

Curiosity a aterizat – utilizarea filtrelor de interferență

Cu câteva săptămâni în urmă robotul Curiosity a aterizat cu succes pe Marte, spre entuziasmul multora, inclusiv al oamenilor de știință.

Cronț, cronț, cronț...

Analiza de structură a turtei dulci – pentru a proteja consumatorii, laboratoarele moderne din industria alimentară fac apel din ce în ce mai des la analizoare de structură.

De la praful de cărbune la oțel

Măsurarea mărimii particulelor – multiple aplicații posibile cu noul SALD-2300.



Metoda „înaltei absorbanțe” pentru evaluarea caracteristicilor filtrelor de interferență

APLICAȚIE

Spectroscopie UV-VIS 2

Detectarea polimorfismului genei DGAT1 prin electroforeza cu microcip 6

Analiza produselor agricole prin spectroscopie prin fluorescență de raze X, cu dispersie după energie 9

Validarea procesului de curățare 10

Microscopie în infraroșu 14

Desorberul termic TD-20 – Analiză comparativă a emisiilor defectelor polimerilor 20

PRODUSE

Mașini universale de încercare a materialelor pentru învățământ și cercetare 4

Spectrometrie ICP-OES 8

Măsurarea mărimii particulelor – multiple aplicații posibile cu noul SALD-2300 13

Cronț, cronț, cronț... 16

Analiza de structură a turtei dulci 16

Aparatul UHPLC Nexera – analiza rapidă a resveratrolului din vinul roșu 18

Noile sisteme UFMS 22

ULTIMELE ȘTIRI

NOU: Manual complet de aplicații TOC online și de laborator 12

TÂRG

DYMAT 2012 – Retrospectivă 17

Spectroscopie UV-VIS



Robotul Curiosity (imagine 3D, NASA/JPL-Caltech)

Curiosity a aterizat – utilizarea filtrelor de interferență

Cu câteva săptămâni în urmă robotul Curiosity a aterizat cu succes pe Marte, spre entuziasmul multora, inclusiv al oamenilor de știință. Pentru a-și îndeplini misiunea, Curiosity a avut la bord zece instrumente științifice. MastCam este camera principală de luat vederi cu care a fost echipat.

Ambele sisteme optice ale camerei sunt prevăzute cu un filtru care permite examinarea imaginilor structurilor în diferite domenii de lungimi de undă din spectrul vizibil. În acest mod, suprafața planetei Marte poate fi redată în culori reale, dar și în așa-numitele culori false. Acestea din urmă permit evidențierea diferențelor de compoziție mineralogică din solul marțian.

Spectroscopia UV-VIS este metoda optimă de analiză a filtrelor de interferență. Aceste filtre optice – identice cu cele folosite pentru robotul Curiosity – permit trecerea anumitor domenii de lungimi de undă din spectrul vizibil.

Clasificare	Domeniul de transitanță [nm]	Domeniul de absorbție [nm] (minim)	Valoarea [Abs]
Filtrul 1	270 - 380	270 - 380	0.1
		660 - 770, 700	6.5
		820	4.7
		854	5.3
Filtrul 2	472 - 490	472 - 490	0.10
		< 330	6.2
		386	6.5
		620	5.87
		637	6.5
		831	6.4
Filtrul 3	510 - 560	510 - 560	0.11
		< 318	5.88
		808	5.1

Tabelul 1: Filtru de interferență, cu domenii aproximativ al transitanței la lungimile de undă din spectrele de transmisie (a se vedea Figura 1) și comparație cu spectrele de „înalță absorbție” ale filtrului și valorile aferente de absorbție (a se vedea Figurile 2-4).

În funcție de aplicația vizată, filtrele permit transmitia în domenii înguste, largi sau foarte largi de lungimi de undă. În cele mai multe cazuri, un filtru de interferență constă într-un sistem multistrat proiectat pentru a permite absorbția unui domeniu larg de radiație. Absorbția rezultă din reflectanța printr-unul sau mai multe niveluri ale filtrului. Determinarea părții transmise a radiației se realizează pe baza interferenței între lungimile de undă incidente și lungimile de undă reflectate. Forma limitei de absorbție este importantă pentru calitatea filtrului de interferență. Aceste limite ar trebui să crească brusc generând o ieșire rectangulară a semnalului.

Compararea a trei filtre

Prezenta aplicație constă în compararea a trei filtre de interferență folosind spectroscopia UV-VIS. Dimensiunea filtrelor, având diametrul de 1 cm, impune folosirea unui suport corespunzător, în acest caz un „suport rotativ pentru filme”, cu o mascare de mici dimensiuni, obținută prin obturare. Spectrele obținute în urma măsurării sunt prezentate în Figura 1. Spectrele de transmisie măsurate au indicat faptul că filtrele de interferență permit transmitia într-o bandă mai mult sau mai puțin îngustă (Tabelul 1). Domeniul de măsurare este între ultraviolet și spectrul vizibil. Spre deosebire de filtrul 2 și filtrul 3, filtrul 1 este un filtru de bandă largă.

Măsurarea transmisiei și absorbției

S-au efectuat măsurări ale transmisiei și absorbției. Măsurarea absorbției este un procedeu relativ neconvențional. Cu toate acestea, aspectul care interesează este capacitatea filtrului de a împiedica trecerea anumitor lungimi de undă.

Spectrul de transmisie indică grafic atingerea valorii de 0% a transitanței. Acest lucru este evidențiat de formarea unei linii de zero în Figura 1 la domeniile de lungimi de undă care nu trebuie să treacă prin filtru. Măsurarea

absorbției s-a realizat după Legea Lambert-Beer, conform căreia absorbția este o funcție logaritmică a transmisiei: $Abs = \log(T_0/T)$. T_0 este energia de transmisie înainte de trecerea prin probă, iar T după trecerea prin probă. Abs reprezintă absorbția.

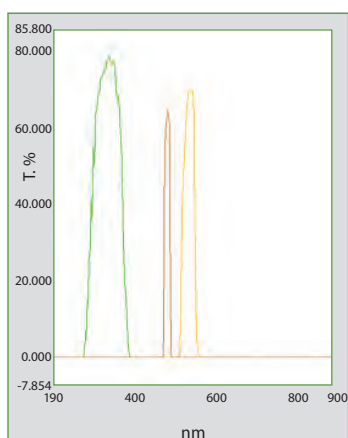


Figura 1: Spectrul de transmisie UV-VIS pentru trei filtre de interferență, cu transitanță diferită, filtrul 1 fiind reprezentat cu verde, filtrul 2 cu maro, iar filtrul 3 cu portocaliu. Pentru o comparație cu filtrele utilizate de robotul Curiosity, accesați <http://msl-scicorner.jpl.nasa.gov/Instruments/Mastcam/>.

Măsurarea absorbției și transitanței

Măsurările de „înalță absorbție” – procentul de lumină care rămâne în filtru de interferență – prezintă un pattern diferit al transitanței (minimul absorbției). Datele brute obținute în urma măsurării sunt prezentate în Figurile 2-4.

Măsurările au fost realizate cu ajutorul aparatului Shimadzu UV-2700, metoda folosită fiind metoda de „înalță absorbție”. Folosirea acestui spectrofotometru cu dublu fascicul permite vizualizarea a până la opt unități de absorbție pentru un material. Măsurările efectuate cu ajutorul acestei metode permit

identificarea zonelor cu transitanță mai ridicată sau a zonelor unde absorbția este mai scăzută. Minimele de absorbție pentru care este determinată transitanța sunt prezentate în Tabelul 1.

Toate cele trei filtre prezintă spectre individuale de absorbție. În funcție de tipul de material utilizat pentru crearea de interferențe, sunt generate spectre specifice de absorbție. În cazul în care detectorul este suficient de sensibil pentru filtrele de interferență utilizate, micile abateri pot cauza zgomot de fond nespecific.

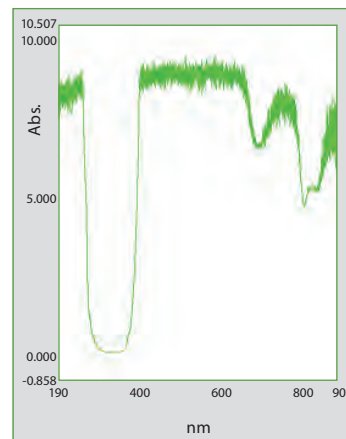


Figura 2: Spectrul de absorbție al filtrului de interferență 1 pe domeniul de lungimi de undă 190-900 nm. Spectrul a fost generat pe un domeniu de date de 0,01 nm, la o deschidere a fantei de 1 nm, transitanța fiind 270 – 380 nm.

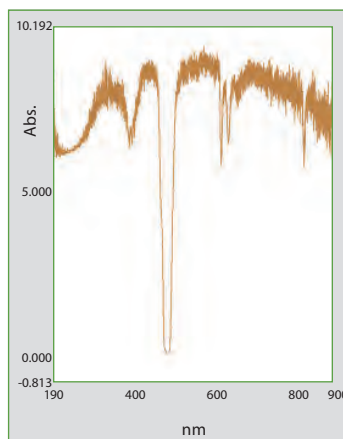


Figura 3: Spectrul de absorbție al filtrului de interferență 2, cu o transitanță de 472-490 nm

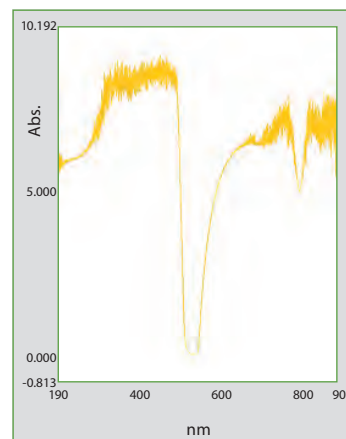


Figura 4: Spectrul de absorbție al filtrului de interferență 3, cu o transitanță de 510-560 nm

Distrugerea în folosul științei

Universitatea Tehnică Dortmund și Shimadzu – mașini universale de încercare a materialelor pentru învățământ și cercetare



Figura 1: Shimadzu în sala de curs ...



... Ingineria materialelor, cursul nr. 3, la Universitatea Tehnică Dortmund

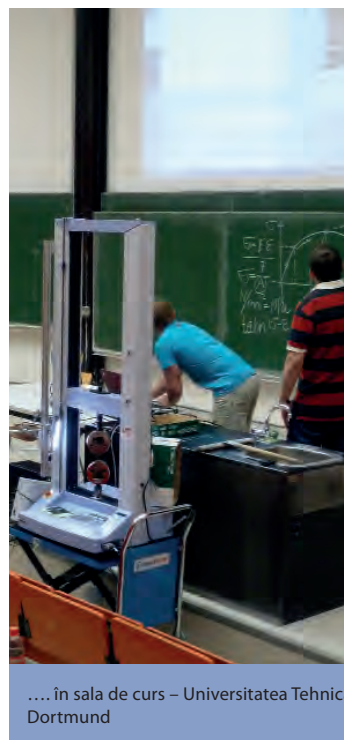
În vederea predării bazelor ingineriei materialelor unui număr mare de studenți, Departamentul de Încercare a Materialelor (WPT) al Universității Tehnice Dortmund (Germania)

a elaborat un concept de predare interactivă care înlocuiește experimentele de laborator tradiționale efectuate în grupuri mici de studenți, păstrându-se însă activitățile specifice (Figura 1).

În ceea ce privește conținutul cursului, se pune accentul pe prezentarea vizuală a unor cunoștințe practice, folosindu-se mașini de încercări de capacitate mică, folosite în cercetările avansate.



Figura 2: Efectuarea unei încercări de tracțiune



... în sala de curs – Universitatea Tehnică Dortmund

Sub îndrumarea și supravegherea profesorilor, studenții folosesc sisteme de măsurare și testare pentru realizarea de experimente practice. Rezultatele sunt apoi prezentate și discutate public, încurajându-se astfel comunicarea și interacțiunea între profesori și studenți. Pe lângă aspectul motivant și de facilitare a înțelegerii, experimentele practice aferente noțiunilor teoretice dificile contribuie la reducerea ratei de eșec și de abandon universitar.

Încercarea de rezistență la tracțiune este un experiment de bază utilizat în încercările distructive ale materialelor și componentelor. Încercarea a fost prezentată tinerilor cercetători cu ajutorul mașinii universale de încercări Shimadzu AGS-X 5kN. Aparatul este echipat cu un video-extensometru, TRViewX. Studentului i s-a cerut să pregătească și să fixeze probele în aparat și să alinieze video-extensometrul (Figura 2). Succesul de care se bucură noul concept de curs este

demonstrat de participarea activă a studenților și de nivelul ridicat de apreciere a cursului.

Măsurări și încercări exacte pentru analiza materialelor

Prof. dr. Frank Walther este Directorul Departamentului de Încercare a Materialelor (WPT) din cadrul Universității Tehnice Dortmund, Germania. Conceptele de bază, ca și aplicațiile încercărilor distructive și nedistructive ale materialelor fac obiectul cercetării și cursurilor adresate studenților. Departamentul este specializat în utilizarea diverselor metode de măsurare și încercare pentru caracterizarea relațiilor structură-proprietăți, pentru evaluarea propagării distrugerii și calcularea duratei de viață (rămase) a materialelor structurale. Caracterizarea rezistenței la oboseală, pe baza microstructurii și mecanismelor materialelor, de la

rezistența la oboseala oligociclică, până la oboseala gigaciclică, ca și rezistența la coroziune și prevenirea coroziunii sunt principalele elemente de interes. Principalele specializări și domenii de cercetare sunt prezentate în Figura 3.

Ca elemente cheie ale strategiei de cercetare (Figura 4), analiza materialelor și a microstructurilor este în strânsă legătură cu metodele de măsurare și testare cu aplicabilitate în optimizarea proceselor și a producției. Acestea sunt folosite pentru a determina caracteristicile materialelor și componentelor, pentru determinarea proprietăților de modelare și pentru calcularea duratei de viață. Descrierea precisă a influenței exercitate de condițiile de producție și de utilizare asupra parametrilor de bază ai materialelor servește la optimizarea profilului caracteristic și la creșterea siguranței componentelor structurale.

