



1 Das neue Infrarot (IR)-Mikroskop kann dank seines 16-fach-Sensors deutlich schneller messen.

Schneller Blick in die Tablette

IR-Mikroskopie für die Pharma- und Kunststoffbranche

Seit 2013 setzt das Currenta-Labor für Oberflächen- und Festkörperanalytik ein neues besonders schnelles Infrarot (IR)-Mikroskop ein. Dies eröffnet neue Perspektiven bei der Analyse organischer Verbindungen, z.B. in Pharma- und Kunststoffanwendungen.

DORIS DRECHSLER* UND OLIVER GEHRMANN*

Beim Blick auf das am neuen Infrarot-Mikroskop der Currenta entstandene Bild stechen vor allem viele gleichmäßig verteilte und bunte Farbflecken ins Auge. Der erste Gedanke an moderne

Kunst führt in die falsche Richtung. Denn im Flittarder-Teil des Chempark Leverkusens betreibt das 15-köpfige Analytikteam rund um Dr. Alexander Karbach für seine Kunden, vor allem aus Pharma-, Chemie- und Kunststoffbranche, hoch anspruchsvolle Oberflächen- und Festkörperanalytik. Aus Farbkontrasten und Mustern ziehen die Analytiker in diesem Fall

wichtige Informationen zur Molekularstruktur einer Tablette.

Zu den Hauptstärken des seit Anfang 2013 von Kunden im und außerhalb des Chemparks genutzten IR-Mikroskops gehört seine Schnelligkeit. Dauerte früher eine Messung mitunter einen ganzen Tag, so liefert das neue Gerät im Halbstundentakt Ergebnisse. Dies eröffnet im Zusam-

* D.R. D. DRECHSLER, O. GEHRMANN:
Currenta GmbH & Co. OHG; Chempark Leverkusen,
51373 Leverkusen, Tel. +49-214-300

menspiel mit dem Know-how der auf diesem Gerät geschulten Currenta-Experten völlig neue Einsatzbereiche.

Gleichmäßige Verteilung von Wirkstoffen

So kann zum Beispiel die gleichmäßige Verteilung von Wirkstoffen in Tabletten überprüft werden – ein wichtiger Faktor bei der korrekten Medikation. Anhand der bunten Farben (s. Abb. 2) lassen sich chemische Verbindungen Lage für Lage mit einer Auflösung von bis zu $2\mu\text{m}$ visualisieren. Damit misst das Gerät weit unter Haarsbreite und eignet sich somit sowohl als Erkennungsmethode als auch für Qualitätsüberprüfungen.

Schicht für Schicht auf Fehlersuche

In einer anderen Anfrage sollte zum Beispiel das nach DIN EN ISO/EC 17025-2005

zertifizierte Currenta Analytik-Labor als Gutachter klären, warum sich miteinander verklebte Kunststofffolien im Laufe der Zeit voneinander lösten. Für die Analysen wurden zunächst die schlecht haftenden, gegenüberliegenden Folienteile auf Probenträger präpariert. Mit dem neuen Mikroskop war es möglich, die Messstelle von bis zu 25 mm^2 zu erfassen. Denn das Gerät kann dank seiner insgesamt 16 lichtempfindlichen Zellen eine Fläche simultan und damit sechzehnmal schneller im Vergleich zu einer Einzelzelle „abtasten“. Entsprechend wurde in diesem Fall eine handflächengroße Probe an bis zu zehn Messstellen untersucht. So entstand zum einen eine statistisch belastbare Datengrundlage über die gegenüberliegenden Schichten des ganzen Probenkörpers. Zum anderen ließ sich hier genau beziehen, dass nur 30 Prozent der Folienoberfläche und nicht wie gefordert 100 Prozent vom Klebstoff zusammengehalten wurden – ein Indiz für eine zu geringe

Verklebung. Die Ursache des Materialversagens war gefunden.

Bei einem weiteren Auftrag konnten mit diesem Verfahren auf den ersten Blick nicht sichtbare Kleberreste auf einer Kunststoffplatte nachgewiesen werden (s. Abb. 3). Die nicht ausreichende Reinigung der Oberfläche hatte bei der späteren Verwendung aus einer zunächst nicht ersichtlichen Verschmutzung zu Problemen geführt.

Erforschung neuer Klebeverbindungen

Das IR-Mikroskop stellt aber auch eine effektive Methode dar, neue Klebeanwendungen für die Baubranche zu erforschen. Currenta testete für einen Kunden, wie tief Kleber in Holzwerkstoffe eindringen und diese effektiv verbinden.

