

GIT

LABOR- FACHZEITSCHRIFT

3



Schwerpunkt:
Chromatographie

Was ist drin?

Tragbare Raman-Spektrometer

M. M. Besli und S. Kappes

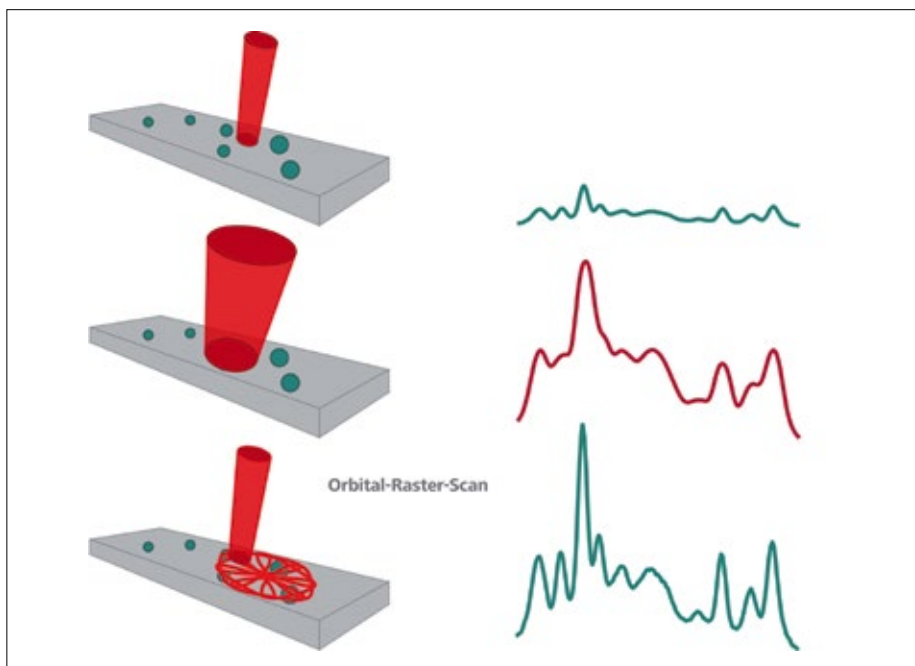


Abb. 1: Dispersive Spektrometer verwenden einen stark fokussierten Laserstrahl (oben). Es ergibt sich eine hohe spektrale Auflösung, einzelne Bestandteile heterogener Proben können jedoch ganz aus der Messung herausfallen. Eine einfache Ausweitung des Strahls würde zu Einbußen an Spektralaufklärung führen (Mitte). Durch die ORS-Technologie (unten) wird ein größerer Bereich der Probenoberfläche abgetastet und so die Wahrscheinlichkeit erhöht, dass in der Probe verteilte Bestandteile erfasst werden. Die hohe spektrale Auflösung, die zur Identifizierung der Analyten notwendig ist, bleibt dabei erhalten.

Bei der Raman-Spektroskopie wird die inelastische Lichtstreuung an einer Probe gemessen. Jede IR-aktive Substanz hat ein eigenes, charakteristisches Raman-Spektrum, anhand dessen sie sich eindeutig identifizieren lässt.

Mobile Raman-Spektrometer

Die technische Entwicklung und Miniaturisierung tragbarer Raman-Systeme in den letzten Jahren haben der ehemals nur Spezialisten zugänglichen Analysetechnik den Weg geebnet. Heute ermöglichen Handheld-Raman-Spektrometer die schnelle, einfache und zerstörungsfreie Bestimmung von Substanzen. Durch die Erweiterung des Messflecks mit der Orbital-Raster-Scan-Technologie (ORS) ist es inzwischen sogar mit mobilen Geräten möglich, heterogene Proben innerhalb von Sekunden zuverlässig zu analysieren, ohne Schmälerung der Spektralaufklärung. Die Raman-Spektroskopie basiert auf der inelastischen Streuung von Licht an einer Probe. Jede Raman-aktive Substanz besitzt einen einzigartigen spektralen Fingerabdruck, der sich aus einer bestimmten Kombination von Peakpositionen und Peakintensitäten zusammensetzt. Das Spektrum steckt voller Informationen.