Încercarea materialelor și componentelor	Oboseala	Coroziunea și prevenirea coroziunii
Materialografie	Oboseală oligociclică și megaciclică	Testarea coroziunii electrochimice
Microscopie	Oboseală termomecanică	Teste de imersiune
Încercări distructive	Oboseală gigaciclică	Materiale de acoperire sol-gel
Încercări nedistructive	Transformări fazice prin deformare	
Calcularea propagării defectelor și durata de viață (rămasă)		
Relațiile structură-proprietăți ale materialelor de construcție		
Influența modului de producție, gradului de utilizare și coroziunii asupra proprietăților componentelor		

Figura 3: Principalele specializări și domenii de cercetare

Contact:

Universitatea Tehnică Dortmund
 Departamentul de Încercare a Materialelor (WPT)
 Prof. Dr. Frank Walther
 Leonhard-Euler-Str. 5
 D-44227 Dortmund, Germania

Telefon: +49 (0)231 755-8028
 Fax: +49 (0)231 755-8029
 E-mail: frank.walther@tu-dortmund.de
 Web: www.wpt-info.de

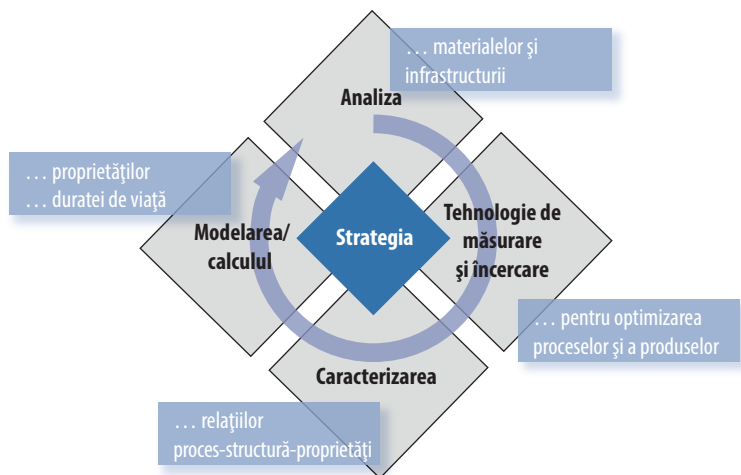


Figura 4: Strategia de cercetare

Tematica abordată cuprinde elemente variate, de la cercetarea științifică de bază până la cercetarea dedicată anumitor aplicații și la dezvoltarea de servicii pentru companiile din domeniu.

Dorim să mulțumim Shimadzu pentru colaborarea excelentă și pentru sprijinul acordat activităților noastre didactice!

M. Bauer^{1,2}, D. Vašíček¹ și K. Vašíčková¹

1 Centrul de cercetări zootehnice, Nitra, Slovacia
2 Universitatea Constantin Filozoful, Nitra, Slovacia

Scopul acestui studiu a fost detectarea polimorfismului K232A al genei care codează acil-CoA:diacilglicerol aciltransferaza-1 (DGAT1) la rasele de bovine Holstein și Bălțata slovacă din Slovacia, utilizând primere optimizate și electroforeza cu microcip (MCE).

S-au folosit probe prelevate de la 87 de animale din rasa Holstein și probe prelevate de la 42 de animale din rasa Bălțata slovacă pentru analiza genotipurilor și identificarea polimorfismului K232A al genei DGAT1 (alelele A și K), folosindu-se tehnica PCR-RFLP.

În baza analizei automate a produșilor PCR folosind electroforeza cu microcip s-au identificat în mod clar trei genotipuri diferite. Pentru rasa Holstein s-a obținut o frecvență de 0,8621 pentru alela A și o frecvență de 0,1379 pentru alela K.

Majoritatea animalelor au fost homozigote AA (o frecvență de 0,7356) sau heterozigote AK (o frecvență de 0,2529). În probele analizate s-a identificat numai un homozigot KK (o frecvență de 0,0115). Conform analizei, frecvența alelei K la nivelul grupurilor Holstein din Slovacia este mai mică decât frecvența înregistrată pentru această rasă în alte țări. Datele rezultate în urma genotipării pentru identificarea polimorfismului K232A la Bălțata slovacă au indicat o frecvență și mai mică a alelei K (0,0476) comparativ cu rasa Holstein. Rezultatele obținute au fost utilizate în cadrul studiilor privind asocierea dintre acest locus și producția de lapte pentru aceste rase.

Introducere

Gena DGAT1 codează enzima acil-CoA:diacilglicerol aciltransferază care are un rol fundamental în metabolismul diacilglicerolului celular în procesele fiziologice - cum ar fi absorbția grăsimilor la nivelul intestinului, sinteza lipoproteinelor, formarea țesutului adipos și lactația - implicat în metabolismul triacilglicerolului în celulele eucariote mari [1]. Studiile mai aprofundate au demonstrat efectul mutației K232A (înlocuirea

Rasele de bovine Holstein și Bălțata slovacă

Detectarea polimorfismului genei DGAT1 prin electroforeza cu microcip



lizinei de alanină în poziția 232 în proteina DGAT1) în funcție de enzima rezultată [2]. Alte studii au indicat segregarea alelelor 2 în cadrul polimorfismului K232A, la mai multe rase din diferite țări [3].

În orice caz, frecvența estimată a alelelor variază substanțial în funcție de populația analizată, de la țară la țară și de la rasă la rasă, ca urmare a diferitelor obiective ale crescătorilor legate de compoziția laptelui. O scădere semnificativă a nivelului de proteine și a producției de lapte și o creștere a conținutului de grăsime a fost asociată cu substituția lizinei (alela K). Varianta cu alanină (alela A) a fost asociată cu o creștere a nivelului de proteine și a producției de lapte și o scădere a conținutului de grăsime [4; 5].

Electroforeza cu microcip a început să fie apreciată în ultimul timp ca fiind utilă pentru analiza ADN datorită avantajelor sale: eficiență ridicată, înalt randament, economie de timp, utilizare facilă și consum redus de probe și de reactivi [6]. Electroforeza cu microcip (MCE) permite separarea fragmentelor de acid nucleic la o tensiune înaltă, prin electroforeză capilară într-un cip cu microcanale, care asigură detectarea automată și analiza online a datelor. Ca urmare, MCE s-a dovedit a fi un instrument util în separarea electroforetică a diverselor fragmente de ADN, fiind în același timp o alternativă viabilă pentru metodele clasice de electroforeză în gel de agaroză și în gel de poliacrilamidă.

Substanțele și metodele

A fost izolat ADN din rădăcinile firelor de păr și din sânge folosind un procesor magnetic de particule Maxwell 16 și kitul Maxwell corespunzător de purificare pentru țesuturi sau sânge (Promega, SUA), conform indicațiilor producătorului. ADN-ul genomic a fost genotipat în baza unei analize PCR-RFLP pentru determinarea locusului unde se produce substituția K232A în gena DGAT1. Pe scurt, reacțiile PCR au fost realizate într-un volum total de 20 μl, folosind 10-50 ng de ADN genomic ca matriță, 1x soluție tampon (buffer) PCR, 2,5 mM

MgCl₂, 0,2 mM din fiecare dNTP, DMSO 5%, 0,8 U ADN-polimerază AmpliTaq Gold (Applied Biosystems, SUA) și 0,4 μM din fiecare primer. Profilul PCR a inclus o etapă inițială de denaturare la 95°C timp de 5 minute, 35 de cicluri la 94°C (60 s), 63°C (60 s) și o etapă finală de amplificare de 10 min la 72°C. Au fost create primere modificate pentru amplificarea fragmentului de 352 pb al genei bovine DGAT1 (secv. conf. No. AY065621.1; dgat1 anterior: 5'-catcctctcctaagctgttct-3'; dgat1 posterior: 5'-gggcgaagaggaagtagtagaga-3'), cu ajutorul software-ului Primer3 (frodo.wi.mit.edu/primer3/input.htm). A fost folosită endonucleaza de restricție CfrI (Fermentas,

Germania) pentru digestia unui produs PCR de 352 pb. Fragmentul neseccionat reprezintă varianta cu lizină, în timp ce fragmentele CfrI de 199 și 153 pb reprezintă varianta cu alanină.

Prođuții PCR au fost analizați folosind sistemul automat de electroforeză cu microcip MCE®-2020 MultiNA (Shimadzu, Japonia) și un kit ADN-500, în conformitate cu protocolul indicat de producător. S-au folosit un colorant fluorescent SYBR Gold (Invitrogen, SUA) pentru vizualizarea ADN-ului și un marker de greutate moleculară de 25 pb (Invitrogen, SUA) pentru determinarea mărimii produșilor PCR.

Pentru determinarea frecvenței alelelor și a genotipurilor și pentru estimarea abaterii de la echilibrul Hardy-Weinberg pentru un anumit locus s-a folosit software-ul PowerMarker v3.25 [7].

Rezultate și discuții

S-au folosit de probe prelevate de la 87 de animale din rasa Holstein și probe prelevate de la 42 de animale din rasa Bălțata slovacă pentru determinarea polimorfismului K232A al genei DGAT1, folosind primere modificate pentru genotiparea PCR-RFLP. Noile primere au fost create prin generarea

Frecvența alelelor și genotipurilor, ca și estimarea echilibrului Hardy-Weinberg au fost calculate cu ajutorul aplicației PowerMarker v.3.25, fiind prezentate în Tabelul 1. Frecvența identificată a alelei K la animalele din rasa Holstein din Slovacia este mai mică decât cea observată pentru această rasă în alte țări. Pentru varianta cu lizină, frecvența alelei K se încadrează pentru rasa Holstein din Germania în intervalul 0,35-0,548 în funcție de probă [4], iar la rasa Holstein din Franța frecvența alelei K este de 0,37 [9].

Datele referitoare la polimorfismul K232A al genei DGAT1 pentru rasa Bălțata slovacă au indicat valori și mai mici ale frecvenței alelei K (0,0476) comparativ cu rasa Holstein. La un total de 42 de animale testate, au fost identificați 38 de homozigoți AA (o frecvență de 0,9048), dar numai 4 heterozigoți AK (0,0952). O frecvență scăzută a fost identificată și pentru rasele bălțate [4;8]. În urma efectuării testului Chi pătrat s-a constatat o abatere a frecvenței genotipice DGAT1 K232A de la echilibrul Hardy-Weinberg pentru rasele Holstein și Bălțata slovacă. Acest dezechilibru poate fi pus pe seama eșantionării animalelor pentru care s-a realizat analiza de genotip sau poate fi cauzat de selecția indirectă a acestui locus ca urmare a selecționării vizând producția de

biochimice implicate în apariția caracteristicilor legate de producția de lapte sau pentru studierea interacțiunilor posibile cu alte gene cauzale.

Mulțumiri

Acest articol a fost scris în timpul derulării proiectelor „LAGEZ Nr. 26220120051” și „MARKERY Nr. 26220220033” din cadrul Programului operațional de cercetare și dezvoltare, cu finanțare prin Fondul european de dezvoltare regională.

analysis. *Bioinformatics*, vol. 21, 2005, p. 2128-2129
 8. Winter A., Kramer W., Werner F.A., Kollers S., Kata S., Durstewitz G., Buitkamp J., Womack J.E., Thaller G., Fries R.; 2002. Association of a lysine-232/alanine polymorphism in a bovine gene encoding acyl-CoA:diacylglycerol acyltransferase (DGAT1) with variation at a quantitative trait locus for milk fat content. *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.*, vol. 99, 2002, p. 9300 - 9305
 9. Gautier M., Capitan A., Fritz S., Eggen A., Boichard D., Druet T.; 2007. Characterization of the DGAT1 K232A and variable number

Rasa	N	Frecvența alelei	Frecvența genotipului			EHW		
		K	A	KK	KA	AA	χ ²	valoarea p
Holstein	87	0,1379	0,8621	0,0115	0,2528	0,7356	0,3490	0,5547
Bălțata slovacă	42	0,0476	0,9524	0	0,0952	0,9048	0,1050	0,7459

Referințe

1. Cases S., Smith S.J., Zheng Y.W., Meyers H.M., Lear S.R., Sande E., Novak S., Collins C., Welch C.B., Lusis A.J., Erickson S.K., Farese R.V.; 1998. Identification of a gene encoding an acylCoA: diacylglycerol acyltransferase, a key enzyme in triacylglycerol synthesis. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, vol. 95, 1998, p. 13018 - 13023
 2. Grisart B., Farnir F., Karim F., Cambisano N., Kim J.J., Kvasz A., Mni M., Simon P., Frere J.M., Coppieters W., Georges M.; 2004 Genetic and functional confirmation of the causality of the DGAT1 K232A quantitative trait nucleotide in affecting milk yield and composition. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, vol. 101, 2004, p. 2398 - 2403
 3. Kaupe B., Winter A., Fries R., Erhardt G.; 2004. DGAT1 polymorphism in Bos indicus and Bos taurus cattle breeds. *J. Dairy Res.*, vol. 71, no. 2, 2004, p. 182- 187
 4. Thaller G., Kramer W., Winter A., Kaupe B., Erhardt G., Fries R.; 2003. Effects of DGAT1 variants on milk production traits in German cattle breeds. *J. Anim. Sci.*, vol. 81, 2003, p. 1911-1918
 5. Weller J.I., Golik M., Seroussi E., Ezra, E., Ron M.; 2003. Populationwide analysis of a QTL affecting milkfat production in the Israeli Holstein population. *J. Dairy Sci.*, vol. 86, 2003, p. 2219 – 2227
 6. Zhang L., Dang L., Baba Y.; 2003. Microchip electrophoresis – based separation of DNA. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, vol. 30, 2003, p. 1645 - 1654
 7. Liu K., Muse S.V.; 2005. Power Marker: An integrated analysis environment for genetic marker

of tandem repeat polymorphisms in French dairy cattle. *J. Dairy Sci.*, vol. 90, 2007, p. 2980 - 2988

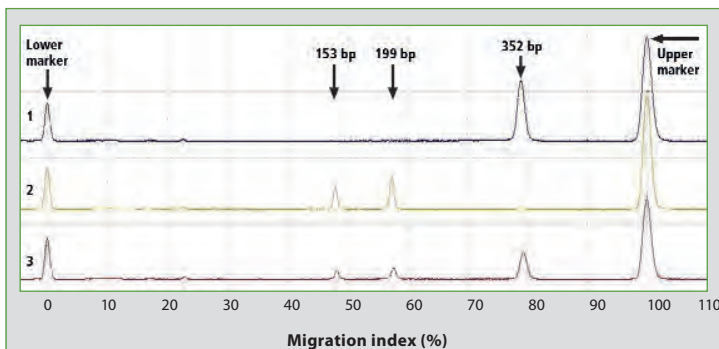


Figura 1: Reprezentarea rezultatelor analizei de genotip PCR-RFLP a polimorfismului K232A al genei DGAT1 la rasa Holstein realizată prin electroforeză cu microcip (MCE). Rândul 1: genotipul KK, Rândul 2: genotipul AA; Rândul 3: genotipul KA.

unui produs PCR de 352 pb. Fragmentul neseccionat reprezintă varianta cu lizină (alela K), iar fragmentele CfrI de 199 pb și 153 pb reprezintă varianta cu alanină (Alela A). Prođuții de digestie au putut fi analizați în mod eficient prin folosirea electroforezei cu microcip, o metodă rapidă, automată și de înalt randament care a permis evidențierea clară a trei genotipuri diferite (Figura 1).

lapte. Rezultatele obținute au fost utilizate în cadrul studiilor privind asocierea dintre acest locus și caracteristicile referitoare la producția de lapte, cum ar fi cantitatea de lapte, conținutul de grăsimi și proteine al laptelui. O metodă de analiză bine definită a variantelor DGAT1 la exemplare diferite ar fi extrem de utilă pentru determinarea mecanismelor

Determinarea pământurilor rare din deșeurile electronice

Spectrometrie ICP-OES



Figura 1: ICPE-9000, un spectrometru ICP-OES cu observare duală

Conform definiției Uniunii Internaționale de Chimie Pură și Aplicată (IUPAC), pământurile rare sunt o serie de 17 elemente din tabelul periodic al elementelor. Contrar denumirii, pământurile rare sunt prezente în scoarța pământului într-o proporție neașteptat de mare. Ca urmare a proprietăților lor geochemice, pământurile rare sunt dispersate, o abordare economică a minereurilor și mineralelor care conțin pământuri rare fiind dificilă. La ora actuală, cele mai mari minereuri de pământuri rare se află în China (Mongolia) care controlează piața globală a acestora.

