

Fokus Analytik

Newsletter der Product Line Analytik

DEZEMBER 2016

Mikrospektroskopie

Schnelle Hilfe bei der Identifizierung kleinster Fremdpartikel

Fremdstoffe, oft in Form von festen kaum erkennbaren Partikeln, stellen ein Problem für Ihr Produkt beziehungsweise Ihre Produktion dar. Ob zufällig im Produkt gefunden oder durch gezielte Suche nach der Kesselreinigung im Betrieb auf dem Filter entdeckt – sind Sie entdeckt ist schnelle und fachgerechte Aufklärung gefragt, um die Verwendbarkeit des Produktes oder die weiteren Maßnahmen im Produktionsbetrieb korrekt beurteilen zu können.

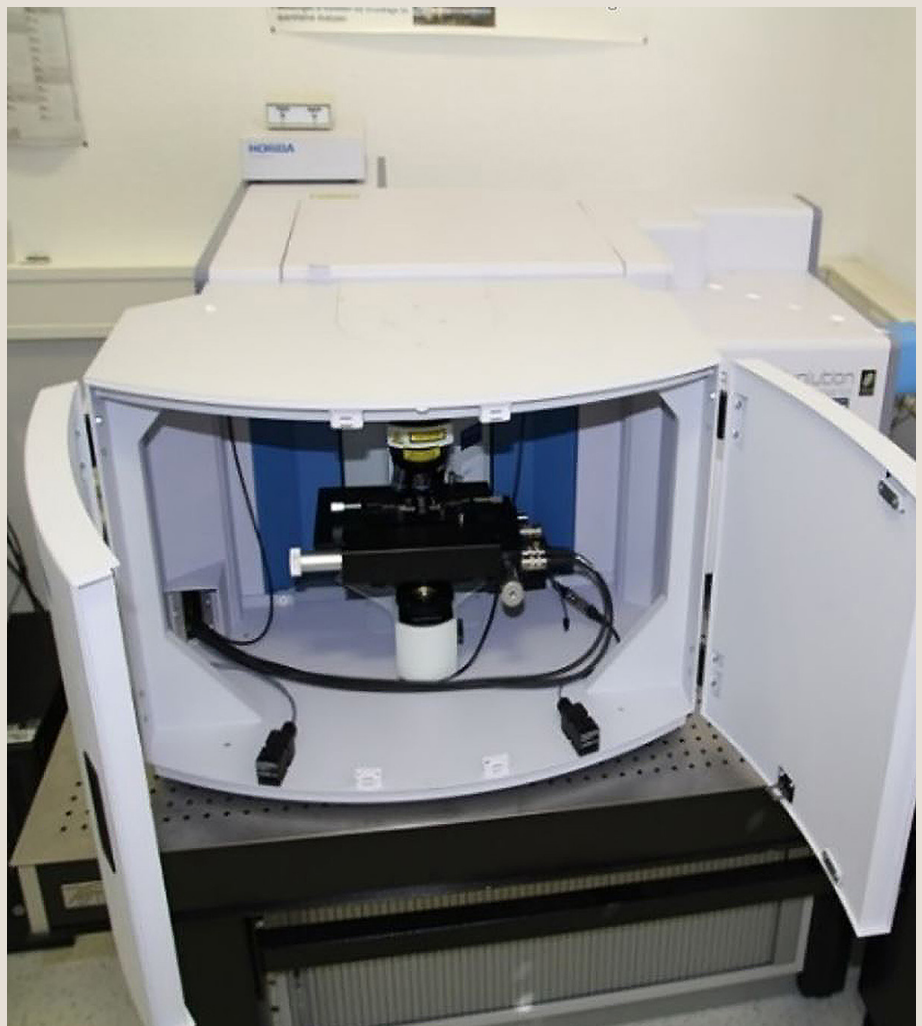
Ein systematisches Vorgehen ist sehr wertvoll, um die Kosten im Rahmen zu halten und eine möglichst schnelle Identifizierung der Fremdstoffe zu erzielen.

