziell zur Anwendung. Allerdings kann mittels der ¹³C Analyse alleine nicht zwischen dem synthetischen (petrochemisch) oder dem biosynthetischen (zum Beispiel Ferulasäure, Eugenol) Ursprung des Vanillins unterschieden werden. Darüber hinaus kann die ¹³C-Signatur durch angereicherte

Ausgangssubstanzen manipuliert werden und ein natürliches Produkt vortäuschen.

Bestimmung der Verhältnisse der Wasserstoffisotope

Aus diesem Grund müssen noch weitere Merkmale zur Differen-

zierung herangezogen werden. Dazu bietet sich als Lösung die zusätzliche Bestimmung der Verhältnisse der Wasserstoffisotope an (Greule et al., 2010 [2]). Bis zum heutigen Zeitpunkt sind aber nur wenige Daten darüber veröffentlicht. Imprint Analytics hat in den letzten Jahren eine umfangreiche

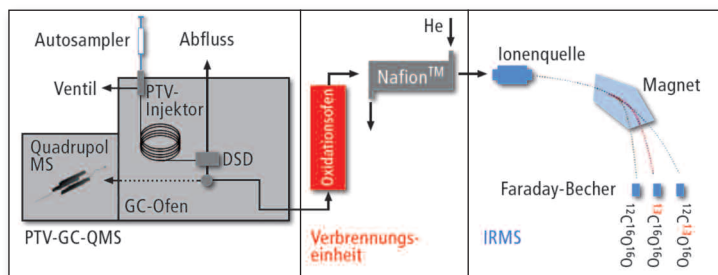


Abbildung 1: Messung des Isotopenverhältnisses von Kohlenstoff aus Vanillin. Schematische Darstellung. Die Probe wird kalt injiziert und das Lösungsmittel im PTV abgeblasen (Vent). Nach der Trennsäule befindet sich der Detector Switching Device (DSD) von Shimadzu; dort werden die Begleitstoffe abgetrennt. Nach dem DSD wird der Gasstrom gesplittet: Der kleinere Teil kommt in das Quadrupol-Massenspektrometer, wo die Substanzen identifiziert werden; der größere Teil wird im Oxidationssofen verbrannt. Nach Entfernung des Wassers gelangt das CO₂ in das IRMS, wo das Isotopenverhältnis gemessen wird.

Datenbank aufgebaut, mittels der sich die Herkunft und Authentizität verschiedener Vanillin-Proben feststellen lässt.

Welche Methode wendet Imprint Analytics nun an, um zu verifizieren, ob das Vanillin in Extrakten oder Fertigprodukten, einen natürlichen, naturidenten oder synthetischen Ursprung hat?

Materialien und Methoden

Das Vanillin wird aus der Essenz (beziehungsweise aus dem Fertigprodukt) extrahiert. Das Lösemittel ist 2-Methoxy-2-methylpropane (MTBE). Die Probe wird in ein 200 µl-Insert in eine 2 ml Flasche überführt und auf dem Trayholder des Autosamplers (Shimadzu, AOC-5000) gestellt.

Es müssen zwei separate Analysen durchgeführt werden, da die Kohlenstoff- und die Wasserstoffisotopensignatur separat zu erfassen sind.

Die Proben werden mit einer 10-µl-Spritze in den Optic-4 Multimode Inlet (GL Sciences, Tokyo, Japan) kalt (35 °C) injiziert. Das Lösungsmittel wird einige Sekunden lang bei hohem Split abgeblasen. Anschließend wird der Injektor im Splitless-Modus auf 285 °C erhitzt und die Probe so vollständig auf die Trennsäule überführt. Die Trennung erfolgt auf einer ZB-5MSi Säule (60 m x 0,25 mm 1,4 µm, Phenomenex, Torrance, USA). Die Analyse wird mit folgenden Parametern durchgeführt:

Temperaturprogramm:

35 °C (1 min)

Aufheizrate: 20 °C min⁻¹ bis 300 °C

Druckprogramm: He Carrier: 300 kPa

Flow Control: Linear Velocity, APC1 (Druck nach dem Detector Switching Device, DSD): 100 kPa
Splitless-Zeit: 0,7 min.

Am Ende der Trennsäule befindet sich das Detector Switch Device von Shimadzu. Dieses ermöglicht die vollständige Abtrennung des Lösungsmittels sowie weiterer störender Begleitsubstanzen. Das Vanillin und andere Analyten mit ähnlicher Retentionszeit werden in einer inertisierten Kapillare wei-

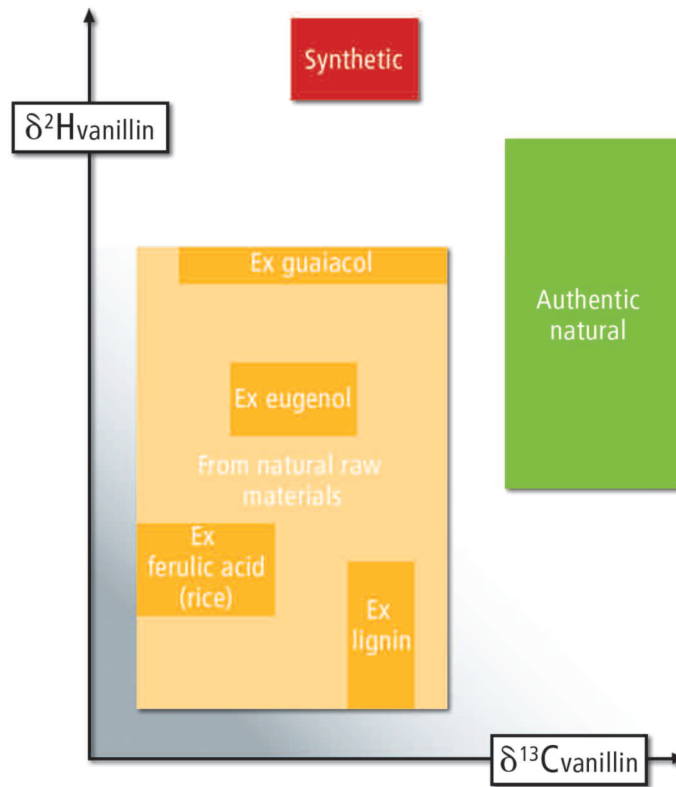


Abbildung 2: Darstellung der Isotopensignaturen für Vanille-Aromen. Die einzelnen Wertebereiche zeigen die möglichen Isotopensignaturen aus natürlicher, biotechnologisch oder synthetisch hergestellter Vanille. (Daten produziert von Imprint Analytics).

tergeleitet und über ein T-Stück in zwei Richtungen gesplittet. Ein Teil des Eluats wird zur Identifikation der Einzelsubstanzen zum Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra geführt, der andere Teil des Eluats wird im Oxidationsofen (Hekatech, Wegberg, Deutschland) zu H₂O und CO₂ oxidiert.

Entstandenes Wasser wird mit Hilfe einer NafionTM Membran entfernt (Hekatech, Wegberg, Deutschland) und CO₂ in das IRMS (Nu Instruments, Wrexham, UK) geleitet. Hier wird das Isotopenverhältnis des Kohlenstoffs (¹³C/¹²C) bestimmt (Abbildung 1).

Die Wasserstoffisotopenbestimmung läuft ähnlich ab, jedoch wird dazu mehr Material benötigt. Injektionsvolumen und Abblasezeit im Optic-4 Multimode Inlet müssen daher erhöht werden. Außerdem wird nach Aufteilung des Eluats am T-Stück das Vanillin anstatt in einen Oxidationsofen in einen Pyrolyseofen geführt. Hier wird das Vanillin zu H₂ (beziehungsweise CO) reduziert. Der Wasserstoff wird in das IRMS geleitet und das ²H/¹H Isotopenverhältnis bestimmt.

Um eine hohe Messgenauigkeit zu gewährleisten, werden die gemessenen Werte in zwei Schritten normalisiert: jede Messung anhand eines eigenen reinen Referenzgases und jede Messreihe anhand eines Referenzmaterials (im Fall von Wasserstoff zwei Referenzmaterialien) mit bekannter Isotopenzusammensetzung. Der Normalisierungsprozess wird durch Standardproben überprüft. Zur Steigerung der Messgenauigkeit werden außerdem mehrere Wiederholungen für beide Elementen durchgeführt.

Die erhobenen Werte werden dann mit der Referenzdatenbank verglichen (Abbildung 2). Dadurch kann festgestellt werden, ob das Vanillin natürlichen, naturidenten oder synthetischen Ursprungs ist.

Die Zusammensetzung der Isotope kann nicht nur zur Authentizitätsprüfung herangezogen werden, sondern bietet auch Informationen über die geografische Herkunft des natürlichen Vanillins. So lässt sich zum Beispiel feststellen, ob die deklarierte Bourbon-Vanille tatsächlich aus Madagaskar stammt.

Ausblick

Mit der oben beschriebenen Technik und Methodik können nach heutigem Wissensstand alle derzeitigen Vanillinquellen identifiziert werden. Jedoch gibt es immer neue Wege, Vanillin künstlich herzustellen. Daher ist es nicht ausgeschlossen, dass zukünftig diese Methode vor neue Herausforderungen gestellt wird. Um auch dann adäquate Aussagen zur Authentizität von Vanillin treffen zu können, wird es notwendig sein, die Sauerstoffisotope zu berücksichtigen. Dadurch wäre eine dritte Messung erforderlich, wobei der Sauerstoff von Vanillin in einem Platinofen zum Kohlenmonoxid (CO) umgewandelt wird.

Neben Vanillin gibt es eine Vielzahl an Aromastoffen, bei denen es oft zu Verfälschungen kommt, zum Beispiel Bittermandel (Benzaldehyd) oder Zimt (Zimtaldehyd), um nur einige zu nennen. Imprint Analytics plant auf diesem Gebiet weitere Entwicklungen vorzunehmen, um auch diese Fälschungen entlarven zu können.

Autoren

Dr. Balázs Horváth, Dr. David Psomiadis, Dr. Bernd Bodiseltsch
Imprint Analytics GmbH,
Werner von Siemens Str. 1, 7343 Neutal, Österreich

Literatur

- [1] Hoffman, P.G., Salb, M. (1979) Isolation and stable isotope ratio analysis of vanillin. *J. Agric. Food Chem.*, 1979, 27 (2), pp 352-355
- [2] Greule, M., Tumino, L.D., Kronewald, T., Hener, U., Schleucher, J., Mosandl, A., & Keppler, F. (2010) Improved rapid authentication of vanillin using $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^2\text{H}$ values. *European Food Research and Technology*, 231: 933-41

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
• Webseite: Imprint Analytics





Sicher, sauber, schadstofffrei?

Spezifische Analysemethoden für Kunststoffverpackungen von Lebensmitteln



Abbildung 1: EDX-7000/8000P

Becher, Plastikflaschen, Folienverpackungen – allein in Deutschland wurden 2013 knapp 4,3 Mio. Tonnen Verpackungsmaterialien aus Kunststoff für Lebensmittel und Getränke produziert. Die Regale der Supermärkte sind voll von Produkten in zum Teil sehr aufwändig zusammengesetzten Kunststoffen. Die Verpackungen sind leicht und dabei sehr stabil und schützen teure sowie leicht verderbliche Produkte gegen Umwelteinflüsse. Gleichzeitig sind die Verpackungen auch Werbeträger, bunt bedruckt mit Botschaften sowie Produktinformationen.