Având în vedere că pământurile rare sunt utilizate în industria electrică și electronică, cererea de metale speciale este în continuă creștere. În țările europene, reciclarea deșeurilor industriale este o soluție care asigură independența de importurile costisitoare [1].

Aparatul Shimadzu ICPE-9000 (Figura 1) a fost optimizat pentru determinarea pământurilor rare. Spectrometru ICP-OES a fost utilizat pentru analiza deșeurilor electronice, cum ar fi telefoane mobile, notebook-uri, tablete electronice etc. Probele au fost preparate prin zdrobire și măcinare,

fiind apoi omogenizate și digerate folosind o metodă de digestie cu microunde.

Configurarea sistemului pentru o analiză optimizată a pământurilor rare

Determinarea cantitativă a pământurilor rare s-a realizat folosind spectrometru ICPE-9000 și software-ul ICPESolution versiunea 1.31. Aparatul extrem de flexibil, reprezentând un spectrometru simultan cu optică vidată, este recomandat în special pentru analiza multi-element, complet automată a unor secvențe mari de probă. De exemplu, determinarea pământurilor rare trebuie să se poată realiza în prezența principalelor elemente din matricea probei, cum ar fi cuprul, fierul, staniul, zincul, folosind o metodă unică, ce permite observarea

axială și/sau radială a plasmei. Se pot efectua setări de diverși parametri în cadrul unei metode unice în vederea unei configurări optime a sistemului în funcție de probele analizate, pentru o măsurare de înaltă precizie și limite joase de determinare.

O funcție importantă oferită de software-ul ICPESolution, versiunea 1.31, este setarea lungimii de undă de către utilizator. Aceasta permite utilizatorului să introducă lungimile de undă dorite în baza de date de

Elementul cel mai important pentru o analiză corespunzătoare a pământurilor rare este selectarea liniilor optime. În Figura 2 sunt prezentate câteva lungimi de undă analitice care au fost utilizate pentru calibrare.

Datele au fost obținute în urma unei analize cantitative și calitative pe soluții standard, utilizând parametrii aparatului din Tabelul 1.

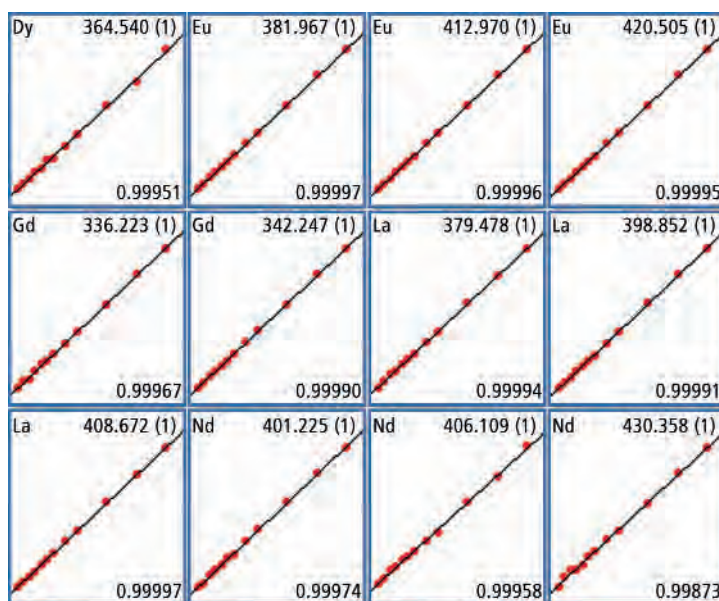


Figura 2: Curbe de calibrare pentru pământurile rare selectate

analiză. Această funcție este foarte utilă având în vedere numărul foarte mare de lungimi de undă menționate pentru pământurile rare în literatura de specialitate.

Referințe:

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

Ne face plăcere să vă transmitem informații suplimentare. Vă rugăm introduceți numărul corespunzător de pe cardul de răspuns sau transmiteți-ne o solicitare prin aplicațiile Shimadzu News App sau News WebApp. **Info 405**

Aparat	ICPE-9000
Putere generator de radio frecvență RF	1,2 KW
Plasmă gazoasă	10 l/min
Gaz auxiliar	0,6 l/min
Gaz purtător	0,7 l/min
Sursă de plasmă	minitorță
Configurarea sistemului	axial/(radial)

Tabelul 1: Parametrii aparatului pentru determinarea pământurilor rare

Golden Delicious, poftește la radiolog!

Analiza produselor agricole prin spectroscopie de fluorescență de raze X, cu dispersie după energie

Mărul în Țara Minunilor

„Ce caută un măr ca tine la radiolog?”

„Nu sunt un măr ca oricare altul, sunt Golden Delicious.”

„Deci, ce te aduce pe aici, Golden Delicious?”

„Vreau să previn...”

„Să previi? Ce să previi? Cancerul de coajă poate ...”

„Deși cred că nu e treaba ta... petele amare.”

„Ce pete amare?”

„Petele maronii de pe coajă și din miezul de dedesubt.”

„E ceva grav?”

„Păi, pentru mine nu, dar pentru ochii și papilele gustative ale oamenilor nu e chiar o plăcere.”

„De ce?”

„N-aș zice că petele astea sunt un semn de frumusețe. Plus că îmi dau un gust stricat și amar. N-ai mâncat niciodată un măr, nu?”

„Și cum te ajută radiologia?”

„S-a descoperit că sensibilitatea la petele amare are legătură cu concentrația de calciu. Când aceasta este mai mare de 30 mg/kg, totul e bine. Dar când scade sub 20 mg/kg mă îmbolnăvesc. Între 20 și 30 mg/kg, totul depinde de magneziu și de potasiu. Dar și aici sunt diferențe de la măr la măr...”

„Serios? Și ce face radiologul?”

„Mă pune într-un aparat de analiză, unde sunt slab iradiat pentru a mi se măsoara conținutul în minerale. Este foarte simplu.”

„Și apoi?”

„Apoi pot să plec.”

„Încotro?”

„Încotro? Spre raftul de la magazin. Pentru că sunt bine sănătos ...”



Proba	A	B	C	D	E
Ca (ppm)	225	139	246	661	172
K (ppm)	2808	2016	1777	1929	2538
Raport	12,5	14,5	7,2	2,9	14,8

Tabelul 1: Rezultate măsurate cu metode FP pentru mai multe mere. S-a folosit un aparat EDX-720 în configurația standard. Toate datele sunt exprimate în mg/kg (respectiv ppm). Pentru a mări durata de viață la raft a merelor depozitate la rece, acestea sunt adesea pulverizate cu CaCl₂. Acest lucru explică valoarea mare a concentrației de calciu.

Mărul în viața reală

Merele sunt unele dintre cele mai sănătoase gustări. Deși nu au o valoare nutrițională excepțională, conțin o combinație echilibrată de substanțe nutritive. Polifenolii întăresc sistemul imunitar și pot preveni apariția bolilor cardiovasculare și a cancerului.

Merele, și mai ales cele ținute în depozit au tendința de a dezvolta pete amare. Aceste pete care apar pe coajă se extind și în pulpa fructului. Mărul capătă o culoare maro și are un gust stricat.

Sensibilitatea la petele amare este corelată cu concentrația de calciu. Când aceasta este mai mare de 30 mg/kg (30 ppm), riscul dezvoltării bolii este redus. Dar când concentrația de calciu scade sub 20 mg/kg (20 ppm) riscul de apariție a petelor amare este foarte mare. La o valoare de 20-30 ppm, nivelul de risc depinde de elemente cum ar fi magneziul și potasiul, care sunt prezente la mere în concentrații de 25-50 mg/kg (magneziu) și 500-1500 mg/kg (potasiu).

dispersie după energie este un aparat de analiză foarte versatil, cu aplicații pentru produsele agricole. Poate fi utilizat pentru determinarea rapidă și exactă a concentrației de calciu (Ca) și potasiu (K) a merelor. Aparatul are un domeniu de măsurare de la sodiu (Na) la uraniu (U), concentrațiile fiind determinate pe un domeniu cuprins între câteva ppm și 100%.

Rezultatele prezentate în Tabelul 1 au fost obținute în urma măsurării FP, fără standard, a probelor din Figura 1. Timpul de măsurare per probă a fost de 200 de secunde. Avantajul acestei metode de măsurare constă în faptul că proba nu necesită pretratare.

Mărul a fost introdus întreg în aparat și măsurat. După măsurare, mărul a fost extras intact putând fi comercializat. Compartimentul mare al probei de 150x300 mm permite măsurarea de fructe mai mari.

În afară de analiza fructelor, aparatul EDX-720 poate fi utilizat pentru analiza solurilor sau a îngrășămintelor.

Ne face plăcere să vă transmitem informații suplimentare. Vă rugăm introduceți numărul corespunzător de pe cardul de răspuns sau transmiteți-ne o solicitare prin aplicațiile Shimadzu News App sau News WebApp. Info 406



CASETA EDITORIALĂ

Shimadzu NEWS, Revista pentru clienți a Shimadzu Europe GmbH, Duisburg

Publicată de:

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

Echipa editorială:

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

Design și producție:

m/e brand communication GmbH GWA
Düsseldorf

Tiraj:

Germană: 7.340 Engleză: 22.070

©Copyright:

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, Germania
Noiembrie 2012

Windows este o marcă înregistrată aparținând Microsoft Corporation.
©2012

Apple Inc. Toate drepturile rezervate. Apple, sigla Apple, Mac, Mac OS și Macintosh sunt mărci înregistrate aparținând Apple Inc.

Care este cea mai bună tehnică TOC?

Validarea procesului de curățare



TOC-L cu autosampler ASI-L

Pentru asigurarea controlului calității și a siguranței în unitățile de producție din industria farmaceutică, este important să existe un proces de validare a curățării. Acest proces trebuie derulat după curățarea echipamentelor utilizate în producție

pentru a verifica dacă sunt respectate limitele admise pentru cantitatea de substanțe reziduale de pe suprafețele echipamentului. Pentru validarea curățării cu ajutorul unui analizor TOC sunt disponibile trei metode:

- 1: Analiza de probe din apa de clătire
- 2: Analiza de probe de pe tamponul de prelevare – extracție apoasă
- 3: Analiza de probe de pe tamponul de prelevare – metoda combustiei directe

Metodele menționate mai sus sunt prezentate în continuare în detaliu, pentru măsurarea reziduurilor de produse farmaceutice și a reziduurilor de substanțe componente fiind utilizat un analizor de carbon organic total TOC-L_{CPH} (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonia).

Prepararea probei de reziduuri

Pentru evaluarea metodelor de verificare a curățării, au fost preparate probe prin aplicarea

de diverse tipuri de produse farmaceutice, cu diverși constituenți, pe suprafața unor creuzete de inox. Substanțele apoase și neapoase utilizate sunt prezentate în Tabelul 1.

Substanțele apoase și neapoase au fost dizolvate în apă și etanol sau acetonă, iar concentrațiile soluțiilor au fost ajustate la 2.000 mg C/l (= concentrație de carbon de 2.000 mg/l). Fiecare probă de substanță reziduală a constat într-o arie de 5 cm² de pe suprafața unui creuzet de inox în care a fost introdus și uscat un volum de 100 μl din fiecare soluție. Cantitatea de carbon din probă pentru fiecare loc de aplicare a fost, prin urmare de 200 μg. Proba de unguent cu Gentashin (un antibiotic aminoglicozid) și proba de unguent cu Rinderon (un corticosteroid) au fost preparate pe baza determinării concentrațiilor de carbon, utilizând un analizor TOC prevăzut cu un modul pentru probe solide.

1: Analiza de probe din apa de clătire

Metoda probei din apa de clătire constă în măsurarea carbonului organic total din ultima apă de clătire utilizată la curățarea echipamentelor de producție. Această metodă este utilă pentru sistemele care nu permit o demontare facilă, cum ar fi echipamentele CIP (clean in place – curățare fără demontare) și tubaturile înguste. Prelevarea de probe este dificilă dacă reziduurile nu sunt solubile în apă.

Pentru a evalua recuperarea diverselor substanțe prin utilizarea metodei probei din apa de clătire, într-un creuzet de inox, în care a fost aplicată proba uscată, s-au introdus 100 ml de apă purificată. După 15 minute de agitare pentru prepararea soluției de clătire, s-a efectuat măsurarea TOC.

Substanța	Solubilitatea în apă	Solventul utilizat la prepararea soluției
Acid tranexamic	substanță solubilă	apă
Cafeină anhidră	substanță solubilă	apă
Isopropilantipirină	substanță insolubilă	etanol
Nifedipină	substanță insolubilă	acetonă
Gentashin unguent	substanță insolubilă	etanol
Rinderon unguent	substanță insolubilă	acetonă

Tabelul 1: Tipurile de probe

Substanța	Concentrația de carbon organic total (TOC)	Rata de recuperare [Conc. TOC – Conc. blanc / conc. teoretică]
Blanc	0,030	--
Acid tranexamic	2,14	105 %
Cafeină anhidră	2,19	108 %
Isopropilantipirină	2,20	109 %
Nifedipină	2,17	107 %
Gentashin unguent	0,117	4,35 %
Rinderon unguent	0,333	15,2 %

Tabelul 2: Rezultatele măsurării pentru proba din apa de clătire – metoda de măsurare TOC

Substanța	Concentrația de carbon organic total (TOC)	Rata de recuperare [Conc. TOC – Conc. blanc / conc. teoretică]
Blanc	0,059	--
Acid tranexamic	2,19	107 %
Cafeină anhidră	2,23	109 %
Isopropilantipirină	1,90	92,2 %
Nifedipină	1,86	89,9 %
Gentashin unguent	0,093	1,70 %
Rinderon unguent	0,208	7,45 %

Tabelul 3: Rezultatele măsurării pentru proba de pe tamponul de prelevare – metoda de măsurare TOC, prin extracție apoasă

Condițiile de măsurare

Analizor: analizorul Shimadzu de carbon organic total TOC-L_{CPH}

Catalizator: catalizator de înaltă sensibilitate

Măsurarea: TOC (= TOC, cu tratare cu acid)

Curba de calibrare: curbă de calibrare în două puncte, utilizând o soluție apoasă de potasiu hidrogen ftalat, pe un domeniu de concentrație de 0-3 mg C/l

Volumul de injecție: 500 μl

Deoarece conținutul de carbon al fiecărei probe a fost de 200 μg, concentrația TOC ar fi 2 mg C/l dacă toate probele ar fi solubile în apă.

