

Scharf, schärfer, Bombfire

Woher die Schärfe auf der Currywurst kommt

Die neue Nexera Mikros

Eine neue Mikrofluss-LC-MS-Lösung –
hochempfindlich, langlebig, nutzer-
freundlich

„Lasst die Korken knallen“!

50 Jahre Shimadzu in Europa –
Ein guter Grund zu feiern





APPLIKATION

- Röntgenfluoreszenz – EDX-8000P: All-in-one-Analyse von Aluminiumfluorid 2
- Ab in die Mikrowelle! – Analytik von Fettsäuren in Lebensmitteln 4
- Umweltproblem Plastikmüll – neue Lösungswege – FTIR-Analyse von biologisch abbaubaren Polymeren aus dem Alltag 6
- Scharf, schärfer, Bombfire – Woher die Schärfe auf der Currywurst kommt 10
- Olivenöl Top-Lieferant für Vitamin E – Eine quantitative Fluoreszenzanalyse von Tocopherolen 12
- Brauverfahren: Headspace-GC ermittelt Aromen in Bier – GC-2010 Plus in der Qualitätskontrolle 14

PRODUKTE

- Eine neue Mikrofluss-LC-MS-Lösung – Nexera Mikros: hochempfindlich, langlebig, nutzerfreundlich 9

AKTUELLES

- Troubleshooting über YouTube – Videoanleitungen am Beispiel der neuen GC-Generation Nexis GC-2030 18
- „Lasst die Korken knallen“! 50 Jahre Shimadzu in Europa – Ein guter Grund zu feiern 20

FÜR SIE GELESEN

- Wächter im Chemiepark – TOC-Messung im Prozess am Beispiel Chemiepark Leuna 16
- Wenige Tropfen Blut liefern Prognose des Alzheimer-Risikos – Neue Methode der Immunoprecipitation und Massenspektrometrie (IP-MS) 19

MÄRKTE

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

Wie Röntgenfluoreszenz beitragen kann, Verbraucherpreise stabil zu halten

EDX-8000P: All-in-one-Analyse von Aluminiumfluorid



Abbildung 1: Aluminium-Kochgeschirr: Die einfachste Art zu kochen und verschiedene Gerichte zu transportieren

Es ist nicht immer sichtbar, aber dennoch spielt Aluminium als chemisches Element im täglichen Leben eine wichtige Rolle. Leicht und besonders wärmeleitfähig bilden Aluminium und seine Legierungen die Basis für die moderne Luftfahrtindustrie, die Raumfahrttechnik, die Automobilproduktion, Waggons für Hochgeschwindigkeitszüge oder See- und Flussschifffahrt. Darüber ist das Element populär bei der Produktion von Bratpfannen oder von Folienverpackungen für die Lebensmittelindustrie.

Aluminium wird hergestellt durch Elektrolyse von Aluminiumoxid, das in einem geschmolzenen Kryolith-Bad gelöst ist.

Der Elektrolyseprozess benötigt eine riesige Menge elektrischer Energie. Einige Industrieverfahren setzen Aluminiumfluorid AlF_3 (etwa 5 - 15 %) und andere Zusätze ein und wurden dazu entwickelt, den Schmelzpunkt auf 930 - 950 °C zu senken und die Leitfähigkeit der Elektrolytlösung zu erhöhen. Dies senkt den Energieverbrauch und vermindert die Kosten des Aluminiums erheblich.

Bevor Aluminiumfluorid als Zusatz zum Einsatz kommt, muss es analysiert werden, um den Gehalt der Hauptverbindung zu überprüfen. Gleichzeitig werden die Hauptverunreinigung (Aluminiumoxid) ebenso wie schädliche Elemente untersucht, bei-

spielsweise Silizium, Phosphor und Eisen, um eine Kontamination des Zielproduktes (metallisches Aluminium) zu verhindern.

AlF_3 -Qualitätsanalyse: Eine stetige Herausforderung für Labore

Gemäß russischen GOST-Bestimmungen (nationaler Standard der Russischen Föderation und der GUS-Länder) umfasst die standardisierte chemische Analyse von Aluminiumfluorid zahlreiche Probenaufbereitungsschritte einschließlich Verschmelzung und Auflösung – einige davon sehr zeitraubend. Zusätzlich kommen für jede Komponente unterschiedliche Analysemethoden zum Einsatz: Titration

zur quantitativen Analyse von AlF_3 , Bestimmung von freiem Aluminiumoxid (Al_2O_3) mit trilonometrischer Aluminiummessung und photometrische Analyse von Silizium-, Phosphor- und Eisenoxiden (SiO_2 , Fe_2O_3 und P_2O_5). Daher dauert eine vollständige Analyse einer einzigen Probe (einschließlich der Probenaufbereitung) länger als zwölf Stunden und benötigt zahlreiche Geräte und chemische Reagenzien.

Der Einsatz eines EDX-8000P energie-dispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometers scheint eine wertvolle Alternativlösung zu sein, um die Analyse erheblich zu vereinfachen und zu verkürzen. Dieses Spektrometer analysiert alle Elemente von Kohlenstoff bis zum Uran in einer Simultanmessung. Darüber hinaus sind die Zielkonzentrationsbereiche kompatibel mit der Empfindlichkeit des EDX-Spektrometers. Das EDX-8000P hat die Bauartzulassung des BfS (Bundesamt für Strahlenschutz).

Eine neue schnelle und einfache Röntgenfluoreszenzmethode für die AlF_3 -Analyse

AlF_3 -Proben werden zur Analyse aufbereitet, indem sie in einer Schwingmühle gemahlen und in einer Pelletpresse verdichtet werden. Eine identische Probenaufbereitung erfolgt für eine einzelne AlF_3 -Standardprobe mit einem bekannten Gehalt der Hauptkomponente und Aluminiumoxid (Al_2O_3). Eichproben zur Analyse von Siliziumdioxid (SiO_2), Phosphorpentoxid (P_2O_5) und Eisen(III)-Oxid (Fe_2O_3) werden hergestellt durch Zugabe bekannter Anteile an Elementoxiden zur

| Konzentration, gew. % | | | | | | | | | |
|-----------------------|--------------------------------------|---------|------|---------|------|---------|------|---------|------|
| | Russischer Standard GOST 19181-78 | Probe 1 | | Probe 2 | | Probe 3 | | Probe 4 | |
| | | Chem. | EDX | Chem. | EDX | Chem. | EDX | Chem. | EDX |
| AlF_3 | > 93 | 94,5 | 94,9 | 95,8 | 95,2 | 96,1 | 96,0 | 96,0 | 95,9 |
| Al_2O_3 | > 4 | 2,7 | 2,6 | 2,5 | 2,3 | 1,9 | 2,1 | 2,1 | 2,2 |

Tabelle 1: Ergebnisvergleich der Hauptkomponente und Al_2O_3 bei der AlF_3 -Analyse nach chemischen Methoden (Chem.) und EDX-8000P

| Konzentration, gew. % | | | | | | | | | |
|-----------------------|--------------------------------------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|
| | Russischer Standard GOST 19181-78 | Probe 1 | | Probe 2 | | Probe 3 | | Probe 4 | |
| | | Chem. | EDX | Chem. | EDX | Chem. | EDX | Chem. | EDX |
| SiO_2 | > 0,25 | 0,15 | 0,18 | 0,16 | 0,16 | 0,11 | 0,14 | 0,09 | 0,12 |
| P_2O_5 | > 0,05 | 0,026 | 0,025 | 0,026 | 0,024 | 0,03 | 0,027 | 0,018 | 0,021 |
| Fe_2O_5 | > 0,08 | < 0,02 | 0,015 | < 0,02 | 0,015 | < 0,02 | 0,01 | 0,030 | 0,027 |

Tabelle 2: Ergebnisvergleich für die Analysen von SiO_2 , P_2O_5 und Fe_2O_3 mit chemischen Methoden (Chem.) und EDX-8000P

AlF_3 -Standardprobe und nachfolgendes Mischen, Mahlen und Pressen.

Ein Routinemessverfahren einer unbekannt Probe mit Hilfe der Fundamental-Parameter-Methode ist in der Standard-Spektrometer-Software (PCEDX) enthalten. Dennoch wurde eine einzelne Standardprobe zur Durchführung der Eichmethode verwendet, um die Genauigkeit der Ergebnisse zu verbessern. Der Aluminiumfluoridgehalt wurde auf der Basis der Fluor-Elementkonzentration berechnet. Die Aluminiumoxid-

Konzentration wurde dann über den Aluminiumpeak nach Subtraktion des Aluminiumfluorids ermittelt. Die Ergebnisse der Röntgen- und chemischen Analyse (Titration und Photometrie), die für Fluor und Aluminium erhalten wurden, sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Die anderen Verunreinigungen (Silizium-, Phosphor- und Eisenoxide) wurden mit Hilfe der Eichkurvenmethode anhand der elementspezifischen $K\alpha$ -Linien analysiert. Die Eichkurven für jedes Oxid sind in Abbildung 3 doku-

mentiert. Die Ergebnisse der Röntgen- und chemischen Analyse sind in Tabelle 2 wiedergegeben.

Die gesamte Analysedauer aller Elemente einschließlich Probenaufbereitung betrug nur etwa 30 Minuten.

Fazit

Alle in Tabelle 1 und 2 aufgeführten EDX-Ergebnisse zeigten eine ausgezeichnete Korrelation zu den mit den offiziell vorgeschriebenen Analysemethoden erzielten Ergebnissen. Dies zeigt, dass das EDX-8000P-Analyseverfahren eine nützliche Alternative zu den traditionellen zeitaufwendigen Methoden darstellt. Durch kürzere Analysedauer und geringeren Verbrauch chemischer Produkte kann diese neue Strategie einen Beitrag leisten, die Preise für Materialien aus Aluminium zu reduzieren – und somit letztlich dazu beitragen, die Preise für verpackte Lebensmittel, Fertiggerichte oder fertig zubereitete Gerichte stabil zu halten.

Danksagungen

Für die wertvollen Ratschläge und Assistenz bei der EDX-Analyse danken wir unseren Kollegen aus dem anerkannten Labor der Analit Company (St. Petersburg, Russland).



Abbildung 2: Das energie-dispersive Röntgen-Fluoreszenzspektrometer EDX 8000P

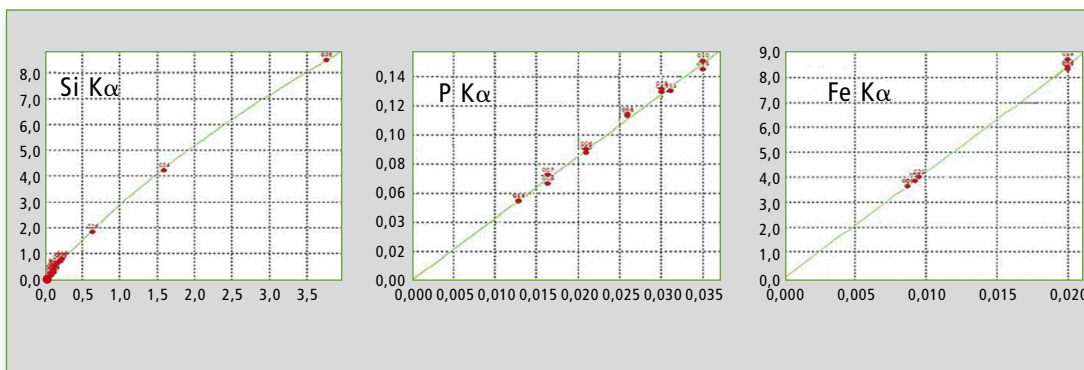


Abbildung 3: Für jede Zielverunreinigung gewonnene Eichkurven



Ab in die Mikrowelle!

Analytik von Fettsäuren in Lebensmitteln



Die EU-Verordnung zur Deklaration von Lebensmitteln (Nr. 1169/2011) [1] verpflichtet jeden Lebensmittelhersteller, auf seinem Produkt eine Angabe zum Gehalt der gesättigten und ungesättigten Fettsäuren zu machen. Durch die neue Verordnung soll mehr Transparenz für die Konsumenten entstehen, damit sich ihnen eine fundierte Entscheidungsgrundlage für den Kauf eines Produktes bietet.

Die Analyse der Fettsäuren besteht aus der Gesamtfettbestimmung nach Weibull-Stoldt (ISO 8262-1 [2]), gefolgt von einer Derivatisierung der Fettsäuren zu leicht flüchtigen Fettsäuremethylestern (FAMES) nach ISO 12966-2:2011 und deren GC-Analyse nach ISO

12966-4:2015 [3]. Die ISO-Normen bilden die Grundlage für ein an der Hochschule Niederrhein in Krefeld neu entwickeltes Verfahren zur mikrowellenunterstützten Extraktion und Analyse von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren, das im Fachmagazin Chromatography Today 5-6/16 bereits vorgestellt wurde.

Während das ISO-Verfahren für die Gesamtfettbestimmung einen Aufschluss in Salzsäure mit anschließender Soxhlet-Extraktion vorsieht, werden im Mikrowellen-Verfahren der Aufschluss und die Extraktion der Lipide simultan durchgeführt. Verwendet wurde hierfür das Mikrowellengerät Discover SP-D® des Unternehmens CEM.

Die Gesamtfettgehalte der untersuchten Referenzmaterialien Milchpulver und Schokolade werden vollständig wiedergefunden. Für alle nicht-zertifizierten Proben konnten ebenfalls sehr gute Wiederfindungsraten von > 90 Gew.-% Gesamtfett mit Standardabweichungen zwischen 0,6 und 3,7 Gew.-% ermittelt werden. Daran wird deutlich, dass der Erfolg der Gesamtfettbestimmung nach dem Mikrowellen-Verfahren für reale Proben matrixabhängig ist.

