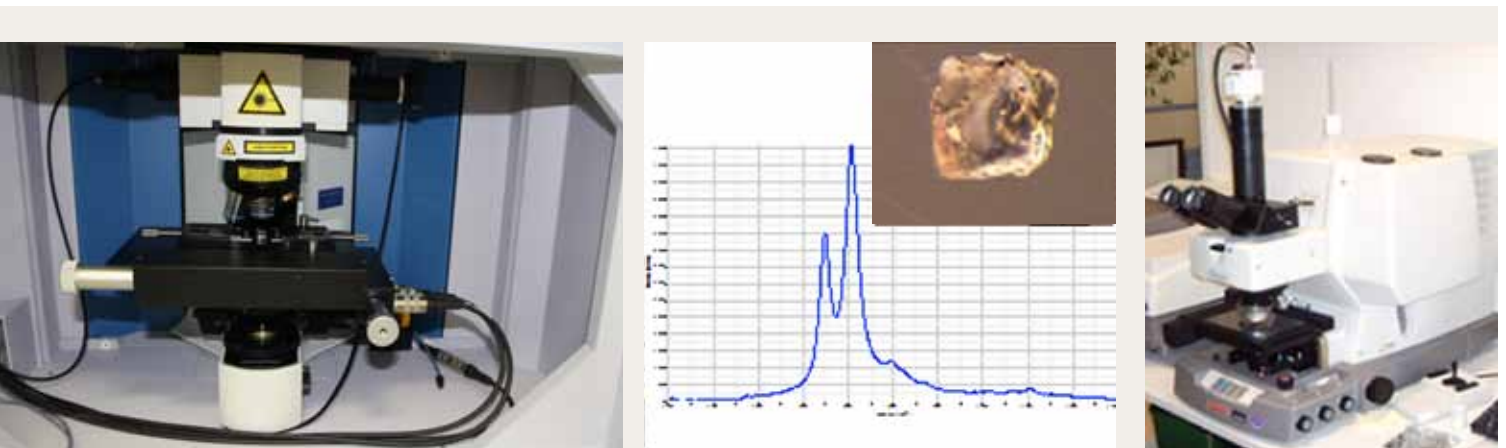


Fokus Analytik

Newsletter der PL Analytik

Juni 2015



Spektroskopie im Mikrobereich

Unbekannte Partikel und Einschlüsse können die Qualität von Produkten massiv beeinträchtigen – mit großen wirtschaftlichen Folgen. Um verunreinigten Materialien auf den Grund zu gehen, bieten wir unterschiedliche und vielseitig einsetzbare spektroskopische Techniken an, die die verschiedenen Partikelarten – seien sie organischer oder anorganischer Natur – identifizieren können und damit sicherstellen, dass ein qualitativ hochwertiges Produkt beim Kunden ankommt.

Die Methoden zur Schadensanalyse fangen bei der klassischen Infrarotspektroskopie an und werden durch die konfokale Raman-Spektroskopie sowie die Röntgenfluoreszenzspektroskopie ergänzt. Mit der jeweils passenden Technik können unerwünschte Partikel identifiziert, Ablagerungen und Mehrschichtsysteme untersucht und Reaktionsprofile aufgenommen werden.

Infrarot-Mikrospektroskopie (IR)

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 die 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. Zur Identifizierung kleinster Defektstellen oder Beläge auf metallischen Materialien lassen sich auch Reflexions- und ATR-Messungen (Abgeschwächte Totalreflexion: ein oberflächensensitives Messverfahren) einsetzen. Die Analyse von Mehrschichtsystemen und Verteilungsprofilen erfolgt an Mikrotomschnitten, wie dies z. B. an einem Pellet mit

wirkstoffhaltigem Kern und äußerer Dragierschicht gezeigt ist (s. Abb. 1).