Măsurarea blankului s-a realizat în același mod, prin introducerea de apă într-un creuzet de inox, fără aplicarea unei probe uscate pe suprafața acestuia. Concentrația măsurată a blankului a fost scăzută din fiecare concentrație TOC, iar rezultatul a fost comparat cu valoarea teoretică de 2 mg C/l pentru a se determina rata de recuperare. Rezultatele sunt prezentate în Tabelul 2.

Acidul tranexamic solubil în apă și cafeina anhidră solubilă în apă au prezentat, așa cum era de așteptat, rate ridicate de recuperare. Isopropilantipirina și nifedipina insolubile în apă au prezentat, de asemenea, rate ridicate de recuperare.

Cu toate acestea, ratele de recuperare ale Gentashinului unguent și ale Rinderonului unguent au fost ambele sub 20%. Pe baza acestor rezultate se poate concluziona că evaluarea apei de clătire pe baza acestei metode nu prezintă un grad ridicat de precizie ca urmare a variației în recuperarea substanțelor care nu sunt ușor solubile în apă.

2: Analiza de probe de pe tamponul de prelevare – extracție apoasă

Metoda probei de pe tamponul de prelevare, prin extracție apoasă constă în ștergerea suprafeței interioare a aparatului cu un tampon din material fibros, extracția materialului aderent cu apă și efectuarea unei analize TOC a soluției rezultate. Deoarece reziduurile sunt îndepărtate fizic de pe o suprafață fixă a aparatului cu ajutorul unui tampon, iar apoi analizate, evaluarea este foarte eficientă. Cu toate acestea, deoarece pentru extracția reziduurilor se utilizează apă, reziduurile insolubile în apă sunt greu de extras. Prin urmare, ca și în cazul metodei probei de clătire, este dificil de realizat o evaluare exactă a curățării în cazul contaminării cu astfel de reziduuri. Pentru a evalua recuperarea diverselor substanțe prin utilizarea metodei probei de pe tamponul de prelevare și extracție apoasă, proba, aplicată pe un creuzet de inox, a fost îndepărtată prin ștergere cu un tampon de 5 cm² din material fibros, care a fost introdus apoi într-un pahar conținând 100 ml de apă purificată. Reziduurile au fost apoi extrase prin agitare timp de o oră, după care s-a efectuat analiza TOC. Deoarece tamponul folosit a fost confecționat dintr-un poliester fibros (Alpha 10 de la Texwipe Co.), cantitatea de substanță organică extrasă din tampon a fost foarte mică.

Condițiile de măsurare

Analizor: analizorul Shimadzu de carbon organic total TOC-L_{CPH}

Catalizator: catalizator de înaltă sensibilitate

Măsurarea: TOC (= TOC, cu tratare cu acid)

Substanța	Concentrația de carbon organic total (TOC)	Rata de recuperare [Conc. TOC – Conc. blanc / conc. teoretică]
Blanc	0,00	--
Acid tranexamic	202	101 %
Cafeină anhidră	201	100 %
Isopropilantipirină	210	105 %
Nifedipină	212	106 %
Gentashin unguent	200	100 %
Rinderon unguent	209	104 %

Tabelul 4: Rezultatele măsurării pentru proba de pe tamponul de prelevare – metoda combustiei directe

Curba de calibrare: curbă de calibrare în două puncte, utilizând o soluție apoasă de potasiu hidrogen ftalat, cu o concentrație de 0-3 mg C/l

Volumul de injecție: 500 μl

Materialul tamponului: o bucată de 5 cm² de Texwipe Alpha 10 spălat în apă purificată și uscat

Deoarece conținutul de carbon al fiecărei probe a fost de 200 μg, concentrația TOC ar fi 2 mg C/l dacă proba ar fi fost îndepărtată integral.

Măsurarea blankului s-a desfășurat în același mod, prin ștergerea unui creuzet de inox, pe suprafața căruia nu a fost aplicată nicio probă înainte de extracție. Concentrația măsurată a blankului a fost scăzută din fiecare concentrație TOC, iar rezultatul a fost comparat cu valoarea teoretică de 2 mg C/l pentru a se determina rata de recuperare. Rezultatele sunt prezentate în Tabelul 3.

După cum era de așteptat, acidul tranexamic solubil în apă și cafeina anhidră solubilă în apă au prezentat rate ridicate de recuperare, iar isopropilantipirina și nifedipina insolubile în apă au prezentat și ele rate mari de recuperare de aproximativ 90%. Cu toate acestea, ratele de recuperare ale Gentashinului unguent și ale Rinderonului unguent au fost ambele sub 10%. Pe baza acestor rezultate se poate concluziona că evaluarea curățării pe baza acestei metode nu prezintă un grad ridicat de precizie ca urmare a variației în recuperarea substanțelor care nu sunt ușor solubile în apă.

3: Analiza de probe de pe tamponul de prelevare – combustie directă

Metoda probei de pe tamponul de prelevare prin combustie directă

constă în ștergerea suprafeței interioare a echipamentului de producție cu un tampon confecționat din hârtie de filtru de cuarț anorganic, urmată de măsurarea conținutului de carbon cu ajutorul unui sistem de măsurare cu combustie directă. Tamponul conținând reziduurile aderente este amplasat pe suportul probei, conținutul de carbon fiind măsurat direct de un analizor TOC la care este conectat un sistem de combustie pentru probe solide (SSM-5000A, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonia). Prin utilizarea acestei metode, reziduurile insolubile în apă, care sunt dificil de extras în apă pot fi colectate, măsurarea desfășurându-se simplu și rapid, fără a fi necesară pretratarea probei prin extracție sau prin altă metodă similară.

Pentru a evalua rata de recuperare a diverselor substanțe prin utilizarea metodei probei de pe tamponul →



de prelevare și combustie directă, proba de pe creuzetul de inox a fost îndepărtată prin ștergere cu un tampon confecționat din hârtie de filtru de sticlă de cuarț, care apoi a fost amplasat în suportul pentru probă al aparatului SSM-5000A. Apoi s-a efectuat măsurarea carbonului total.

de schimbare a celulelor)

Lungimea celulei: celulă scurtă

Gaz purtător SSM: oxigen, 400 ml/min.

Curba de calibrare: curbă de calibrare TC: curbă de calibrare într-un punct, utilizând soluție apoasă de glucoză 1% C

valoarea TC ar fi fost de 200 µg, dacă proba ar fi fost îndepărtată integral prin ștergere. Măsurarea blankului s-a desfășurat în același mod, prin ștergerea unui creuzet de inox pe care nu a fost aplicată nicio probă. Valoarea măsurată a blankului a fost scăzută din fiecare valoare TC, rezultatul fiind comparat cu valoarea teoretică de 200 µg pentru a se determina rata de recuperare. Rezultatele sunt prezentate în Tabelul 4. Pentru toate substanțele a fost obținută o rată de recuperare ridicată, de aproximativ 100%, indiferent de solubilitatea în apă a acestora.

probabilitate ridicată ca utilizarea acestor metode pentru evaluarea reziduurilor să fie dificilă în cazul substanțelor cu rate scăzute de recuperare.

Spre deosebire de aceste metode, în cazul utilizării metodei de analiză a probei de pe tamponul de prelevare, prin combustie directă, au fost obținute rate ridicate de recuperare pentru toate substanțele, indiferent dacă acestea erau sau nu solubile în apă. De aceea, această metodă este considerată a fi cea mai eficientă metodă de măsurare pentru validarea curățării, mai ales în cazurile în care același echipament este utilizat pentru producerea mai multor compuși.

Substanța	Solubilitatea în apă	Rata de recuperare		
		Proba din apa de clătire – măsurare TOC	Proba de pe tamponul de prelevare – extracție apoasă – măsurare TOC	Proba de pe tamponul de prelevare – combustie directă
Acid tranexamic	substanță solubilă	105 %	107 %	101 %
Cafeină anhidră	substanță solubilă	108 %	109 %	100 %
Isopropilantipirină	substanță insolubilă	109 %	92,2 %	105 %
Nifedipină	substanță insolubilă	107 %	89,9 %	106 %
Gentashin unguent	substanță insolubilă	4,35 %	1,70 %	100 %
Rinderon unguent	substanță insolubilă	15,2 %	7,45 %	104 %

Tabelul 5: Prezentarea rezultatelor

Condițiile de măsurare

Analizor: analizorul Shimadzu de carbon organic total TOC-L_{CPH} + sistemul de combustie pentru probe solide SSM-5000A (s-a evitat circuitul IC prin utilizarea unui sistem de valve

Materialul tamponului: hârtie din sticlă de cuarț Advantec QR-100 (diametru:45 mm), tratată termic la 600°C, timp de 15 minute

Deoarece conținutul de carbon al fiecărei probe a fost de 200 µg,

Concluzie

Metodele utilizate și ratele de recuperare aferente sunt prezentate în Tabelul 5. La utilizarea metodei de analiză a apei de clătire și a metodei de analiză a probei de pe tamponul de prelevare prin extracție apoasă, substanțele greu solubile în apă au prezentat atât rate mari, cât și rate scăzute de recuperare. Se consideră că această situație este cauzată de diferențele de aderență la creuzetul de inox. Prin urmare, există o

ULTIMELE ȘTIRI

NOU: Manual complet de aplicații TOC online și de laborator

Ca lider în tehnologia TOC, Shimadzu a realizat un manual de aplicații TOC având următoarele capitole:

1. Analize de mediu

Analiza TOC este efectuată pe o mare varietate de matrice – de la apa subterană la apa de mare, de la apa potabilă la apa reziduală, de la soluri la nămolurile din sistemul de canalizare. Acest capitol prezintă marea diversitate a aplicațiilor de mediu și problemele specifice ridicate de fiecare dintre acestea.

2. Industria farmaceutică

Determinarea TOC este descrisă în farmacopee, fiind prezentată nu numai metoda, ci și teste de verificare a eficienței unui analizor TOC pentru analiza în cauză.

3. Industria chimică

Controlul substanțelor folosite are un rol deosebit de important în industria chimică. În afară de analiza componentelor cunoscute, parametrii sumă pot fi utili pentru evaluarea substanțelor chimice brute din punct de vedere al impurităților.

4. Aplicații speciale TOC

Prezentând o importanță deosebită, parametrul sumă TOC are o mare aplicabilitate. Curiozitatea științifică și ingeniozitatea utilizatorilor permit adesea găsirea de soluții în care TOC este elementul cheie.

5. TOC în activitatea zilnică

Domeniul de utilizare depinde de modulele, kiturile, opțiunile și funcțiile analizoarelor TOC produse de Shimadzu. Sunt prezentate conceptele fundamentale și metodele.

6. Analiza de proces TOC

Pentru controlul procesului, obținerea rapidă și continuă de date relevante cu privire la nivelul de poluare a apelor cu substanțe organice prezintă o importanță deosebită. În analiza de proces TOC, proba este introdusă continuu în aparatul de analiză în vederea măsurării. În acest mod, personalul de monitorizare poate reacționa prompt la orice modificări ale procesului. Analizorul poate fi adaptat pentru operațiunile specifice de analiză.

Dacă doriți un exemplar al manualului vă rugăm introduceți numărul corespunzător de pe cardul de răspuns sau transmiteți-ne o solicitare prin aplicațiile Shimadzu News App sau News WebApp. Info 407



De la praful de cărbune la oțel

Măsurarea mărimii particulelor – multiple aplicații posibile cu noul SALD-2300



Cărbuni și oțel, mine și uzine siderurgice – acestea sunt elementele care au transformat odinioară regiunea Ruhr în centrul industrial al Germaniei. Între timp, aceasta a cunoscut transformări structurale și inovații de înaltă tehnologie, ajungând, în prezent, o regiune dedicată cunoașterii, dotată cu facilități de cercetare de nivel mondial și caracterizată de noile industrii și un sector al serviciilor foarte puternic. Punctele de atracție ale regiunii Ruhr se bazează în continuare pe poziția centrală a acesteia pe continent, la care se adaugă infrastructura excelentă și specialiștii bine pregătiți, incluzând, de exemplu, cel mai mare port din interiorul unei țări, din lume.

În vreme ce Essen, cu minele sale de cărbuni, era cel mai important oraș minier din secolul al XIX-lea, Duisburg – orașul în care are sediul în prezent compania Shimadzu Europa – devenea unul din cele mai însemnate centre siderurgice. Chiar și în prezent, aproape o treime din întreaga cantitate de fontă produsă

în Germania provine de la furnalele din Duisburg, în timp ce producerea oțelului și prelucrarea metalelor sunt axate din ce în ce mai mult pe produsele de înaltă tehnologie.

industriale. Istoria actuală se scrie în locuri istorice. Regiunea Ruhr a implementat cu succes diverse transformări structurale încă din anii '60.



SALD-2300

Urmele industriei grele predomină încă pe cerul orașului Duisburg. Însă fostele uzine au fost transformate între timp în centre de agrement sau culturale. Tinere companii inovatoare și-au amplasat sediile în locul fostelor complexe

Shimadzu este, de asemenea, implicată în acest proces.

Istorie și noi tehnologii

Fiind succesorul modelului standard SALD-2201, care a obținut rezultate remarcabile, SALD-2300 dispune

de un domeniu de măsurare extins până la 17 - 2500 μm . Astfel, acesta permite măsurarea de dispersii uscate, precum și lichide, având dimensiunea maximă de 2500 μm . Trecerea aparatului din modul de măsurare uscat la cel lichid este revoluționară și se poate realiza în câteva secunde.

Designul unic al drumului optic permite efectuarea de măsurări automate într-un interval de o secundă. Astfel, procesele care depind de timp pot fi înregistrate cu o rezoluție temporală ce nu era disponibilă anterior. Funcțiile și accesoriile care și-au dovedit utilitatea au fost păstrate și optimizate. SALD-2300 este disponibil, de asemenea, cu o celulă de înaltă concentrație. Calibrarea aparatului nu este, în continuare, necesară. Se pot realiza evaluări conform soluției Mie, precum și aproximării Fraunhofer. În cazurile în care indicele de refracție este necunoscut, o aplicație de asistență vă ajută să identificați un indice de refracție corespunzător.

Cu ajutorul laserului mai puternic (similar aparatului SALD-7101H), este posibilă chiar măsurarea unor substanțe puternic absorbante, precum negrul de fum. În comparație cu modelul precedent, pot fi măsurate probe cu o concentrație de 10 ori mai mică. Agitatorul sampler-ului MS-23 permite pomparea de particule având densitatea de până la 7,8 g/cm³. Având în vedere că această valoare corespunde densității oțelului, se pot măsura chiar și bile de oțel cu diametrul de 2,0 mm.