Vor allem die Homogenität der Probe wirkt sich auf die Vollständigkeit der Extraktion aus. Dabei sind Lebensmittel wie Kartoffelchips und Babymilchpulver wegen ihrer Inhomogenität oder der Komplexität ihrer Zusammensetzung besonders davon betroffen. Bei diesen Proben kann die Wiederfindungsrate durch wiederholtes Extrahieren (kalt) um ca. 15 % erhöht werden. Diese Schritte sind dem Aufschluss nachgeschaltet

und werden mit frischem Lösemittel durchgeführt. Als Kompromiss zwischen der vollständigen Wiederfindung und dem Zeitaufwand und dem Chemikalienverbrauch wurden pro Analyse drei Extraktionsschritte durchgeführt.

ISO vs. Mikrowelle

Langfristig stellt das Mikrowellen-Verfahren zur Gesamtfettbestimmung eine wünschenswerte Alternative dar, da es eine erhebliche Einsparung von Ressourcen ermöglicht. Es zeigt sich, dass eine einfache Gesamtfettbestimmung mit dem Mikrowellen-Verfahren ca. 1,5 h in Anspruch nimmt, wohingegen das ISO-Verfahren bis zu 9,5 h dauert. Damit ergibt sich mit dem Mikrowellen-Verfahren ein Zeitvorteil von 8 h, der zusätzlich von einem geringeren apparativen Aufwand begleitet wird. Darüber hinaus werden auch große Mengen an Chemikalien eingespart, darunter vor allem organische Lösemittel (Abb. 3).

| Injektor | SPL (Split) |
|--------------------------|-------------|
| Injektionsvolumen | 1 µl |
| Injektortemperatur | 250 °C |
| Splitverhältnis | 1:100 |
| Säulentyp | FAME WAX |
| Säulenlänge | 30 m |
| Innendurchmesser | 0,25 mm |
| Filmdicke | 0,25 µm |
| Detektor | FID |
| Detektortemperatur | 250 °C |
| Mobile Phase | Helium |
| Trägergasgeschwindigkeit | 35 cm/s |

Tabelle 1: Parameter für die GC-Analyse der FAMES auf einem GC-2010 Plus

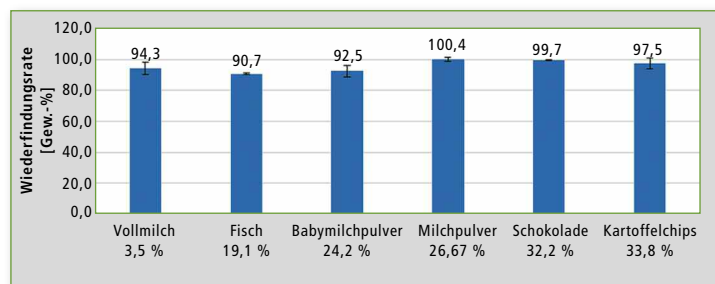


Abbildung 1: Wiederfindungsraten der Gesamtfettgehalte aller untersuchten Lebensmittelproben; bei Milchpulver und Schokolade handelt es sich um zertifizierte Referenzmaterialien. Für die übrigen Proben wurde ein Referenzwert mit dem ISO-Verfahren bestimmt.

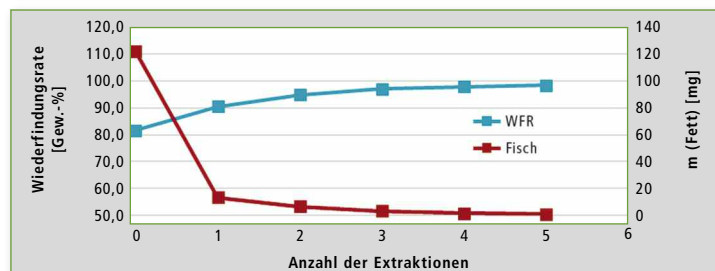


Abbildung 2: Auftragung des pro Extraktion extrahierten Fetts und die damit ansteigenden Wiederfindungsraten (WFR) der Extraktion einer Lachs-Probe mit dem Mikrowellen-Verfahren.

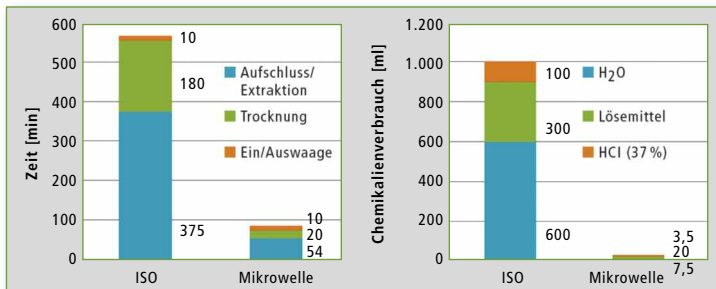


Abbildung 3: Zeitaufwand und Chemikalienverbrauch einer einfachen Gesamtfettbestimmung nach dem Mikrowellen- und dem ISO-Verfahren

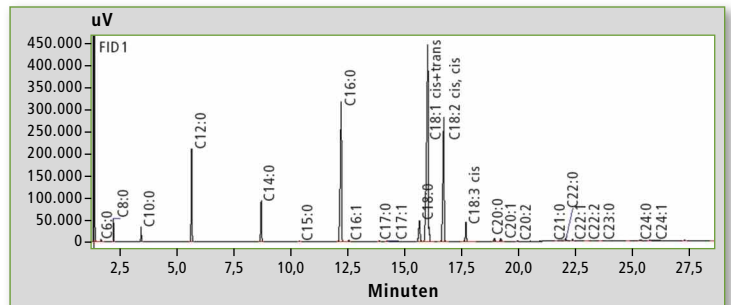


Abbildung 4: Chromatogramm der FAMES von Babymilchpulver nach dem Mikrowellen-Verfahren.

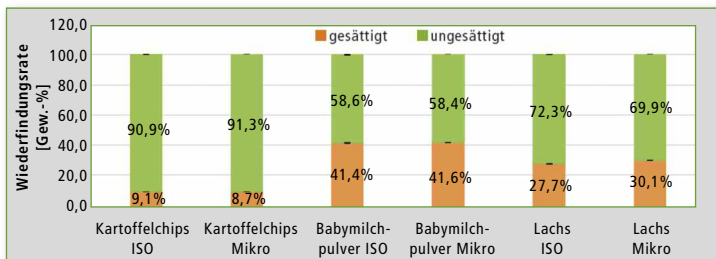


Abbildung 5: Anteile der gesättigten und ungesättigten Fettsäuren in den Lebensmitteln Kartoffelchips, Babymilchpulver und Lachs für das Mikrowellen- und das ISO-Verfahren

Massenanteilen, sodass über die Summation der Peakflächen die prozentualen Anteile der gesättigten und ungesättigten Fettsäuren bestimmt werden können. Daraus ergibt sich für das Babymilchpulver (Chromatogramm) im Mikrowellen-Verfahren ein Anteil von $41,6 \pm 0,12$ Gew.-% an gesättigten und $58,4 \pm 0,12$ Gew.-% an ungesättigten Fettsäuren. In Abbildung 5 sind die erhaltenen prozentualen Massenanteile für drei Proben mit dem ISO- und dem Mikrowellen-Verfahren gegenübergestellt.

benvorbereitung bietet das Mikrowellen-Verfahren zur Extraktion von Fettsäuren in Lebensmitteln die Grundlage zur Analyse eines weiten Spektrums an Lebensmittelproben. Im Gegensatz zum herkömmlichen ISO-Verfahren ist es ressourcensparend, was sowohl Chemikalien als auch Zeit betrifft, und führt gleichzeitig zu vergleichbaren Ergebnissen.

Autoren

Aurelia Bertini, Jürgen Schram¹
 Frank Scholten, Ulf Sengutta²
 Franz Kramp, Uwe Oppermann³

¹ Hochschule Niederrhein, Frankenring 20, D-47798 Krefeld
² CEM GmbH, Carl-Friedrich-Gauß-Straße 9, D-47475 Kamp-Lintfort
³ Shimadzu Europa GmbH, Albert-Hahn-Straße 6-10, D-47269 Duisburg

Literatur

- [1] Das Europäische Parlament und der Rat der Union, "Verordnung Nr. 1169/2011 des Europäischen Parlamentes und des Rates," Nr. 1169, S. 18-63, 2011.
- [2] Deutsches Institut für Normung e.V., "Bestimmung des Gesamtfettgehalts in Fleisch und Fleischerzeugnissen – Gravimetrisches Verfahren nach Weibull-Stoldt." Beuth Verlag Berlin, 2014.
- [3] Deutsches Institut für Normung e.V., "Tierische und pflanzliche Fette und Öle – Gaschromatographie von Fettsäuremethylestern-Teil 4: Bestimmung mittels Kapillargaschromatographie (ISO 12966-4:2015)," no. November. Beuth Verlag Berlin, 2015.

Die eigentliche Analyse der einzelnen Fettsäuren geschieht mit Hilfe der Gaschromatographie. Die neue Mikrowellen-Derivatisierung der Fettsäuren ist dem in der ISO 12966-4 beschriebenen allgemeinen Verfahren sehr ähnlich, was den zeitlichen Aufwand und den Chemikalienverbrauch angeht. Es werden jeweils ein basisch und ein sauer katalysierter Derivatisierungsschritt durchgeführt, um sowohl gebundene als auch freie Fettsäuren zu FAMES umzusetzen.

nem GC-2010 Plus von Shimadzu erfolgte, sind in Tabelle 1 dargestellt.

Zur Identifikation wurde der 37-Komponenten FAME Mix des Unternehmens Supelco verwendet, wobei mit der verwendeten GC-Methode alle vorhandenen FAMES getrennt werden können. Davon ausgeschlossen sind die cis-/trans-Isomere der Ölsäure (C18:1). Abbildung 4 zeigt das Chromatogramm der FAMES einer Babymilchpulverprobe.

Die Parameter, unter denen die GC-Analyse der FAMES auf ei-

Die Peakflächen stehen in einem linearen Zusammenhang zu den

Daraus wird ersichtlich, dass die mit beiden Verfahren bestimmten Massenanteile der gesättigten und ungesättigten Fettsäuren übereinstimmen, womit das Mikrowellen-Verfahren dem ISO-Verfahren qualitativ gleichwertig ist. Dieses trifft ebenfalls für die Kartoffelchips-Probe zu, die einen enorm hohen Anteil an ungesättigten Fettsäuren aufweist.

Bei einzelnen Proben, wie zum Beispiel dem Lachs, bestehen leichte Abweichungen im Verhältnis der gesättigten zu den ungesättigten Fettsäuren. Eine genauere Betrachtung der Chromatogramme der Lachsprobe zeigt für beide Verfahren leichte Unterschiede. Beispielweise konnten die Fettsäuren C21:0 und C22:6 im Gegensatz zum ISO-Verfahren mit dem Mikrowellen-Verfahren nicht wieder gefunden werden. An dieser Stelle sind weiterführende Untersuchungen notwendig.

Fazit

Die GC-FID ist eine einfache Möglichkeit, gesättigte und ungesättigte Fettsäuren in Lebensmitteln zu bestimmen. Für die Pro-

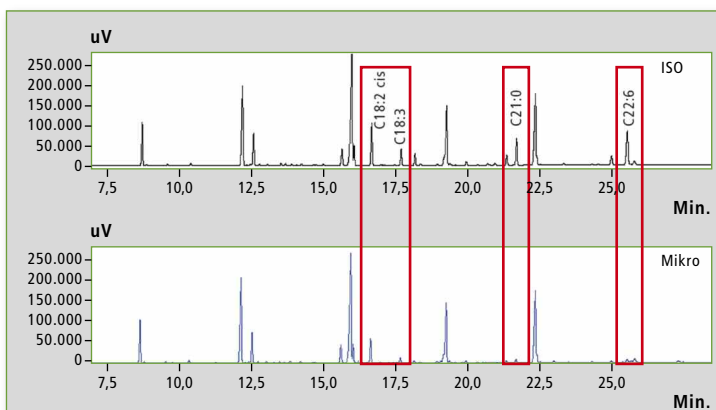


Abbildung 6: Oberes Chromatogramm: Analyse von Lachs mit dem ISO-Verfahren. Unteres Chromatogramm: Analyse von Lachs mit dem Mikrowellen-Verfahren.



Umweltproblem Plastikmüll – neue Lösungswege

FTIR-Analyse von biologisch abbaubaren Polymeren aus dem Alltag

Jedes Jahr werden schätzungsweise 140 Mio. Tonnen Plastik aus fossilen Rohstoffen hergestellt [1]. Große Teile davon sind für die Produktion von Verbrauchsgütern bestimmt, wie zum Beispiel Lebensmittelverpackungen oder Einweggeschirr. Doch was passiert mit dem Plastik, nachdem es in den Müll entsorgt wurde?

Viel Aufwand wird betrieben, um große Teile des Kunststoffabfalls zu recyceln. Nach einigen Zyklen wird aber auch er zu Plastikmüll, der auf Deponien landet und von da aus als Mikroplastik

seinen Weg in die Umwelt nimmt [2]. Dort findet das Mikroplastik Eingang in die Nahrungskette, wodurch es früher oder später zum Konsumenten zurückkommt.

Im Jahr 2014 wurde auf der niederländischen Insel Texel unter der Leitung von Dr. J. A. van Franeker, Universität Wageningen, der Mageninhalt von Eissturmvögeln auf Polymere untersucht. Dabei wurden im Mittel ca. 0,3 g Plastik pro Vogelmagen gefunden, was bezogen auf einen Vogel (700 g), im Verhältnis zu einem 70 kg schweren Menschen, etwa dem

Volumen einer Brotdose gefüllt mit Plastik entspricht [3]. Daran wird deutlich, wie real die Problematik von Mikroplastik in der Umwelt tatsächlich ist. Seit vielen Jahren bemüht sich die Forschung Abhilfe zu schaffen. Die Lösung des Problems heißt: biologisch abbaubare Kunststoffe.