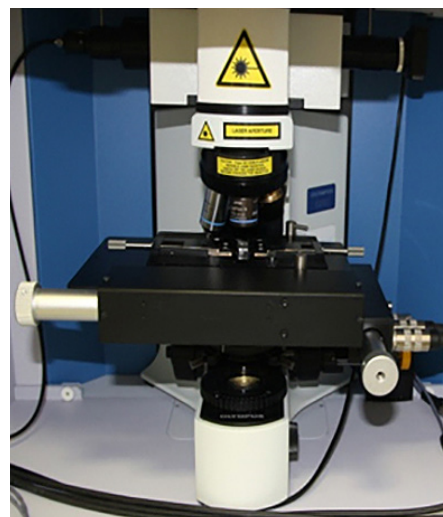
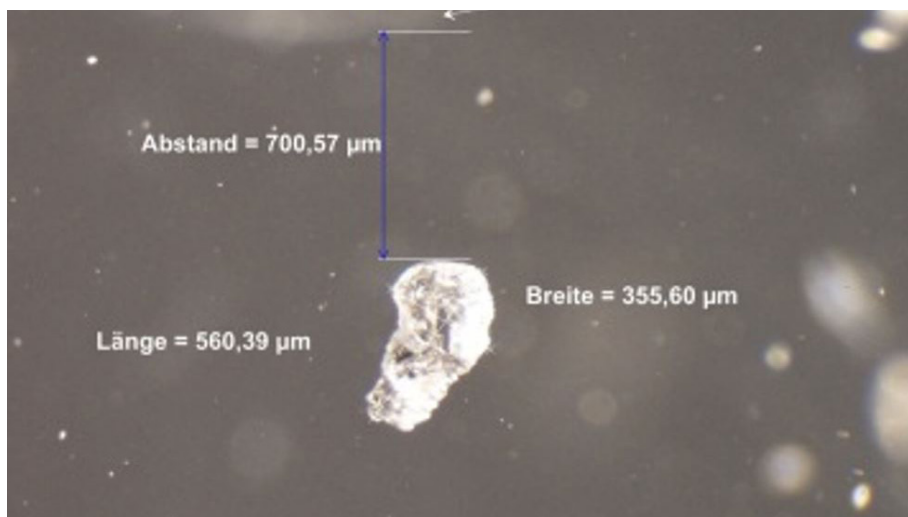
Systematische Vorgehen und die geeignete Analystechnik

In vielen Fällen ist allein schon durch die geringe Größe des Partikels beziehungsweise der Verunreinigung ein Erkennen mit bloßem Auge kaum möglich. Erst ein Blick durch ein Lichtmikroskop (LM) gibt einen ersten Hinweis auf Ursprungsort, Ursache oder dessen Identität.

Im Anschluss ist die Nutzung der Infrarotspektroskopie (IR) ein entscheidender Schritt zur Identifizierung. Bei organischen Partikeln (zum Beispiel Fasern aus Teflon) wird an dieser Stelle schon oft ein hinreichendes Ergebnis geliefert. Weitere Schritte wie etwa die Analyse mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM), die in anderen Fällen wertvolle Ergebnisse liefert, sind nicht mehr notwendig oder im Falle organisch basierter Partikel meist nicht zielführend.

Während nun viele Partikel ab Größen von 100-200 μm mit der klassischen IR-Spektroskopie, beispielsweise im Modus der abgeschwächten Totalreflexion (ATR), schnell und günstig analysiert werden können, ist bei kleineren Parti-





keln oder Fasern mit geringerem Querschnitt diese Technik nicht mehr einsetzbar. In solchen Fällen ist es notwendig die Mikrospektroskopie einzusetzen.

Die Analytik von Evonik bietet Ihnen hier neben IR-ATR, LM und REM die Möglichkeit mit der Technik der Mikrospektroskopie genau diese sehr kleinen Partikel effizient und kostengünstig zu analysieren und Sie so bei der Identifizierung der Partikelverunreinigung und deren Ursprung zu unterstützen. Dabei können wir zwei unterschiedliche Spektroskopieverfahren einsetzen, die es erlauben sowohl organische wie auch anorganische Partikel zu identifizieren.