Cărbunii și oțelul – două materiale care pot fi măsurate cu ajutorul noului aparat de măsurare a particulelor de la Shimadzu. SALD-2300 reprezintă rezultatul îmbinării istoriei cu tehnologia inovatoare.

Analiza defectelor plăcilor de circuit imprimat

Microscopie în infraroșu

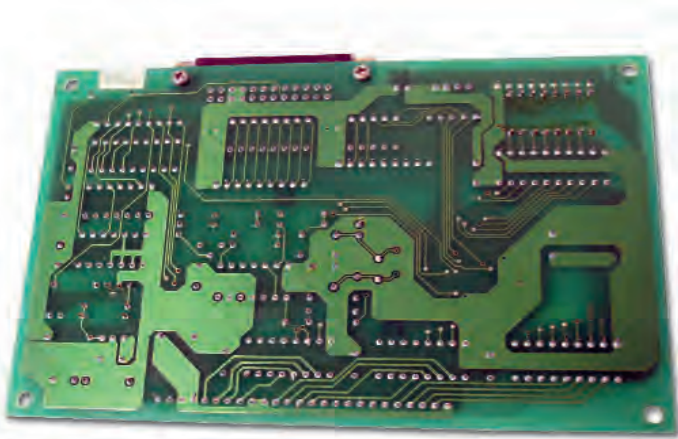


Figura 1: Placă de circuit imprimat standard fără defecte

Materialele pot fi testate de manieră non-destructivă folosind tehnica ATR (Attenuated Total Reflection, reflexie totală atenuată). Măsurarea prin ATR este utilizată la identificarea materialului, precum și a stării fizice a acestuia. Ce anume cauzează imperfecțiunile ale plăcilor de circuit imprimat de genul adânciturilor,

bulelor sau alte defecte? Producătorul sau utilizatorul plăcii trebuie să cunoască acest lucru. Cum pot fi identificate astfel de imperfecțiuni? Spectroscopia în infraroșu oferă răspunsul.

În acest caz, a fost utilizat spectrofotometrul IRPrestige-21 FTIR în combinație cu microscopul de infraroșu AIM-8800 și obiectivul ATR-8800M.

Obiectivul ATR este prevăzut cu un cristal de germaniu. Capul obiectivului este amplasat pe suprafața probei, iar un fascicul de infraroșu este transmis prin probă la un unghi de 30° și reflectat de suprafața probei. Fasciculul pătrunde aproximativ 1 μm în suprafața probei și înregistrează informații spectrale referitoare la material. Diametrul suprafeței de contact a obiectivului este de aproximativ 50 μm.

În figura de mai sus, toate cele trei spectre infraroșu sunt suprapuse, iar secțiunea la 1700 cm⁻¹ a fost mărită. Diversele poziții de bandă ale semnalelor CO pot fi distinse în mod clar. Semnalul la 1720 cm⁻¹ provine de la materialul de susținere a plăcii de circuit imprimat, iar semnalele la 1690 cm⁻¹ provin de la defecte.

Identificarea cauzei defectului

Plăcile sunt fabricate – în funcție de calitate – din plasă de fibră de sticlă într-o rețea de rășini sau din hârtie impregnată cu rășini sau fenoli. Spectrul infraroșu (a) din figura 3 arată caracteristicile tipice ale siliconului (benzi largi la 1200-950 cm⁻¹) și rășinilor (~ 1720 cm⁻¹, -C=O, de exemplu banda rășinilor acrilice). La măsurările individuale pentru determinarea defectelor au fost detectate spectre suplimentare. Acestea sunt reprezentate de spectrele (b) și (c). Toate spectrele defectelor includ semnalul dominant evident al unui acid la 1690 cm⁻¹ (grupul acid [-C=O]-OH).

Spectrul (b) a fost derivat de la un defect și este similar celui al acidului succinic (chihlimbar). Chihlimbarul este o rășină naturală. În urma căutării în biblioteca de spectre rezultă că spectrul (c) este similar celui al acidului adipic.

Domeniul defectelor

În baza acestor cunoștințe, pot fi analizate zone mai mari cu ajutorul funcției „mapping” (mapare). Figurile 6 și 7 prezintă o „hartă” a defectului plăcii de circuit imprimat.

Vederea din figura 6 a fost obținută din imagini - cadru de 400 x 300 μm. Zona de măsurare corespunde unei zone între 1,25 și 1,65 cm. Au fost măsurate 800 de spectre cu un interval de 500 μm.

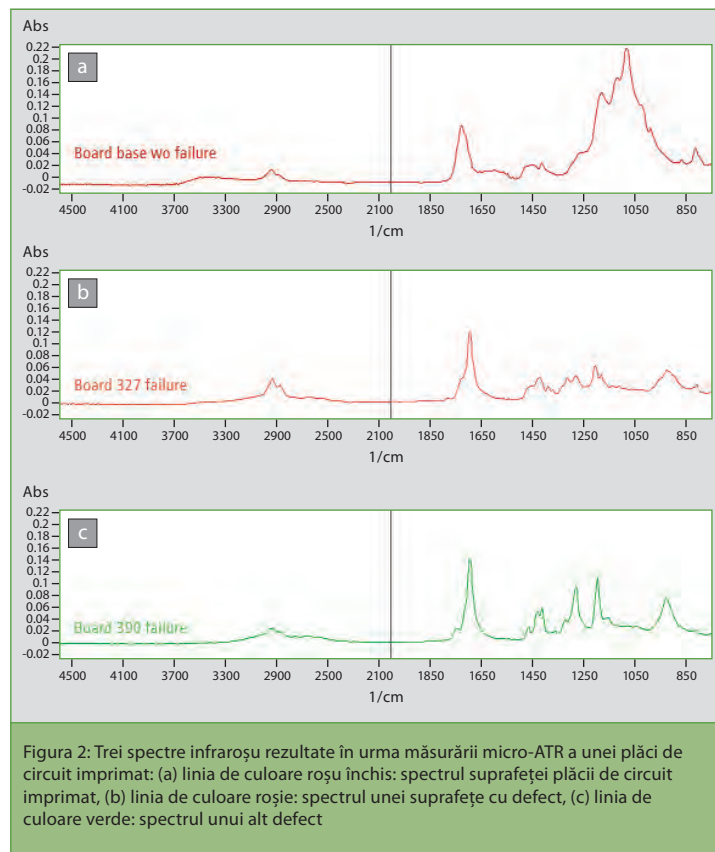


Figura 2: Trei spectre infraroșu rezultate în urma măsurării micro-ATR a unei plăci de circuit imprimat: (a) linia de culoare roșu închis: spectrul suprafeței plăcii de circuit imprimat, (b) linia de culoare roșie: spectrul unei suprafețe cu defect, (c) linia de culoare verde: spectrul unui alt defect

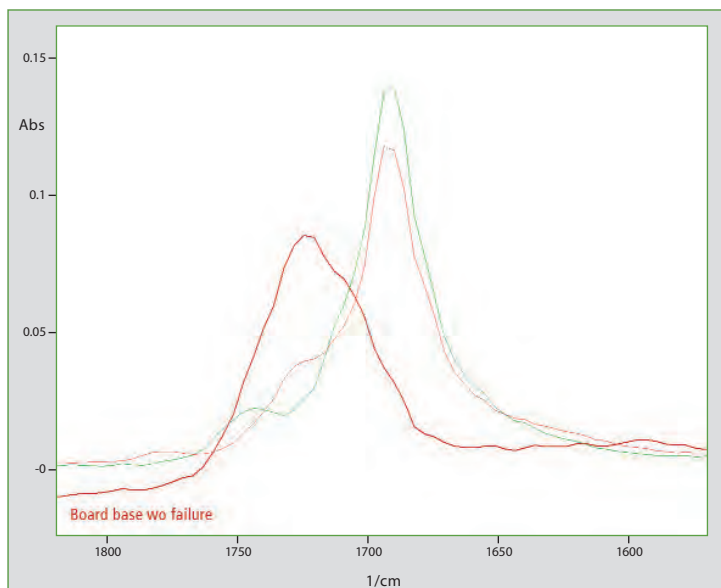


Figura 3: Secțiune a spectrului din figura 2, reprezentare a diferitelor poziții de bandă ale grupurilor carbonil

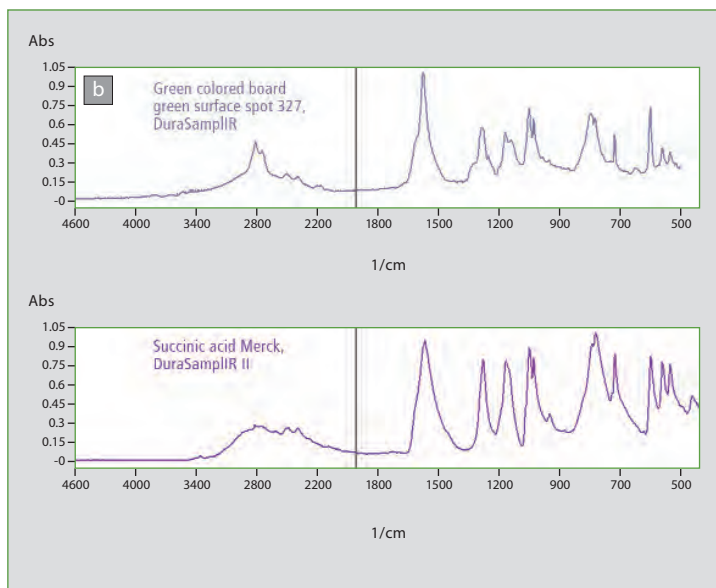


Figura 4: Căutarea în biblioteca de spectre după spectrul (b) are ca rezultat spectrul acidului succinic

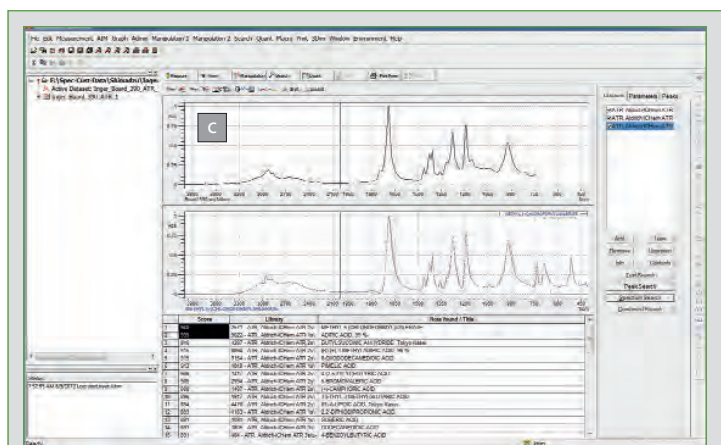


Figura 5: Spectrul (c) și rezultatul căutării în biblioteca Aldrich-Ichem a STJapan-Europe. A fost obținut acidul adipic.



Figura 6: Reprezentare a măpării în modul observare, într-o zonă vizibilă selectată a probei. Vederea a fost creată din cadre de 400 x 300 μm.

În figura 7 este reprezentată harta 3D a analizei plăcii de circuit imprimat, cu o zonă mapată în raport cu intensitatea unei lungimi de undă selectate. Maximele reprezentate în figură indică modificări ale suprafeței plăcii de circuit imprimat. Toate maximele corespund spectrului materialului de acoperire cu un semnal al benzilor CO la 1690 cm⁻¹. Spectrul (a) al materialului de susținere din figura 1 este regăsit în zonele plane. Această vedere arată distribuția neuniformă a straturilor și a variațiilor de grosime ale straturilor. În locurile unde a fost identificat doar spectrul (c), grosimea stratului a fost de cel puțin 1 μm, în timp ce celelalte poziții reprezintă o grosime mai mică de 1 μm.

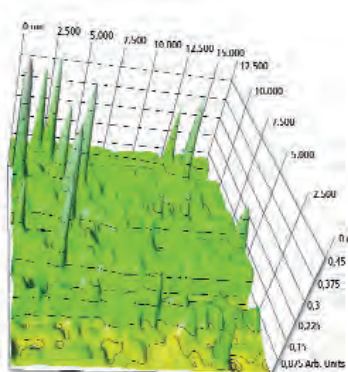


Figura 7: Vedere 3D a analizei a 800 de spectre infraroșu, cu o zonă mapată în raport cu intensitatea la o lungime de undă de analiză de aproximativ 1700 cm⁻¹

Cronț, cronț, cronț...

Noul analizor de structură EZ-Test-X

Cine poate rezista tentației de a gusta dintr-o bucată gustoasă de turtă dulce? Nu mulți, desigur, în afară de cei preocupați de consumul de calorii și de sănătatea dentară, pentru că, în general, cu cât un produs este mai crocant, cu atât este și mai dur.

Pentru a proteja consumatorii, laboratoarele moderne din industria alimentară fac apel din ce în ce mai des la analizoare de structură. Acestea sunt indispensabile nu numai pentru controlul calității și verificarea în cazurile de exonerare de răspundere, ci sunt, de asemenea, utile la dezvoltarea de produse noi. Pentru a putea satisface toate cerințele actuale, sunt necesare aparate deosebit de flexibile și controale moderne.

Viteza de realizare a testelor și precizia poziționării au fost, de asemenea, optimizate, atingându-se o viteză de derulare a testelor de până la 2.000 mm/min, la o precizie de 0,1%. Aceste performanțe sunt garantate de controlerul de înaltă performanță, care poate exporta către computer până la 1.000 de date pe secundă.

Nu doar pentru industria alimentară

Aparatul EZ-Test-X nu se pretează exclusiv aplicațiilor din industria alimentară, ci poate fi utilizat în orice situație în care este necesară testarea sigură și reproductibilă a unor forțe foarte mici sau a unor probe compacte. Domeniile tipice în care acest aparat își demonstrează utilitatea includ, de exemplu, măsurările filamentelor, testele de adeziune, testele de forfecare pentru componente electronice sensibile sau testele de frecare pentru pelicule din plastic. Software-ul Trapezium-X, foarte cuprinzător, este compatibil cu toate standardele și reglementările generale, permițând optimizarea independentă și parametrizarea testelor.

Metodele clasice standard de determinare a caracteristicilor maselor plastice, metalelor, produselor ceramice și altor materiale sau produse, pot fi, de asemenea, efectuate în acest mod. Pentru aceasta, există posibilitatea conectării de senzori suplimentari cu sensibilitate ridicată, precum extensometre atașabile cu clame sau noul extensometru video TRViewX, unic prin clasa de precizie 0,5 conform standardului EN 9513. O gamă largă de accesorii asigură prinderea și poziționarea exactă a probei. Lățimea mare a brațului mobil permite măsurarea unor probe de dimensiuni mari, precum plăci de circuit imprimat, dar se pot testa chiar și felii întregi de pâine sau turtă dulce.