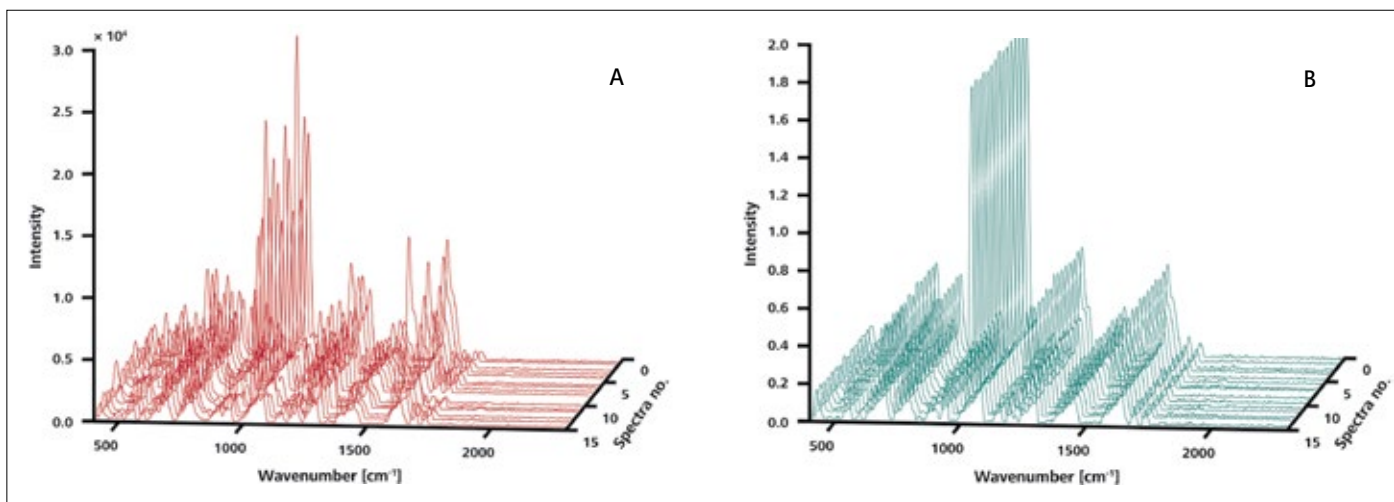


Abb. 2: A 15 Raman-Spektren, ohne ORS an beliebigen Stellen auf einer einzigen Probe aufgezeichnet. Peaks sind an denselben Positionen zu beobachten, sie unterscheiden sich jedoch in ihrer Intensität. B Wie in A wurden 15 Spektren an beliebigen Stellen auf einer einzigen Probe gemessen. Unter Verwendung von ORS wurde ein Messfleck von 3 mm Durchmesser erfasst. Die Spektren sind deckungsgleich.

Die Raman-Spektroskopie wurde in den 1930er Jahren entwickelt. In der chemischen Analytik konnte sie sich jedoch erst durchsetzen, als in den 1960er Jahren die Laser aufkamen. Frühe Raman-Geräte zeichneten sich durch große Monochromatoren und die, für heutige Begriffe, primitiven Laser der Epoche aus. Zur sperrigen Apparatur kamen lange Erfassungszeiten hinzu. Durch Fortschritte in der Lasertechnologie wurden diese Hürden inzwischen überwunden. Doch während die Raman-Spektroskopie dabei war, ihre Kinderkrankheiten zu überwinden, entwickelten sich die Anforderungen des Marktes an die Technik ebenfalls weiter. Schnelligkeit, einfache Handhabung, Flexibilität und Reproduzierbarkeit sind heute nicht nur für Laborsysteme, sondern auch für mobile Raman-Geräte, wichtige Eigenschaften.

- Die auf dem Markt erhältlichen tragbaren Raman-Systeme setzen mehrheitlich auf ähnliche Erfassungstechniken.

- Diese beruhen auf einem einzelnen, statischen Laserstrahl, mit dem ein extrem kleiner, fixer Ausschnitt der Probe analysiert wird.

- Diese Erfassungstechnik stößt allerdings bei den meisten Applikationen im Feld auf Probleme. Die oft heterogenen Proben bedürfen eines größeren Messflecks, um ein repräsentatives Bild der Probenzusammensetzung zu erfassen.

- Den Strahldurchmesser einfach zu vergrößern ist jedoch nicht die Lösung. Die dafür erforderliche größere Blendenöffnung würde die spektrale Auflösung beeinträchtigen (Abb. 1, oben und Mitte). Außerdem erzeugt ein stark fokussierter Laserstrahl eine hohe Leistungsdichte, die zur lokalen Erhitzung der Probe führt, die dadurch Schaden nehmen kann. Dies gilt vor allem für dunkle Materialien.