Da es auch hier wieder auf die richtige Probenahme/-aufbereitung und einen aussagekräftigen Anschnitt ankam, konnte die Currenta Analytik ihr großes Know-how auf diesem Gebiet einbringen. So lassen sich mögliche Fehlerquellen frühzeitig ausschließen, die später das gesamte Analyseergebnis in Frage stellen könnten.

Die bei der Betrachtung mit Mikroskop und Spektrometer entstandene Abbildung 4 visualisiert sehr anschaulich, dass der Kleber Hohlräume im Holz durchdringt und füllt (rot). Er sorgt für eine effektive Verklebung und geht im Kontakt mit dem Holz zum Teil sogar neue stabile chemische Verbindungen ein (grün).

LP-TIPP ■ Vielseitige IR-Mikroskopie

Das von Currenta verwendete neue IR-Mikroskop kann dank seiner insgesamt 16 lichtempfindlichen Zellen eine Fläche simultan und damit sechzehnmal schneller im Vergleich zu einer Einzelzelle „abtasten“. Daraus ergeben sich neue Perspektiven bei der Analyse organischer Verbindungen in unterschiedlichen Anwendungsbereichen. So kann zum Beispiel die gleichmäßige Verteilung von Wirkstoffen in Tabletten zuverlässig überprüft werden. Aber auch als Erkennungsmethode oder für Qualitätsüberprüfungen im Rahmen unterschiedlicher Bereiche der Kunststoffbranche ist das System geeignet.



Vollautomatisierung in der Mykotoxinanalytik

SCHNELLIGKEIT IST

EINE FRAGE DER TECHNIK.

Vom Extrakt zum Chromatogramm: ohne manuellen Schritt.

Das FREESTYLE Robotiksystem mit ThermELUTE-Modul bearbeitet Ihre Mykotoxin-Proben mit einer einzigartigen Technik: Die Antikörper-Toxinbindung wird mit Wasser und Hitze gebrochen und anschließend das Wasser quantitativ in die Probenschleife der HPLC eluiert.

Die Ergebnisse überzeugen: höhere Sensitivität – ppt statt ppb, größerer Probendurchsatz mit 500 Proben pro Woche.



analytica 2014
Halle A2/Stand 400B

www.LCTech.de • www.freestyle-robotik.de



PRINT: Wie auch die Rasterelektronenmikroskopie bei der Analyse von Kunststoffen helfen kann, lesen Sie in der LP 1/2-2013 ab Seite 32.

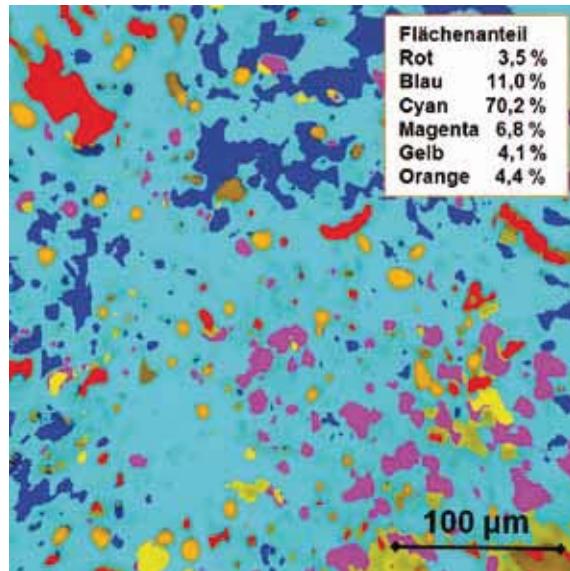
DIGITAL: Mehr zu diesem Thema finden Sie unter dem Stichwort „IR-Mikroskopie“ auf www.laborpraxis.de