Pentru turtă dulce, așteptăm Crăciunul...

Aici intră în ecuație noul analizor de structură EZ-Test-X. Datorită noului controler, toate celulele de încărcare sunt acum disponibile opțional cu acuratețe de clasa 1 sau chiar 0,5 conform standardelor ISO 7500 și EN 10002-2. Fiecare celulă de încărcare acoperă un domeniu de măsurare extins, de la 1/1 până la 1/500 din capacitatea nominală selectată, de manieră continuă. Astfel se pot realiza măsurări de până la 5.000 N, dar în special până la limita inferioară de 2 mN, cu o precizie excelentă.



Figura 1: EZ-Test-X cu fălci de prindere compacte cu șurub



Figura 2: Sistem de imobilizare anti-rotire autoblocant cu celulă de încărcare de înaltă precizie

DYMAT 2012 – Retrospectivă

Aparate de testare și camere de mare viteză pentru cercetarea materialelor



Locul de desfășurare a evenimentului – sala de concerte din Freiburg

Comportamentul dinamic al materialelor protejează viața oamenilor, păstrează aparatele în condiții bune și mărește eficacitatea. Creșterea rezistenței la impact a automobilelor, trenurilor, navelor și aeronavelor înseamnă o siguranță sporită la transportul atât al persoanelor, cât și al mărfurilor. Astăzi, sateliții de pe orbită sunt mai protejați de loviturile provocate de particule infime de resturi aflate în spațiu, iar lamele turbinelor sunt mai rezistente ca niciodată. Care sunt efectele undelor de șoc provocate de explozii asupra clădirilor? Care este comportamentul metalelor la viteze mari? În toate aceste cazuri comportamentul dinamic al materialelor joacă un rol fundamental.

În cadrul asociației DYMAT, ingineri și oameni de știință experți în materiale de pe întregul glob fac schimb de rezultate ale cercetărilor și de noi descoperiri în ceea ce privește comportamentul dinamic al materialelor.



Camăra de mare viteză HPV-2

Având un departament important dedicat științei materialelor, compania Shimadzu a sprijinit cea de-a 10 conferință internațională DYMAT desfășurată la Freiburg, în Germania, între 2 și 7 septembrie 2012 și a prezentat o selecție a aparatelor sale de testare. Printre acestea, camera de mare viteză HPV-2, care înregistrează cea mai rapidă propagare a fisurilor în materiale. În cercetarea balistică, rezoluția ridicată, de 312 x 260 pixeli, la o viteză de un milion de cadre pe secundă (fps) permite înregistrarea momentului imediat ulterior unui test de impact balistic în cele mai mici detalii.

Prin sincronizarea a până la patru camere video, este posibilă înregistrarea de imagini 3D sau imagini din patru direcții diferite de vizualizare. Configurația specifică a camerei permite implementarea facilă a unor aplicații precum DIC (Digital Image Correlation).

Aparatele de testare dinamice universale, precum MMT, au suscit, de asemenea, un mare interes. Aceste sisteme sunt utilizate la testarea oscilațiilor protezelor articulare, osoase și dentare și în ingineria tisulară, precum și pentru testarea la oboseală a produselor complexe. Modelul MMT cu montare pe masă permite efectuarea de teste dinamice la frecvențe de până la 100 Hz, folosind încărcături de până la 500 N și curse de până la 20 mm. Gama largă de accesorii, ca de exemplu sisteme de extensometrie și camere de aer, oferă chiar mai multă flexibilitate la utilizarea acestor aparate, permițând punerea în practică a unor proceduri de testare suplimentare.

Pe parcursul săptămânii de desfășurare a conferinței, au fost acoperite diverse subiecte referitoare la materiale precum oțelul, betonul, polimerii și materialele absorbante de energie. Au fost, de asemenea, incluse în discuție produsele compozite și biomecanica și au fost organizate numeroase seminarii privind tehnicile experimentale. În pauze, oamenii de știință au avut ocazia de a schimba impresii și informații. În urma numeroaselor conversații întreținute cu utilizatori din întreaga lume, Shimadzu a primit numeroase cuvinte încurajatoare.

Știința între bună-dispoziție și sănătate

Aparatul UHPLC Nexera – analiza rapidă a resveratrolului din vinul roșu

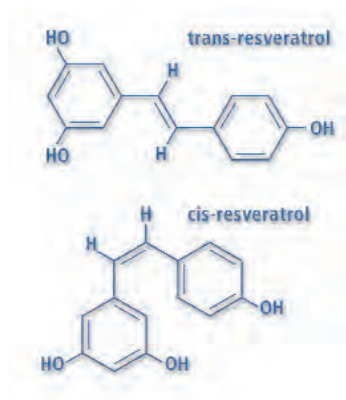


Figura 1: Formulele structurale ale trans-resveratrolului și cis-resveratrolului

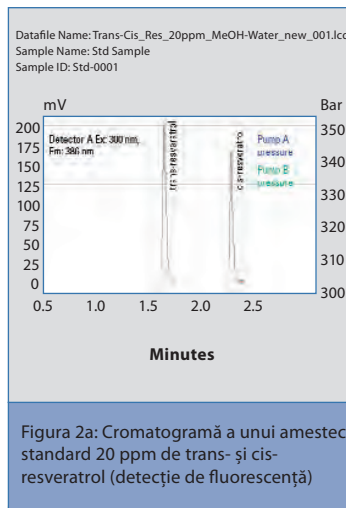


Figura 2a: Cromatogramă a unui amestec standard 20 ppm de trans- și cis-resveratrol (dectecție de fluorescență)

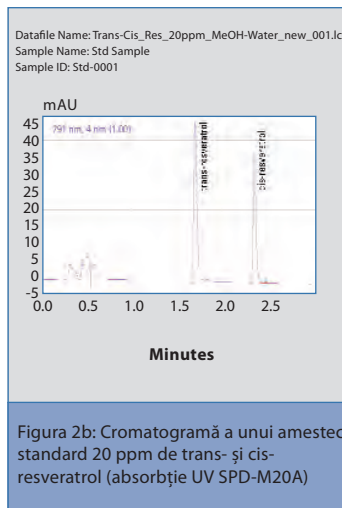


Figura 2b: Cromatogramă a unui amestec standard 20 ppm de trans- și cis-resveratrol (absorbție UV SPD-M20A)

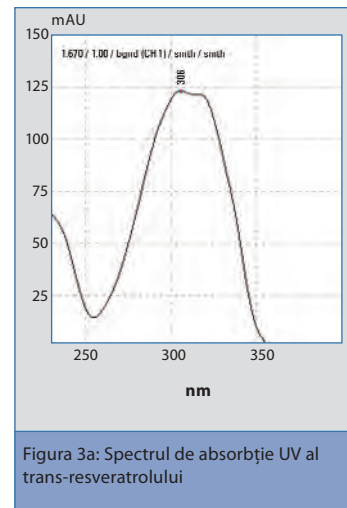


Figura 3a: Spectrul de absorbție UV al trans-resveratrolului



Figura 4: Detectorul de fluorescență RF-20 AXS cu celula de analiză termostată

Substanța resveratrol este o componentă a sistemului imun propriu al diverselor plante și este produsă ca răspuns împotriva atacurilor fungice, bacteriilor, infecțiilor virale sau influențelor negative ale mediului. În termeni chimici, resveratrolul este o fitoalexină și aparține grupului polifenolilor. Pe lângă efectul antioxidant, aceasta prezintă numeroase avantaje pentru sănătate, având efecte antiinflamatoare și de chimioprevenție, din aceste motive fiind în centrul cercetărilor actuale. Resveratrolul există în formă naturală ca trans-resveratrol și cis-resveratrol (a se vedea figura 1, formulele structurale ale resveratrolului) și este prezent în principal în coaja strugurilor și – în cantități mai mici – în semințele strugurilor și rădăcinile, tulpinile și lăstarii viței de vie. Concentrații mai ridicate de resveratrol se regăsesc în special în vița de vie al cărui sistem imunitar este forțat să se adapteze fluctuațiilor climatice. Altfel spus, vinurile germane vor conține cantități mai mari de resveratrol decât cele franceze. Resveratrolul este în general prezent în cantități mai mari în vinurile roșii decât în cele albe deoarece boabele strivite rămân în must timp mai îndelungat.

Cercetarea

În cadrul acestei aplicații vom prezenta o analiză rapidă și la rezoluție ridicată a resveratrolului, realizată cu ajutorul sistemului UHPLC Nexera de la Shimadzu. Figurile 2a și 2b prezintă cromatogramele unui amestec standard de 20 ppm de trans- și cis-resveratrol. Condițiile de analiză sunt enumerate în tabelul 1. Figurile 3a și 3b prezintă spectrele

de absorbție UV ale trans- și cis-resveratrolului.

Având în vedere fotosensibilitatea resveratrolului (o mare cantitate de trans-resveratrol este transformată în cis-resveratrol la aplicarea de radiații UV), este recomandată legarea unui detector de fluorescență în serie cu detectorul rețea de fotodiode pentru a evita descompunerea cauzată de energia puternică de excitație a detectorului de fluorescență.

Coloană de separare: Kit XR-ODS III (150 mm x 2 mm, 2,2 μm)		
Faza mobilă:	A: 0,2 % acid formic – apă (MilliQ) B: 0,2 % acid formic – acetonitril (purtate de grad HPLC)	
Program gradient		
Timp	Funcție	Valoare
0,0 min	B CONC	23 %
1,00 min	B CONC	23 %
2,5 min	B CONC	40 %
2,51 min	B CONC	100 %
4,00 min	B CONC	100 %
4,01 min	B CONC	23 %
Debit:	0,7 ml/min	
Temperatură coloană:	60°C	
Dectecție (fluorescență):	RF-20 AXS EX: 300 nm, EM: 386 nm temperatura celulei de măsurare 20°C	
Dectecție (UV, rețea fotodiode):	SPD-M20A lampă D2, 291 nm	

Tabelul 1: Condiții de analiză

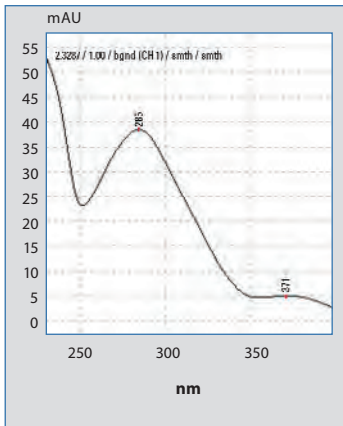


Figura 3b: Spectrul de absorbție UV al cis-resveratrolului

Pe lângă sensibilitatea extrem de ridicată (raportul semnal-zgomot al difuziei Raman > 2.000), aparatul RF-20 AXS (Figura 4) oferă, de asemenea, posibilitatea utilizării unui termostat pentru celula de debit. Scăzând temperatura celulei se pot reduce efectele termice și crește astfel sensibilitatea. Figurile 5a și 5b prezintă suprapunerea trans- și cis-resveratrolului la diverse temperaturi ale celulei (20°C, 30°C și 40°C). Pentru ambele forme se poate observa că, la compararea absorbției la 20°C față de cea la 40°C, sensibilitatea este cu peste 10% mai mare.

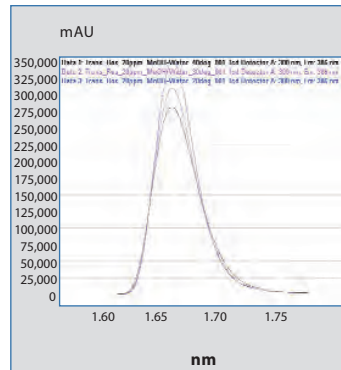


Figura 5a: Suprapunere trans-resveratrol la temperatura celulei de 20°C, 30°C și 40°C

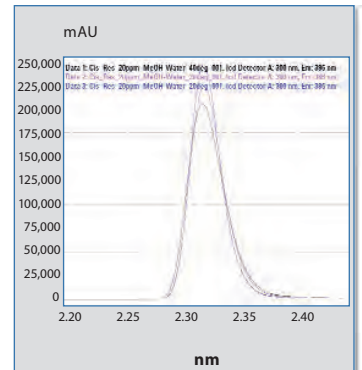


Figura 5b: Suprapunere cis-resveratrol la temperatura celulei de 20°C, 30°C și 40°C

Proba testată

Conținutul de resveratrol a fost analizat dintr-o probă din vinul aniversar al Shimadzu lansat cu ocazia a celei de-a 60-a aniversări a spectroscopiei UV și a celei de-a 55-a aniversări a spectroscopiei IR. Prepararea probei de vin a fost realizată folosind extracția lichid-lichid conform protocolului din figura 6.

În figura 7 este prezentată cromatograma de fluorescență pentru un volum de injecție de 1 μl.

În urma cuantificării s-au obținut: o concentrație de 35,7 mg/l trans-resveratrol și o concentrație de 40,4 mg/l cis-resveratrol, care corespund unor concentrații reale în vin de 7,1 mg/l trans-resveratrol și 8,1 mg/l cis-resveratrol. Aceste concentrații se încadrează în domeniul obișnuit pentru vinurile germane.

Acest experiment contribuie așadar la demonstrarea faptului că vinul roșu consumat moderat are, de asemenea, efecte pozitive asupra sănătății.

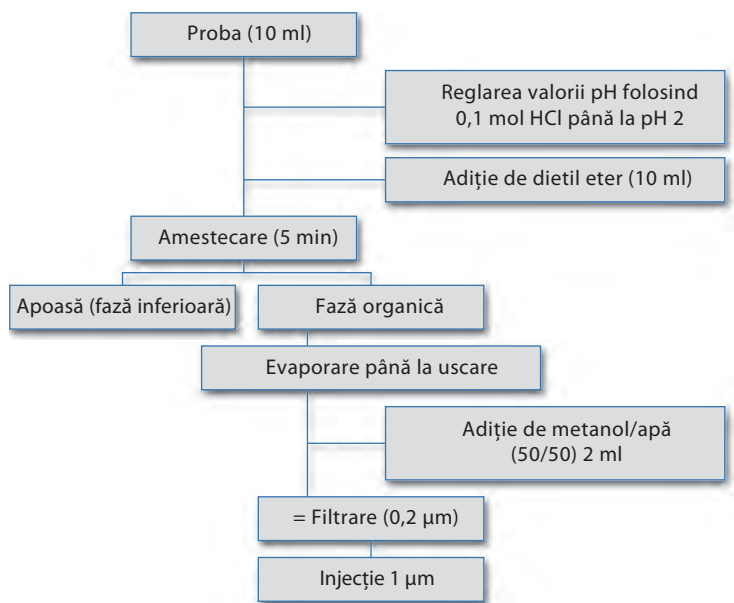


Figura 6: Prepararea probei

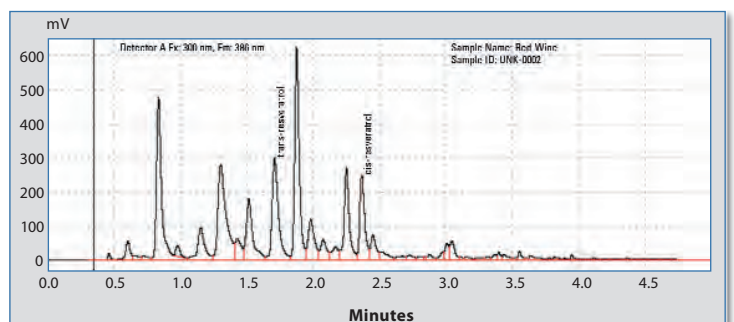


Figura 7: Cromatogramă fluorescentă: analiză a vinului aniversar Shimadzu



Diferențe care atrag...