Doch immer wieder geraten Verpackungsmaterialien in die Kritik, weil aus ihnen unerwünschte und möglicherweise gesundheitsschädliche Bestandteile in die Lebensmittel übergehen können (Migration), wenn sie in direktem Kontakt stehen. Außerdem bedeutet mehr Kunststoff auch mehr Müll. Er landet längst nicht nur in Gelben Säcken und auf Deponien, sondern auch in Flüssen und Meeren – und in den Mägen von Fischen und Seevögeln. 2013 fielen in Deutschland ca. 17,1 Mio. Tonnen Verpackungsabfälle an. Der Anstieg auf diesen bisher höchsten Wert ist vor allem auf veränderte

Verzehr- und Konsumgewohnheiten zurückzuführen. Knapp 72 Prozent der Verpackungsabfälle gingen in das Recycling, also gute 12 Mio. Tonnen. [1]

EU-Verordnung über Verpackungsvermeidung und -verwertung

Die Europäische Union hat bereits 1998 die Verordnung über die Vermeidung und Verwertung von Verpackungsabfällen (VerpackV) verabschiedet und in der letzten Fassung von 2014 ergänzt. [2]

Die VerpackV hat das Ziel, die Umweltauswirkungen von Verpackungsabfall zu vermeiden oder zu verringern. Darüber hinaus soll der Anteil der Mehrweggetränkeverpackungen sowie ökologisch vorteilhafter Einweggetränkeverpackungen auf einen Anteil von mindestens 80 % gesteigert werden.

Einem Bericht der Europäischen Umweltagentur (European Environment Agency, EEA) im Jahre 2013 zu Folge, haben die Europäer von 2001 bis 2010 mehr Müll wiederverwertet: Von 23 Prozent stieg der Recycling-Anteil auf 35 Prozent – das sind in absoluten

Zahlen 63 Mio. Tonnen Hausmüll, die eine neue Bestimmung finden [3].

VerpackV und Schadstoffe

Die VerpackV regelt auch die Konzentration von Schadstoffen, wie beispielsweise Schwermetalle, die in Verpackungen enthalten sein können. Verpackungen oder Verpackungsbestandteile dürfen dementsprechend nur in Verkehr gebracht werden, wenn die Konzentration von Blei, Cadmium, Quecksilber und Chrom VI kumulativ 100 Milligramm je Kilogramm nicht überschreitet.

Darüber hinaus gilt auch nach der REACH-Verordnung Anhang XVII ein Verbot für das Inverkehrbringen bestimmter cadmiumhaltiger Produkte, wenn bei ihnen der Cadmium-Gehalt größer als 100 mg/kg (0,01 Massen-%) ist. Am wichtigsten sind diese Beschränkungen in Kunststoffprodukten, weil diese in großen Stückzahlen produziert und in Verkehr gebracht werden. Hierbei unterscheidet man, ob Cadmium zur Einfärbung bestimmter Stoffe und Gemische (zum Beispiel als Cadmiumsulfid oder -selenid) verwendet wird oder ob Cadmium

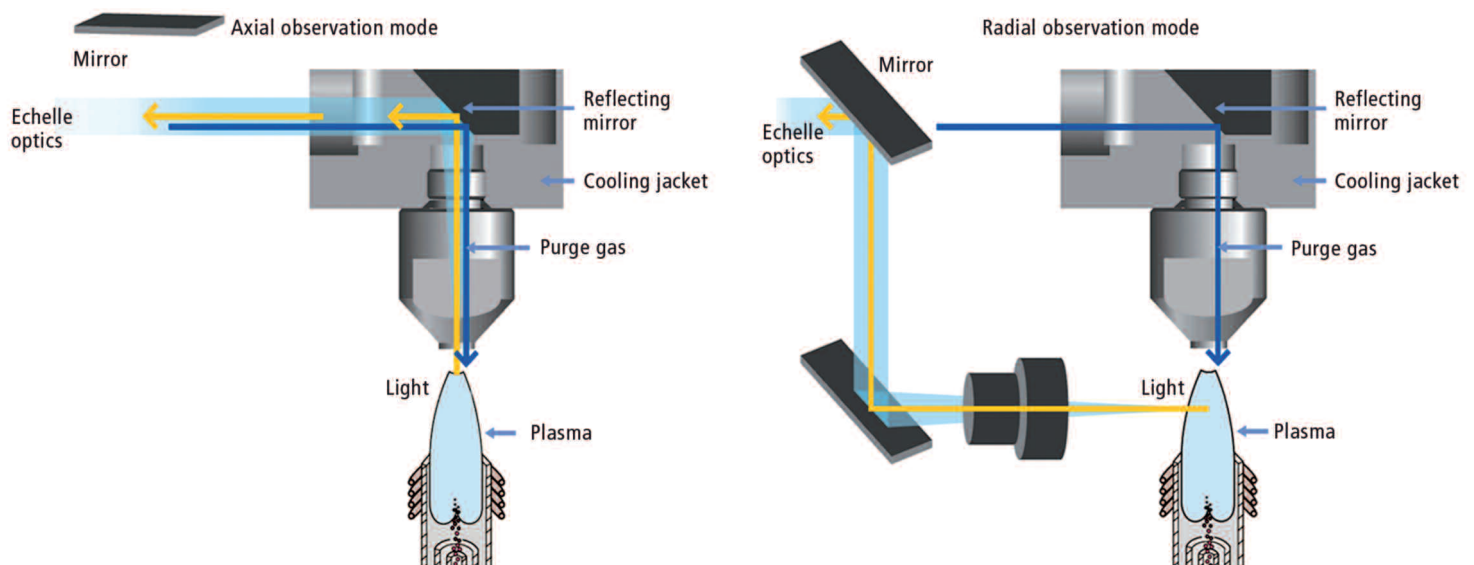


Abbildung 2: Die „Dual View“ Optik des ICP-OES Spektrometers ICPE-9820

Probe	BCR680				BCR681				
	Trockene Ver- aschung [mg/l]	Nassveraschung [mg/l]	Mikrowellen- Aufschluss [mg/l]	Referenzwert [mg/l]	Trockene Ver- aschung [mg/l]	Nassveraschung [mg/l]	Mikrowellen- Aufschluss [mg/l]	Referenzwert [mg/l]	*Nachweisgrenze [mg/l]
Cd	141	140	140	140,8	21,0	21,4	21,7	21,7	0,02
Pb	105	< 0,2	108	107,6	13,1	< 0,2	13,5	13,8	0,2
Cr	105	112	112	114,6	16,2	17,2	17,5	17,7	0,03
Hg	< 0,2	24,0	25,6	25,3	< 0,2	4,3	4,6	4,5	0,2
As	28	31	30	30,9	4	4	5	3,93	0,5

Tabelle 1: Verteilung der Elemente Pb, Cd, Hg und Cr in Polyethylen (Referenzmaterial BCR 681), *Nachweisgrenze bei Probenvorbereitung mit Verdünnung von 0,2 g/20 ml

als Stabilisierungsmittel (zum Beispiel Cadmiumstearat) für bestimmte Gemische oder Erzeugnisse aus Vinylchloridpolymeren oder -copolymeren verwendet wird. Der Zusatz als Farbstoff ist in fast allen Arten von Kunststoffen beschränkt, während die Zumischung als Stabilisator 13 Warengruppen aus Vinylchlorid(copolymeren (zum Beispiel PVC) betrifft, wie beispielsweise Verpackungsmaterial.

Rezyklierter Kunststoff für Lebensmittelverpackungen?

Besondere Aufmerksamkeit erregt immer wieder rezyklierter Kunststoff als Material für Lebensmittelverpackungen, wie etwa PET-Flaschen. Dazu hat die Kunststoffexpertengruppe des Bundesinstituts für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin erklärt:

Die gesetzlichen Regelungen für Bedarfsgegenstände sind auch für werkstofflich rezyklierten PET-Kunststoff anzuwenden. Aufgrund der möglichen missbräuchlichen Nutzung und des in der Regel inhomogenen Eingangsmaterials sind jedoch zusätzliche Qualitätssicherungsmaßnahmen erforderlich. Das Eingangsmaterial für den werkstofflichen Recyclingprozess sollte sich zu mindestens 99 % aus ursprünglichem 'Food-grade'-PET zusammensetzen. Der angewandte Recyclingprozess muss in der Lage sein, migrationsrelevante Stoffe aus der Polymermatrix zu entfernen, die durch die Vorbenutzung vorhanden sein können. Die notwendige Reinigungseffizienz ist einmalig im Sinne eines „worst-case“-Szenarios unter Einsatz von Modellkontaminanten ('Surrogates') und unter Heranziehung einer Migrationsprüfung beziehungsweise -bewertung zu belegen. Zur Überwachung des

Produktionsprozesses ist eine adäquate Qualitätssicherungsanalytik unerlässlich. [4]

Mit Spektroskopie, Chromatographie, Massenspektrometrie und Materialprüftechnik bietet Shimadzu als einer der weltweit führenden Hersteller von Analysensystemen die gesamte Hardware und Software zur sicheren Bestimmung gefährlicher Substanzen und Identifizierung der eingesetzten Materialien.



Abbildung 3: ICP-OES Spektrometer ICPE-9820

Schwermetalle qualitativ und quantitativ bestimmen

Für die schnelle Bestimmung von Schwermetallen in Kunststoffen aus Lebensmittelverpackungen ist die energiedispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse eine Methode der Wahl, Schwermetalle wie Cadmium im gewünschten Konzentrationsbereich qualitativ und quantitativ zu bestimmen. Die EDX-Serie von Shimadzu (EDX-7000/8000P) ermöglicht dabei die Untersuchung von Lebensmittelverpackungen wie Kunststoff-Folien, PET-Flaschen, Joghurtbechern aus Polystyrol und vieles mehr bis hinunter in den ppm-Bereich (Abbildung 1). Die Probe kann direkt im Probenraum positioniert werden; die teilweise aufwändige Probenvorbereitung entfällt komplett.

Die zu untersuchende Probe wird von unten mit energiereicher Röntgenstrahlung bestrahlt. Trifft sie dabei auf ein Atom, wird ein Elektron aus den untersten Energieniveaus der K- und L-Schale energetisch so weit angehoben, dass es seine Position verlässt. Das dadurch entstehende „Loch“ füllt sofort ein Elektron aus einer höheren Schale auf. Dieser Vorgang setzt Energie frei. Sie wird Sekundärenergie oder auch Röntgenfluoreszenz-Energie genannt.

Diese elementspezifische Fluoreszenzstrahlung entspricht im vorliegenden Beispiel der Energiedifferenz zwischen der K- oder L-Schale und der Schale der höheren Energieniveaus, aus denen das nachrückende Elektron stammt. Durch Kenntnis der Energieverhältnisse der einzelnen Elemente kann somit zuverlässig eine unbekannte Probe qualitativ analysiert werden: Die detektierte Röntgenfluoreszenz ist elementspezifisch.

