

Fehleranalyse mit FT-IR-Mikroskopie

Zur Analyse von Fehlstellen, deren Ausdehnung im Produkt wenige Millimeter oder Mikrometer beträgt, dienen mikroskopische Techniken. Die Fourier-Transform-Infrarot-(FT-IR-)Spektroskopie bestimmt die chemische Beschaffenheit von Fehlstellen mit hoher Ortsauflösung.

● Fehlstellen in industriellen Produkten sind oft mikroskopisch klein. Neben der Morphologie sind vor allem die chemischen Bestandteile in den Fehlstellen aufzuklären. Anhand der chemischen Zusammensetzung der Fehlstelle ergibt sich, ob das Produkt exogen kontaminiert wurde oder ob sich etwa Komponenten im Produkt lokal gemischt haben. Bei Kontaminationen lässt sich meist direkt auf deren Quelle schließen.

Für die chemische Analyse von Fehlstellen dient häufig die FT-IR-Mikroskopie, die insbesondere organische, aber auch anorganische Komponenten identifiziert. Neben

dem qualitativen Nachweis der Komponenten ergibt sich dabei auch deren quantitative Verteilung in dem vermessenen Probenareal.

Auflösung

● Die Ortsauflösung moderner IR-Mikroskope ist durch die Beugung des Lichtes begrenzt und damit wellenlängenabhängig. In Transmission können daher bei 6 μm Wellenlänge (1650 cm^{-1}) Strukturen bis zu dieser Größe (6 μm) aufgelöst werden. Viele Proben sind jedoch nicht transparent und könnten nur als dünne Schnitte (ca. 3 bis 10 μm) in Transmission vermessen werden. Um den präparativen Aufwand des Schneidens zu vermeiden, werden die Proben meistens im Modus der abgeschwächten Totalreflexion (ATR) vermessen. Wenn die zu untersuchenden Einschlüsse, Stippen oder Partikel sich an der Oberfläche der Probe befinden, ist die Messung dann in situ und nicht invasiv. In diesem Messmodus ist die Auflösungsgrenze vier Mal besser als in Transmission, weil in dem ATR-Kristall aus Germanium eine zusätzliche Vierfachvergrößerung erzeugt wird.

Beispiel Polyurethan

● Die Abbildung zeigt das vergrößerte Bild eines Polymer-Produkts, das mit dem 15fach Objektiv eines FT-IR-Mikroskops aufgenommen wurde. Das Polymer weist einige Fehlstellen auf. So sind bräunliche Einschlüsse sowie mehrere weiß-

liche Stippen zu erkennen. An den markierten Stellen wurden in ATR automatisiert FT-IR-Spektren (15 s, 4 cm^{-1}) aufgenommen, wobei jeweils über eine automatische Schneidenblende der eigentliche Messfleck an den Messpositionen festgelegt wurde. Die Auswertung der Daten erfolgt über einen automatischen Abgleich mit einer Spektrenbibliothek, wobei Lage, Intensität und Breite der Banden berücksichtigt werden.

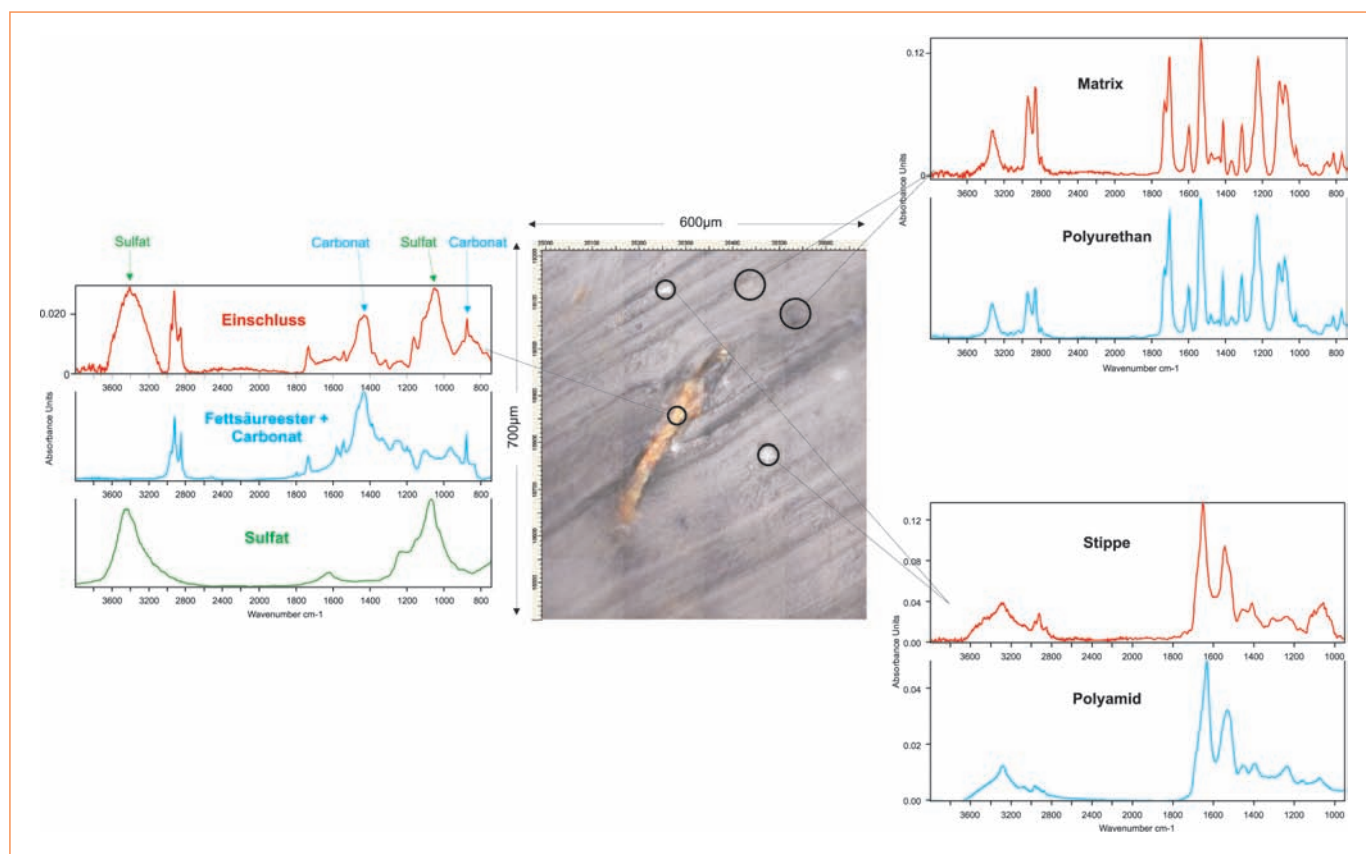
Das untersuchte Polymerprodukt ist ein Polyurethan, wie aus dem IR-Spektrum der Matrix zu erkennen ist (oben rechts). Die weißen Stippen bestehen hingegen hauptsächlich aus Polyamid (unten rechts). Der bräunliche Einschluss setzt sich aus mehreren Komponenten zusammen. So zeigt das Spektrum des Einschlusses die Banden eines Fettsäureesters, zusammen mit denen eines Carbonat- und Sulfat-Salzes (links).