Desorberul termic TD-20 – Analiză comparativă a emisiilor defectelor polimerilor

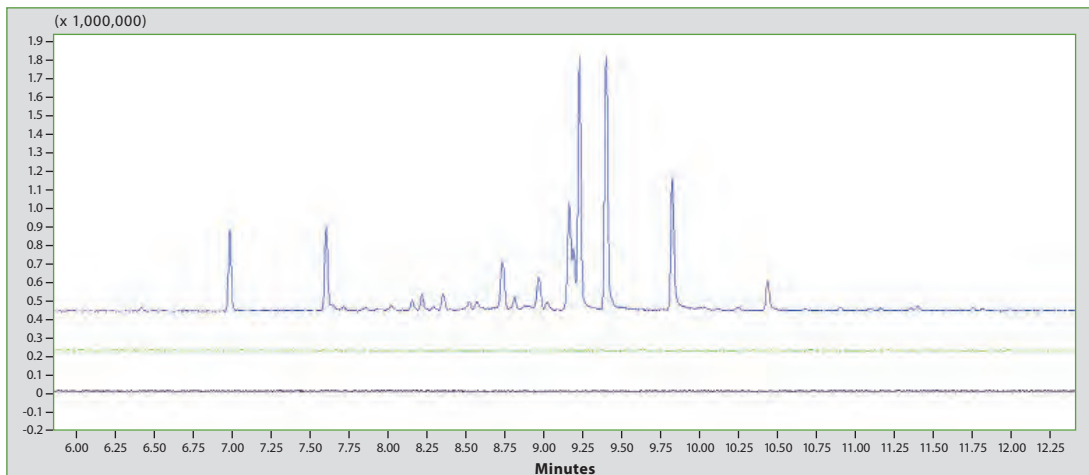


Figura 1: Comparație între emisiile de masă moleculară mică de la o probă de PVC cu miros (cromatograma de culoare albastră) și de la o probă de PVC de referință (cromatograma de culoare verde). Probele au fost comparate cu o măsurare de control (aer de laborator într-o eprubetă de sticlă) (cromatograma de culoare neagră). Condiții TD-20: 90°C, 30 de minute.

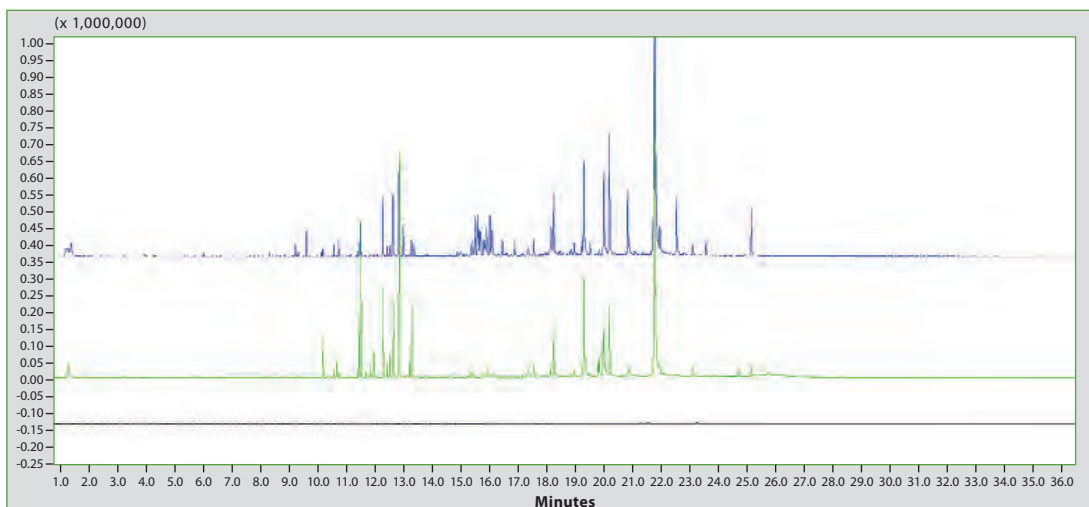


Figura 2: Comparație între emisiile de la o probă de cauciuc cu caracteristici fizice corespunzătoare (cromatograma de culoare verde) și de la o probă de cauciuc cu caracteristici fizice necorespunzătoare (cromatograma de culoare albastră). Cromatograma de culoare neagră reprezintă măsurarea de control. Condiții TD-20: 120°C, 60 de minute.

a pre-determina factori neașteptați pentru a putea dezvolta noi abordări și metode de prevenire. În termeni economici, analiza defectelor poate preîntâmpina problemele cu care se pot confrunta producătorii și poate ajuta clienții acestora în timpul perioadei de garanție.

TD-20, un aparat excelent pentru analiza polimerilor

Din punct de vedere analitic, selectarea moleculelor nelegate dintr-o matrice polimerică este, de obicei, suficientă pentru a găsi cauza defectului. Extracția termică directă a conținutului volatil și semivolatil din polimer cu ajutorul TD-20 are două mari avantaje: este o procedură rapidă și nu necesită aproape niciun fel de preparare a probei. Bucata de polimer este amplasată într-un tub de sticlă, acoperit în ambele capete cu vată de sticlă.

Răcire – eșantionare – desorbție – start!

Sistemul de desorbție termică TD-20 include o valvă de temperatură înaltă, programabilă, cu 6 porturi, cuplată la o capcană criogenică ce conține adsorbantul TENAX TA. Această capcană criogenică este răcită înainte și în timpul eșantionării la 50 °C sub temperatura ambientală

**De Franky Puype și Jiri Samsonek
Institutul de Testare și Certificare, Zlin, Republica Cehă**

Polimerii se regăsesc pretutindeni în jurul nostru și sunt indispensabili vieții cotidiene. Deși mulți dintre producătorii de polimeri oferă produse de înaltă calitate, este

posibilă apariția anumitor defecte. Sursa acestora nu este cunoscută în general, fiind necesară o analiză chimică. Defecte precum mirosul, decolorarea, ruperea, opacizarea și contaminarea sunt ușor de detectat în cazul în care este disponibilă o probă de referință. Metoda comparativă este în general acceptată de comunitatea științifică. Obiectivul analizei defectelor nu este de a identifica neconformitățile, ci de



Figura 3: TD-20: spate – tuburi de desorbție termică în sampler, față – sistem de încălzire pentru etapa de desorbție

pentru a asigura captarea unei game largi de analiți.

În timpul eșantionării, polymerul aflat în tubul de sticlă este încălzit, emisiile trecând într-un domeniu de temperatură între cea ambientală și 280°C, în funcție de nevoile operatorului. Acest domeniu larg de temperatură este util pentru evaluarea unor defecte precum mirosul sau prezența de contaminanți de masă moleculară mare.

După eșantionare, capcana cu TENAX TA se încălzește rapid până la temperatura maximă, iar analiții cercetați sunt redesorbiți și ajung în

di-izononil ftalat. Această fracție neesterificată cauzează mirosul specific, având în vedere volatilitatea acesteia.

Analiza cauciucului

TD-20 este un aparat dinamic, cu un software ușor de utilizat și performanțe ce asigură o sensibilitate suficientă pentru diverse aplicații și o reproductibilitate ridicată chiar și pentru matrice dificile. Prin efectuarea amprentelor emisiilor se pot obține multe informații noi legate de diferențele dintre loturi.

Figura 2 prezintă cromatograma unui cauciuc defect, cu caracteristici



Figura 4: TD-20 și GCMS-QP2010 Ultra

coloana de analiză. Apoi, aparatul GC-MS cuplat primește semnalul de pornire de la TD-20.

Evaluarea mirosului

În exemplul următor, TD-20 se dovedește foarte performant la descrierea profilurilor substanțelor volatile din probe de PVC care prezintă miros (Figura 1). După analiza comparativă, în proba cu miros s-a detectat un amestec de alcooli alifatici. Acești alcooli alifatici ar trebui să realizeze esterificarea pentru obținerea plastifiantului

fizice necorespunzătoare și cea a unui cauciuc de referință, având caracteristici fizice corespunzătoare. Ambele cromatograme indică emisii de hidrocarburi și aditivi specifici cauciucurilor. O comparație rapidă a picurilor arată că proba de cauciuc defect conține nonilfenol, care nu era prezent în proba de referință. Nonilfenolul este un plastifiant fenolic alchilat și are numeroși izomeri. Prezența nonilfenolului, în acest caz un contaminant, are o influență semnificativă asupra proprietăților fizice ale cauciucului.

Tubul probei (tub captare)	
Nr. de probe	48
Dimensiunea tubului	6,35 mm x 90 mm
Temperatura de încălzire	80-400°C (setare în unități de câte 1°C)
Domeniul debitului de control	21-150 ml/min (setare câte 1 ml)
Linia de transfer	
Material tuburi	Silcosteel®
Temperatura menținută	80-350°C (setare în unități de câte 1°C)
Unitate valve	Valvă
Valvă	Valvă Valco de temperatură înaltă, cu 6 porturi (1/16")
Material tuburi	Silcosteel®
Temperatura menținută	80-300°C (setare în unități de câte 1°C)
Capcana criogenică	
Tub captare	Diametru exterior 3,2 (diametru interior 2 ml) x 100 mm, Silcosteel®
Adsorbant	Tenax TA (50-60 mg)
Temperatura de răcire	de la 50°C sub temperatura ambientală până la 0°C (setare în unități de câte 1°C)
Temperatura de încălzire	80-350°C (setare în unități de câte 1°C)
Timp de încălzire	0-30 min (setare în unități de câte 0,01 min)
Unitatea de interfață	
Temperatura menținută	80-350°C (setare în unități de câte 1°C)
Gaze	
Gaz purtător	Heliu (puritate 99,9999 %), 0,5-0,9 MPa
Gaz de purjare	Aer (dezumidificat), 0,2-0,3 MPa
Consum gaz de purjare	3l/ciclu (max.)
Sistemul în întregime	
Specificații de mediu	Temperatură: 18-28°C; 50-70 % umiditate
Mediu de depozitare	Temperatură: 0-40°C
Alimentare	CA 220-240 V (cu transformator coborât)
Dimensiuni	323 x 500 x 500 mm + 190 x 206 x 235 mm (transformator coborât)
Greutate	43 kg + 20 kg (transformator coborât)

Tabelul 1: Specificații tehnice TD-20

Need for Speed!

Noile sisteme UFMS

UFMS

ULTRA FAST MASS SPECTROMETRY



Figura 1: GCMS-TQ8030, LCMS-8040 și LCMS-8080

Numărul din ce în ce mai ridicat de probe din laboratoarele ce lucrează în flux continuu, în special în cromatografia de lichide (LC) explică tendința de accelerare a separărilor pentru a putea face față nevoii de a analiza din ce în ce mai mult material în cel mai scurt timp posibil. Separările cromatografice rapide pot genera în prezent lățimi de picuri de doar câteva secunde. Detectorii cuplați la astfel de sisteme LC trebuie, așadar, să îndeplinească și cerințele privind achiziția și transmiterea rapidă și validă a semnalelor.

Pentru analizele de spectrometrie de masă viteza nu înseamnă doar un flux de probe crescut, ci și generarea unei cantități cât mai mari de informații într-un timp cât mai scurt. Sistemele moderne și rapide de analiză GCMS și LCMS oferă o calitate superioară a datelor și mai multe puncte de date per pic, în comparație cu sistemele utilizate până în prezent. În același timp, aceste noi sisteme pun la dispoziție o calitate spectrală semnificativ îmbunătățită, precum și o reproductibilitate optimizată a cuantificării.

Shimadzu a lansat trei sisteme rapide noi UFMS, care combină o calitate

remarcabilă a datelor cu parametri de viteză excelenți.

Noile spectrometre de masă triplu cuadrupol LCMS-8040, LCMS-8080 și GCMS-TQ8030 oferă funcționalitate maximă pentru diverse arii de aplicabilitate, precum controlul calității alimentelor și testarea medicamentelor. Împreună cu LCMS-8030, aceste noi sisteme constituie o platformă tehnologică ce poate îndeplini orice cerințe analitice.

Seria LCMS

Pe lângă sensibilitatea sistemului, cele mai importante cerințe pentru analiza rapidă LCMS triplu cuadrupol într-un mediu controlat includ: viteze ridicate de achiziție a datelor (viteza de scanare) și numărul de tranziții MRM (Multiple Reaction Monitoring) care pot fi măsurate pe secundă. Pentru analizele complexe, un alt aspect important este reprezentat de timpii reduși de schimbare a polarității.

Pe lângă achiziția MRM, sistemele rapide MS triplu cuadrupol oferă posibilitatea, chiar și pentru analizele rapide LC, de a particulariza colectarea informațiilor în urma unei măsurări fără a afecta celelalte nevoi separate ale utilizatorului,

de soluționare a diverselor probleme. Acest lucru se realizează prin combinarea unor abordări experimentale diferite (scanare a produșilor, scanare „neutral loss”, scanarea precursorilor etc.)

În plus, utilizarea software-ului LabSolution în combinație cu sistemele rapide LCMS permite optimizarea sistemului pentru un anumit analit în câteva minute. Compușii pot fi măsurați ulterior folosind metode unice sau combinate, în acest caz fiind măsurați printr-o metodă completă și particularizată.

Stabilitatea și întreținerea facilă se înscriu, de asemenea, printre calitățile aparatelor conforme zicalei „timpul înseamnă bani”. Sensibilitatea ridicată a LCMS-8040 și a LCMS-8080 extinde considerabil domeniile aplicațiilor individuale.

LCMS-8040 – stabil și puternic

Disponând de un sistem de optică ionică îmbunătățită și de o tehnologie avansată a celulei de coliziune, LCMS-8040 oferă o sensibilitate MRM considerabil mai ridicată. Datorită unei focalizări mai bune a ionilor și a unei eficiențe superioare a celulei de coliziune, se poate obține o creștere de 5 ori a sensibilității (măsurarea compusului standard rezerpină) aparatului LCMS-8040 în comparație cu fratele mai mic al acestuia, LCMS-8030.

