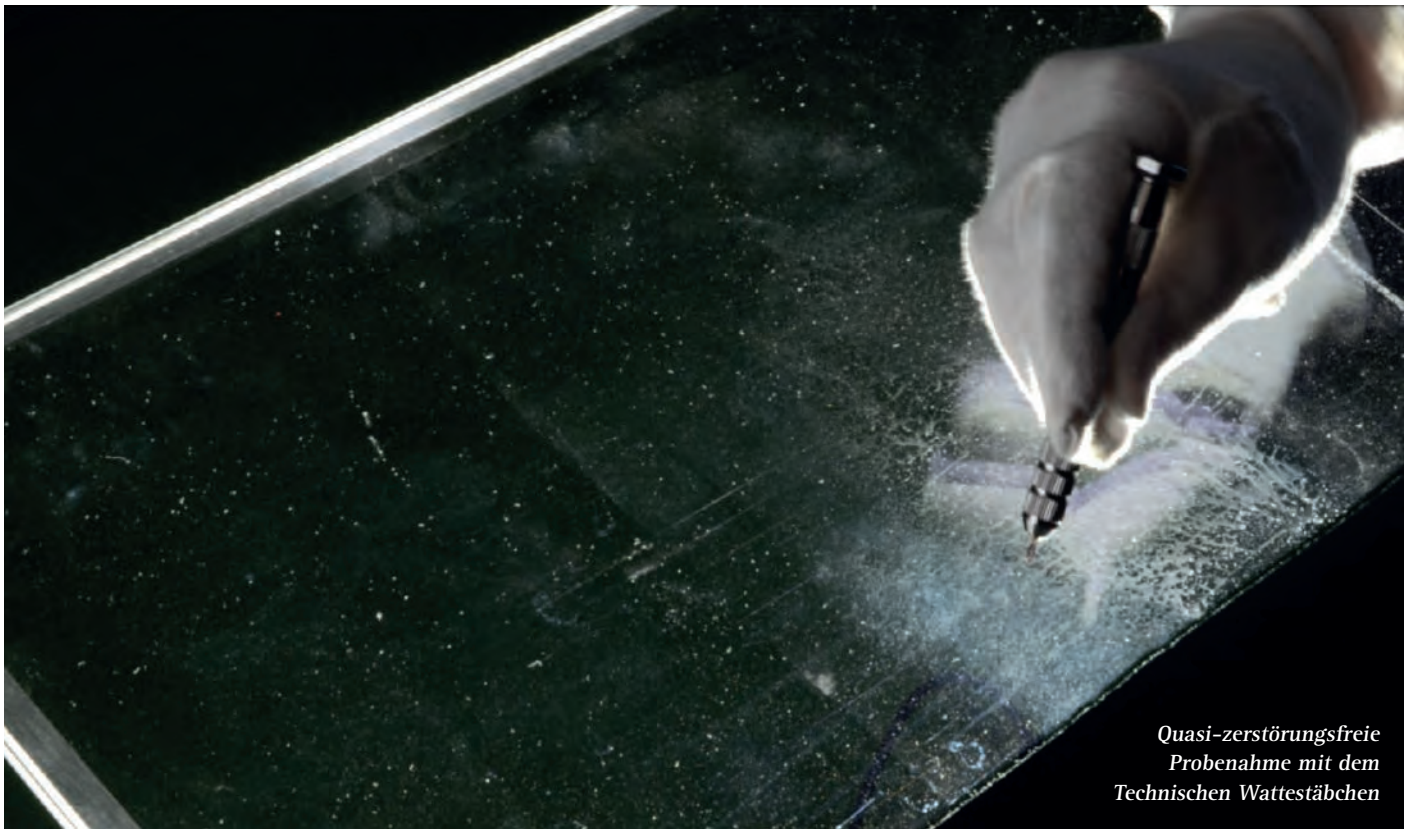

Quasi-zerstörungsfreie Probenahme mit dem Technischen Wattestäbchen

Spurensuche am Tatort Oberfläche

Das Technische Wattestäbchen als innovative Probenvorbereitung

Katrin Pawlik[1] und Annett Hartmann[1]