Biologisch abbaubare Kunststoffe in Lebensmittelverpackungen

Bei der Analyse von Lebensmittelverpackungen konnten Vertreter der biologisch abbaubaren Kunststoffe gefunden werden. Bisher wurde eine Grundgesamtheit von

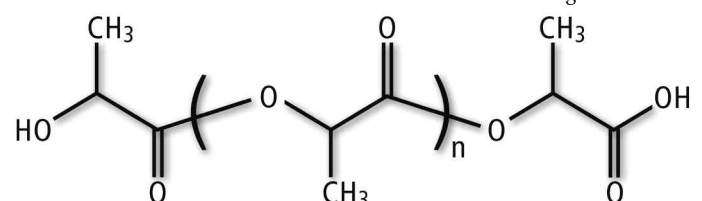


Abbildung 1: Chemische Struktur von Polymilchsäure (PLA)

ca. 200 Plastikverpackungen für Lebensmittel mit der Infrarot-Spektroskopie (FTIR) auf ihre Hauptkomponenten untersucht. Dieses geschah mit dem FTIR-Spektralphotometer IR-Tracer100 kombiniert mit einer Diamant-Reflexionseinheit. Bei fünf der untersuchten Proben handelt es sich um solche, die als „biologisch abbaubar“ gekennzeichnet sind, genauer: zwei Teebeutel, einen Müllsack, Einwegbesteck und den Deckel eines Einweg-Kaffeetassen (Abbildung 2). Die Proben stammen aus England, Deutschland und den Niederlanden.

Aus Abbildung 3 geht hervor, dass das ATR-Spektrum des Einweglöffels Ähnlichkeiten zu dem Spektrum modifizierter Polymilchsäure (PLA) aufweist. Die zusätzlichen Peaks bei 1010 cm^{-1} und 667 cm^{-1} sind auf die Streck- und Deformationsschwingungen der Si-O-Bindung zurückzuführen, welche die Anwesenheit von Talk als Füllstoff vermuten lässt [4].

Welche Polymere im Einweggeschirr?

PLA ist ein Polymer bestehend aus Milchsäuremonomeren, die von Milchsäurebakterien erzeugt werden können. Der biologische Abbau erfolgt ebenfalls durch Mikroorganismen bzw. durch von ihnen ausgeschiedene Enzyme (Esterasen, Proteasen, Lipasen). Bei der simulierten Kompostierung einer PLA-Flasche konnte festgestellt werden, dass es ca. sechs Wochen braucht, bis über 80 % der Flasche zu CO_2 und Wasser abgebaut sind [1]. Somit ist PLA eine wünschenswerte Alternative für Kunststoffe wie PP, PE oder PS.

Ein großer Nachteil von PLA ist jedoch die hohe Brüchigkeit. Der Einweglöffel ist zum Beispiel sehr starr und lässt sich relativ leicht zerbrechen, was die Anwendungsmöglichkeiten des biologischen Kunststoffes als Verpackungsmaterial stark einschränkt. Um diese Schwierigkeit zu umgehen, wurden Versuche unternommen PLA mit nieder-molekularen Weichmachern zu versetzen [1]. Weitere Nachteile sind in der guten ther-



Abbildung 2: Analytierte Proben, die aus biologisch abbaubaren Polymeren (nach der Deklaration auf den Produkten) bestehen sollen

mischen Zersetzbarkeit sowie erhöhten Produktionskosten begründet.

Neben den Verpackungsmaterialien sind der 3D-Druck und die Medizintechnik andere mögliche Einsatzfelder für PLA. Dabei profitiert die Medizintechnik vor allem von den Degradationseigenschaften von PLA. Implantate aus PLA (zum Beispiel Schrauben) können so konstruiert werden, dass sie über einen definierten Zeitraum vom Körper resorbiert werden. Weitere Anwendungen aus dem medizinischen Bereich sind zum Beispiel Nahtmaterial und Mikrosphären zur Freisetzung von Wirkstoffen [5].

Biologisch abbaubare Polymere im Teebeutel

Die Analyse der biologisch abbaubaren Teebeutel zeigt, dass beide ebenfalls aus PLA bestehen. Damit ersetzt PLA das üblicherweise eingesetzte PET (Polyethylenterephthalat). Frühere Untersuchungen haben ergeben, dass PET-Teebeutel ca. 200 ppm Antimon enthalten, das beim

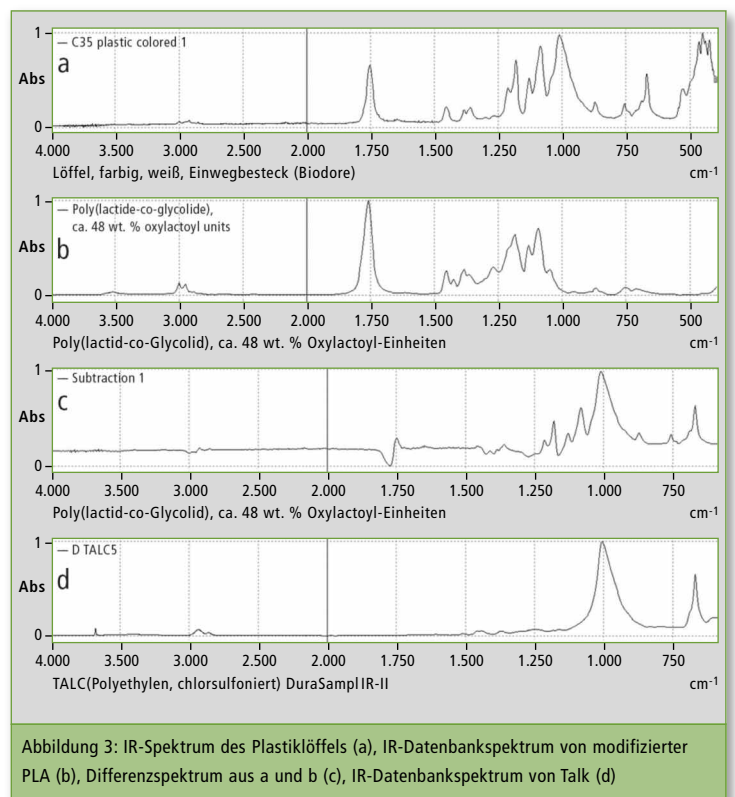


Abbildung 3: IR-Spektrum des Plastiklöffels (a), IR-Datenbankspektrum von modifizierter PLA (b), Differenzspektrum aus a und b (c), IR-Datenbankspektrum von Talk (d)

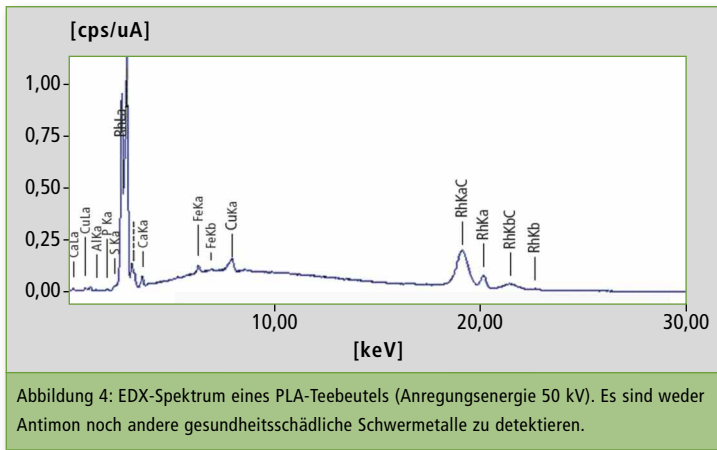


Abbildung 4: EDX-Spektrum eines PLA-Teebeutels (Anregungsenergie 50 kV). Es sind weder Antimon noch andere gesundheitsschädliche Schwermetalle zu detektieren.

Brühvorgang zu einer deutlichen Kontamination des Tees führt [6]. Auf Grund der gesundheitsschädlichen Eigenschaften von Antimon kann die Verwendung von PET in Teebeuteln zu einem Gesundheitsrisiko führen. Die EDX-Analyse (energie-dispersive Röntgenfluoreszenz) der PLA-Teebeutel zeigt, dass hier weder Antimon noch andere schädliche Schwermetalle nachweisbar sind. Damit ist PLA als Material für Teebeutel nicht nur umweltfreundlicher, sondern auch sicherer.

PBT im Müllbeutel

Zum Schluss soll noch der als „biologisch abbaubar“ deklarierte Müllbeutel erwähnt werden. Die FTIR-Analyse bestätigt, dass es sich hierbei nicht um PLA handelt, sondern um Polybutylenterephthalat (PBT). Im IR-Spektrum sind ebenfalls Hinweise auf Glykogen vorhanden, ein weit verzweigtes Polysaccharid, das als Speichermedium im menschlichen Körper fungiert. Es ist aus zahlreichen Glucose-Einheiten aufgebaut und verbindet im Fall des Müllbeutels die PBT-Ketten mit

einander [7]. Dabei bietet es gleichzeitig einen Angriffspunkt zum Abbau der Ketten durch chemische oder biologische Hydrolyse. Im Gegensatz zu PLA, das mikrobiell zu Wasser und CO₂ abgebaut werden kann, besteht hier der Abbau also aus einer Verringerung der Kettenlänge.

Zusammenfassung

Eine beliebte Alternative zu den Polymeren aus fossilen Rohstoffen ist der Biokunststoff PLA.

Er wird bereits in den verschiedensten Anwendungen eingesetzt, hat sich aber im Sektor der Lebensmittelverpackungen noch nicht gegen die herkömmlichen Kunststoffe durchgesetzt. Neben Kostengründen ist dies vor allem durch die unzureichenden Materialeigenschaften begründet. Die ATR-Analyse der vorgestellten Proben verdeutlicht, dass die FTIR-Spektroskopie eine geeignete Methode ist, biologisch abbaubare Polymere sowie deren Zusätze zerstörungsfrei und mit minimalem Zeitaufwand zu identifizieren. Darüber hinaus ist es möglich, mit der EDX-Technik die Elementzusammensetzung des Polymers einfach zu bestimmen, um die Sicherheit des Produkts festzustellen.

Literatur

[1] Madhavan Nampoothiri K., Rajendran Nair N., Pappy John R., An overview of the recent developments in polylactide (PLA) research, NIIST, Indien, 2010.
 [2] Amass W., Amass A., Tighe B., A Review of Biodegradable Polymers: Uses, Current Developments in the Synthesis and Characterization of Biodegradable Poly-

esters, Blends of Biodegradable Polymers and Recent Advances in Biodegradation Studies, POLYMER INTERNATIONAL, Band 47, Nr. 2, 1998.

[3] Van Franeker, J. A., Fulmar Litter EcoQO monitoring in the Netherlands – Update 2014. IMARES Report C123/15. IMARES, Texel, S. 55, 2015.
 [4] Farmer V. C., The infra-red spectra of talc, saponite and hectorite, The Macaulay Institute for Soil Research, Aberdeen, Schottland, 1958.
 [5] Ruffieux K., Wintermantel E., Resorbierbare Implantate. In: Medizintechnik Life Science Engineering, Springer, Berlin, Heidelberg, 2008.
 [6] Egelkraut-Holtus M., Knoop J., Ortlieb M., Antimony in Breakfast Tea? Consequences Going Hand in Hand with Today's Materials, G.I.T. Laboratory Journal, S. 26-27, 2015.
 [7] www.chemie.de/lexikon/Glykogen.html

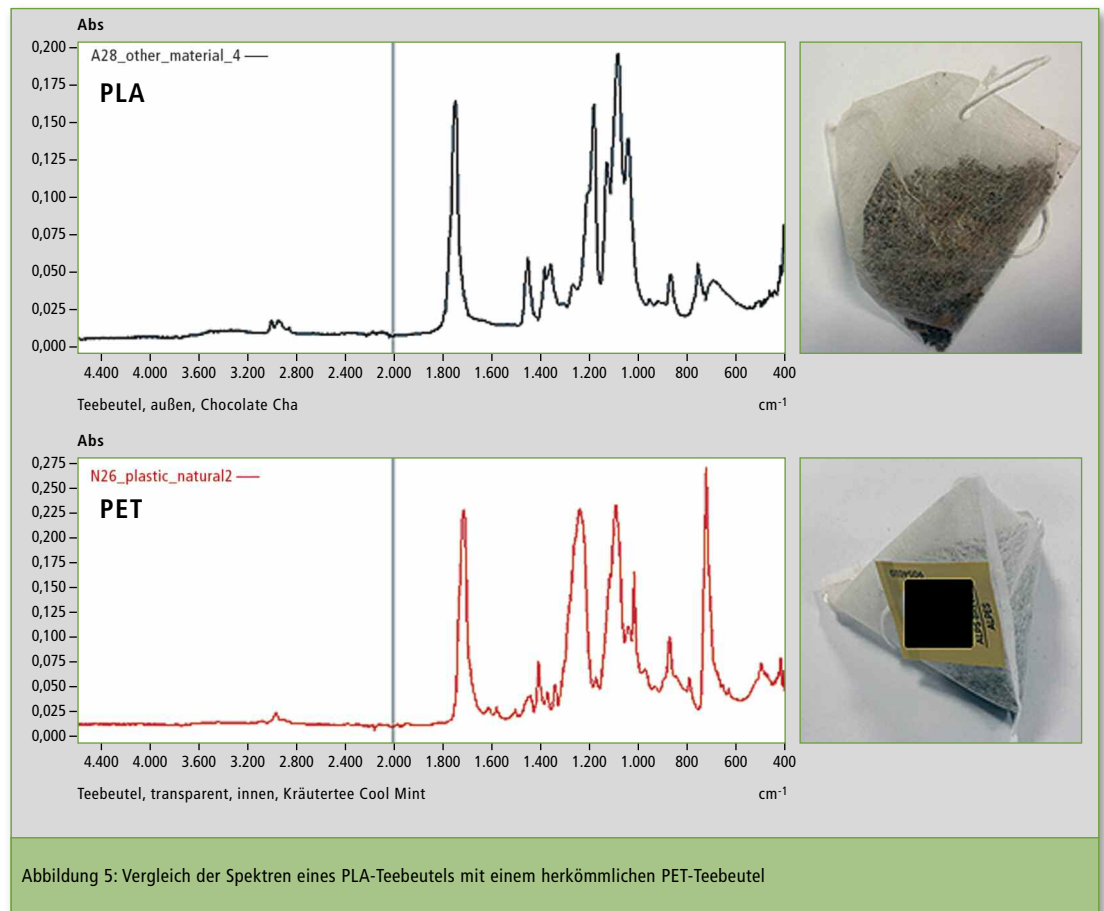


Abbildung 5: Vergleich der Spektren eines PLA-Teebeutels mit einem herkömmlichen PET-Teebeutel



Eine neue Mikrofluss-LC-MS-Lösung

Nexera Mikros: hochempfindlich, langlebig, nutzerfreundlich

Die Nexera Mikros ist eine brandneue LC-MS Kombination mit einem weiten Flussratenbereich. Es umfasst Halb-Mikroflussraten (100 bis 500 $\mu\text{l}/\text{min}$), die oft für Analysen in bestehenden Anlagen zum Einsatz kommen, bis hin zu Mikroflussraten (1 bis 10 $\mu\text{l}/\text{min}$). Die Nexera Mikros zeichnet sich durch Langlebigkeit und gute Bedienbarkeit aus und erlaubt gleichzeitig eine Analytik mit signifikant gesteigerter Empfindlichkeit.