Die Orbital-Raster-Scan-Technologie (ORS) löst beide oben genannten Probleme. Indem sich der Laser über eine größere Probenfläche bewegt, wird die Messfläche erweitert, ohne die Spektralauflösung zu beeinträchtigen. Das resultierende Spek-

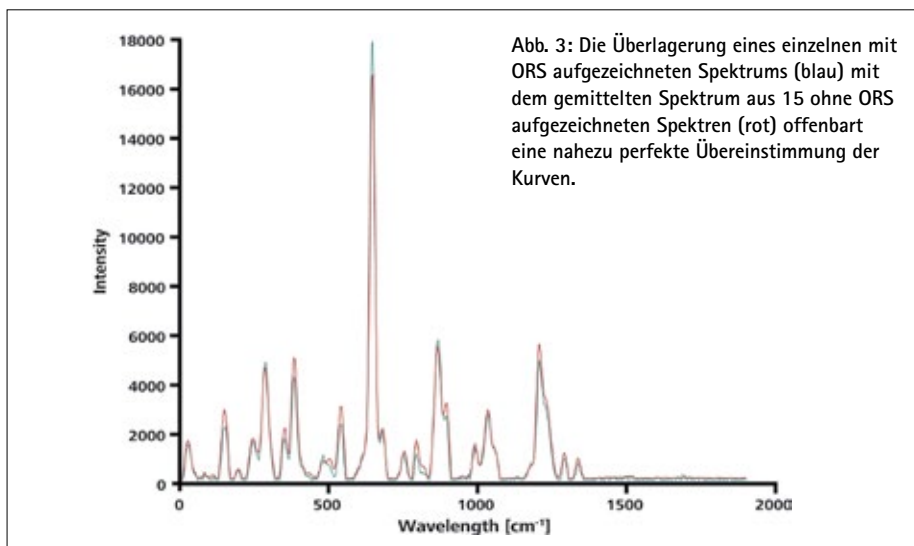


Abb. 3: Die Überlagerung eines einzelnen mit ORS aufgezeichneten Spektrums (blau) mit dem gemittelten Spektrum aus 15 ohne ORS aufgezeichneten Spektren (rot) offenbart eine nahezu perfekte Übereinstimmung der Kurven.

trum ist ein Mittelwert mehrerer Messungen, die während der Erfassung an verschiedenen Stellen gemacht werden (Abb. 1, unten). Da die mittlere Laserintensität pro Fläche verringert wird, ist auch die Gefahr der Beschädigung der Probe gering. Durch die ORS-Technologie werden die Genauigkeit und die Reproduzierbarkeit der Messungen verbessert und die Analysen damit zuverlässiger.

Reproduzierbarkeit

Die durch ORS verbesserte Reproduzierbarkeit beobachtet man z. B. wenn man die Raman-Spektren von Brausetabletten gegen Erkältungssymptome vergleicht, die mit oder ohne ORS aufgezeichnet wurden (Abb. 2). Die Brausetabletten wurden ohne Probenvorbereitung mit einem Mira M-1-Handgerät (Metrohm) im Point-and-Shoot-Modus gemessen. Für Messungen mit und ohne ORS wurde die gleiche Erfassungszeit gewählt. Mit

beiden Verfahren wurden jeweils 15 Spektren an beliebigen Stellen auf der Probenoberfläche aufgenommen. Sie sind in den Abbildungen 2 A und B dargestellt. Aus den 3D-Plots ist ersichtlich, wie die Reproduzierbarkeit durch das Scannen größerer Bereiche verbessert wird. Durch die hohe Reproduzierbarkeit der Resultate, spart der Anwender viel Zeit: Vergleicht man das Mittel von 15 ohne ORS aufgezeichneten Spektren mit einem einzelnen Spektrum, das mit ORS aufgezeichnet wurde, findet man eine fast vollständige Übereinstimmung (HQI = 0,99; Abb. 3). Eine einzige, mit ORS durchgeführte Messung kann somit 15 ohne ORS aufgezeichnete Spektren ersetzen.

KONTAKT |

Stefan Geisler
Deutsche Metrohm GmbH & Co. KG
Filderstadt
s.geisler@metrohm.de