Probenvorbereitung ist die Summe aller Arbeitsschritte, die vor der eigentlichen Messung einer Probe im analytischen Labor erforderlich sind, um das Material in einen messfertigen Zustand zu überführen. Diese Arbeitsschritte sind so vielfältig, wie die Zielsetzungen von Analysen oder die Anzahl der analytischen Methoden, die zur Anwendung kommen können. Jede analytische Methode stellt Grundanforderungen, wie die Probe aufbereitet sein muss, um ein richtiges und exaktes Messergebnis zu liefern. Aber auch die Zielsetzung der Untersuchung stellt Forderungen an die Probenvorbereitung.

Die Probenvorbereitung ist der wichtigste und sensibelste Teilschritt im analytischen Prozess und bedarf einer exakten Planung. Zuerst ist es wichtig, das Untersuchungsziel genau zu definieren und vollständige inhaltliche Klarheit herzustellen. Nur wenn hier Klarheit herrscht, kann die zur Erreichung des Untersuchungsziels geeignete analytische Methode ausgewählt werden. Danach muss man sich mit den Details der Probenaufbereitung auseinandersetzen. Es ist zu klären, wie ein repräsentativer Anteil des Untersuchungsgutes aus diesem bzw. von diesem entfernt werden kann. Im zweiten Schritt wird die geeignete Verpackung für die entnommene Probe festgelegt. Der dritte Schritt betrifft die richtigen Bedingungen für den Transport und die Lagerung der Probe. In einem vierten Schritt muss die Überführung der Probe in einen messfertigen Zustand erfolgen. In jedem dieser vier Schritte können Fehler gemacht werden, die in der Folge ein verfälschtes Ergebnis in den nachfolgenden Messungen liefern.

An dieser Stelle soll nicht über standardisierte Probeentnahmen oder über klassische Verfahren wie Aufschluss, Extraktion, Anreicherung oder Clean-up-Prozesse berichtet werden sondern über eine innovative Form der Probenvorbereitung für die Untersuchung von Oberflächenkontaminationen im industriellen Umfeld, welche die 4 Schritte der Probenvorbereitung elegant und einfach gestaltet.

Geringste Verunreinigungen auf Oberflächen können Qualitätsmängel verursachen. Regressforderungen, Produktionsausfälle, Rückrufaktionen sowie Imageschäden können die Folge sein. Der analytische Beweis bezüglich der Ursache von Wertminderungen ist oft eine Herausforderung. Es müssen geringste Spuren der Stoffe / Stoffgemische aus dem Umfeld einer komplexen Matrix isoliert werden, um sie überhaupt nachweisen zu können. Das bei Innovent entwickelte Technische Wattestäbchen ermöglicht diese notwendige Probenaufbereitung.

Im Gegensatz zum bekannten Wattestäbchen-Test für die DNA-Analyse übernehmen spezielle technische Fasern die Funktion der Watte. Durch die geometrische und materialtechnische Anpassung der Fasermaterialien können die Kontaminationen mit dem Technischen Wattestäbchen quasi zerstörungsfrei von verschiedensten Oberflächen abgenommen werden. Das zu untersuchende Bauteil kann vor Ort beprobt werden. Die Probenentnahme erfolgt manuell entweder flächig oder punktuell entsprechend des herausgearbeiteten Untersuchungsziels. Das Technische Wattestäbchen wird anschließend in einer speziellen Verpackung unkompliziert in das Analysenlabor transportiert. Mit spurenanalytischen Methoden wird dort die Chemie der Oberflächenkontamination bestimmt.