Zusammenfassung

● Mit FT-IR-Mikroskopie lassen sich Fehlstellen chemisch untersuchen. Die Ortsauflösung ist dabei durch die Beugung des verwendeten Lichtes begrenzt und liegt zwischen 1 und 10 μm . Weil die Methode einfach anzuwenden und universell einsetzbar ist, hat sie sich in der industriellen Qualitätsprüfung etabliert.

Matthias Boese
Bruker Optik, Ettlingen





IR-mikroskopische Analyse eines Polymer-Produkts. Die Messpositionen sind im Bild gekennzeichnet. Die Referenzspektren sind jeweils unter den gemessenen Spektren abgebildet. (Gerät: Bruker Hyperion 2000; 4 cm^{-1} Auflösung; 15 s Messzeit)

Kurz notiert

Neues Hochleistungsmassenspektrometer für die Uni Bochum

Ein Orbitrap-Massenspektrometer [s. *Nachr. Chem.* 2008, 56, S. 418] erhält die Arbeitsgruppe um Dirk Wolters an der Ruhr-Universität Bochum. Die Forscher am Lehrstuhl für Analytische Chemie untersuchen damit Membranproteine. Dazu trennt zunächst eine mehrdimensionale HPLC mit einer Nanosäule die Peptide nach dem Verdau. Das Massenspektrometer soll innerhalb von 24 Stunden mehr als 100 000 Peptidspektren liefern und so mehr als 1000 Proteine identifizieren. Das Ganze läuft vollautomatisch.

Das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) unterstützt die Anschaffung des Massenspektrometers mit 1 Mio. Euro. Unter anderen profitiert davon das nationale BMBF-Projekt Quantpro, das sich



mit der Quantifizierung von Membranproteinen befasst und an dem die Bochumer Forscher mitarbeiten.

Merck erweitert Chromatographiegeschäft

Die Merck KGaA hat Sequant übernommen. Das Unternehmen im schwedischen Umeå entwickelt Sorbentien für die zwitterionische hydrophile Interaktionschromatographie. Die Aktivitäten von Sequant integriert Merck in die Sparte Performance & Life Science Chemicals, der Standort Umeå bleibt bestehen.

Der Markt für Analysen-, Bio- und Labortechnik wächst

Die Hersteller von Laborgeräten können in den nächsten fünf Jahren mit jährlichen Zuwachsraten des deutschen Marktes von fünf bis sechs Prozent rechnen. Dies ergab eine Gemeinschaftsstudie des Branchenverbandes Spectaris und der Unternehmensberatung Droege & Comp. Ihre Einschätzung begründen die Autoren der Studie unter anderem damit, dass viele Anwendermärkte wachsen. Ein Treiber sei die Industrie, die Forschung und Entwicklung ausbaue. Zudem fördere die allgemein gute Konjunktur das Wachstum.

Allerdings sagt die Studie auch verschärften Wettbewerb voraus und empfiehlt den Herstellern, ihr Profil zu schärfen.

www.spectaris.de unter „Laborforum“