Die neue Nexera Mikros vervollständigt die Nexera-Serie mit den Nexera X2, XR, MP, den Nexera-i und Nexera UC-Systemen, um die analytische Produktivität zu komplettieren. Die Nexera-Serie ist ein einzigartiger Ansatz, eine LC-MS-Analytik von hoher Qualität und Geschwindigkeit zu bieten, indem eine UHPLC mit einer Single- oder Triple-Quadrupol-UFMS-Lösung zu einem nahtlos integrierten System kombiniert werden.

Shimadzu trägt mit der Nexera Mikros dazu bei, die Produktivität in Pharma-Unternehmen und klinischen Auftragsforschungsinstituten zu verbessern. Das System setzt neue Maßstäbe bei Gerätefunktionalität, der Verarbeitungsgeschwindigkeit, Bedienkomfort und Probendurchsatz.



Abbildung 1: Nexera Mikros

geschwindigkeit, Bedienkomfort und Probendurchsatz.

Zehnfach empfindlicher

Im Vergleich zu bestehenden LC-MS-Systemen bietet die Nexera Mikros eine mindestens zehnfach höhere Empfindlichkeit. Dies wird durch die LC-Mikros erreicht, eine Pumpe zur Lösungsmittelförderung mit neuem pulsations-reduzierendem Steuerungssystem, wodurch ein stabiler Lösungsmittelfluss sogar bei niedrigen Mikro-Flussraten erzielt

wird. Zusätzlich wurde die Positionierung der Ionisierungsschnittstelle optimiert, um eine effizientere Probenzufuhr in das Massenspektrometer zu gewährleisten.

UF-Link sorgt für hochempfindliche Analytik verbunden mit verbesserter Funktionalität

Mikroskopisch kleine Zwischenräume (Totvolumen) in Rohrkupplungen führen zu einer Empfindlichkeitsabnahme, weil sie eine

Peakstreuung bewirken. UF-Link, ein von Shimadzu neu entwickelter Verbindungsmechanismus zwischen Analysensäule und Massenspektrometer, gewährleistet eine hohe Empfindlichkeit. Zugleich ermöglicht UF-Link, die Verbindung zwischen Analysensäule und Ionisationseinheit für das Massenspektrometer mit nur einem Handgriff herzustellen. UF-Link ist kompatibel für die Verbindung gängiger Analysensäulen mit dem Ionisierungsinterface. Dadurch lässt sich die Säulenwahl flexibel gestalten, und der Zielprobe anpassen.

Höhere Effizienz durch Investitionen in F&E

Die LC-Mikros Lösungsmittelpumpe eröffnet eine breite Auswahl an Flussraten, von Mikro-Flussraten von 1 $\mu\text{l}/\text{min}$ bis zu Halb-Mikroflussraten von 500 $\mu\text{l}/\text{min}$. Dieses Modul ermöglicht eine bestehende LC-MS-Systemen vergleichbare Analytik und eine hochempfindliche Analyse bei Mikro-Flussraten. Sie verbessert so die betriebliche Effizienz eines LC-MS-Systems und verkürzt Forschungs- und Entwicklungszeit.



50 ANNIVERSARY
Shimadzu
th Europa

Quiz 'n' Win



Scharf, schärfer, Bombfire

Woher die Schärfe auf der Currywurst kommt

Über 800 Mio. Currywürste werden jährlich in Deutschland verzehrt [1] und einige davon auch gerne mit scharfen oder sehr scharfen Soßen. Die schärfste Currywurst der Welt bekommt man nach eigenen Angaben der Betreiber im Ruhrgebiet in der Imbissstube „Die Currywurst“. Hiervon hat Shimadzu einige Proben zur Analyse erhalten, unter anderem auch die schärfste Sauce, die nur mit dem Zusatz „Achtung: Gesundheitsgefahr“ serviert wird. Die Gäste essen sie also auf eigene Gefahr.

Die Schärfe eines Produkts wird in Scoville gemessen. Hat Tabasco eine Schärfe von 2.500 bis 5.000 Scoville, so kommt die vom „Currywurst“-Imbiss eigens produzierte „Bombfire“-Soße auf 666.000 Scoville.

Schärfegradbestimmung mit HPLC

Die Schärfe der verschiedenen Soßen ergibt sich je nach Gehalt

an Capsaicinoiden, die von Natur aus in Paprika- oder Chilischoten enthalten sind. Die beiden Hauptbestandteile Capsaicin (69 %) und Dihydrocapsaicin (22 %) sind hierbei fast doppelt so scharf wie die im Vergleich eher in geringeren Mengen vorhandenen Capsaicinoide Nordihydrocapsaicin (7%), Homodihydrocapsaicin (1%) und Homocapsaicin (1%). Um die Capsaicin-Gehalte in den verschiedenen Soßen und den reinen Chilischoten zu bestimmen, werden deshalb nur Capsaicin und Dihydrocapsaicin untersucht [2].

Zur Bestimmung des genauen Gehalts wird ein kompaktes HPLC-System für Hochgeschwindigkeitsanalysen eingesetzt: die LC-2040C 3D aus der i-Series. Ausgestattet mit Photodiodenarray (PDA)- und Fluoreszenz-Detektor wurden zunächst Standards der beiden Hauptbestandteile analysiert. Die angewandten Methodenparameter basieren auf einer bereits vorhandenen

Shimadzu-Applikation (No. L335) und sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Zunächst werden Standards von Capsaicin und Dihydrocapsaicin in verschiedenen Konzentrationen untersucht (5, 10, 25, 50, 75 und 100 µg/ml), um eine Kalibrierkurve zu erstellen. Hierbei zeigt zunächst die Detektion des Fluoreszenz-Detektors eine etwa 16-fach höhere Empfindlichkeit als die Detektion mit dem PDA, wie in Abbildung 1 zu sehen.

Deshalb wird zur weiteren Untersuchung der Fokus nur noch auf die Fluoreszenz-Detektor-Analysen gelegt. Die Zuordnung der beiden Peaks ist in Abbildung 2

zu sehen, hierbei ist das Capsaicin der früher eluierende Peak bei 2,84 min und das Dihydrocapsaicin der später eluierende Peak bei 4,16 min.

Vergleich von Chilischoten und Chili-Soßen

Die beiden Kalibrierkurven des Capsaicins (Abbildung 3 links) und des Dihydrocapsaicins (Abbildung 3 rechts) dienen als Basis für die spätere Bestimmung des Capsaicin-Gehalts in den extrahierten Chilischoten und den Chili-Soßen.

Zur Probenvorbereitung der getrockneten Chilis und der Soßen

| Säule | Shim-Pack GIST C18 (2.1 x 100 mm i.D., 2 µm) |
|----------------------|--|
| Mobile Phase A | 1,0 % wässrige Essigsäure |
| Mobile Phase B | Acetonitril |
| Flußrate | 0,9 ml/min (40 Vol.-% B Konzentration) |
| Säulenofentemperatur | 50 °C |
| Detektion | PDA 280 nm, RF-20Axs Ex 280 nm, Em 325 nm |
| Injektionsvolumen | 1 µl |

Tabelle 1: Methodenparameter zur Analyse von Capsaicin und Dihydrocapsaicin

| Probe | Capsaicin µg/g (Probe) | Dihydrocapsaicin µg/g (Probe) | Scoville |
|--------------|---------------------------|----------------------------------|----------|
| Home Grown | 1.501,4 | 388,5 | 30.427 |
| Habanero | 1.693,4 | 782,2 | 39.857 |
| Piri Piri | 4.877,7 | 2.273,0 | 115.125 |
| Bhut Jolokia | 24.356,1 | 8.818,6 | 534.113 |

Tabelle 2: Ergebnisse der Probemessungen von Chilischoten

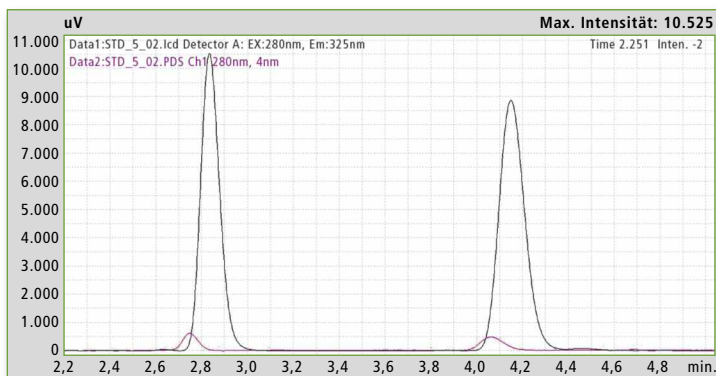


Abbildung 1: Vergleich RF- (schwarz) zu PDA-Detektion (violett)

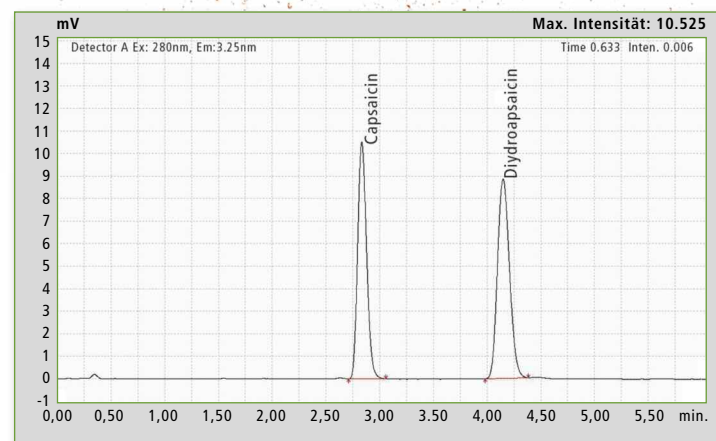


Abbildung 2: RF-Chromatogramm des Standards 5 µg/ml

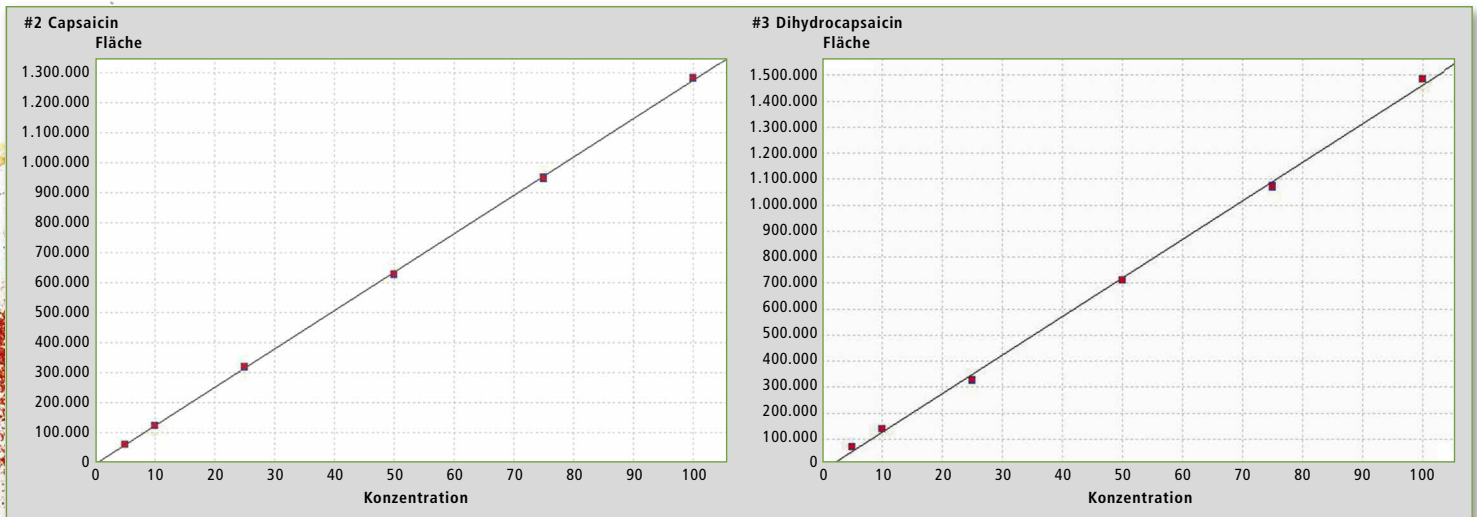


Abbildung 3: Kalibrierkurven von Capsaicin und Dihydrocapsaicin

werden zunächst definierte Probenmengen eingewogen (1 g Chilischote, 2 g Soße) und diese in 10 ml Ethanol gelöst. Nach ein-

kann man das Ergebnis entsprechend unten stehender Formel (ohne Nordihydrocapsaicin) in die Scoville-Skala umrechnen und somit den Schärfegrad der Chilischoten und Soßen bestimmen.