Eine bevorzugte Methode für organische Kontaminationen ist die Pyrolyse-Gaschromatographie-Massenspektrometrie (Pyrolyse-GCMS). Die Kombination aus Technischem Wattestäbchen und Pyrolyse-GCMS ermöglicht die direkte Analyse der isolierten Oberflächenkontamination. Es sind keine weiteren Aufbereitungsschritte erforderlich. Dieser wesentliche Vorteil macht die Untersuchung schnell und effizient.

Im Folgenden werden zwei Beispiele für den erfolgreichen Einsatz des Technischen Wattestäbchens dargestellt.

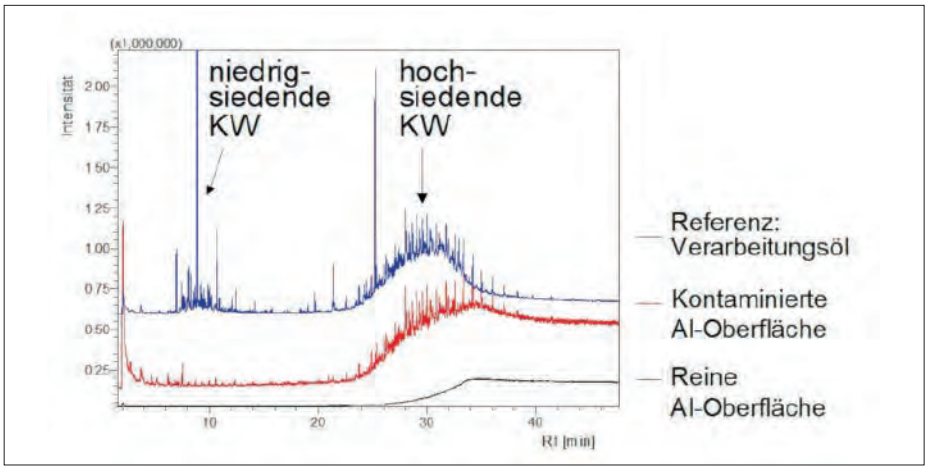

Abb 1: Rückstände auf Aluminiumoberflächen von intakten und defekten Klebungen gemessen mit Pyrolyse-GCMS.

Versagen einer Klebung von Aluminiumbauteilen

Die Herstellung der geklebten Aluminiumbauteile wurde beim Kunden bereits mehrere Jahre erfolgreich und fehlerfrei realisiert. Die plötzlich auftretende fehlerhafte Klebung betraf einen sehr kleinen Teil der hergestellten Bauteile. Mit dem Technischen Wattestäbchen konnten von defekten sowie intakten Klebungen jeweils Abstriche von den Aluminiumoberflächen realisiert werden. Das sich auf dem Technischen Wattestäbchen befindende Probenmaterial wurde in speziellen Transportröhrchen umgehend in das Labor für die Pyrolyse-GCMS-Analyse gebracht. Die Untersuchung ergab für intakte Bauteile keine Hinweise auf Rückstände. Die Abstriche der Oberflächen bei defekten Klebungen zeigten deutliche Rückstände von niedrig- und hochsiedenden Kohlenwasserstofffraktionen. In Zusammenarbeit mit dem Auftraggeber wurden die Quelle für die sporadische Oberflächenverunreinigung lokalisiert und entsprechende Standardarbeitsvorschriften zur Sicherstellung von sauberen Aluminiumoberflächen erarbeitet.

Transmissionsverlust von optischen Linsen

Ein Sicherheitselement einer komplexen Maschine führte bereits nach wenigen Betriebsstunden zur automatischen Abschaltung. Nach intensiver Fehlersuche wurde eine unerwünschte Schleierbildung auf einer Linse der optischen Baugruppe des Sicherheitselementes festgestellt. Von der Linsenoberfläche wurde vor Ort mittels Technischem Wattestäbchen eine Probe der Oberflächenkontamination abgenommen. Im speziellen Transportgefäß wurde die Probe zügig zur Pyrolyse-GCMS-Analyse überstellt. Im Ergebnis der Untersuchung zeigte sich, dass offensichtlich die Freisetzung eines Phthalates die Schleierbildung verursachte. Wieder konnte aufgrund der durchgeführten Untersuchung in Rücksprache mit dem Kunden die Ursache für den Schadensfall aufgeklärt werden: Phthalatfreisetzung aus einem in der Nähe verbauten Kunststoffteil.