Konfokale Raman-Mikrospektroskopie

Die Raman-Spektroskopie ist eine schwingungsspektroskopische Technik, mit der organische und anorganische Verbindungen bzw. Substanzen (rein oder in einer Matrix) identifiziert werden können. Hier erfolgt die Anregung mithilfe monochromatischer Laserstrahlung. Das Streulicht wird durch unelastische Streuung an der Probe mit den Eigenschwingungen der Moleküle frequenzmoduliert. Die Verschiebung der Wellenzahl (Raman-Shift) von der Wellenzahl der Anregungsquelle gibt wie bei der IR-Spektroskopie Aufschluss über die funktionellen Gruppen. ▶▶

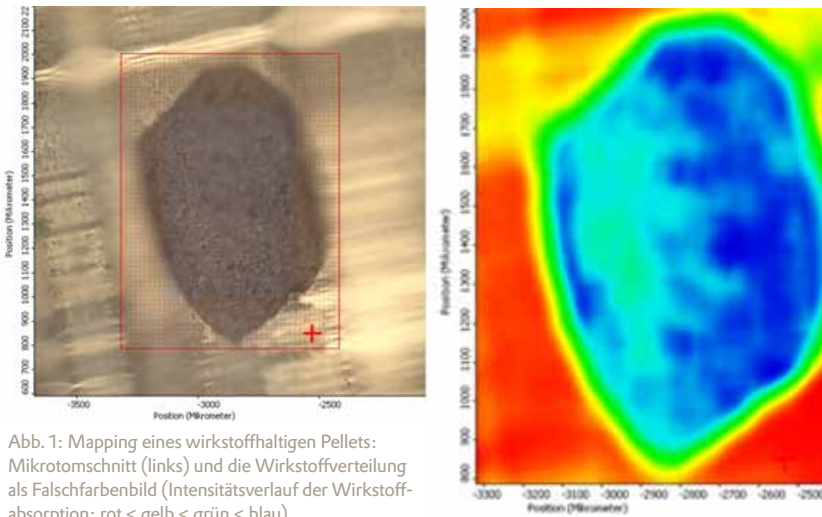


Abb. 1: Mapping eines wirkstoffhaltigen Pellets: Mikrotomschnitt (links) und die Wirkstoffverteilung als Falschfarbenbild (Intensitätsverlauf der Wirkstoffabsorption: rot < gelb < grün < blau)

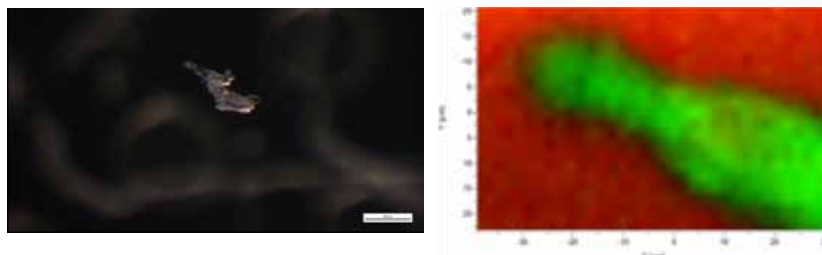


Abb. 2: Mikroskopbild eines Einschlusses (links) und Falschfarbenbild (rechts) des Raman-Mappings des oberen linken Partikelendes (grün: PTFE, rot; PMMA). Bei dem Einschluss handelt es sich wohl um einen Partikel einer TEFLON®-Dichtung.

pen der Probe. Der wichtigste Unterschied zwischen IR- und Raman-Spektren ist der unterschiedliche Informationsgehalt, da im IR-Spektrum Komponenten stark absorbieren, bei denen sich das Dipolmoment während der Schwingung stark verändert (z.B. -NH- und -OH-Funktionen) und im Raman-Spektrum die Komponenten am stärksten zur Geltung kommen, die während der Schwingung eine starke Änderung der Polarisation erfahren (z.B. Mehrfachbindungen).

In der Regel ist die Technik nicht-destruktiv und liefert zur IR ergänzende Informationen. Die konfokale Raman-Spektroskopie weist im Vergleich zur herkömmlichen IR-Mikroskopie drei wesentliche Vorteile auf:

- Die Ortsauflösung ist in der Größenordnung von ca. 1 µm.
- Einschlüsse können ohne Präparation in transparenten Matrices untersucht werden.
- Eine konfokale Blende ermöglicht die Messung von Tiefenprofilen oder Einschlüssen in ihrer Matrix.