Schwermetalle simultan bestimmen

Die simultane Bestimmung von Schwermetallen erfolgt mit ICP-OES Spektrometern, wie dem ICPE-9820 (Abbildung 3), die sich durch hohe Empfindlichkeit, einen weiten dynamischen Messbereich sowie hohen Proben-

durchsatz auszeichnen. Das ICPE-9820 mit CCD-Detektor (charge coupled device) ist mit einer Vakuum-Optik ausgestattet, die hinsichtlich Leistung, Geschwindigkeit und Verbrauchskosten neue Maßstäbe setzt.

Im ICPE-9820 werden die Kunststoffproben nach einem geeigneten Aufschlussverfahren in einem Argon-Plasma bei Temperaturen um 10.000 K verdampft und die freigesetzten Atome und Ionen werden durch den hohen Energieeintrag angeregt. Anschließend wird der angeregte Zustand wieder verlassen, wobei elementcharakteristische Energien (hier: Emission) freigesetzt werden.

Die emittierte Strahlung wird im optischen System verarbeitet und mit dem CCD-Detektor

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: 5.720 · Englisch: 4.510

© Copyright
Shimadzu Europa GmbH, Duisburg,
November 2016. Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion gestattet.

Windows ist Warenzeichen der Microsoft Corporation. ©2016 Apple Inc. Alle Rechte vorbehalten. Apple, das Apple Logo, Mac und Mac OS sind Warenzeichen von Apple.

gemessen, wobei das Emissionsspektrum (detektiert im Bereich von 167 bis 800 nm) Informationen von über 70 Elementen enthält, welche zur Quantifizierung herangezogen werden können. Diese quantitative Bestimmung der Elemente erfolgt gegen Kalibrationskurven aus Multielementstandards. Abbildung 2 (Seite 6) zeigt das optische System des ICPE-9820 in der „dual view“ Systemkonfiguration für die axiale und radiale Plasmabeobachtung.

Verschiedene Verfahren der Probenvorbereitung

Für die Probenvorbereitung stehen verschiedene Verfahren zur Verfügung. Eine weit verbreitete Variante ist der Mikrowellen-Aufschluss, der in mikrowellendurchlässigen Druckbehältern im Mikrowellenofen durchgeführt wird. Ein Beispiel ist die Behandlung der Proben mit einer Mischung aus konzentrierter Salpetersäure unter Zugabe von ein wenig Wasserstoffperoxid bei erhöhten Druck-Temperaturbedingungen. Daneben ist aber auch eine Nassveraschung beziehungsweise trockene Veraschung möglich, bei der die organischen Bestandteile einer festen Probe durch Abbrennen in einem Tiegel zerstört werden.

Die hier beschriebene Systemkonfiguration mit ICP-OES gibt einen aktuellen Überblick zum Stand der Technik bei der Bestimmung von Schwermetallen in Kunststoff-Verpackungen nach der Europäischen Verpackungsverordnung. Die aktuellen Konzentrationen der Einzelsubstanzen im homogenen Probenmaterial können stark variieren und sind nach Probenvorbereitung und Verdünnung einfach und schnell mit dem ICPE-9820 zu analysieren.

Kunststoffe identifizieren, inklusive Hauptkomponenten und Beimischungen

Für die Identifikation von Kunststoffen bietet die FTIR-Spektroskopie mit IRAffinity-1S in Kombination mit der ATR-Technik (abgeschwächte Totalreflexion) eine ideale Systemkonfiguration. Die Bestimmung von Polymeren

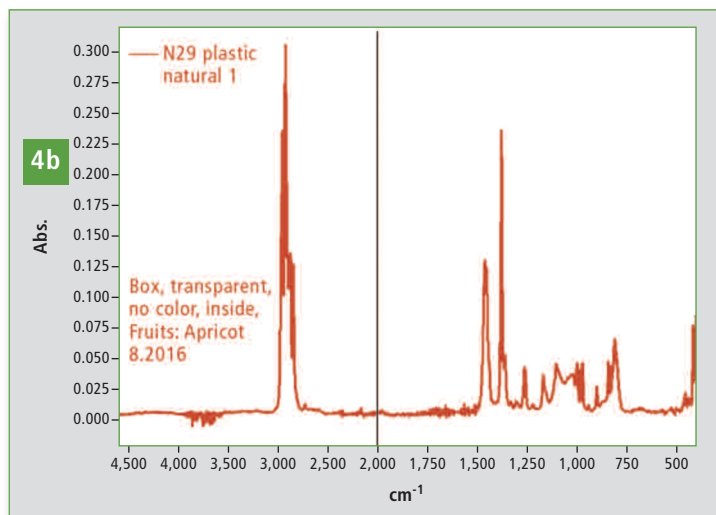
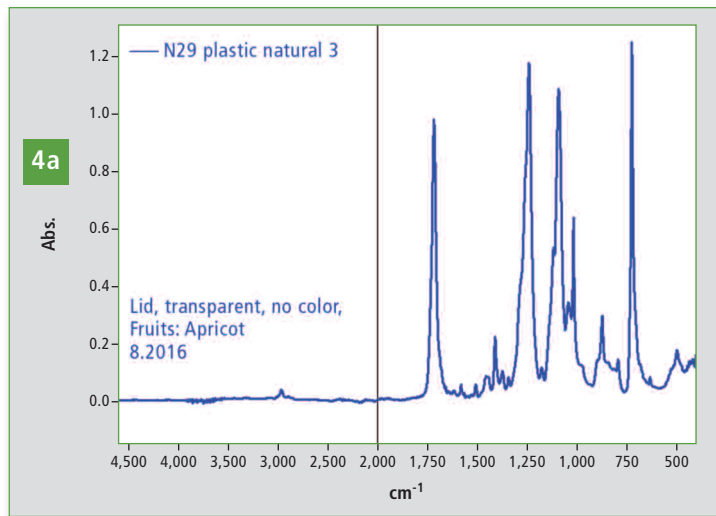


Abbildung 4: Gezeigt wird die Verpackung für Aprikosen – eine Schachtel mit Deckel und am Boden der Schachtel außen mit der Kennzeichnung Recycling 5 für Polypropylen. Der Boden der Schachtel ist aus Polypropylen gefertigt (IR-Spektrum Abbildung 4b). Der Deckel dagegen ist aus PET hergestellt (IR-Spektrum Abbildung 4a).

erfolgt mittels Diamant-ATR und erlaubt die eindeutige Bestimmung der Hauptkomponenten beziehungsweise auch die Identifikation von Beimischungen zum Beispiel Weichmachern, wobei dies abhängig von der Konzentration ist.

Betrachtet man PVC, ein in seiner Ausgangsform sehr harter und spröder Kunststoff, so braucht er Weichmacher, um geschmeidig zu werden. Weich-PVC dient zum Beispiel der Herstellung von Verpackungsfolien, die als Umverpackung von PET-Getränkefla-

schen eingesetzt werden. Im Handel findet man noch PVC-Folien an Frischetheken.

Der Einsatz des besonders kritischen, hormonwirksamen Weichmachers DEHP (gehört zu den Phthalaten) ist in Verpackungen für fetthaltige Lebensmittel allerdings verboten. In Lebensmittelverpackungen stellen Weichmacher ein Risiko für den Übergang von unerwünschten Stoffen in das Lebensmittel dar. Daher werden in der Lebensmittelindustrie weitere Kunststoffe wie zum Beispiel Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polycarbonat (PC), Polyethylenterephthalat (PET) verwendet.

Infrarotspektroskopie im Einsatz

Von ca. 30 untersuchten Lebensmittelverpackungen [Tabelle 1, Seite 7] aus Supermärkten aus den Niederlanden und Deutschland wurden PE, PP, PC und PET infrarotspektroskopisch untersucht. Die Verpackungen (transparent, farblos) wurden von der Außen- und Innenseite betrachtet. Bestanden die Verpackungen aus mehreren Bauteilen, wie Deckel, Flaschendeckel, oder Folieneinlagen zum Beispiel als Tamponage für Flüssigkeiten, wurden die Messungen um diese Bauteile erweitert. Es wurde außerdem erfasst, in welcher Form die Polymere von außen für den Verbraucher deklariert wurden.

Erstaunlich ist immer wieder, dass außen ein Polymer wie PP oder PET deklariert – und bei den Messungen gefunden wird – dagegen innen ein PE vorliegt. Wird dies nicht eine echte Herausforderung für die Recyclingindustrie werden?

Die Probenmessung mit dem FTIR Spektrometer erfolgt zerstörungsfrei und ohne Zeitaufwand. Insbesondere der Vergleich des IR-Spektrums der aktuell gemessenen Kunststoffprobe mit umfangreichen Spektrenbibliotheken erlaubt, das Material zu identifizieren. Darüber hinaus ist eine klare Aussage möglich, ob es sich um eine Reinsubstanz, eine Produktmischung oder gar um ein Recyclat handelt. Bei dieser Unter-

Probe	Ort der Markierung	Recycling-Symbol	Identifikation mit FTIR I		
			Behälter, Becher, Schale	Deckel	Folie, Kleber, Tamponage
Nr: Lebensmittel			Behälter, Becher, Schale	Deckel	Folie, Kleber, Tamponage
02: Fleisch	Behälter außen	1 PET	PE, PET	kein	PP, PE
03: Fleisch	Behälter außen	1 PET	PE, PET	kein	PP, PE
04: Hühnerfleisch	Behälter außen	1 PET	PE, PET	kein	PP, PE
05: Eierpappe	Behälter	1 PET	PET	kein	kein
06: Hühnerfleisch	—	—	PS	kein	PET plus
07: Erdbeeren	Behälter außen	1 PET	PET	PET	PE, PE+ Resine
08: Lachs/Eier-Salat	Behälter außen	1 A-PET	PET	PET	PET plus
09: Weintrauben	Behälter außen	1 PET	PET	PET	kein
10: Würstchen	—	—	PE, PET	kein	PE, PET, Stärke
11: Nüsse	Behälter außen	1 PET	PET	PET	PET
12: Becher für Wein, Einweg	—	—	PS	kein	PP
13: Käsescheiben	—	—	PET	kein	PET
14: kleine Kuchen	—	—	PS	PET	PP
15: mini Waffeln	Behälter außen	1 PET	PET	kein	PP
16: Wasser mit Geschmack	—	—	PET	PE, PE plus	kein
17: Plätzchen	Behälter außen	05 PP	PP	kein	kein
18: Becher, Einweg	Becher außen	05 PP	PP	kein	kein
19: Becher, Einweg	Becher außen	06 PS	PS	kein	Kein
21: Wurstinlet	—	—	kein	kein	Zellulose
22: Biofolie	—	—	kein	kein	PE, PET
23: Süßigkeit, Weingummi	Folie	Symbol	kein	kein	PP plus
24: Äpfel	Behälter schwarz	Symbol	PS	kein	PVC
25: Süßigkeit, Weingummi, sauer	Folie	5 PP	PP	PP, PP plus Wasser?	
26: Bio-Brot	—	—	kein	kein	PP
27: Brot	—	—	kein	kein	PP
28: Tomaten	—	—	PET	PET	
29: Aprikosen	Behälter außen	5 PP	PP	PET	
30: Süßigkeit, Lakritz	Folie	05 PP	kein	kein	PP
31: Früchte, Selbstbedienung	—	—	kein	kein	PE
32: Johannisbeeren	Behälter außen	PET	PET	PET	kein

Tabelle 2: Verpackungsmaterial transparent, farblos und die infrarottechnisch identifizierten Hauptpolymere, die in den Verpackungen gefunden wurden

suchung werden nur die Oberflächen berücksichtigt, die mit der Eindringtiefe der Infrarotstrahlung von bis zu 2 µm wechselwirken konnten.