Sistemele LCMS-8030 și LCMS-8040 sunt neîntrecute sub aspectul vitezei de scanare, de 15.000 u/s (unități de scanare de 0,1 u). Această viteză ridicată este avantajoasă din toate punctele de vedere, tehnica de optimizare MRM folosită de Shimadzu bazându-se pe analize cu injecție automate și rapide având durata de doar câteva minute. Amestecurile complexe de substanțe pot fi optimizate într-un flux de lucru nesupravegheat fără injecții suplimentare cu seringă. Parametrii MRM optimizați pentru LCMS-8030, precum și metodele dezvoltate folosind acești parametri pot fi transferate sistemelor LCMS-8040. Timpii reduși de așteptare și oprire asigură achiziția unui număr mare de puncte de date per pic și o cuantificare sigură, chiar și în cazul analizelor complexe și rapide. În plus, viteza rapidă de scanare și timpii reduși de reglare a tensiunii permit combinarea a mai multor experimente într-o singură analiză, ca de exemplu combinarea MRM și a scanării produșilor,

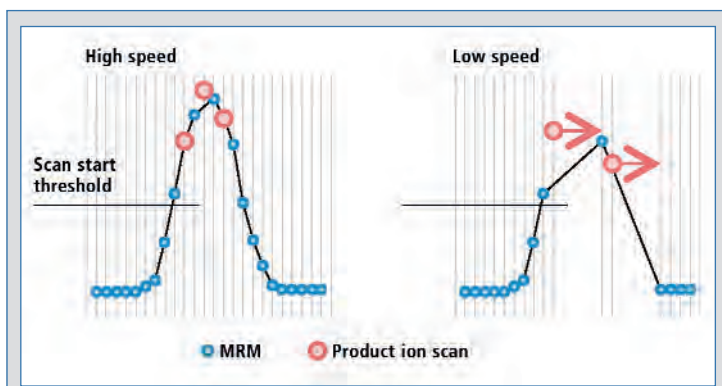


Figura 2: Analiza produșilor simultană cu achiziția MRM

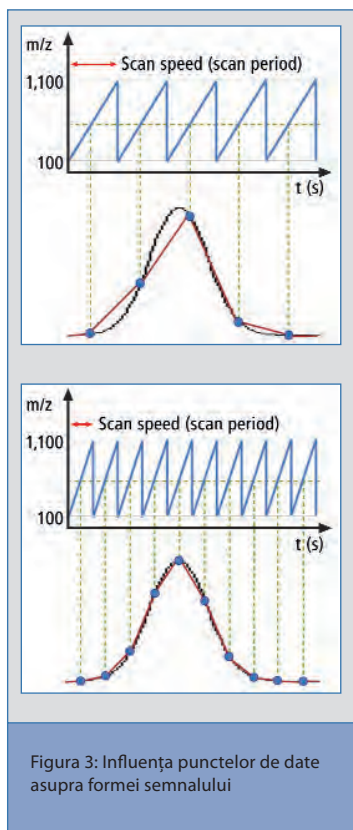


Figura 3: Influența punctelor de date asupra formei semnalului

Curățarea și întreținerea aparatului LCMS-8040 se realizează rapid și facil. Posibilitatea de înlocuire a liniei de desolvare fără afectarea sistemului de vid asigură funcționarea stabilă fără timpi prelungiți de așteptare. LabSolution, în combinație cu diverse pachete de metode (incluzând bază de date și metode de achiziție MRM pentru pesticide, medicamente pentru uz veterinar, substanțe psihotrope sau analiza calității apei), permite inițierea simplă și rapidă a analizei

LCMS-8080 – cel mai performant din categoria sa în ceea ce privește sensibilitatea și cuantificarea

Transferul unui număr cât mai mare de ioni la detector este esențial pentru obținerea unei sensibilități cât mai mari. Tehnologiile complexe, precum introducerea coaxială de gaz la temperatură înaltă (coaxial hot gas), produc o ionizare eficientă combinând și încălzind fluxul de gaz al sursei de ioni, lucru care permite îndeplinirea acestui scop foarte ușor

permite efectuarea de analize rapide și performante chiar și pentru urme din matrice foarte complexe. LCMS-8080 completează această serie de sisteme LCMS.

Structura sistemului face ca acesta să ocupe puțin spațiu într-un laborator. De asemenea, sistemul folosește binecunoscutul software LabSolution, având un mod de utilizare intuitiv.

Seria GCMS – sensibilitate și viteză unice

Noul GCMS-TQ8030 oferă performanțele extraordinare și ușurința utilizării ce sunt caracteristice sistemului GCMS-QP2010, integrând, de asemenea, tehnologia UFMS a sistemului LCMS-8030.

GCMS-TQ8030 pune la dispoziție o sensibilitate și o viteză nemaîntâlnite la niciun sistem GCMS triplu cuadrupol. Acestea se bazează pe tehnologii brevetate de Shimadzu, precum sursa de ioni de înaltă eficiență, tehnologia de

mai bună calitate. Având în vedere sensibilitatea și selectivitatea datelor MRM, acestea pot fi utilizate pentru analiza cantitativă țintă. Datele de scanare completă Q3, împreună cu spectrele complete și informațiile LRI (Linear Retention Index) sunt folosite la identificarea exactă în vederea evitării rezultatelor fals pozitive sau fals negative, constituind, în același timp, surse de informații pentru compușii non-țintă. Această metodologie oferă cel mai eficient instrument pentru analize de rutină, de ex. o matrice QuEChERS pentru testarea pesticidelor.

Analizele complete GC constituie un domeniu de aplicații în care viteza detectorului spectrometrului de masă este extrem de importantă. Această aplicație analitică mărește în mod considerabil performanțele de separare ale sistemului, prin conectarea a două coloane în serie și amplasarea unui modulator între acestea pentru a controla injecția în cea de-a doua coloană. ➔

pentru cuantificarea și confirmarea calitativă suplimentară a rezultatelor (a se vedea figura 2, stânga).

Anumite tehnologii brevetate pentru cuadrupol combină sensibilitatea ridicată a sistemului cu viteza mare de achiziție a datelor. Timpii reduși de schimbare a polarității, de 15 ms, permit măsurarea simultană a compușilor ionizați pozitiv și negativ într-o singură operație. Vitezele mari de achiziție a datelor generează mai multe puncte de date și au, prin urmare, o influență directă asupra formei semnalului și a rezultatului cantitativ (Figura 3).

Noua tehnologie UFsweeper™ II de care dispune LCMS-8040 permite achiziția ultrarapidă, de până la 555 MRM pe secundă cu timpi minimi de așteptare și oprire de aproximativ 1 ms. Chiar și la astfel de frecvențe de procesare MRM, fragmentele generate sunt înlăturate rapid și eficient din celula de coliziune. Astfel, sunt eliminate interferențele, asigurându-se identificarea și cuantificarea inechivocă. Pentru a crește mai mult numărul de puncte de date pentru analiza unor componente multiple, software-ul LabSolution permite programarea achiziției MRM în funcție de timpii de eluție ai diversilor analiți (sincronizare MRM).

Descriere	Brevet	Încorporat în sistemul MS	Avantaje pentru utilizatori
Sursă de ioni de înaltă sensibilitate	US7939810	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra	Sensibilitate ultra-ridicată
Control al scanării la viteză mare (Advanced Scanning Speed Protocol (protocol avansat de viteză a scanării), ASSP™)	US6610979	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE	Viteză de scanare ultra-ridicată cu calitate superioară a spectrelor de masă (fără distorsiuni) și fără scăderi ale intensității
Lentile Overdrive (tehnologie de eliminare a zgomotelor)	US6737644	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE	Rapoarte semnal-zgomot îmbunătățite datorită eliminării zgomotului
Filtru de masă cuadrupol de înaltă performanță	US5227629	GCMS-TQ8030 GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE	Rezoluție de masă reglabilă și foarte precisă
Celula de coliziune de înaltă eficiență UFsweeper	în curs de obținere	GCMS-TQ8030	Analiză cu viteză MRM ultra-ridicată, fără interferențe

Tabelul 1: Tehnologiile brevetate produse de Shimadzu

de către LCMS-8080.

Desolvarea indusă de o sursă cu temperatură ridicată (Hot-Source Induced Desolvation, HSID) elimină în mod eficient contaminările neutre. În plus, tehnica curgerii laminare permite transferul facil al unei cantități mari de ioni către detectorul cu eficiență ridicată a transmisiei la viteze mari. Aceste tehnologii unice prezintă avantaje în multe aplicații în care gradul ridicat de sensibilitate este esențial.

Cu toate acestea, având în vedere designul aparatului LCMS-8080, acesta nu atinge performanțele de viteză ale seriei 8030/8040. Însă sensibilitatea extrem de ridicată

eliminarea zgomotelor, controlul scanării la viteză mare (ASSP) și tehnologia UFsweeper (Tabelul 1).

UFsweeper, cu designul său unic, formează un potențial de pseudo-suprafață care accelerează ionii în afara celulei de coliziune. Împreună cu mecanismul de curățare după fiecare tranziție, acesta permite efectuarea analizei fără interferențe chiar și la viteze ultra-ridicată (600 tranziții/s). Capacitatea unică a sistemului GCMS-TQ8030 de a efectua achiziții ultrarapide ale datelor cu funcția ASSP, MRM și scanare completă (Q3) într-o singură operație (chiar și în cadrul unor aplicații GC rapide sau complete), oferă rezultate incomparabile, de cea



Figura 4: Configurația cu două linii a sistemului GCMS-TQ8030

A doua coloană este în general o coloană capilară scurtă (2,6 m) cu diametru intern mic (0,1 - 0,15 mm) și fază staționară ortogonală fazei staționare a primei coloane. Lățimile tipice ale bazelor picurilor care pot fi obținute în aplicații complete GCxGC se încadrează între 200 și 600 ms. Sistemul trebuie așadar să poată detecta un punct de date pentru informațiile necesare cu o frecvență de eșantionare de 50 - 20 Hz (un punct de date la fiecare 0,02 - 0,06 s cu informații complete pentru un domeniu de masă de cel puțin 350 amu). Doar astfel se pot obține informații calitative sigure. Shimadzu pune la dispoziție ambele serii GCMS (simplu și triplu cuadрупol) pentru aplicații complete (Figura 5).

Pe lângă viteza de scanare ultra-ridicată specifică pentru cuadрупol simplu și triplu, funcția brevetată ASSP reprezintă o caracteristică cheie. Această tehnologie unică reprezintă un progres notabil în ceea ce privește sensibilitatea de detecție în cadrul analizelor de mare viteză. În plus, calitatea spectrelor rămâne aceeași, chiar și la o viteză de scanare de 20.000 u/s a sistemului cuadрупol.

Flexibilitatea este caracteristica fundamentală a seriei GCMS de la

Shimadzu. Pompa turbo-moleculară de înaltă performanță cu dublă admisie și sistemul de vid diferențial cu suprafețe optimizate permit reglarea debitelor în coloană până la 15 ml/min (GCMS-QP2010 Ultra) sau 10 ml/min (GCMS-TQ8030). Astfel, este posibilă utilizarea unui sistem MS cu două linii, în care sunt instalate două coloane, fără afectarea sensibilității. Sistemul cu două linii poate fi utilizat pentru achiziția facilă a seturilor de date în coloane diferite fără a fi necesară manipularea coloanelor sau ventilarea sistemului MS. Acest lucru mărește considerabil productivitatea (Figura 4).

Software-ul GCMS

Software-ul GCMSsolution, binecunoscut din seria GCMS-QP2010, oferă posibilitatea dezvoltării de metode MS/MS rapide. Funcția AART garantează reglarea automată a timpilor de retenție și poate fi utilizată, de exemplu, la transferul metodei de la o coloană convențională la una rapidă. Funcția COAST are un rol important în dezvoltarea metodelor MRM și permite dezvoltarea directă a unor diverse metode pentru modul de detecție MS/MS.

GCMS-QP2010 Ultra și GCMS-TQ8030

- Sisteme cuadрупol de înaltă performanță, care oferă grade ridicate de sensibilitate la viteze ultra-ridicate (20.000 μ /s, 100 Hz)
- Sisteme foarte flexibile, la care se pretează tehnici multidimensionale și o varietate mare de echipamente periferice pentru nevoi ulterioare

GCMS-QP2010 SE

- Aparat de rutină cu un raport excelent preț-performanțe. Îndeplinește toate cerințele în diverse arii de aplicație
- Ușor de utilizat, întreținere simplă (Easy sTop) a sistemului de admisie

Rezumat

Utilizatorii sistemelor UFMS de la Shimadzu beneficiază de o calitate optimizată a datelor și de viteze mai mari decât oricând. Tehnologiile unice utilizate pun bazele unor noi standarde mondiale în spectrometria de masă, oferind rezultate și informații mai precise, ceea ce permite asigurarea unui grad mai ridicat de siguranță a produselor sau a siguranței clienților sau pacienților.

Ne face plăcere să vă transmitem informații suplimentare. Vă rugăm introduceți numărul corespunzător de pe cardul de răspuns sau transmiteți-ne o solicitare prin aplicațiile Shimadzu News App sau News WebApp. Info 408

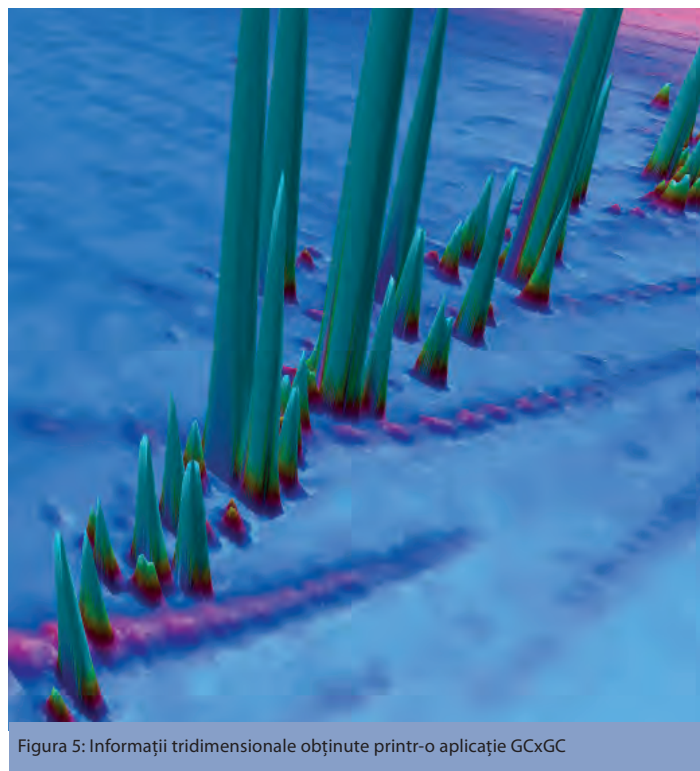


Figura 5: Informații tridimensionale obținute printr-o aplicație GCxGC