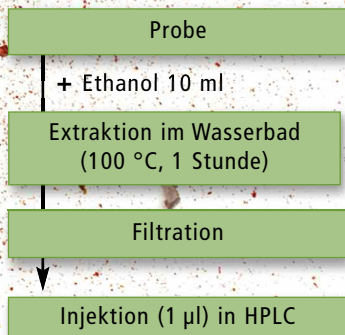


Abbildung 4: Probenvorbereitung

stündiger Extraktion im Wasserbad (100 °C) und Filtrieren der Lösung wird 1 µl injiziert (Abbildung 4).

Insgesamt werden vier verschiedene Chilischoten und fünf Soßen mit unterschiedlichen Schärfegraden untersucht. In Abbildung 5 sieht man das Chromatogramm einer Soße mit dem mittleren bis hohen Schärfegrad 7 in dem Capsaicin, Dihydrocapsaicin und auch Nordihydrocapsaicin identifiziert werden können.

Formel für den Schärfegrad

Zur Quantifizierung werden die Kalibrierkurven von Capsaicin und Dihydrocapsaicin herangezogen. Um den Schärfegrad zu bestimmen, werden die Konzentrationen entsprechend der Peakflächen bestimmt und auf die Einwaage umgerechnet. Dann

$$SHV = C + D + N$$

$$C = (\mu\text{g Capsaicin pro Gramm}) \times 16.1$$

$$D = (\mu\text{g Dihydrocapsaicin pro Gramm}) \times 16.1$$

$$N = (\mu\text{g Nordihydrocapsaicin pro Gramm}) \times 9.3$$

Die daraus resultierenden Ergebnisse sind in den Tabellen 2 und 3 zusammengefasst.

Zusammenfassung

Die dargestellte Methode zeigt eine einfache Probenvorbereitung und schnelle Analyse von Chili-Erzeugnissen. Die resultierenden Ergebnisse lassen eine ungefähre Abschätzung des zu erwartenden Schärfegrads der Produkte zu, wobei durch das Nichteinbeziehen des Nordihydrocapsaicins sowie eine möglicherweise nicht vollständige Extraktion die Ergebnisse bezüglich des Scoville-Werts als etwas zu niedrig anzusehen sind.

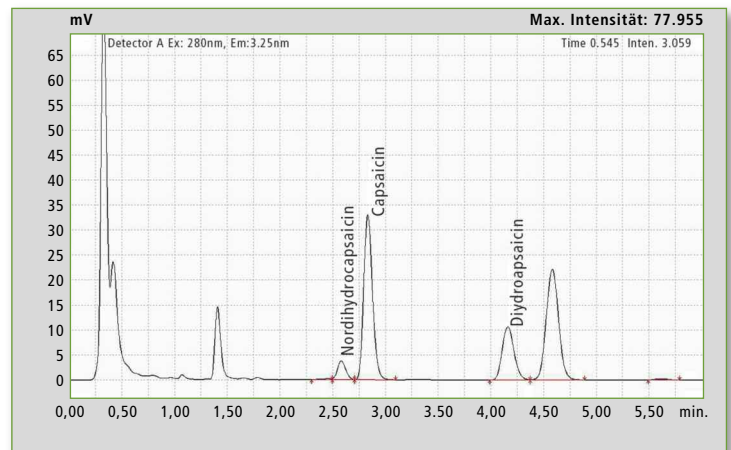


Abbildung 5: Chromatogramm der Soße mit dem Schärfegrad 7

Hierbei zeigt sich im Vergleich ein zu erwartender, deutlich höherer Schärfegrad für die reinen Chilischoten als für die Currywurst-Soßen. Dieser Unterschied resultiert aus der gleichen Aufarbeitung für die zwei verschiedenen Probenarten und den verdünnenden Effekt der Soße, in der Bestandteile der reinen Chilischoten enthalten sind. Allerdings ist das Ziel sehr gut gelungen, den zu erwartenden Trend der Schärfe für die unterschiedlichen Soßen sichtbar zu machen. Dieser ist einfach anhand der gezeigten Beispiele in

Tabelle 3 sehr deutlich zu erkennen.

Literatur

- [1] wikipedia.org/wiki/Currywurst
- [2] wikipedia.org/wiki/Capsaicin

| Probe | Capsaicin µg/g (Probe) | Dihydrocapsaicin µg/g (Probe) | Scoville |
|----------|---------------------------|----------------------------------|----------|
| Soße 3 | 5,9 | 12,0 | 289 |
| Soße 5 | 6,8 | 11,6 | 296 |
| Soße 7 | 405,6 | 120,9 | 8.478 |
| Soße 10 | 1.103,2 | 442,3 | 24.882 |
| Soße 10+ | 4.867,0 | 3.182,4 | 129.594 |

Tabelle 3: Ergebnisse der Probemessungen von Chilischoten und scharfen Soßen

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:

- Application note: Shimadzu Application News No. L335





Olivenöl Top-Lieferant für Vitamin E

Eine quantitative Fluoreszenzanalyse von Tocopherolen

Tocopherole sind methylsubstituierte Chromanole mit einer aus drei Isopren-Resten bestehenden Seitenkette. Die vier Tocopherole α -, β -, γ -, und δ -Tocopherol unterscheiden sich voneinander in der Anzahl und Position der Methylgruppen im phenolischen Teil des Chromanrings. Das α -Homolog enthält drei Methylgruppen, während das β - und das γ -Homolog zweifach methylierte Positionsisomere sind. Das δ -Homolog ist einfach methyliert. Diese Substanzen besitzen alle Vitamin-E-Aktivität, wobei das biologische Potenzial des R,R,R- α -Tocopherol mit 1,49 IE/mg das der anderen Homologe deutlich übertrifft [1].

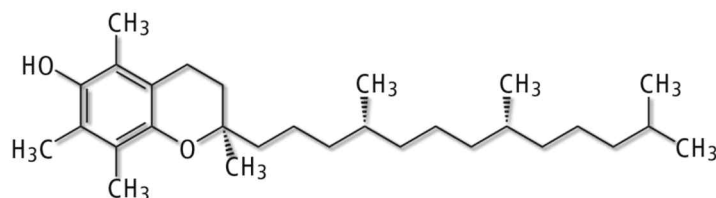


Abbildung 1: Chemische Struktur von α -Tocopherol

Fette und Öle mit über 20 % zur Deckung des Vitamin-E-Bedarfs beitragen [1]. Die benötigte Tagesdosis steigt, wenn die Ernährung einen großen Anteil ungesättigter Fettsäuren enthält. Beispielsweise liegt der α -Tocopherol-Bedarf bei 0,09 mg/g für einfach ungesättigte Fettsäuren und bei 0,4 - 0,6 mg/g für zweifach ungesättigte Fett-

ungewinn. Daher werden große Mengen Öl aus den Ländern Italien, Spanien und Griechenland in die Vereinigten Staaten, Australien und Japan exportiert [6, 7].

Hohe Empfindlichkeit der Fluoreszenz-Spektroskopie

Die Fluoreszenz-Spektroskopie ist für die Analyse der Bestandteile von Olivenölen sehr gut geeignet. Das Verfahren besitzt eine höhere Empfindlichkeit als z.B. die UV/Vis-Spektroskopie, da das Signal-Rausch-Verhältnis bedeutend höher ist. Außerdem handelt es sich bei der Fluoreszenz-Spektroskopie um ein Verfahren, das auch dreidimensional angewendet werden kann, was besonders bei komplexen Probenzusammensetzungen von Vorteil ist.

In der 3D Fluoreszenz-Spektroskopie werden für eine Reihe von Anregungswellenlängen die dazu-

gehörigen Emissionsspektren aufgetragen. In Abbildung 2 ist ein 3D-Spektrum von handelsüblichem Olivenöl abgebildet. Neben dem Verlauf der Anregungswellenlänge sind Fluoreszenzaktivitäten im Bereich von 290 - 340 nm, 350 - 450 nm und 660 - 680 nm vorhanden. Die Emission bei ca. 670 nm (Ex: 400 nm) ist typisch für Chlorophyll, während die breite Bande zwischen 350 nm und 450 nm von mehrfach ungesättigten Fettsäuren und deren Oxidationsprodukten hervorgerufen wird. Der letzte verbleibende Emissionspeak bei ca. 320 nm ist dem Vitamin E zuzuordnen [8].

Die Konzentration an fluoreszenzaktiven Chromophoren in purem Olivenöl ist sehr hoch. Um die Intensität der Fluoreszenz herabzusetzen, besteht die Möglichkeit die Probe 30° oder 60° zum Anregungsstrahl zu drehen. Auf diese Weise wird das vom Anregungsstrahl durchlaufene Volumen verkleinert.

Allerdings hat dieses keinen Einfluss auf Quenching-Effekte innerhalb der Probe. Um diese zu reduzieren, wird die Messung von Olivenöl in Form einer Verdünnung mit n-Hexan (1 Vol.-% Olivenöl) durchgeführt. Es ist aber auch im Hinblick auf eine mögliche Quantifizierung von Vitamin E im Olivenöl sinnvoll, da somit deutlich weniger Matrixeffekte auftreten [4]. Die Abbildung 3 zeigt den Vergleich der Messung einer verdünnten Hexan-Lösung (1 Vol.-%) mit einer höher konzentrierten (30 Vol.-%). Im Spektrum der höher konzentrierteren Öl-Hexan-Lösung (schwarz) ist neben dem

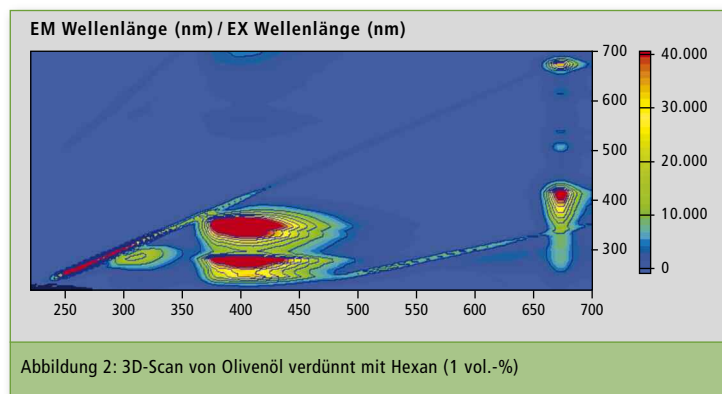


Abbildung 2: 3D-Scan von Olivenöl verdünnt mit Hexan (1 vol.-%)

Angewendet werden Tocopherole z.B. in der Lebensmittelindustrie, da sie eine effektive Hemmung der Fettoxidationsprozesse in Lebensmitteln bewirken [2]. Diese Wirkung zeigt sich auch in anderen biologischen Systemen, wie z.B. dem menschlichen Körper.

Fette und Öle tragen mit über 20 % zur Deckung des Vitamin-E-Bedarfs bei

Die größte Einnahmequelle für Vitamin E sind pflanzliche Öle. Anhand der Daten des National Health and Nutrition Survey (NHAVES II) ist ersichtlich, dass

säuren [3]. Die Angaben des National Research Council (1989) empfehlen eine Vitamin-E-Tageszufuhr von 10 mg für Männer bzw. 8 mg für Frauen.

Den in der Ernährung vorherrschenden Ansichten entsprechend ist Natives Olivenöl Extra trotz seines hohen Gehalts an einfach ungesättigten Fettsäuren dazu geeignet, die tägliche Vitamin-E-Zufuhr zu ergänzen und vor Vitamin-E-Mangel zu schützen [4, 5]. Sie werden heute weltweit als gesundheitsfördernde Öle anerkannt, weshalb Natives Olivenöl Extra in vielen Ländern an Bedeu-

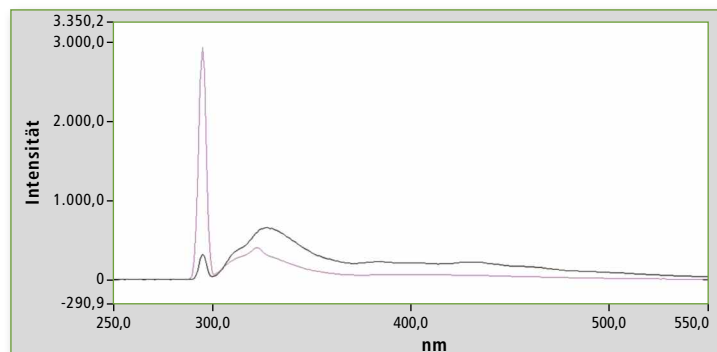


Abbildung 3: Spektrum von verdünntem Olivenöl 1 % v/v, in n-Hexan (violett), Spektrum von verdünntem Olivenöl 30 % v/v, in n-Hexan (schwarz)

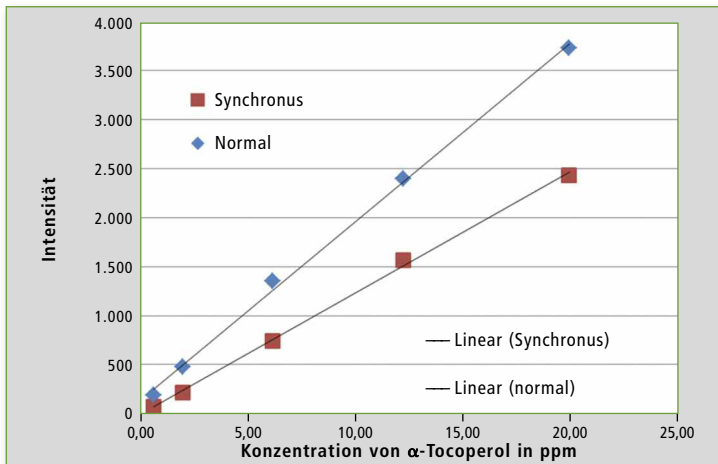


Abbildung 4: Kalibration von α-Tocopherol in Hexan normal und mit der Synchron-Technik und den dazugehörigen Ausgleichsgeraden

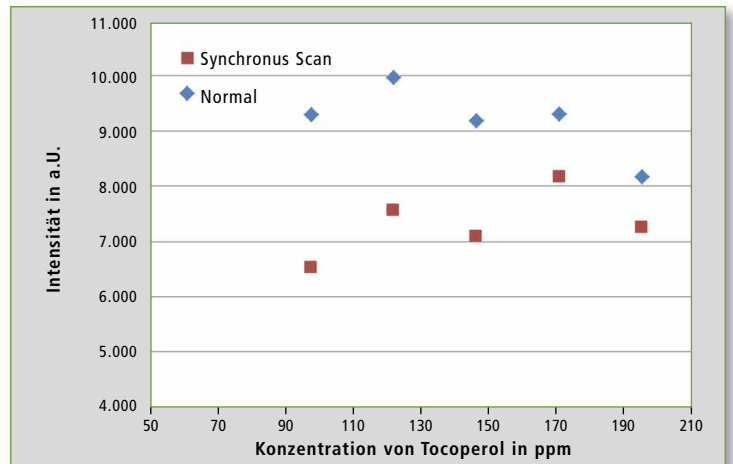


Abbildung 6: Kalibration einer α-Tocopherol-Hexan-Lösung im Bereich von 80 - 200 ppm (Ex: 290 nm)

Tocopherol-Peak bei ca. 320 die Matrix deutlich zu sehen, was z.B. eine Auswertung über die Peakfläche erschwert.