Betrachtet man in Tabelle 2 die identifizierten Polymere, die Deklaration der Polymere und die verpackten Lebensmittel, so ist zu

erkennen, dass jedes Polymer überall eingesetzt wird. Es kann keine Tendenz gefunden werden. Bei dieser Art von Verpackung bestimmen die Optik, die Wertigkeit und letztendlich der Preis die sogenannte „Machart.“ In diesem Querschnitt an gefundenen Polymeren war keine PVC-Folie identifiziert worden.

Zusammenfassung

Die Bestimmung von Lebensmittelverpackungen aus Kunststoff erfordert eine sorgfältige Qualitätssicherungsanalytik mit EDX-, ICP-OES- und FTIR-Spektrometrie. Bei der Untersuchung von transparentem Verpackungsmaterial mit FTIR-ATR-Technik zeigt sich allerdings, dass die Deklaration der Kunststoffe mit dem entsprechenden Recyclingsymbol nicht immer eindeutig ist. So wurden in einigen PET- und PP-Proben weitere Kunststoffe identifiziert. Solche Mischungen stellen hohe Anforderungen an die Recycling-Industrie. Weitere Untersuchungen mit ergänzenden Analysemethoden zu diesem Thema sollen Aufschluss darüber geben und zu einer Komplettlösung führen – unter Einbeziehung von farblosem und gefärb-

tem Material bis hin zu schwarzen Kunststoffen.

Literatur

- [1] Umweltbundesamt, Abfall- und Kreislaufwirtschaft – Verpackungsabfälle 2/2016
- [2] Verordnung über die Vermeidung und Verwertung von Verpackungsabfällen (Verpackungsverordnung – VerpackV), 2014
- [3] EEA Report, Managing municipal solid waste, ISSN 1725-9177, 2/2013
- [4] Gesundheitliche Beurteilung von Kunststoffen im Lebensmittelverkehr: Stellungnahme der Kunststoffkommission des Bundesinstituts für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin zur Verwendung von Kunststoffherzeugnissen für Mehrweganwendungen und von Kunststoff-Recyclaten für die Herstellung von Lebensmittelbedarfsgegenständen, Bundesgesundheitsblatt, 1995, 38, 73



FTIR-Spektrometer IRAffinity-1S

Zwei Technologien, ein System – HPLC plus UHPLC

Nexera-i MT – Methodentransfer
leicht gemacht



In den letzten Jahren hat sich der Fokus verschoben, hin zum Einsatz von UHPLC-Geräten sowie Säulen mit kleinen Partikelgrößen. Mit ihnen lassen sich schnellere und bessere Analysemethoden entwickeln und damit Effizienz und Durchsatz steigern, insbesondere im Bereich der Forschung und Entwicklung.

Im Gegensatz dazu handelt es sich bei vielen Analysemethoden in Labors der Qualitätskontrolle um konventionelle HPLC-Verfahren – einschließlich solcher in Arzneibüchern. Diese HPLC-Verfahren auf UHPLC zu übertragen und

die neuen Methoden zu überprüfen, ist zeitraubend und arbeitsintensiv.

Das Nexera-i MT bietet zwei analytische Flusslinien mit unterschiedlichen Systemvolumina in einem einzigen kompakten LC-System.

Durch automatisches Umschalten führt das Nexera-i MT nahtlos HPLC- wie auch UHPLC-Analysen durch, wobei das relative Trennmuster durch eine automatische Kompensation hinsichtlich der Unterschiede im Systemvolumen erhalten bleibt.



Abbildung 1: Nexera-i MT-System

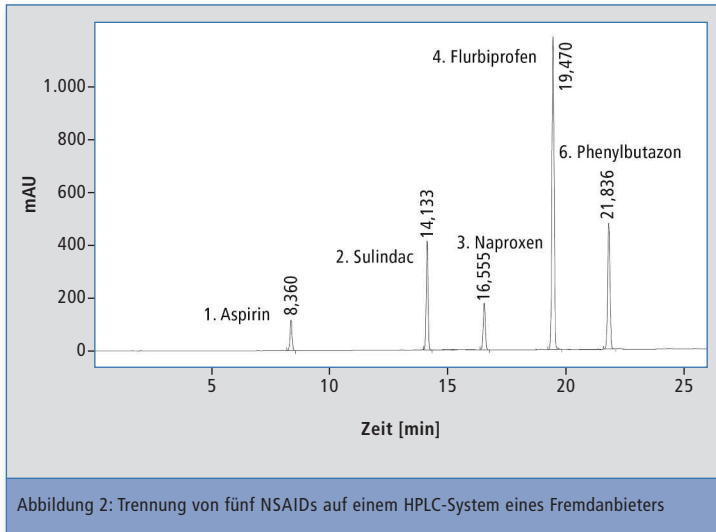


Abbildung 2: Trennung von fünf NSAIDs auf einem HPLC-System eines Fremdanbieters

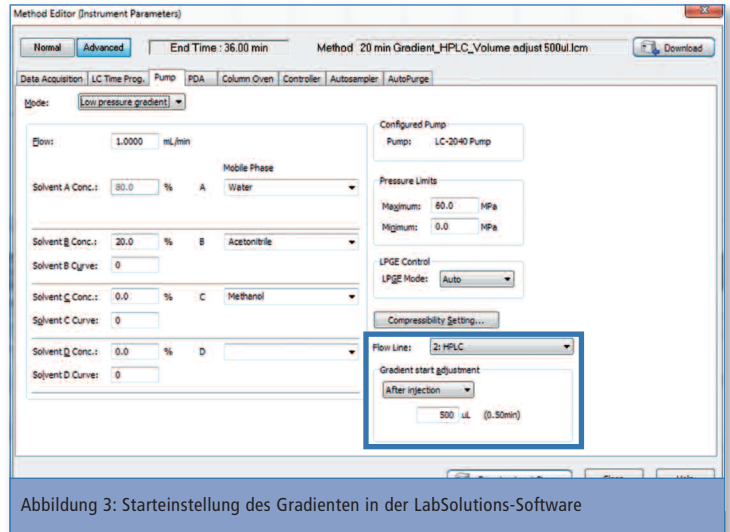


Abbildung 3: Starteinstellung des Gradienten in der LabSolutions-Software

Folglich erreicht das Nexera-i MT eine außerordentliche analytische Reproduzierbarkeit, wenn von Systemen mit großem Volumen auf eines mit kleinerem Volumen umgeschaltet wird, oder umgekehrt.

Die gleiche Technologie erlaubt es dem Nexera-i MT auch, jede bekannte HPLC- oder UHPLC-Methode auf konkurrierende Geräteplattformen anzupassen. Dabei ist es nicht notwendig, die Verbindungen zu berücksichtigen und sorgfältig anzupassen, um identische Systemvolumina unter den Geräten zu erzielen.

Nexera-i MT bietet weitere Hilfsmittel, um die Übertragung vorhandener HPLC-Methoden zu schnelleren UHPLC-Analysen zu erleichtern.

Dabei wird eine übergreifende Kompatibilität zwischen früheren und neuen neuen Technikbedingungen sichergestellt.

Das Gerät lässt sich auch für eine schnelle Methodenentwicklung im UHPLC-Modus einsetzen und wandelt sie mit einem einfachen Konvertierungsprogramm nahtlos in HPLC-Methoden für einen breiteren Anwendungsbereich um.

Zwei unabhängige Arbeitsabläufe

Das Nexera-i MT zeichnet sich durch zwei unabhängige Flusslinien aus, einer für die UHPLC- und ein anderer für die HPLC-

Analyse. Die jüngst entwickelte ACTO-Technologie (Analytical Conditions Transfer and Optimization) minimiert den Einfluss, den Unterschiede im Systemvolumen auf die Analyseergebnisse haben können.

Zusätzlich lässt sich mit Hilfe der Nexera-i MT die Betriebseffizienz maximieren, indem Effizienz und Qualität der Methodenentwicklung verbessert und Transfer zu anderen System deutlich vereinfacht wird. Es wird nicht länger für jede Technik ein eigenes Gerät benötigt, sondern ein einziges reicht aus, um HPLC- und UHPLC-Analysen ablaufen zu lassen. Als Beispielanwendung zeigt Abbildung 2 eine Analyse von fünf nicht-steroiden entzündungshemmenden Arzneimitteln (NSAID) auf einem konventionellen HPLC-System eines anderen Herstellers.

Methodenbedingungen:

Säule:
ACE Excel 3 SuperC18
150 x 4,6 mm (ACT)

Mobile Phase:
A: 0,1 % Ameisensäure in H₂O
B: 0,1 % Ameisensäure in MeCN

Gradientenprogrammierung	
Zeit	% B
0	20
20	70
25	70

gefolgt von 11 min Reequilibrationszeit (20 % B); 36 min Laufzeit

Flussrate: 1 ml/min
Temperatur: 40 °C
Nachweis bei: 254 nm
Probe: 0,6 mg Aspirin, 0,1 mg Sulindac und 0,2 mg Naproxen, Flurbiprofen, Phenylbutazon in 1 ml Acetonitril/Wasser (50:50 v/v)

Methodenübertragung auf ein anderes System

Falls das HPLC-System, das für Entwicklung und Anwendung dieser Methode genutzt wurde, ersetzt werden muss, und ein gleiches nicht länger verfügbar ist, wird es problematisch, die Methode auf ein anderes System zu übertragen mit abweichenden Leistungsparametern und geändertem Systemvolumen.

Dies könnte in einem komplett anderen Verfahren enden, das zukünftig Ergebnisse erbringen wird, die mit den vorangegangenen Daten nicht vergleichbar sind.

Wer andererseits ein etabliertes Gerät anschafft, um die methodischen Bedingungen beizubehalten, verpasst die Gelegenheit, die aktuellste Ausstattung zu erhalten, die auch dann genutzt werden könnte, wenn eine effizientere, schnellere (UHPLC-)Methode benötigt wird.

In diesem Falle erweist sich das Nexera-i MT-System als ideale Lösung – eine Ausrüstung auf dem neuesten Stand der Technologie, mit einer Druckbeständigkeit bis zu 660 bar, einer Selbstüberprüfungsfunktion, einer

Touch-Panel-Kontrolle sowie der Fähigkeit, die zuvor verwendeten Methoden der HPLC-Analyse exakt zu reproduzieren.

Um diese Eigenschaften zu verdeutlichen, wurde die in Abbildung 2 gezeigte Analyse auf ein Nexera-i MT-System übertragen. Die methodischen Bedingungen blieben gleich, wohingegen eine kleine Differenz im Systemvolumen der beiden Instrumente berücksichtigt und mit Hilfe der Gerätesoftware korrigiert wurde (Abbildung 3).

Mit Hilfe der ACTO Funktion und exakt den gleichen Analysebedingungen inklusive Säule und Probe konnte das Chromatogramm nahezu identisch reproduziert werden (Abbildung 4a, 4b, Seite 12).