Infrarot-Mikrospektroskopie

Mit der Infrarot-Mikrospektroskopie werden vornehmlich organische Verbindungen (rein oder in einer Matrix) identifiziert. Dabei werden Moleküle mithilfe von Infrarotstrahlen zur Schwingung angeregt. Die dazu benötigte Energie wird absorbiert und ist charakteristisch für chemische Bindungen und funktionelle Gruppen. Das komplette Schwingungsspektrum eines Moleküls stellt quasi einen Fingerabdruck dar, anhand dessen die Verbindung identifiziert werden kann.

Mit unserem Infrarot-Mikroskop können wir Ihre Materialien mit einer Ortsauflösung in der Größenordnung von 10 µm messen und identifizieren. Dazu müssen noch nicht isolierte Partikel zunächst aus der Matrix rein mechanisch oder mit Lösungsmitteln isoliert und präpariert werden. Danach werden sie gewalzt, da mittels IR-Spektroskopie nur dünne Schichten messbar sind. Als weitere Alternative steht ebenfalls die Präparation mittels Mikrotomschnitt zur Verfügung.

Konfokale Raman-Mikrospektroskopie

Die Raman-Spektroskopie ist eine schwingungsspektroskopische Technik, mit der organische und anorganische Verbindungen beziehungsweise Substanzen (rein oder in einer Matrix) identifiziert werden können. Hier erfolgt die Anregung mithilfe monochromatischer Laserstrahlung. Die Verschiebung der Wellenzahl (Raman-Shift) von der Wellenzahl der Anregungsquelle gibt Aufschluss über die funktionellen Gruppen der Probe. In der Regel ist die Technik nicht-destruktiv und liefert zur IR-Spektroskopie ergänzende Informationen. Hauptverantwortlich ist dafür der unterschiedliche Informationsgehalt zwischen IR- und Raman-Spektren. Im IR-Spektrum absorbieren die Komponenten stark, bei denen sich das Dipolmoment während der Schwingung stark verändert (z.B. -NH- und -OH-Funktionen) und im Raman-Spektrum kommen die Komponenten am stärksten zur Geltung, die während der Schwingung eine starke Änderung der Polarisierung erfahren (z.B. Mehrfachbindungen).

Die konfokale Raman-Mikrospektroskopie weist im Vergleich zur IR-Mikroskopie drei wesentliche Vorteile auf:

- Die Ortsauflösung ist in der Größenordnung von ca. 1 µm
- Partikel an denen möglicherweise noch „Hoch potente Wirkstoffe“ (HPAIs) anhaften, können durch Deckgläschen analysiert werden
- Die konfokale Optik erlaubt die Analyse von Mehrschichtsystemen und Partikeln im Material teils ohne Präparation

Diese Eigenschaften machen die Raman-Mikrospektroskopie zu einer für Sie

wertvollen Analysetechnik für spezielle Rahmenbedingungen bei der Identifizierung Ihres unbekanntes Partikels.

Fazit

Mit den beiden vorgestellten Analysetechniken stehen Ihnen bei der Analytik von Evonik neben IR-ATR, REM und LM zwei spezielle Methoden zur Verfügung, die es unseren Experten ermöglichen sowohl sehr kleine unbekanntes Partikel als auch mit HPAI behaftete Partikel zu analysieren und zu identifizieren. In Zusammenarbeit unserer interdisziplinären Teams besteht so eine sehr hohe Wahrscheinlichkeit Ihre unbekanntes Partikel identifizieren zu können und zur Lösung Ihres Problems beizutragen.

Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre individuellen Fragen ein entsprechendes Angebot. Sprechen Sie uns an!

Impressum

Evonik Technology & Infrastructure GmbH
Product Line Analytik

Standort Darmstadt
Kirschenallee, 64293 Darmstadt

Standort Hanau
Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau

Standort Marl
Paul-Baumann-Str. 1, 45772 Marl

www.evonik.de/analytik

Kontakt: analytik@evonik.com

Verantwortlicher: Dr. Matthias Janik

Bilder: Evonik

Stand der Information: Dezember 2016