Quantitative Erfassung des Vitamin-E-Gehalts

Um den Vitamin-E-Gehalt in Olivenöl quantitativ zu erfassen, wird eine externe Kalibration durchgeführt. Um den dynamischen Bereich zu testen, werden Kalibrationslösungen mit 0,6 - 75 ppm α-Tocopherol in Hexan angesetzt und bei einer Anregungswellenlänge von 290 nm gemessen. Dabei fällt auf, dass die Empfindlichkeit zu den höheren α-Tocopherol-Konzentrationen abnimmt, weshalb eine Kalibration im Bereich von 1 - 20 ppm am besten geeignet ist.

wobei beide Wellenlängen einen konstanten Abstand zueinander haben. Dadurch wird der Anregungspeak im Spektrum deutlich abgeschwächt, sowie auch Licht zweiter Ordnung und Matrixeffekte der Probe. Daraus resultieren deutlich schmalere Peaks. Diese sind meist deutlich besser auszuwerten, haben allerdings auch eine geringere Intensität [9].

Normale und synchrone Messung

Zum Test wurde eine Olivenöl-Hexan-Lösung (1 Vol.-%) normal und synchron gemessen. Der α-Tocopherol-Peak ist sehr klein, sodass die Probe jeweils am unteren Ende der Kalibriergeraden eingeordnet werden kann. Die Öl-Hexan-Lösung enthält demnach

in der Hexan-Lösung um einige Prozent hochzusetzen. Dabei muss für die Olivenöl-Konzentration ein Kompromiss zwischen einer guten Quantifizierbarkeit und möglichst wenig Matrixeffekten gefunden werden.

Zusätzlich wurden Fluoreszenzspektren von Hexan-Lösungen mit höheren α-Tocopherol-Konzentrationen aufgenommen, um zu sehen, wie sich das Fluoreszenzverhalten bei höheren Konzentrationen verhält. Die daraus resultierende Auftragung der Intensitäten gegen die Konzentration (Abbildung 6) zeigt, dass über einer Konzentration von 100 ppm Quenching-Effekte innerhalb der Probe stattfinden und keine lineare Korrelation zwischen Intensität und Konzentration mehr vorliegt. Daher ist es nicht sinnvoll, Olivenöl unverdünnt zu messen.

Zusammenfassung

Vitamin E ist ein Qualitätsmerkmal von Olivenöl, jedoch gestaltet sich die Quantifizierung mittels Fluoreszenzspektroskopie herausfordernd. Allgemein muss darauf geachtet werden, das Olivenöl ausreichend mit Hexan zu verdünnen, um Quenching innerhalb der Probe zu minimieren und die Kalibrierbarkeit des Systems zu gewährleisten. Dabei sollte die Probe jedoch nur so weit verdünnt werden, dass die α-Tocopherol-Konzentration noch ca. 10 - 15 ppm beträgt. Bei Proben mit viel Matrix kann es sinnvoll sein, die Fluoreszenz im Synchron-

Modus zu messen, da er störende Effekte minimiert.

Autoren

Aurelia Bertini, Hochschule Niederrhein
Manos Barbounis, Asteriadiis S.A.
Vassilis N. Kamvissis, Sevitel

Literatur

- [1] Eitenmiller, R. R.; Landen, W. O., Jr. Vitamin E. Tocopherols and Tocotrienols. In Vitamin Analysis for the Health and Food Sciences; CRC Press: Boca Raton, Florida, S. 109, 1999.
- [2] Kamal-Eldin, A.; Andersson, R. A multivariate study of the correlation between tocopherol content and fatty acid composition in vegetable oils. J. Am. Oil Chem. Soc. 1997, 74, 375-380
- [3] Belitz H. D.; Grosch W. Food Chemistry, 2nd ed; Springer-Verlag: Berlin, Germany, 1999.
- [4] Kafatos, A.; Comas, G. Biological effects of olive oil on human health. In Olive Oil; Kiritsakis, A. K., Ed.; American Oil Chemists' Society: Champaign, IL, Kapitel 17, S. 157-181, 1990.
- [5] Lenart, E. B.; Willet, W. C.; Kiritsakis A. K. Nutritional and Health aspects of olive oil. In Olive Oil Kiritsakis A. K. Ed: Food and nutrition Press: Trumbull (Connecticut), Kapitel 16, S. 299-322, 1998.
- [6] Petrakis, C. Good Manufacturing Practice (GMP) guidelines for virgin olive oil production. Grasas Aceities, Band 45, S. 53-54, 1994.
- [7] Eleni Psomiadou, Maria Tsimidou, Dimitrios Boskou, α-Tocopherol Content of Greek Virgin Olive oils, J. Agric. Food Chem., 48 (5), S. 1170-1775, 2000.
- [8] Kyriakidis & Skarkalis: Journal of AOAC International Vol. 83, No. 6, 2000.
- [9] Sikorska E., Khmelinskii I., Sikorski M. (2012). Analysis of Olive Oils by Fluorescence Spectroscopy: Methods and Applications, InTech, 2012.

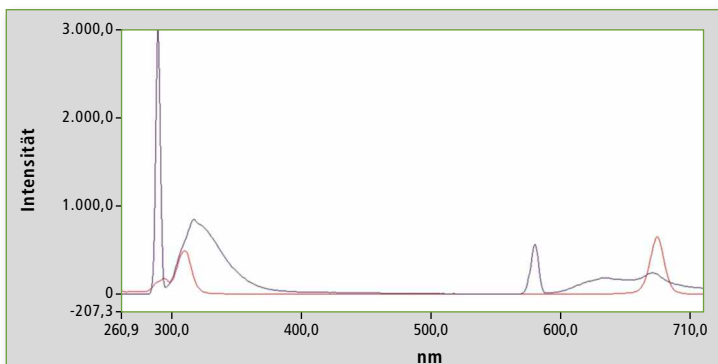


Abbildung 5: Fluoreszenzspektrum einer Olivenöl-Probe (schwarz); Synchron-Scan einer Olivenöl-Probe (violett)

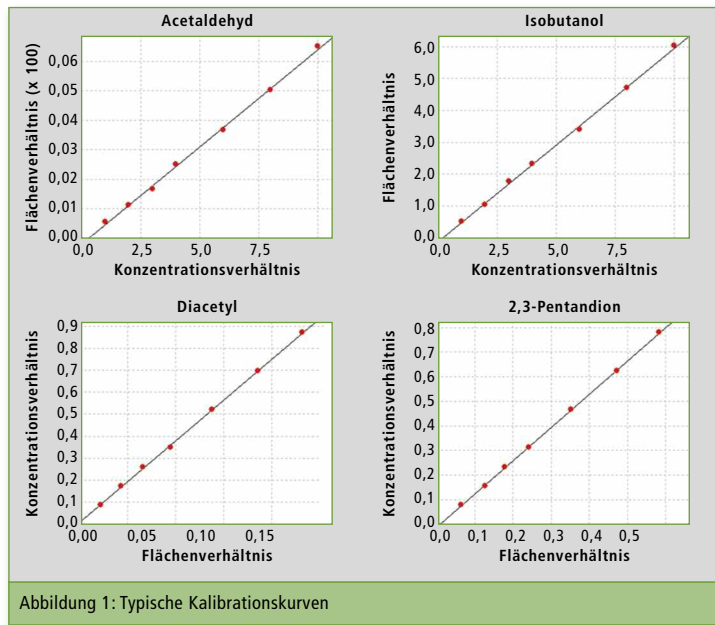
Alle Messungen wurden ebenfalls mit der Synchron-Technik durchgeführt. Das Charakteristikum dieser Technik ist, dass sowohl Anregungs- als auch Emissionswellenlänge gescannt werden,

ca. 1 - 2 ppm α-Tocopherol, wobei sich anhand der Kalibration mit der Synchron-Technik ein leicht höherer Wert ergibt. Es empfiehlt sich für eine aussagekräftige Kalibration, den Anteil des Olivenöls



Brauverfahren: Headspace-GC ermittelt Aromen in Bier

GC-2010 Plus in der Qualitätskontrolle einer großen griechischen Brauerei



Der Geschmack von Bier bildet sich aus einer komplexen Mischung zahlreicher Verbindungen, die jedem Bier seinen eigenen unverwechselbaren Charakter geben. Dazu zählen zumeist Alkohole, Ester, Säuren, vicinale Diketone und Schwefelverbindungen.

Ester sind eine der wichtigsten Gruppen von Aromen und spielen eine große Rolle bei den organoleptischen Eigenschaften von Bier. Die Produktion von Estern wird hauptsächlich durch die Zusammensetzung der Stammwürze beeinflusst und durch die Gärungsparameter im Verlauf des Brauprozesses. Zudem sind Ester oft die Zielverbindungen bei der Identitätsüberprüfung und den Verfahren zur Qualitätskontrolle.

Ein weiterer kritischer Schritt bei der Aromenbestimmung in Bier ist auch die Überwachung der vicinalen Diketone (vicinal diketone = VDKs), einschließlich 2,3-

Butandion (Diacetyl) und 2,3-Pentandion.

Auch VDKs beeinflussen den Geschmack von Bier: Sie sind für einen süßlichen Buttergeschmack verantwortlich, werden aber bei hohem Aufkommen als ungünstig betrachtet.

Eine andere wichtige Aufgabe im Verlauf des Brauprozesses besteht in der Überwachung von Acetaldehyd. Es wird während der Nachgärung durch Hefe zu Ethanol reduziert. Aber dieser Prozess kann aufgrund starker Oxidation umgekehrt werden, wobei Ethanol in Acetaldehyd zurück verwandelt

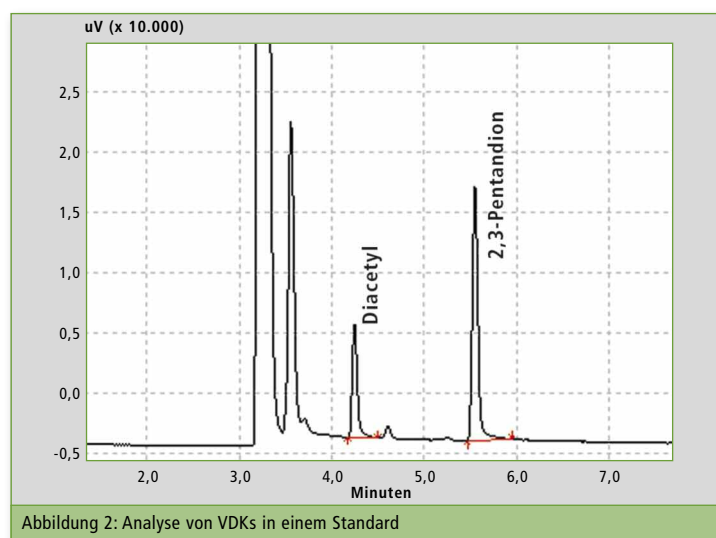
wird. Acetaldehyd kann auch das Produkt einer bakteriellen Zersetzung durch Zymomonas oder Acetobacter sein.

Dimethylsulfid (DMS) ist eine Schwefelverbindung mit einem Geschmack und Geruch von Mais. Sie stammt entweder aus dem Malz (als Ergebnis des Gärprozesses) oder aus bakterieller Verunreinigung. Schwefelverbindungen sind in geringer Konzentration akzeptabel, aber bei höheren Gehalten sind sie für einen unangenehmen Geschmack und Geruch verantwortlich.

Dies zeigt die Bedeutung schneller und zuverlässiger Methoden zur Bestimmung des Aromenprofils in Bier.

Weltweit etabliert: Headspace-GC

Headspace-Technik verbunden mit Gas-Chromatographie (HS-GC) ist ein weltweit angewandtes



Verfahren zur Analyse von Bier. Sie wird auch in der Qualitätskontrolle (QC) als wichtig betrachtet, um Probleme oder Veränderungen zu erkennen, die beim Brauen oder beim Gärprozess auftreten und die Qualität des Endprodukts beeinträchtigen könnten, zum Beispiel durch:

- eine signifikante Zunahme von Ameisensäureethylester, Aceton und/oder Methanol im Falle einer Kontamination, verursacht durch unzureichend desinfizierte Tanks oder durch Undichtigkeiten in Kühlsystemen
- einen ungewöhnlichen Anstieg von Capronsäureethylester aufgrund von Problemen mit der Hefe oder der Gärung.

Ziel der aktuellen Arbeit war eine HS-GC-Methode zu entwickeln, um sie in der Qualitätskontrolle einer großen Brauerei in Griechenland einzusetzen.

Probenaufbereitung

Vor der Headspace-Analyse benötigen die Bierproben aus zwei Gründen eine Entgasung:

1. es ist unerlässlich zu verhindern, dass gelöstes Kohlendioxid (CO₂) im Verlauf des Headspace-Aufheizens den Druck im Proben-Vial beeinflusst
2. ausströmendes CO₂ während der Chromatographie würde die GC-Basislinie stören.