Der implementierte Methodentransferrechner steigert die Effizienz per Mausclick

Mit dem Methodentransferrechner in der LabSolutions-Software konnte das Verfahren leicht auf die UHPLC Flusslinie umgeschaltet werden. Die Analysezeit wurde um 19 min auf eine Gesamtlaufzeit von 7 min (Abbildung 4c, Seite 12) reduziert.

Um diese Form der Effizienzsteigerung durchzuführen, ist kein Expertenwissen notwendig. Die ACTO-Funktion innerhalb der LabSolutions ist ein leicht zu bedienendes Interface, ▶

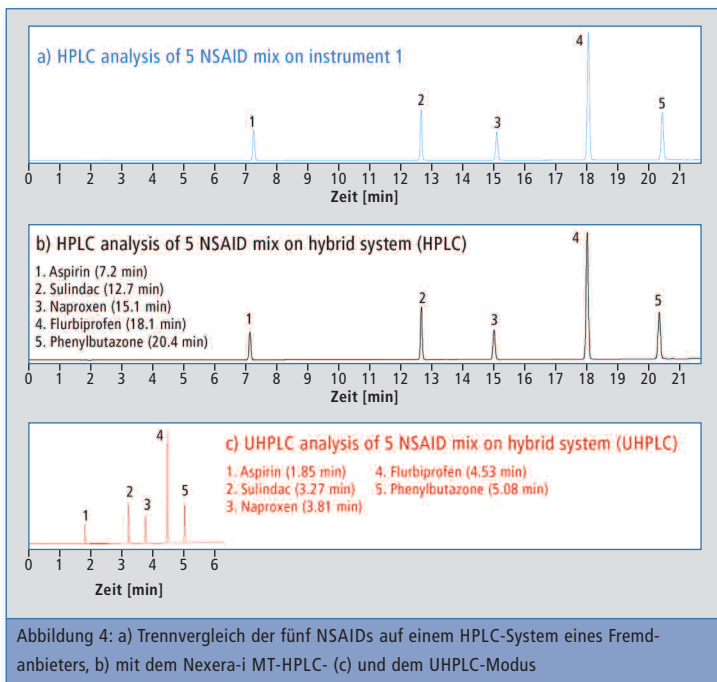


Abbildung 4: a) Trennvergleich der fünf NSAIDs auf einem HPLC-System eines Fremd-anbieters, b) mit dem Nexera-i MT-HPLC- (c) und dem UHPLC-Modus

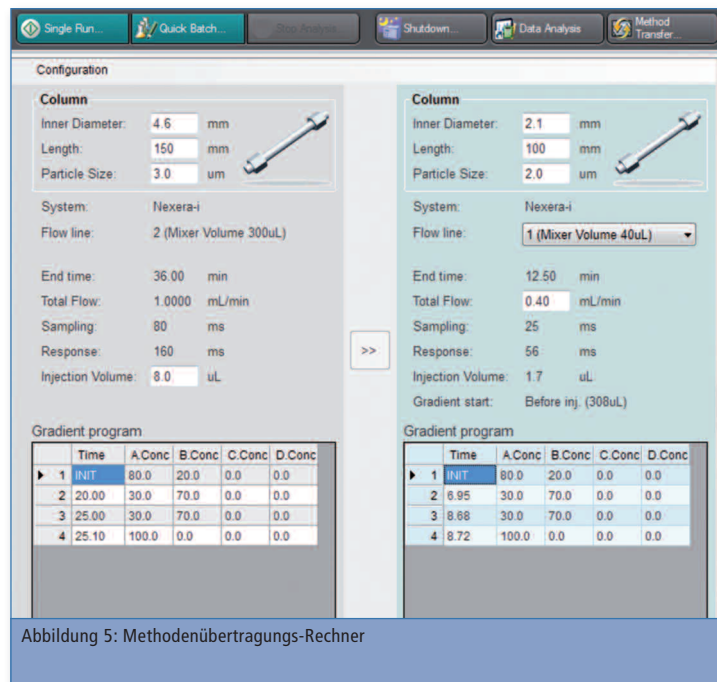


Abbildung 5: Methodenübertragungs-Rechner

das alle notwendigen Schritte per Mausclick anbietet. Es reicht aus, die ausgewählte HPLC-Methode zu öffnen und Methodentransfer im Anwender-Interface auszuwählen (Abbildung 5). Originale und neue Methodenparameter, inklusive der Säulendimensionen und Flussrate, lassen sich eingeben, und die Software berechnet auto-

matisch das neue Gradientenprofil sowie die Methodenparameter und integriert sie in eine neue UHPLC-Methode, die über die UHPLC-Flusslinie im System läuft.

Die Kombination des Nexera-i MT-Systems mit LabSolutions und das vereinheitlichte grafische Anwender-Interface nebst Soft-

ware erlauben eine intuitive Bedienung, unabhängig vom Erfahrungshintergrund des Anwenders. Und: Wo eine andere CDS verwendet wird, ermöglichen es verfügbare Softwaretreiber, die speziellen Nexera-i MT-Eigenschaften zusammen mit Softwarepaketen der meisten anderen Hersteller zu nutzen.

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
www.shimadzu.eu/nexera-i-mt



APPLIKATION

Neu – Application Handbook Liquid Chromatography

HPLC-, UHPLC- und SFC Systeme sind zur quantitativen Analyse von Substanzen geeignet, die in Form von Gemischen mit unterschiedlichen Inhaltsstoffen vorliegen. Die Zielsubstanzen werden dabei voneinander getrennt und bestimmt.

große Auswahl anwendungsspezifischer Systeme an, wie automatische Probenvorbereitungssysteme zur Analyse von Aminosäuren oder eine online-Probenerfassung zur Quantifizierung von Pestizidrückständen in Nahrungsmitteln oder Bodenproben.

Die Verfahren werden eingesetzt, um Einzelkomponenten aus Proben abzutrennen, die verschiedene Analyte in unterschiedlichen Matrizes enthalten, quantitativ oder qualitativ zu bestimmen oder zu reinigen. Shimadzu bietet eine

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
Download: Application Handbook Liquid Chromatography





GC-Pioniere der ersten Stunde

60 Jahre Gas-Chromatographie



Mit 120 kg noch ein „Sumo-Ringer“ unter den GCs, war von Probeneingabe, Trennung, Detektion bis hin zur Chromatogramm Auswertung alles inklusiv in einem Gehäuse: Der GC-1A war der erste Gas-Chromatograph Japans, 1956 entwickelt von Shimadzu, nur vier Jahre nachdem der Engländer A.J. Martin mit dem Nobelpreis für seine grundlegenden gas-chromatographischen Arbeiten ausgezeichnet wurde, die er mit seinem Kollegen A.T. James durchführte.

Mit dem GC-1A trug Shimadzu das Erbe der Gründerfamilie weiter, aus deren Mitte mit Genzo Shimadzu Junior einer der zehn wichtigsten, vom damaligen Kaiser ausgezeichneten, Erfinder Japans kommt. 2016 feiert Shimadzu sein 60-jähriges GC-Jubiläum. Als Wegbegleiter in der über 140-jährigen Unternehmensgeschichte von Shimadzu hat die Chromatographie zahlreiche Meilensteine gesetzt, die heute zu technischen Standards geworden sind und dem Verbraucherschutz, Umweltschutz und Produktschutz dienen.

Bedeutende analytische Technik

Die Gas-Chromatographie hat sich seit ihrer kommerziellen Einführung zu einer bedeutenden analytischen Technik entwickelt; heute sind zehntausende Anlagen in allen Bereichen industrieller und pharmazeutischer Entwicklung im Einsatz, in der Grundlagenforschung, der Umweltforschung sowie der Qualitätskontrolle.

„Der Gesellschaft zu nützen durch Wissenschaft und Technologie“ ist die zentrale Philosophie von Shimadzu. Dazu zählt auch, beste-

hende Technologien stets weiterzuentwickeln, Möglichkeiten auszuloten, bisherige technische Grenzen zu überschreiten. Das hat Shimadzu zu einem Marktführer gemacht und zu einer festen Größe in Wissenschaft und Industrien.

GC-Meilensteine: Hard- und Software, Zentralsysteme, Detektoren und Zubehöre

Vieles, was heute in der GC technisch etabliert ist, wurde mitunter durch Meilensteine in Hard- und Software erreicht. Zwischen dem ersten GC-1A und dem heutigen ultra-modernen, universellen Tracera-System mit seinem neuartigen BID-Detektor (Barrier Ionisation Discharge), der bis auf Helium und Neon alle Substanzen nachweisen kann, liegen zahlreiche Weltneuheiten, Leistungssprünge und Innovationsschübe, die technische und wirtschaftliche Trends und Standards gesetzt haben.

- Mit der GC-3 Serie stellte Shimadzu den ersten Mini-GC vor als Entwicklungsergebnis, Geräte zu verkleinern
- Der GC-4A macht den Schritt von der isothermen zur temperaturprogrammierten Chromatographie, was die Trennung komplexerer Substanzgemische in erheblich kürzerer Zeit erlaubt. Der GC-4A setzt den patentierten Dual-Flow-Betrieb zweier gepackter Säulen erstmalig um

Einführungsjahr	Modellname
1956	GC-1A
1966	GC-4A
1981	GC-8A
1988	GC-14B
1992	GC-17A
2000	GC-2010
2004	GC-2014
2009	GC-2010 Plus
2010	GC-2025
2013	Tracera

Tabelle 1: Die Geschichte der Gas-Chromatographie von Shimadzu



Tracera verknüpft das GC-2010 Plus mit einem BID-Detektor

- Mit der GC-3 Serie stellte Shimadzu den ersten Mini-GC vor als Entwicklungsergebnis, Geräte zu verkleinern
- Der GC-4A macht den Schritt von der isothermen zur temperaturprogrammierten Chromatographie, was die Trennung komplexerer Substanzgemische in erheblich kürzerer Zeit erlaubt. Der GC-4A setzt den patentierten Dual-Flow-Betrieb zweier gepackter Säulen erstmalig um
- Mit der GC-3 Serie stellte Shimadzu den ersten Mini-GC vor als Entwicklungsergebnis, Geräte zu verkleinern
- Der GC-4A macht den Schritt von der isothermen zur temperaturprogrammierten Chromatographie, was die Trennung komplexerer Substanzgemische in erheblich kürzerer Zeit erlaubt. Der GC-4A setzt den patentierten Dual-Flow-Betrieb zweier gepackter Säulen erstmalig um
- Mit dem Integrator C-1A beginnt die automatische Chromatogramm-Auswertung
- Der GC-8A ist der erste asbestfreie GC. In Verbindung mit dem Autosampler AOC-8A sind automatische Probemessungen in Sequenzen möglich.
- GC-9A und 14B bereiten den Siegeszug der Kapillar- gegenüber der Gepackt-Säulenchromatographie. Jetzt sind Trennungen komplexer Gemische in besserer Auflösung und in viel kürzerer Zeit möglich
- Der GC-9A ist der erste mit Kopplung zu einem Massenspektrometer. Neben quantita-

tiver Auswertung erlaubt das Massenspektrometer die Identifizierung unbekannter Komponenten und bringt neue wissenschaftliche Erkenntnisse in Umwelt-, Pharma-, und Materialforschung

- Mit dem GC-17A sind Gasdrücke und Flüsse elektronisch regelbar und können über Fluss- und Druckprogramme geändert werden
- Der GC-2010 setzt langfristig den Maßstab bezüglich Nachweisgrenzen. Bis heute ungeschlagen ist seine herausragende Reproduzierbarkeit



- Die LabSolution Software mit selbsterklärender Bedienung der GC-Kontrolle und neuartigen Diagnostikfunktionen machen die Gas-Chromatographie für alle zugänglich
- Die Modelle GC-2014 und GC-2025 für die Routine-Analytik sind verlässlich und robust, dabei äußerst ökonomisch.