Kundenwünsche stehen im Fokus

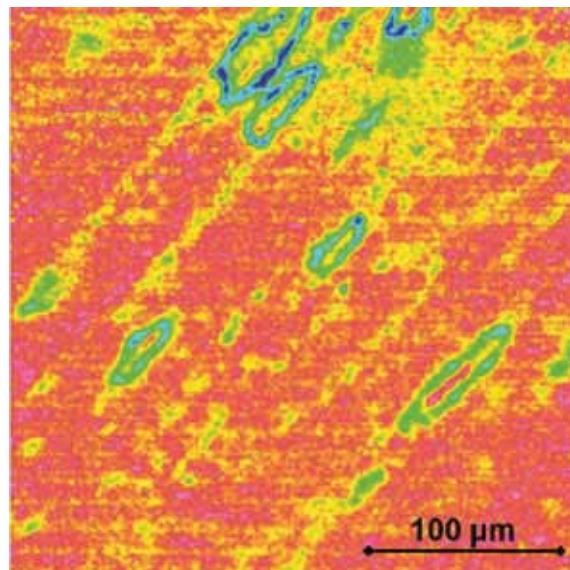
Alle Analysen im Labor von Dr. Karbach sind so angelegt, dass sie dem Kunden schnell und zielgerichtet Ergebnisse liefern. Sollte sich zum Beispiel mit dem IR-Mikroskop die zweidimensionale Verteilung von Wirkstoffen auch statistisch im Raum fortsetzen und bestätigen, sind keine weiteren Analysen erforderlich. „Unser Ziel ist es, dem Kunden, die Information zu geben, die er braucht – nicht mehr und nicht weniger“, schildert Karbach seinen Anspruch.

Vieles ist mit dem Gerät bei der Suche nach organischen Stoffen möglich. Das vor allem für Kohlenstoffverbindungen geeignete Mikroskopieverfahren könnte auch über die oben genannten Beispiele hinaus, die Zusammensetzung brauner Flecken auf Papier oder dessen Zusammensetzung im Hinblick auf Füllstoffe untersuchen.

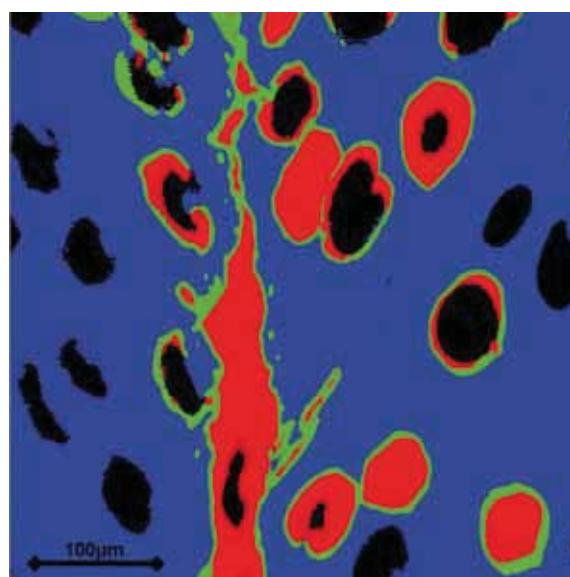
Für die Suche nach Metallen oder anderen Anorganika eignet sich das neue IR-Mikroskop natürlich nicht. Aber auch hier weiß Alexander Karbach Rat. „Das Geschäftsfeld Analytik des Chempark-Betreibers und -Managers bietet fast für jede Stoffeigenschaft die passende Untersuchungsmethode. Für anorganische Stoffe ist die Elementanalyse mit dem Raster-Elektronenmikroskop geeignet.“ Dank des Know-hows und der Erfahrung der oft schon seit vielen Jahren im Labor tätigen Currenta-Mitarbeiter lassen sich in der Regel im Zusammenspiel mit modernen Analysegeräten individuell auf die Kundenwünsche zugeschnittene Lösungen entwickeln. „Zudem versorgen wir unsere Kunden mit weit mehr als nur einer Reihe von Messdaten. Bei Bedarf liefern wir eine Interpretation der Analysedaten oder erstellen sogar ein komplettes Gutachten“, betont der Oberflächenexperte. Immer häufiger spielen auch die Beratung zu Materialeigenschaften sowie Markt- und Branchenkenntnisse eine entscheidende Rolle im Kundenkontakt. ■



2 Das IR-Mikroskop liefert ein farbiges, chemisches Verteilungsbild „Chemical Image“ inkl. des prozentualen Anteils der Einzelkomponenten in einer Tabelle. Dazu wurden in zwei Stunden Messzeit rund 65000 Einzelspektren für eine Punktauflösung von ca. 2 Mikrometern erfasst.



3 Mit dem neuen IR-Mikroskop gelang es den Currenta-Analytikern, störende Verschmutzungen in Gestalt von Kleberresten (grünblaue Ellipsen) auf der Kunststofffolie nachzuweisen.



4 Auf der Schnittfläche quer zu den Jahresringen von Buchenholz zeigt die IR-Mikroskopaufnahme rot markiert die Klebefuge sowie Poren in denen Kleber eingedrungen ist. In den grün gefärbten Bereichen haben sich Holzzellen mit Klebstoff vermischt. Beim blauen Hintergrund handelt es sich um das Holz ohne Klebstoff. Schwarz sind leere Poren.