Die Proben wurden durch Überführung des Biers in ein Weithals-Becherglas und kurze Ultraschallbehandlung vorbereitet. Nach dem Entgasen wurden 2,5 ml der Bierprobe in ein 20 ml Headspace-Fläschchen gegeben, der interne Standard mit einer gasdichten Spritze hinzugefügt und das Fläschchen mit einem Gummi-septum verschlossen. Es wurde anschließend für Inkubation und Injektion in ein Rack des Headspace-Autosamplers gestellt.

Geräteausstattung

Gas-Chromatograph

Shimadzu GC-2010 Plus, zwei Split/Splitless-Injektoren, zwei Analyselinien, eine mit einem ECD-Detektor (Analyse von

VDKs) und die zweite mit einem FID-Detektor (Analyse von Estern, DMS, Acetaldehyd).

Headspace-Autosampler

Shimadzu AOC-5000 mit einer 2,5 ml Headspace-Spritze.

Kapillarsäulen

- Linie 1 (VDKs): Varian CP SIL 8 CB Säule (50 m, 0,53 mm ID und 1 µm Schichtdicke)
- Linie 2 (Ester): Varian CP Wax 52 CB Säule (60 m, 0,32 mm und 1,20 µm Schichtdicke)

Ergebnisse und Diskussion

Nach Identifikation der Verbindungen wurde eine Kalibration mit einer 5 % wässrigen Lösung in Ethanol vorgenommen. Die für die Analysen verwendeten Substanzen waren:

- VDKs: Diacetyl, 2,3 Pentandion und 1,2-Dichlorpropan als interner Standard
- Ester etc: Acetaldehyd, DMS, Aceton, Ameisensäureethylester, Essigsäureethylester, Methanol, Propionsäureethylester, Propanol, Isobutanol, Essigsäurepentylester, Amylalkohol und Capronsäureethylester und n-Butanol als interner Standard.

Die für jede Substanz verwendete Kalibrationskurve bestand aus sieben Messpunkten; die Korrelationskoeffizienten (r²) sind in Tabelle 2 aufgelistet und variieren von 0,9965 bis 0,9999. Einige typische Kalibrationskurven zeigt auch Abbildung 1.

Versuchsdaten

Neun Wiederholungsmessungen der höchsten Konzentration des VDKs-Standard wurden durchgeführt und die relativen Standardabweichungen (RSDs) zeigt Tabelle 3. Die Reproduzierbarkeit war sehr gut und in allen Fällen waren die RSD kleiner als 3 % (siehe auch Tabelle 3).

Fazit

Die Headspace-GC-Technik ist eine schnelle und zuverlässige Methode für die Routineanalyse von Aromastoffen in Bier. Aufgrund der minimalen

| Linie 1 (VDKs) | Linie 2 (Ester) |
|-------------------------------|---|
| Injektortemperatur: 135 °C | Injektortemperatur: 135 °C |
| Trennverhältnis: 3 | Trennverhältnis: 3 |
| Säulen-Ofen: 75 °C für 12 min | Säulen-Ofen: 35 °C (25 min), 10 °C/min bis 150 °C und für 10 min halten |
| FID-Temperatur: 150 °C | FID-Temperatur: 150 °C |
| Druck: 35 KPa | Druck: 73 KPa |
| Trägergas: Helium | Trägergas: Helium |

Tabelle 1: Methodenparameter

| Probe | Korrelationskoeffizient | RSD (%) |
|----------------|-------------------------|---------|
| Diacetyl | 0,9995 | 1,04 |
| 2,3-Pentandion | 0,9999 | 1,08 |
| Acetaldehyd | 0,9984 | 2,51 |
| Dms | 0,9989 | 2,20 |
| Aceton | 0,9989 | 1,3 |
| Ethylformat | 0,9976 | 2,25 |
| Ethylacetat | 0,9987 | 1,30 |
| Methanol | 0,9965 | 2,43 |
| Ethylpropionat | 0,9984 | 1,75 |
| Propanol | 0,9991 | 2,89 |
| Isobutanol | 0,9989 | 2,50 |
| Isoamylacetat | 0,9965 | 1,35 |
| Amylalkohol | 0,9986 | 2,85 |
| Ethylcapronat | 0,9973 | 2,93 |

Tabelle 2: Korrelationskoeffizienten der zugehörigen Substanzen

| ID#1 Probenname: Diacetyl | | |
|---------------------------------|-----------|--------|
| Titel | Ret.-Zeit | Fläche |
| mixture&ISTD9.gcd | 4,249 | 36.193 |
| mixture&ISTD8.gcd | 4,249 | 36.457 |
| mixture&ISTD7.gcd | 4,248 | 36.336 |
| mixture&ISTD6.gcd | 4,248 | 36.657 |
| mixture&ISTD5.gcd | 4,247 | 36.830 |
| mixture&ISTD4.gcd | 4,247 | 36.652 |
| mixture&ISTD3.gcd | 4,246 | 36.530 |
| mixture&ISTD2.gcd | 4,245 | 36.923 |
| mixture&ISTD1.gcd | 4,243 | 35.667 |
| Durchschnitt | 4,247 | 36.472 |
| %RSD | 0,049 | 1,038 |
| Maximum | 4,249 | 36.923 |
| Minimum | 4,243 | 35.667 |
| Standardabweichung | 0,002 | 379 |
| ID#2 Probenname: 2,3-Pentandion | | |
| Titel | Ret.-Zeit | Fläche |
| mixture&ISTD9.gcd | 5,552 | 89.233 |
| mixture&ISTD8.gcd | 5,551 | 89.539 |
| mixture&ISTD7.gcd | 5,551 | 89.407 |
| mixture&ISTD6.gcd | 5,550 | 91.125 |
| mixture&ISTD5.gcd | 5,549 | 91.484 |
| mixture&ISTD4.gcd | 5,548 | 90.068 |
| mixture&ISTD3.gcd | 5,547 | 89.663 |
| mixture&ISTD2.gcd | 5,546 | 90.701 |
| mixture&ISTD1.gcd | 5,543 | 88.497 |
| Durchschnitt | 5,548 | 89.971 |
| %RSD | 0,052 | 1,075 |
| Maximum | 5,552 | 91.484 |
| Minimum | 5,543 | 89.497 |
| Standardabweichung | 0,003 | 967 |

Tabelle 3: Daten-Reproduzierbarkeit der VDKs (Screenshot von der GC Solution-Software)

gemessen, sondern durch eine spezielle Option zusätzlich die ausblasbaren organischen Substanzen, die sogenannten POC (purgeable organic carbon).

Um die Effizienz der Kläranlage zu überwachen und um den Klärprozess steuern zu können, wird auch der Ausgang der Kläranlage überwacht. Hierzu werden zwei Stoffströme analysiert:

- die Wässer aus den verschiedenen Reinigungsstufen der Kläranlage
- die durch Niederschlagsereignisse entstehenden Oberflächenwässer.

Werden die entsprechenden Grenzwerte eingehalten, darf das Wasser

Vor allem bei der Herstellung und Verarbeitung hochreiner Chemikalien können sich Verunreinigungen negativ auf die Qualität des Produkts auswirken. Daher wird eine wichtige Spezifikation des Reinstwasser durch den TOC beschrieben: Es darf nicht mehr als 0,2 mg/l organischen Kohlenstoff enthalten. Deshalb wird das Reinstwasser vor dem Einspeisen in die Versorgungsleitungen kontinuierlich untersucht. Um solche empfindlichen Messungen durchzuführen, wird ein spezieller hochsensitiver Katalysator eingesetzt. Die platierte Quarzwolle des Katalysators ermöglicht die Injektion höherer Volumina. In dieser Kombination werden Nachweisgrenzen unter 50 µg/l TOC erreicht.

einer erhöhten Korrosion an Anlagenteilen wie Wärmeübertragern oder an der Beschauelung von Dampfturbinen.

In dem zurückfließenden Kondensat können sich organische Substanzen anreichern. Daher wird auch das Kondensat überwacht und nur wiederverwendet, wenn ein Grenzwert von maximal 0,8 mg/l TOC eingehalten wird. Ist die gemessene TOC-Konzentration höher, wird das Kondensat vor der Wiederverwendung durch geeignete Verfahren aufbereitet.

Rückkühlwasser

Für die Kondensation im Wasser-Dampf-Kreislauf werden zusätzliche Kühlkreisläufe bemüht. Die hierfür verwendeten Kühltürme mit ihren großen Wassermengen stellen im Gegensatz zu den geschlossenen Wasser-Dampf-Kreisläufen ein offenes System dar. Von außen wirken verschiedenste Umwelteinflüsse auf die Wasserqualität des sogenannten Rückkühlwassers. Dies ist bei Temperaturen zwischen 20 °C und 40 °C zudem eine ideale Brutstätte für Mikroorganismen aller Art. Um die Verkeimung zu verringern, werden dem Rückkühlwasser Chemikalien zugegeben. Auch dieses Wasser wird kontinuierlich hinsichtlich seines organischen Verunreinigungsgrads überwacht.

chen Teile oder Filter, ist somit praktisch wartungsfrei. Das strömende Medium trägt stetig Partikel oder Ablagerungen von der Kapillare fort, so dass keine Verstopfungen entstehen können.

Fazit

Man sieht, wie vielfältig die Einsatzgebiete der TOC-Analytik in einem Chemiepark, wie etwa in Leuna, sind. Ob Abwasser, Niederschlagswasser, Kondensat, Reinstwasser oder Rückkühlwasser, ob mit oder ohne Salze und Partikel – alle Wässer stellen eigene Anforderungen an die Analytik, die durch verschiedene Optionen erfüllt werden können.

Für Sie gelesen in Laborpraxis
Dezember 2017



Die analytische Überwachung der Wasserqualität per TOC-Messung ist auch im Chemiepark Leuna essenziell für effiziente Prozesse

in den Fluss geleitet werden. Um Umweltschäden zu vermeiden, wird der Ablauf der Kläranlage bei einer Grenzwertüberschreitung in ein Havariebecken geleitet und danach wieder der Abwasserbehandlung zugeführt.

Reinstwasser

In Chemieparks wird Reinstwasser für chemische und thermische Prozesse in Abhitz- und Kesselanlagen verwendet. Dafür stellt InfraLeuna etwa 350 m³ Reinstwasser pro Stunde her. In diesem Herstellungsprozess werden unterschiedliche Techniken miteinander verknüpft. Das Rohwasser wird zunächst entkarbonisiert, über Kiesfilter und Kerzenfilter filtriert, anschließend durch Umkehrosmose gereinigt und durch Ionenaustauscher entsalzt.

TOC-Verunreinigungen im Reinstwasser können negativen Einfluss auf chemische Prozesse haben.

Wasserdampf/Kondensat

Einer der wichtigsten Energieträger im Chemiepark Leuna ist Wasserdampf. Er wird zum Beheizen von Reaktoren verwendet und ist manchmal sogar Teil des Herstellungsprozesses. InfraLeuna versorgt daher die jeweiligen Kunden und die eigenen Anlagen mit Wasserdampf in unterschiedlichen Druckstufen. Der Dampf wird teilweise hocheffizient in Kraft-Wärme-Kopplung in einer GuD-Anlage erzeugt.

Verunreinigungen in dem zur Dampfgewinnung verwendeten Wasser können negative Auswirkungen auf die Anlage haben. Neben anorganischen Stoffen, wie Salze oder CO₂, können auch organische Verunreinigungen Schaden anrichten. Bei der Dampferzeugung werden einige organische Substanzen zersetzt. Durch die Zersetzungsprodukte wie z.B. organische Säuren kommt es zu

Probennahme

Am Chemiestandort Leuna werden an vielen Stellen Prozess-TOC-Geräte zur Überwachung der verwendeten Wässer eingesetzt. Die Probenahme erfolgt dagegen bei allen verwendeten Systemen mittels Entnahme im Gegenstrom-Prinzip. Sie besteht aus einem gebogenen Überlaufrohr, in das eine Entnahmekapillare eingeführt wird.

Der Probenentnahmepunkt liegt dabei direkt hinter einem Rohrbogen, so dass eine turbulente Strömung der Probe ein eventuell vorliegendes Mehrphasengemisch homogenisiert. Der TOC-4200 zieht die strömende Probe entgegen ihrer Strömungsrichtung aus dieser Kapillare und spült sie anschließend mit Spülwasser zurück. Die Probenahmevorrichtung enthält damit keine bewegli-

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:

- www.laborpraxis.vogel.de/per-toc-messung-im-prozess-die-wasserqualitaet-im-chemiepark-ueberwachen-a-669678/



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, Maximilian Schulze

Gestaltung und Produktion

m/e brand communication GmbH GWA
Düsseldorf

Auflage

Deutsch: 6.400 · Englisch: 3.920

© Copyright

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, März 2018. Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion gestattet.

Windows ist Warenzeichen der Microsoft Corporation. ©2018 Apple Inc. Alle Rechte vorbehalten. Apple, das Apple Logo, Mac und Mac OS sind Warenzeichen von Apple.



Troubleshooting über YouTube

Videoanleitungen am Beispiel der neuen GC-Generation Nexis GC-2030



Abbildung 1: YouTube: Smartdevice-Steuerung

Im Rahmen der regelmäßigen Analyse von Kundenwünschen an Shimadzu berichten Nutzer weltweit zum Beispiel von einem leichteren Zugang zur GC-Analytik oder von vereinfachten täglichen Wartungsarbeiten, etwa dem Säulenwechsel.

Mit seinem neuen Troubleshooting-Kanal auf YouTube beschreitet Shimadzu einen neuen Weg, um mit Bewegtbild und begleitender Erklärung praxisnahe Tipps & Tricks rund um die Chromatographie zu geben. Am Beispiel der neuen GC-Generation Nexis GC-2030 wird hier gezeigt, dass hochpräzise Technologie komfortabel gewartet werden kann und wie einfach das tägliche Arbeiten mit dem Nexis GC-2030 ist.