Der GC-2025 ist der erste aus RoHs-kompatiblen Teilen und voll recycelbar.

- Aktuellste Entwicklung ist der Tracera mit neuartigem BID-Detektor – die innovative Technologie zur Erzeugung eines Helium Plasmas verbindet Empfindlichkeit mit bis dato unerreichter Robustheit und Lang-

zeitstabilität, wodurch sich ganz neue Möglichkeiten in der Spurenanalytik erschließen.

Breit aufgestelltes GC-Angebot

Heute bestimmen Routine- wie High-End-Geräte das Produktangebot von Shimadzu – von kleinen, vielseitigen Systemen, über höchstempfindliche und hochproduktive, bis hin zu Geräten, die technologisch Neuland beschreiten, etwa dem multiplen Heart-Cut. Zahlreiche Detektoren runden das Bild ab, auch hier mit neu und weiterentwickelten Technologien, etwa dem Helium-Ionisationsdetektor BID.

Systemlösungen, wie Detektor-Switching oder-Splitting, Backflushing oder Autosampler geben den Nutzern maßgeschneiderte, aber auch flexible Einsatzmöglichkeiten. 60 Jahre GC-Entwicklung von Shimadzu stehen für den Anspruch, auch weiterhin mit Innovationen und neuen Entwicklungen den Horizont für die GC-Analytik ständig zu erweitern.

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
www.shimadzu.eu/60-years-gc



Technologietreiber und Marktführer

60 Jahre IR: technologische Meilensteine

Seit Mitte des 20. Jahrhunderts ist die Spektroskopie einer der Wachstums- und Reputationstreiber innerhalb der Instrumentellen Analytik von Shimadzu. Know-how, technologische Kompetenzen und Innovationskraft haben Shimadzu in eine Führungsposition der Spektroskopie gebracht. Die Aktionen rund um den 60. Jahrestag der IR-Historie nahmen ihren Anfang im September 2016 anlässlich der JASIS-Konferenz in Tokio, Japan.

Anfänge der Spektroskopie wurden schon im 17. Jahrhunderts dokumentiert. Sir Isaac Newton verwendete als Erster den Begriff Spektrum, um die Farben des Regenbogens zu beschreiben, deren Kombination Weißlicht erzeugt. Im Verlauf des frühen 18. Jahrhunderts machte Joseph von Fraunhofer experimentelle Fortschritte mit dispersiven Spektro-

metern, die der Spektroskopie den Weg zu einer genaueren und quantitativen wissenschaftlichen Methode ebneten.

Die IR-Spektroskopie als Wissenschaft tauchte um 1800 durch die Arbeit von Sir William Herschel auf. Frühe IR-Geräte basierten auf Prismen oder Gitter-Monochromatoren.

Albert Michelson erfand 1881 das Interferometer. Dieses Arbeitsprinzip findet sich auch heute noch in den modernen Spektrophotometern.

Das erste Zweistrahl-IR-Spektrophotometer mit Selbstregistrierung

In der ersten Hälfte des 20. Jahrhunderts machte Shimadzu unter der Leitung von Genzo Shimadzu Jr. einen Wachstumssprung. Genzo Shimadzu besaß das seltene Talent eines ausgezeichneten Erfinders, und das Unternehmen entwickelte sich zum Technologieführer synchron mit der aufstrebenden Wissenschaft.

Vor diesem Hintergrund entstand das erste selbst-registrierende



Zweistrahlinfrarot-Spektrophotometer: das AR-275. Das Gerät wurde 1956 eingeführt und war sogar für den Export nach Übersee ausreichend robust.

Im Verlauf dieses Entwicklungsprozesses ergaben sich einige technische Herausforderungen: die Herstellung großer künstlicher Steinsalzkristalle von hoher Qualität sowie die Empfindlichkeit und Reaktionsfähigkeit des als Detektor eingesetzten Thermoelements.

Eine der Lehren in diesem frühen Stadium bestand in der Entwicklung und Verwendung eines eigenen Thermoelements, da die ursprünglich eingesetzte Komponente ein unbefriedigendes Vakuum hatte.

1959 wurde die IR-27-Plattform auf den Markt gebracht. Diese zweite Generation der Zweistrahlselbstregistrierungs-Spektrophotometer war erheblich kleiner als das Stand-alone AR-275 und war als Tischgerät konzipiert.

Das Abschlussmodell dieses Segments war das 1965 eingeführte IR-27G. Mit einem Gewicht von 130 kg handelte es sich um ein schweres und sperriges Gerät, das einen sehr stabilen Tisch benötigte.

Kurzer Überblick über die technologischen Meilensteine

Das AR-275 markierte den Beginn einer überragenden Serie von Infrarot-Produkten, die sechs Dekaden voller Innovationen umspannten. Einige der wichtigsten Meilensteine von Shimadzu in den vergangenen 60 Jahren umfassen:

- **1965: IR-27G** Erstes dispersives Tischgerät
- **1981: IR-435** Erstes Gerät mit Rechner. Am Übergang zum Computerzeitalter ebnete das IR-435 den Weg von analog nach digital
- **1984: FTIR-4000** Erstes Fourier-Transformations-Infrarot-Spektrophotometer, das durch die sich rasch entwickelnde Computertechnologie möglich gemacht wurde. Das FTIR senk-



AIM-9000 – Automatisiertes Fehleranalyseesystem mit einzigartigem Konzept für die Mikroprobenanalyse

te die Schwelle für den Einsatz von IR-Spektrophotometern, und Messungen konnten nun in Sekunden durchgeführt werden. Neue Einsatzfelder wurden möglich, darunter Fremdstoffanalysen, Identifizierung funktioneller Gruppen und quantitative Analysen

Einführungsjahr	Modellname
1956	AR-275
1959	IR-27
1964	IR-27C
1965	IR-27G
1970	IR-400, IR-450
1974	IR-430
1977	IR-410
1978	IR-408, IR-420, IR-440
1981	IR-435
1984	IR-4000
1986	IR-460, FTIR-4100
1987	FTIR-4100, FTIR-4300
1988	IR-470
1990	IR-8100, FTIR-8100M
1991	FTIR-8500
1992	IRG-8000
1993	FTIR-8200, FTIR-8200D, FTIR-8600
1994	FTIR-8100A, FTIR-8200A, FTIR-8200PC, FTIR-8600PC, µIR-8000
1997	FTIR-8300, FTIR-8700
2000	FTIR-8400, FTIR-8900
2002	FTIR-8400S, IRPrestige-21
2008	IRAffinity-1
2013	IRTracer-100, IRAffinity-15

Tabelle 1: Die Geschichte der Infrarot-Spektrophotometer von Shimadzu

- **1990: FTIR-8100** Erstes FTIR mit Dynamic Alignment. Die Nachfolgenerationen zeichneten sich durch die neue, PC-geeignete „IRsolutions“-Software von Shimadzu aus
- **2002: IRPrestige-21** Erstes FTIR mit mittlerem nah/fernem Infrarot-Messbereich und der Flexibilität, den fernen (DLATGS-Detektor) und den nahen Infrarot-Messbereich (InGaAs-Detektor) zu addieren
- **2008: IRAffinity-1** Neuer Maßstab für Einsteigergeräte mit erstklassiger Leistung
- **2013: IRTracer-100** Erstes FTIR mit schneller Scan-Funktion und der LabSolution Software-Plattform

In Richtung Zukunft

Shimadzu hat in diesem Jubiläumsjahr zuletzt das AIM-9000 FTIR-Mikroskop und Fehleranalyseesystem als Nachfolger des AIM-8800 eingeführt.

Das AIM-9000 ist als FTIR-Mikroskop für alle Anwender vorgesehen. Alle wichtigen Schritte zur Mikroprobenanalyse wie Überwachung, Messung und Analyse sind hochgradig automatisiert, was dieses System auch für wenig erfahrenes Bedienpersonal geeignet macht. In Kombination mit dem IRTracer-100 bietet ein AIM-9000

ein außergewöhnliches S/N-Verhältnis von 30.000/1, und es gibt zahlreiches Zubehör für viele unterschiedliche Anwendungsprofile.

Die IR-Geschichte von Shimadzu umfasst verschiedene technologische Epochen. Heute beinhaltet das Spektroskopie-Portfolio von Shimadzu Software- und Hardware-Lösungen, wie zum Beispiel für UV-VIS-, FTIR- und Fluoreszenz-Spektrophotometer, Mikroskopsysteme, Energie-dispersive Röntgenfluoreszenz-Spektrometer, Atomabsorptionssysteme (AAS) und ICP-OES- sowie ICP-MS-Geräte. Einen vollständigen Überblick über die historischen Infrarot-Spektrophotometer und deren Markteinführung zeigt Tabelle 1.

In den vergangenen sechs Dekaden ist die Gesamtzahl der Shimadzu Infrarot-Spektrophotometer auf mehr als 20.000 Geräte weltweit gestiegen, was die Führungsrolle von Shimadzu in der Spektroskopie unterstreicht.

Weitere Informationen zu diesem Beitrag: www.shimadzu.eu/60-years-ir





Coenzym Q₁₀ – Analyse eines Sensibelchens

Analyse von instabilen Verbindungen mittels online-SFE-SFC

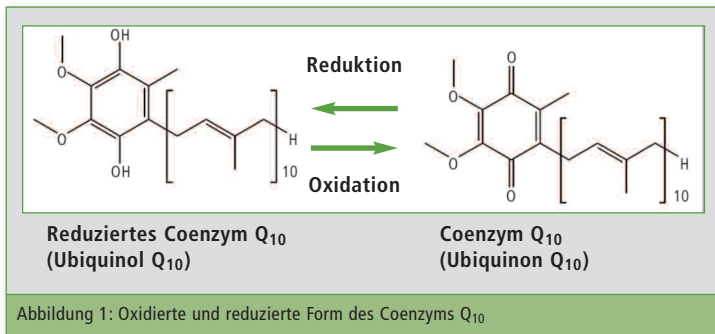


Abbildung 1: Oxidierte und reduzierte Form des Coenzym Q₁₀

Freie Radikale, also kurzlebige Molekülfragmente aus Sauerstoff, stehen im Verdacht, für Alterungsprozesse verantwortlich zu sein, aber auch für Schäden an Zellen oder Enzymen. Die Zellen verfügen jedoch über eigene Abwehrmechanismen, um gegen freie Radikale vorzugehen. Solche Antioxidantien, die mit freien Radikalen reagieren, werden unter anderem durch die Nahrung aufgenommen, etwa Ascorbinsäure oder Coenzym Q₁₀, ein Vitamin-erwandter.