In beiden dargestellten Anwendungsfällen vergingen von der Probenahme vor Ort über die Analyse bis zum Gespräch mit dem Auftraggeber nicht mehr als 48 Stunden. Das Technische Wattestäbchen war hierfür der entscheidende Faktor. Als Werkzeug für die schnelle Oberflächenanalyse ist es in den Bereichen Kraftfahrzeug-, Maschinen- und Anlagenbau sowie der kunststoffverarbeitenden Industrie für die Aufklärung von Lackenthaftung, Korrosion und Verarbeitungsfehlern nützlich. Zur Analyse von Spuren und minimalen Rückständen auf Glas und glasartigen Oberflächen ist es für das Baugewerbe, die Glasindustrie und die Optikbranche interessant.

Derzeit ist die beschriebene Probenvorbereitung ein Dienstleistungsangebot im Rahmen von Reinheitsuntersuchungen für verschiedenste Materialienoberflächen. Es wird angestrebt, das Technische Wattestäbchen als Oberflächenanalyse-Kit für den Endanwender weiterzuentwickeln.

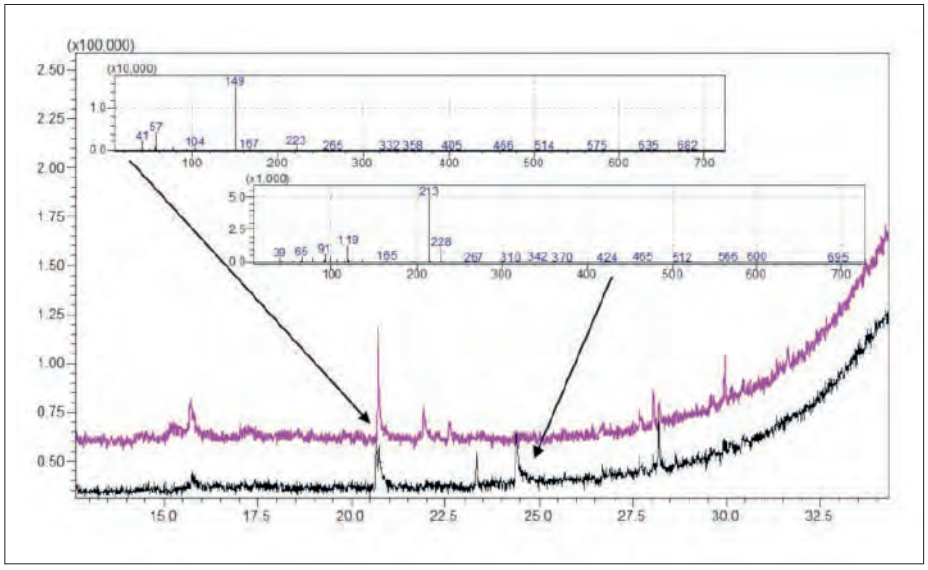

Abb. 2: Pyrogramme zur chemischen Identifizierung des Schleiers auf der Linsenoberfläche.

Die FuE-Arbeiten wurden durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie gefördert (InnoWatt IW050242).

Zugehörigkeit
[1]Innovent, Bereich Analytik & Werkstoffprüfung, Jena, Deutschland

KONTAKT

Dr. Katrin Pawlik
Bereichsleiter Analytik & Werkstoffprüfung
Innovent e.V.
Jena, Deutschland
kp@innovent-jena.de