Durchgängige Nutzerführung

Selbsterklärende Icons des GC-2030 „Color Touchscreens“ leiten die Nutzer intuitiv durch die Eingabe aller benötigten Methodenparameter. Gleiche Icons und Gliederung der GC-typischen Module finden sich auch in der LabSolutions Software. Über die „LabSolutions Direct“ Schnittstelle ist zudem der Status laufender GC-Analysen wie auch ein Neustart von Probenmessungen aus der Ferne möglich:



Abbildung 3: YouTube: ClickTek und Ofenlicht

mittels Tablet-PC oder Smartphone, sofern Zugang zum Netzwerk des GC-2030 besteht (Abbildung 1).

Einfache Instandhaltung

Wie einfach ein Septum- und Linertausch geht, also eine regelmäßige Wartungsarbeit am GC-Injektor, zeigt ein weiterer Film (Abbildung 2). Die einfache Diagnosefunktion des GC-2030 gibt klare Auskunft, ob nach getaner Arbeit der Injektor wieder gasdicht für den Betrieb ist.

Der Säulenwechsel gehört zum Standardprocedere, wenn ein GC für verschiedenste Applikationen genutzt wird (Abbildung 3). Die einzigartige Click-Tek-Technik vereinfacht diesen Vorgang zu wenigen eindeutigen Schritten. Eine einfache Karabinermechanik



Abbildung 2: YouTube: Liner- und Septumwechsel

verifiziert, ob die Säule korrekt eingebaut ist, da es nur zwei wohldefinierte Positionen gibt: „offen“ und „fest“. Ein optionales LED-Ofenlicht sorgt zudem für die einwandfreie Sicht innerhalb des GC-2030 Ofens.

Weniger häufig, aber auch ohne Werkzeug in kurzer Zeit durchführbar, ist der Wechsel des Gasfilters in der Leitung des Split-Gasausgangs. (Abbildung 4). Dieser verhindert die Kontamination der elektronischen Trägergaskontrolle. Die Notwendigkeit eines Wechsels wird mittels Farbwechsel eines Indikators im Filter angezeigt.

Über die Shimadzu-News-App lassen sich die Filme einfach anklicken.

Genauso einfach ist es, auf Youtube.com „GC-2030“ in die Suchmaske einzugeben.

Darüber hinaus findet man dort eine Videoanleitung zum Desolvation Line-Wechsel am Triple-Quad-Massenspektrometer LCMS-8060. Zukünftig werden noch weitere Videos folgen.

Weitere Informationen zu diesem Beitrag:

- bit.ly/Troubleshooting_ShimadzuEurope



Abbildung 4: YouTube: Gasfilterwechsel in der Splitleitung



Wenige Tropfen Blut liefern Prognose des Alzheimer-Risikos

Neue Methode der Immunoprecipitation und Massenspektrometrie (IP-MS)

Ein internationales Forschungsteam hat einen hochempfindlichen Bluttest entwickelt, mit dem sich das individuelle Risiko abschätzen lässt, an Alzheimer zu erkranken. Unter Führung des Japanischen Zentrums für Geriatrie und Gerontologie (NCGG), des Koichi-Tanaka-Forschungslabors für Massenspektroskopie von Shimadzu und der australischen Forscher der Studie zur Alterungsforschung (Australian Imaging, Biomarker and Lifestyle Study of Aging [AIBL]) waren auch die Universitäten von Tokyo, Kyoto, Kindai und das Tokyo Metropolitan Institute of Gerontology beteiligt. Die Ergebnisse wurden im Januar 2018 online in „Nature“ publiziert, einem der weltweit führenden wissenschaftlichen Journale.

Eines der entscheidenden pathologischen Merkmale der Alzheimer-Krankheit ist die Ablagerung eines abnormen Proteins im Gehirn, das so genannte A β -Amyloid (A β). Sie beginnt schleichend, etwa 30 Jahre bevor Demenz-Symptome auftreten, ohne dass Anzeichen kognitiver Ausfälle erkennbar seien. Ca. 20 - 40 % aller älteren Menschen weisen eine signifikante A β -Belastung im Gehirn auf. Obwohl die A β -Ablagerung nicht

unbedingt mit einem schnellen Fortschreiten der Alzheimer-Demenz einhergeht, ist davon auszugehen, dass für diese Personen ein Risiko besteht, irgendwann die Alzheimer-Krankheit zu entwickeln. Der neue Bluttest ist in der Lage, eine abnorme A β -Ablagerung im Gehirn zu identifizieren – mit einer Genauigkeit von ca. 90 %.

„Derzeit lässt sich eine A β -Belastung des Gehirns nur durch Positronen-Emissions-Tomographie (PET) sicher nachweisen oder durch Untersuchung der Gehirnrückenmarks-Flüssigkeit. Diese Verfahren sind aber kostenintensiv und invasiv“, sagt Akinori Nakamura, Labor-Chef bei der NCGG. „Deshalb besteht der große Wunsch nach einem minimalinvasiven und kosteneffektiven Bluttest. Ihn zu entwickeln, hat sich aber trotz großer Forschungsanstrengungen als äußerst schwierig erwiesen. Unsere Untersuchung ist wichtig, weil sie die große Leistungsfähigkeit dieses Bluttests zeigt sowie seine Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit. Er konnte erfolgreich in zwei unabhängigen großen Datenreihen aus verschiedenen Ländern überprüft werden: Japan mit 121 Proben und Australien mit 252 Proben.“



Koichi Tanaka von Shimadzu, erhielt 2002 den Chemie-Nobelpreis für die Entwicklung einer massenspektrometrischen Analyse-methode

Ein Schlüssel zum Erfolg der Untersuchung ist die neue Methode der Immunoprecipitation und Massenspektrometrie (IP-MS). „Aus einer Blutprobe von nur 0,5 ml kann die IP-MS-Methode einige mit A β in Beziehung stehende Peptide quantitativ im Plasma ermitteln, beispielsweise A β 1-42, A β 1-40 oder APP669-711, selbst wenn deren Konzentration extrem gering ist. Wir haben entdeckt, dass das Verhältnis dieser Peptide einen präzisen Richtwert für die A β -Belastung des Gehirns darstellt. Dieses Verfahren wurde von unserem Kollegen Naoki Kaneko entwickelt, der auch als Erster APP669-711 im Plasma gefunden hat“, sagt Koichi Tanaka von Shimadzu, der 2002 für die Entwicklung einer Methode für massenspektrometrische Analysen den Chemie-Nobelpreis erhielt.

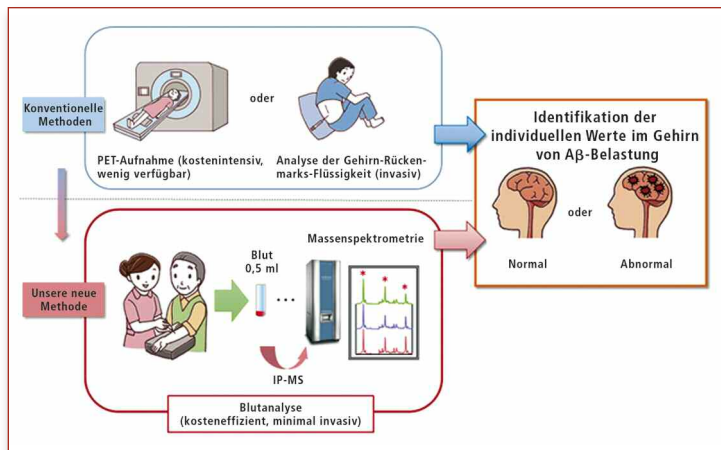
„Wissenschaftler bei Shimadzu werden den Test nun weiterentwickeln, damit er allgemein einsetzbar wird. Da die Fragestellung

jetzt aber grundsätzlich gelöst ist, hat er das Potenzial, irgendwann die PET/CSF-Technologien abzulösen. In einem ersten Schritt eignet er sich wahrscheinlich für die Früherkennung“, so Colin L. Masters, Professor am Florey-Institut der Universität von Melbourne, federführend für das AIBL-Projekt.

„Unser Bluttest könnte auch das Gestaltungspotenzial besitzen, die Entwicklung von wirksamen Alzheimer-Medikamenten zu erleichtern“, sagt Katsuhiko Yanagisawa, Generaldirektor des Forschungsinstituts am NCGG. „Obwohl sich Medikamente noch in der Entwicklung befinden, dürfte der beste Zeitpunkt für eine wirksame Behandlung vor dem Einsetzen der demenziellen Symptome liegen. Wir gehen davon aus, dass unser Bluttest eine breit angelegte Früherkennungen ermöglicht, um so „gefährdete“ Personen auffindig zu machen und für vorklinische und prodromale Präventionsstudien gewinnen zu können – mit moderatem Kosten-Nutzen-Verhältnis und Skalierbarkeit.“

Autoren des im Nature veröffentlichten Artikels

Akinori Nakamura, Naoki Kaneko, Victor L. Villemagne, Takashi Kato, James Doecke, Vincent Doré, Chris Fowler, Qiao-Xin Li, Ralph Martins, Christopher Rowe, Taisuke Tomita, Katsumi Matsuzaki, Kenji Ishii, Kazunari Ishii, Yutaka Arahata, Shinichi Iwamoto, Kengo Ito, Koichi Tanaka, Colin L. Masters & Katsuhiko Yanagisawa



Weitere Informationen zu diesem Beitrag:
• www.nature.com/articles/nature25456



„Lasst die Korken knallen“! 50 Jahre Shimadzu in Europa

Ein guter Grund zu feiern

Dieses Jahr feiert die Shimadzu Europa GmbH das 50. Jubiläum ihrer Präsenz in Europa – ein weiteres Jahr mit zahlreichen Innovationen und ein gebührender Anlass, um mit Kunden, Mitarbeitern und Partnern aus Analytik und Medizintechnik zu feiern.

Es begann 1968 mit fünf Mitarbeitern: Die Shimadzu Europa GmbH nahm ihren Betrieb in Düsseldorf auf, der Hauptstadt von Deutschlands bevölkerungsreichstem Bundesland. Im Jahr 1987, nach 20 Jahren kontinuierlichen Wachstums, zog Shimadzu einige Kilometer weiter nach Duisburg, der Stadt mit dem größten Binnenhafen Europas und bis heute der Sitz der Europa-Zentrale. Gegenwärtig beschäftigt das Unternehmen fast 700 Mitarbeiter in ganz Europa innerhalb eines Netzwerkes aus Niederlassungen, Vertriebsbüros und Handelspartnern in 81 Städten in 48 Ländern.

„Excellence in Science“

Das europäische Headquarter in Duisburg beheimatet das technische und applikative Know-how

der instrumentellen Analytik und Medizintechnik. Dieses wird in der Shimadzu-Laborwelt auf über 1.500 qm durch intensive Trainings und Schulungen der Mitarbeiter aus Vertrieb und Service weitergegeben und von diesen weiter in die Märkte getragen. Während die Medizintechnik das Feld der Angiographie, Fluoroskopie, Radiographie sowie mobiler Röntgensysteme abdeckt, konzentriert sich die instrumentelle Analytik auf fortschrittliche Lösungen in der Chromatographie, Massenspektrometrie, Spektroskopie, Summenparameter (TOC), Bildgebung, Life Sciences, Materialprüfung und Messtechnik.

„Excellence in Science“ ist das zentrale Leistungsversprechen der europäischen Shimadzu Gruppe und steht für den wissenschaftlichen und technologischen Anspruch des Unternehmens, fortschrittliche laboranalytische und medizintechnische Lösungen für Wirtschaft, Wissenschaft und Gesundheitswesen zu bieten, die zum Verbraucher-, Patienten-, und Umweltschutz sowie zur Produktsicherheit beitragen. Dieser Anspruch wird durch zahlreiche

Weltneuheiten unterstützt, die heute industrieller und klinischer Standard geworden sind.

Unternehmerischer Paradigmenwechsel

Für Entwicklung, Führung und Wachstum eines Unternehmens über 50 Jahre hinweg (und global

sogar mehr als 140 Jahre) ist nicht nur das richtige Produkt- und Services-Angebot entscheidend, sondern es ist ebenso wichtig, sich erfolgreich an gesellschaftliche, politische, wirtschaftliche und technologische Veränderungen anzupassen und sich auf die Expansionspläne, Bedürfnisse und Strukturen der Kunden auszurichten, um deren Wettbewerbsfähigkeit zu unterstützen. Alle diese Faktoren beeinflussen die Art des unternehmerischen Handelns, die Zusammenarbeit mit Kunden und die Führung sowie Weiterentwicklung eines Unternehmens.

Nur um einige davon zu nennen: Die digitale Revolution, d.h. der Übergang vom Industrie- zum Informationszeitalter hat zu einem technologischen Paradigmenwechsel bezüglich neuer Anwendungen, höherer Präzision und der Bedienung von Systemen geführt. Auch im politischen Kontext gab es dramatische Änderungen, wie die Öffnung des „Eisernen Vorhangs“, die Zugang zu neuen Märkten und Zielgruppen verschaffte und europaweit zu einer Umstrukturierung von Markt und Politik führte.

Quiz 'n' Win

Das ganze Jahr über wird Shimadzu die Gelegenheit nutzen, mit seinen Kunden und Geschäftspartnern zu feiern. In den kommenden Monaten erwarten Sie spannende Rätsel, bei denen es eine Vielzahl attraktiver Preise zu gewinnen gibt. Besuchen Sie die Website www.shimadzu.eu/50th-anniversary und registrieren Sie sich, um an dem Quiz mit Fragen rund um Geschichte, Portfolio und Meilensteinen Shimadzu's teilzunehmen. Keine Sorge, Sie müssen kein Experte sein! **Viel Glück!**



Shimadzu live

| analytica | Wire | ISCC |
|--|--|---|
| München, Deutschland 10. - 13.04.2018 www.analytica.de | Düsseldorf, Deutschland 16. - 20.04.2018 www.wire.de | Riva del Garda, Italien 13. - 18.05.2018 www.iscc42.chromaleont.it |
| IFAT | EPRW | Automotive Testing Expo |
| München, Deutschland 14. - 18.05.2018 www.ifat.de | München, Deutschland 22. - 25.05.2018 www.eprw2018.com | Stuttgart, Deutschland 05. - 07.06.2018 www.testing-expo.com |

@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



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