UV-Strahlung, Schadstoffe in der Luft oder Chemikalien führen im menschlichen Körper vermehrt zur Bildung hochreaktiver Sauerstoffverbindungen, sogenannte freie Radikale. Treten sie gehäuft auf, können sie für Zellschäden sorgen und andere Alterungserscheinungen, wie zum Beispiel

Faltenbildung. Sogar mit der Entstehung einer Reihe von Krankheiten werden freie Radikale in Verbindung gebracht – von Herz-Kreislauf-Erkrankungen bis zur Krebserkrankung.

Neben den oben genannten körpereigenen Antioxidantien können auch über die Nahrung aufgenommene Substanzen eine ähnliche Wirkung aufweisen. Bekanntestes Beispiel dafür sind sicherlich Vitamine oder deren Vorstufen. Auch das Coenzym Q₁₀ und dessen reduzierte Form, die strukturell mit den Vitaminen E und K verwandt ist, gehören dazu.

Neben seiner Eigenschaft als Antioxidans ist es durch seine einfache Oxidierbarkeit auch an wichtigen biochemischen Prozessen beteiligt, wie der Zellatmung. Wie kann man also eine so empfindliche und einfach umzuwandelnde Substanz sicher analysieren?

Superkritische Fluide zur schonenden Extraktion

Für oxidationsempfindliche Substanzen bietet die Analyse mittels überkritischen Kohlendioxids (CO₂) eine schonende Alternative zur klassischen Lösungsmittel-extraktion. Überkritische Fluide vereinen die Charakteristika von

Gasen und Flüssigkeiten: Sie haben eine niedrige Viskosität und diffundieren leicht – ähnlich den Gasen, sind aber auch gut löslich – ähnlich den Flüssigkeiten. Unter diesen Fluiden wird CO₂ am häufigsten für chromatographische Zwecke verwendet, da es neben seiner geeigneten physiko-chemischen Eigenschaften und einfachen Verfügbarkeit sehr inert, nicht toxisch und kostengünstig ist.

Bisher konnten Techniken wie die SFC (supercritical fluid chromatography) und SFE (supercritical fluid extraction) jedoch nur als einzelne Schritte einer Analyse eingesetzt werden. Die Geräte der neuesten Generation vereinigen nun die komplette Analyse von der Probenvorbereitung über die chromatographische Trennung bis hin zur Detektion in einem Gerät.

Durch die online-Kopplung von SFE und SFC werden manuelle Extraktions- und Überführungsschritte durch einen vollautomatisierten Prozess ersetzt. Dadurch verringert sich nicht nur der Zeitaufwand, auch manuelle Fehler werden vermieden, die zum Beispiel beim Umfüllen oder Pipettieren auftreten können.

Ein zusätzlicher Vorteil des abgeschlossenen Systems der online-SFE-SFC ist die schonende Probenhandhabung. Nach dem Einstellen in das Gerät können Proben nahezu ohne Zersetzung analysiert werden, da der gesamte Prozess der Analyse unter Lichtausschluss, ohne Luftoxidation und unter Ausschluss von Luftfeuchtigkeit abläuft. Daher ist das System ideal für die Untersuchung empfindlicher Proben geeignet, wie zum Beispiel lichtempfindliche, einfach zu oxidierende oder hydrolysierende Substanzen.

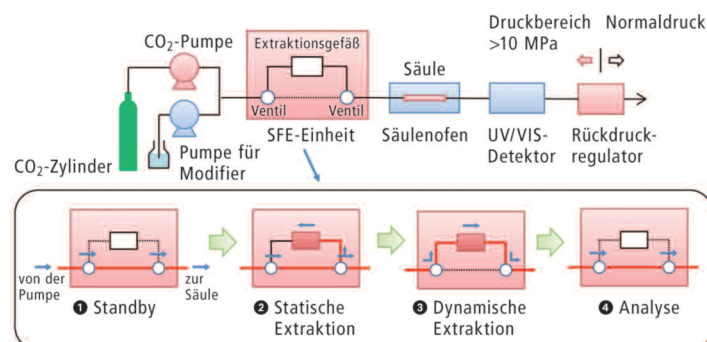
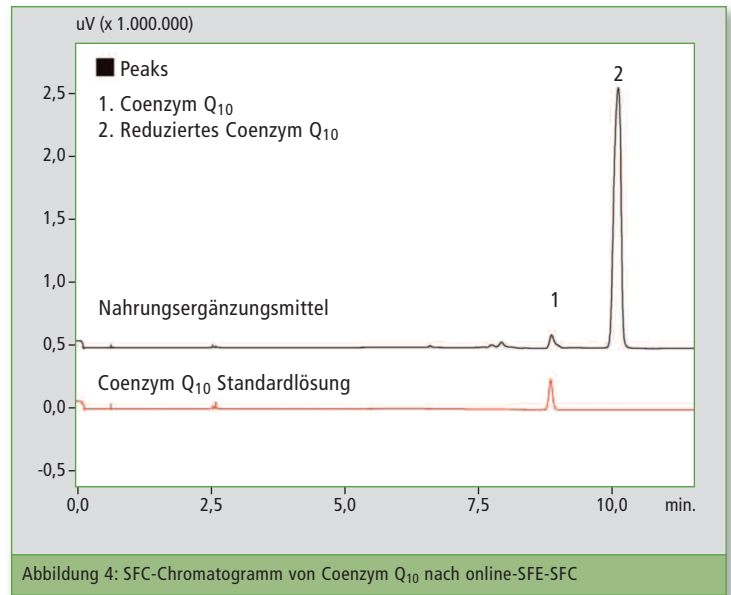
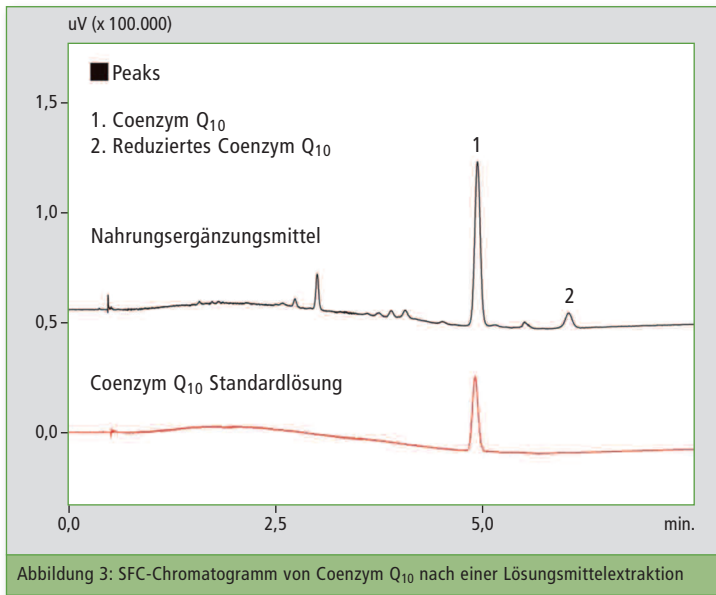


Abbildung 2: Flussdiagramm der automatisierten online-SFE-SFC-Analyse



Online-SFE-SFC-Analyse von reduziertem Coenzym Q10

Auch für das empfindliche Coenzym Q₁₀ (Abbildung 1) ist die online-SFE-SFC-Analyse eine sanfte Alternative zur klassischen Lösungsmittelextraktion.

Um einen direkten Vergleich der beiden Techniken zu erhalten, wurde der Anteil an reduziertem und oxidiertem Coenzym Q₁₀ in einem Nahrungsergänzungsmittel mit beiden Techniken bestimmt. Die Analysen wurden mit einer Nexera UC von Shimadzu (Kyoto, Japan) durchgeführt, einem modularen Allround-SFE-SFC-System für leistungsentensive Hochgeschwindigkeits-Applikationen.

Für die Lösungsmittelextraktion wird der Inhalt einer Kapsel des Nahrungsergänzungsmittels in Ethanol suspendiert und das Coenzym Q₁₀ im Ultraschallbad extrahiert. Nach einer Filtration wird die Probe mittels SFC unter den in Tabelle 1 angegebenen Bedingungen analysiert.

Für die online-SFE-SFC-Analyse werden etwa 5 µl des Inhalts der Kapsel auf ein Filterpapier getropft und direkt in ein Extraktionsgefäß gegeben. Anschließend verläuft die automatisierte Analyse unter den in Tabelle 2 angegebenen Bedingungen. Dabei folgt auf einen statischen Extraktionsschritt eine dynamische Extraktion, um die Probe auf die Säule

zu überführen, wo dann die eigentliche chromatographische Trennung stattfindet. Ein Flussdiagramm des Prozesses ist in Abbildung 2 dargestellt.

Zusammenfassung

Die beiden Chromatogramme, jeweils auch mit einer Standardlösung der oxidierten Form zum Vergleich, sind in Abbildung 3 und 4 dargestellt.

Es ist klar zu erkennen, dass nach der Lösungsmittelextraktion nahezu das komplette Coenzym Q₁₀ in seiner oxidierten Form vorliegt, wohingegen bei der Analyse mittels online-SFE-SFC nur ein sehr geringer Anteil der Analyten oxidiert wurde und größtenteils noch in seiner ursprünglichen reduzierten Form vorliegt.

Die online-SFE-SFC ist also sehr gut geeignet, um empfindliche Verbindungen wie oxidationsempfindliche Substanzen, zu analysieren. Nebenbei vermeidet die Nexera UC durch den großen Automatisierungsanteil Fehler und vereinfacht das Probenhandling.

System	Nexera UC SFC-UV System
Säule	Shim-pack UC-RP (150 mm L. x 4,6 mm I.D., 3 µm)
Säulentemperatur	40 °C
Mobile Phase	A: CO ₂ B: MeOH
Flussrate	3 ml/min
Zeitprogramm	5 % B (0 min) → 50 % B (5 - 8 min)
Rückdruck	10 MPa
Detektor	UV/Vis @ 220 nm
Injektionsvolumen	1 µl

Tabelle 1: Analytische Bedingungen für SFC nach Lösungsmittelextraktion

System	Nexera UC SFE-SFC-UV System	
SFE		
Extraktionsvolumen	0,2 ml	
Statische Extraktion	Zeit:	0 - 2 min
	Konz. B:	5 %
	Rückdruck:	10 MPa
	Flussrate:	3 ml/min
Dynamische Extraktion	Zeit:	2 - 4 min
	Konz. B:	5 %
	Rückdruck:	10 MPa
	Flussrate:	3 ml/min
SFC		
Säule	Shim-pack UC-RP (150 mm L. x 4,6 mm I.D., 3 µm)	
Säulentemperatur	40 °C	
Mobile Phase	A: CO ₂ B: MeOH	
Flussrate	3 ml/min	
Zeitprogramm	5 % B (4 min) → 50 % B (9 - 13 min)	
Rückdruck	10 MPa	
Detektor	UV/Vis @ 220 nm	

Tabelle 2: Analytische Bedingungen für die Analyse mittels online-SFE-SFC



Blick von der Zolotoy-Brücke auf Wladiwostok. Die Schrägseilbrücke wurde im Juli 2012 anlässlich des asiatisch-pazifischen Wirtschaftsgipfels eröffnet.