Diese Eigenschaften machen die Raman-Spektroskopie zu einer unverzichtbaren Analysetechnik, die wir mit einem Raman-Mikroskop (LabRam HR Evolution, Fa. Horiba) auf dem neuesten Stand der Technik durchführen. Das Spektrometer zeichnet sich durch eine hervorragende spektrale Auflösung aus und ist speziell für die Aufnahme mikroskopischer Proben sowie die beschleunigte Aufnahme von Mappings ausgestattet (s. Abb. 2).

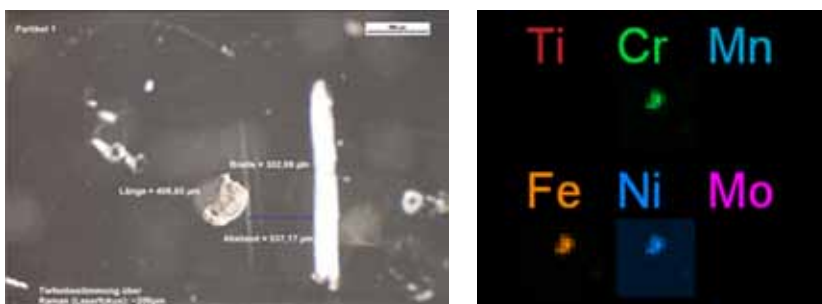


Abb. 3: Mapping eines Metalleinschlusses in ca. 200 µm Tiefe: Mikroskopbild (links) und Mapping (rechts) als Falschfarbenbild des Metalleinschlusses in PMMA. Bei dem Einschluss handelt es sich um einen Edelstahlpartikel.

Mikro-Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF)

Die Mikro-Röntgenfluoreszenzspektroskopie wird zur Elementanalyse, vor allem bei anorganischen Materialien, zum Beispiel in der Metallurgie oder bei Glührückständen, eingesetzt. Wir bestrahlen Ihre Probe mit Röntgenstrahlen, wodurch Röntgenfluoreszenzstrahlung erzeugt wird, die charakteristisch für die in der Probe enthaltenen Elemente ist.

Wir können Ihre Proben röntgenfluoreszenzanalytisch mit einer Ortsauflösung von etwa 200 µm analysieren. Als Ergebnis erhalten Sie ein Spektrum mit den Fluoreszenzlinien der Elemente ab der Ordnungszahl 12 (Magnesium). Die XRF ist nicht destruktiv, Einschlüsse lassen sich ohne Präparation in ihrer Matrix untersuchen (s. Abb. 3). Je härter die ausgestrahlte Fluoreszenzstrahlung ist und umso geringer die Dichte der Matrix ist, desto tiefer lassen sich Einschlüsse ohne Präparation in ihrer Matrix untersuchen.

Diese drei mikroanalytischen Analysemethoden ergänzen sich optimal. Je nach Fragestellung sowie Probenart und -morphologie wählen wir die geeignete Methode aus, damit Sie die auf Ihre Bedürfnisse zugeschnittenen Ergebnisse erhalten. Ein hohes Qualitätsniveau aller Untersuchungen ist dabei selbstverständlich. Auf Basis ihrer umfassenden Erfahrung werden unsere Spezialisten auch Antworten auf Ihre Fragestellungen liefern.

Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre speziellen Fragen ein individuelles Angebot. Bitte sprechen Sie uns an!

Impressum

Evonik Industries AG
 Technology & Infrastructure
 PL Analytik
 Standort Darmstadt
 Kirschenallee, 64293 Darmstadt
 Standort Hanau
 Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau
 Standort Marl
 Paul-Baumann-Str. 1, 45772 Marl
 Kontakt: analytik@evonik.com
 Verantwortlicher: Dr. Matthias Janik
 Bilder: Evonik
 Stand der Information: Juni 2015

Mehr zur Analytik erfahren Sie im Intranet von Technology & Infrastructure unter Standortmanagement > Analytik.