Wissenschaft + Industrie = Mehrwert

Ingenieurwissenschaften der
Universität Wladiwostok nutzen
Prüfgeräte von Shimadzu

Vor zwei Jahren eröffnete die Fernöstliche Föderale Universität im russischen Wladiwostok das Zentrum für mechanische Prüfungen und strukturelle Materialanalyse (Center of Mechanical Tests and Material Structural Analysis).

Dort setzen die Ingenieurwissenschaften auf das gesamte Produktangebot von Shimadzu-Prüfgeräten:

Systeme für statische und dynamische Prüfungen von Metallen und Verbundwerkstoffen, Polymeren,

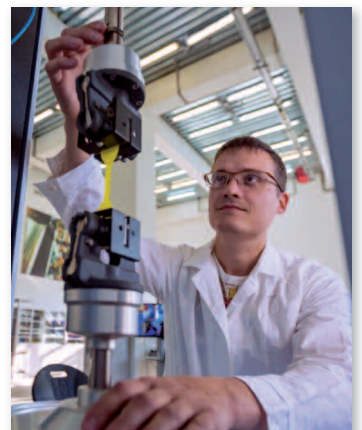


Abbildung 1: Gummi-Zugprüfung mit dem AG-X

Elastomeren und Kunststoffen, Baumaterialien, Keramikprodukten, Nahrungsmitteln sowie Produkten der Papier- und Zellstoff, der Textil- und der Pharmaindu-

feld ist breit – mit der Analyse von Metallen und Verbundwerkstoffen sowie anderer Baumaterialien, mit der Prüfung von Polymeren und Keramiken und mit

haben wir zahlreiche Prüfungen vorgenommen hinsichtlich der hoch-festen Verschraubungen, der Befestigungen oder der Schrägseilverbindungen. Dabei kamen

Silentblock-Materialien durchgeführt. Diese Bauteile werden als Stabilisatoren bei Automobil-Anwendungen eingesetzt. Diese Arbeit wurde für das Zentrum für

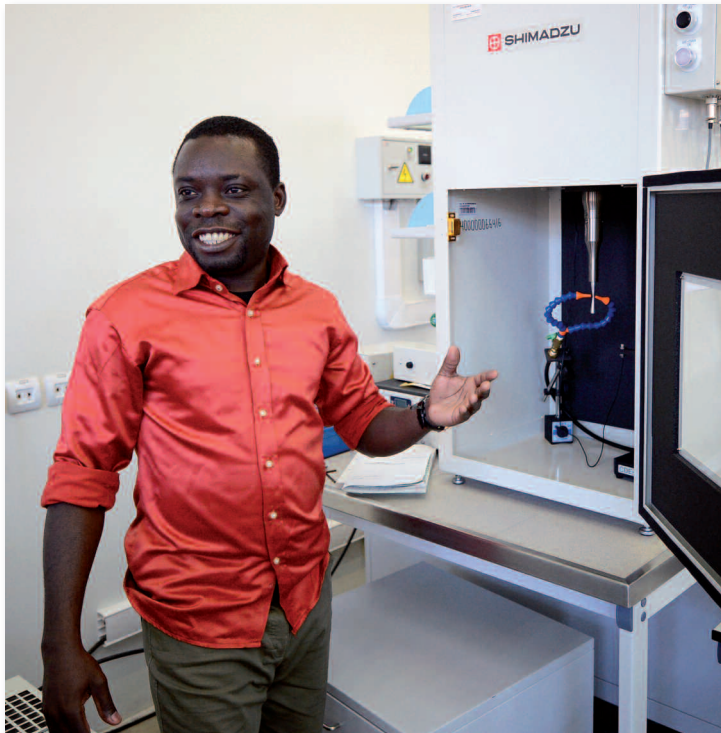


Abbildung 2: USF-2000 Einführung



Abbildung 3: Unterzeichnung der internationalen Vereinbarung zur Zusammenarbeit

trie. In dem modernen Labor können Bachelor-, Master- und Promotionsstudenten Forschungen durchführen.

Das Zentrum für mechanische Prüfungen und strukturelle Materialanalyse wurde als Teil der Ingenieursfakultät gegründet. Es besteht aus drei Abteilungen: Mechanisches Prüflabor, Labor für strukturelle Materialanalyse und Labor zur Probenaufbereitung.

Inzwischen bildet das Zentrum eine Basis für wissenschaftliche Forschung sowie für Spezialuntersuchungen, die von verschiedenen Fabriken, Anlagen etc. benötigt werden. Hochqualifizierte Experten aus der Universität arbeiten mit Vertretern unterschiedlicher Industriezweige eng zusammen.

Dutzende von Projekten in Bearbeitung

Zur Zeit beteiligen sich die Wissenschaftler an über 30 verschiedenen Projekten. Das Forschungs-

den speziellen Untersuchungen für Nahrungsmittel-, Textil- und Pharmaindustrien.

Leiterin des Zentrums ist Dr. Ekaterina Gridasova, außerordentliche Professorin am Schweißinstitut. „Zusammen mit den größten fernöstlichen Unternehmen arbeiten wir an interessanten Projekten. Während der Brückenbauten über den östlichen Bosphorus und die Bucht am Goldenen Horn (Zolotoy Rog) in Wladiwostok

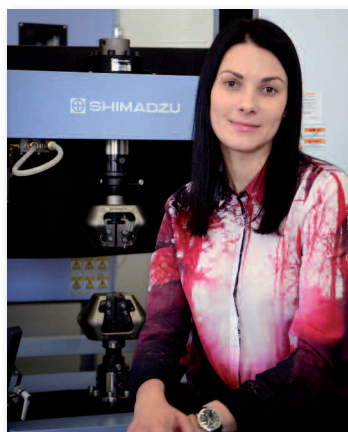


Abbildung 4: Dr. Ekaterina Gridasova, Leiterin des Zentrums

Geräte von Shimadzu zum Einsatz, etwa die hydraulische Universalmaschine UH-1000kNI.

Eine neue Laser-Abscheidungstechnik

Ein anderes wichtiges Projekt ist die Entwicklung einer neuen Technologie für die Aufarbeitung von Wellenteilen von Schiffsdieselmotoren mit Hilfe der Laserabscheidung, ein Pionierprojekt für Russland. Da die Teile mit dieser Technik sehr schnell repariert werden, ist es nicht mehr erforderlich, verschlissene Teile der Schiffsantriebe zu ersetzen. Das Zentrum für mechanische Prüfungen und strukturelle Materialanalyse arbeitet an diesem Projekt zusammen mit dem fernöstlichen Zweig der russischen Akademie für Naturwissenschaften und der JSC Dalzavod-Werft. Das Ergebnis wird für die Marine- sowie die zivile Schiffsbauindustrie von Interesse sein.

Das Labor arbeitet nicht nur mit Metallen und Legierungen. Vor einiger Zeit wurde ein Testlauf mit

Reparaturtechnik („Repair Technology Center“) übernommen, einen Hersteller von Ersatzteilen für die Automobilindustrie.

Das internationale „Arktis“-Projekt zur Untersuchung von Eisbohrkernen

Ein wichtiger Zweig des Zentrums ist die Förderung der akademischen Forschung. Unterschiedliche Studien werden für viele Wissenschaftsprojekte durchgeführt. Zahlreiche Bachelor-, Master- und Doktorarbeiten basieren auf den im Zentrum durchgeführten Arbeiten.

Ein gutes Beispiel hierfür ist die Studie zu mechanischen Eigenschaften des Eises, Teil des „Arktis“-Projekts mit Wissenschaftlern aus Russland, China, Indien, Südkorea und Norwegen. Im Rahmen der internationalen Winter-Schule „Eismechanik“ erforschen sie Eisdecken auf der Russki-Insel sowie im Labor. ♦

Für Druckprüfungen der Eisbohrkerne wurde das Universaltestgerät AG-100kNX von Shimadzu verwendet

Kooperation der Universitäten Wladiwostok, Osaka und Dortmund

Ein wichtiges Ereignis mit hohem Stellenwert für das Zentrum ist die internationale Vereinbarung mit der technischen Universität Dortmund und dem Schweiß-Forschungsinstitut der Universität Osaka (Japan). Diese Beziehung ist wegen der gemeinsamen wissenschaftlichen Forschungsmöglichkeiten interessant, aber sondern auch wegen der Ausbildungsprogramme für Studenten.

Aktuell ist auf Laborebene das Projekt Reibschweißen von Schiffsmetallplatten verwirklicht

worden. Die Universität Wladiwostok erhält von der Universität Osaka Kohlenstoffstahlproben und führt daran statische Prüfungen durch, während die Universität Dortmund dynamische Tests vornimmt.

Langjährige Partnerschaft und Internationales Symposium 2017

Das Zentrum für mechanische Prüfungen und strukturelle Materialanalyse und Shimadzu sind seit langer Zeit gute Partner, etwa mit gemeinsamen Workshops und Seminaren für die Nahrungsmittel-, Pharma-, Polymer- und Elektronikindustrie. Sie basieren auf Geräteanwendungen und Erfahrungsaustausch. Für 2017 planen beide ein internationales Symposium zu Ermüdungstests zu organisieren. Die langjährige Zusammenarbeit zeigt, wie

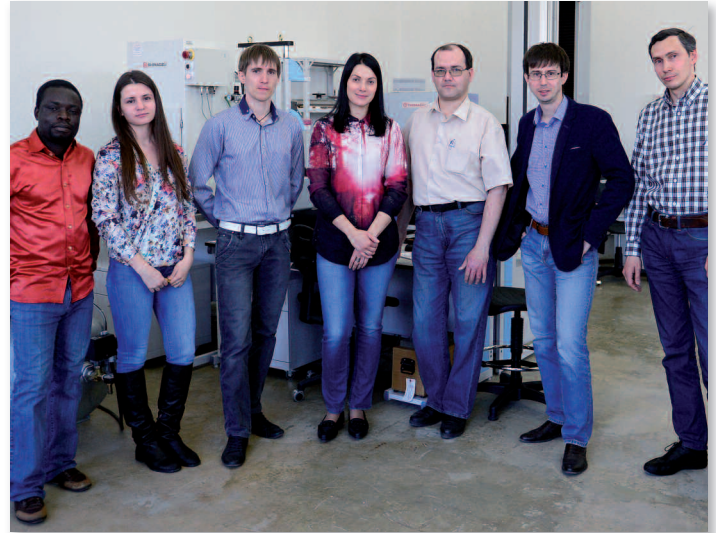


Abbildung 5: Mitarbeiterstab des Zentrums

Wissenschaft und Industrie einander inspirieren und den Marktteilnehmern Mehrwert bietet hinsichtlich Forschung, Entwicklung und Gerätetechnologie.

Autor

Dr. Ekaterina Gridasova,
Staatliche Technische Universität des Fernen Ostens

Shimadzu live

EBF

Barcelona, Spanien
16.11. - 18.11.2016
www.europeanbioanalysisforum.eu

Car Symposium

Bochum, Deutschland
01.02. - 02.02.2017
www.car-symposium.de

Composites Europe

Düsseldorf, Deutschland
29.11. - 01.12.2016
www.composites-europe.com

EWCPs

St. Anton, Österreich
19.02. - 24.02.2017
www.ewcps2017.at

@ShimadzuEurope

NEWS – gedruckt und digital



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



Auch als App: Die Shimadzu NEWS gibt es auch als WebApp unter www.shimadzu-webapp.eu oder iPhone App im AppStore



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