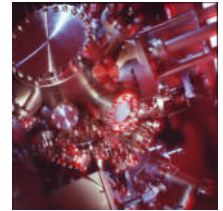


Leitfaden zum Probenhandling

Dieser Text befasst sich mit der Behandlung von Proben vor einer Oberflächenanalyse (gemeint sind damit Analyseverfahren mit Informationstiefen von einigen Nanometern). Er soll zum einen die Problematik verdeutlichen, zum anderen einige einfache Lösungsansätze darstellen, die oft angewendet werden, um die Konservierung der zu analysierenden Probenoberfläche sicherstellen zu können.



Dieser Text betrifft die Behandlung von Proben für die folgenden Analyseverfahren:

Augerelektronenspektroskopie (AES)
Photoelektronenspektroskopie (XPS / ESCA)
Sekundärionenmassenspektrometrie (SIMS)
Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Es besteht kein Anspruch auf Vollständigkeit.

Warum dieser Leitfaden ?

Die oben genannten Analysetechniken besitzen typischerweise eine Oberflächenempfindlichkeit von nur wenigen Nanometern. Diese hohe Oberflächenempfindlichkeit ist von hohem Wert bei der Analyse vieler ober- und grenzflächenspezifischer Fragestellungen, auf der anderen Seite sind diese Techniken dadurch aber auch anfällig gegen ungewollte Verunreinigungen der Oberflächen.

Für die Aussagekraft oberflächenanalytischer Untersuchungen ist daher die korrekte Behandlung und Vorbereitung von Proben äußerst kritisch. Eine unsachgemäße Behandlung der Proben kann leicht zu Verunreinigungen der Probenoberfläche und somit zu verfälschten Analyseergebnissen führen.

Dieser Leitfaden soll Hilfestellung geben bezüglich der Probennahme und der Verpackung von Proben für den Transport.

Hinweise zur Probennahme

Im folgenden sollen einige grundlegende Hinweise bzgl. der Handhabung bei der Probennahme gegeben werden:

- 1.) Die Proben dürfen möglichst niemals mit der bloßen Hand berührt werden. Berührungen der zu analysierenden Oberfläche sollen auf ein absolutes Minimum reduziert werden.
- 2.) Der Kontakt der zu untersuchenden Probenoberfläche mit Chemikalien wie Lösungsmitteln, Reinigungsmitteln, Gasen (z. B. Pressluft) oder Dämpfen, Metallen, Papiertüchern, Klebeband (z. B. „Tesa“), Kleidung, Werkzeugen, Verpackungsmaterialien oder den Wandungen von Behältnissen muss möglichst vermieden werden.
- 3.) Im Falle größerer Proben kann es nötig sein, ein Teil herauszuschneiden. Bei der Wahl einer möglichst repräsentativen Probe sollte man immer bedenken, dass Inhomogenitäten auf größeren Proben häufig auftreten.
- 4.) Falls die Probe möglicherweise gesundheitsgefährdende Substanzen enthält, sollten immer die entsprechenden Datenblätter zusammen mit der Probe verschickt werden.
- 5.) Alle Proben sollten eindeutig bezeichnet werden. Dies sollte niemals in der Nähe des zu analysierenden Bereiches geschehen. Möglich ist z.B. das Anbringen einer Markierung auf der Probenrückseite.

Verpackung von Proben

Verpackungen, in denen die Proben verschickt werden, sollten die Probenoberfläche nicht kontaminieren (z. B. durch Partikel, Flüssigkeiten, Gase oder Oberflächendiffusion). Denkbar sind zum Beispiel Additive wie Weichmacher, die aus Kunststoffen austreten und sich auf der Probenoberfläche niederschlagen können, oder Gleitmittel welche häufig bei der Herstellung von PE-Beuteln eingesetzt werden, die sich danach auf der Oberfläche der verpackten Probe wiederfinden lassen.

Generell sollte der Kontakt der zu analysierenden Probenoberfläche mit Oberflächen des Verpackungsmaterials vermieden bzw. minimiert werden. Einige Lösungsansätze sind z. B.:

Für viele Proben können kleine Glasbehälter verwendet werden, deren Innendurchmesser etwas größer ist als die Probengröße, so dass sie die Probe ohne Kontakt zu den Wänden halten können. Der Deckel sollte jedoch keine Kontaminationsquelle darstellen. Im Zweifelsfall kann der Glasbehälter auch mit frischer Aluminiumfolie verschlossen werden.

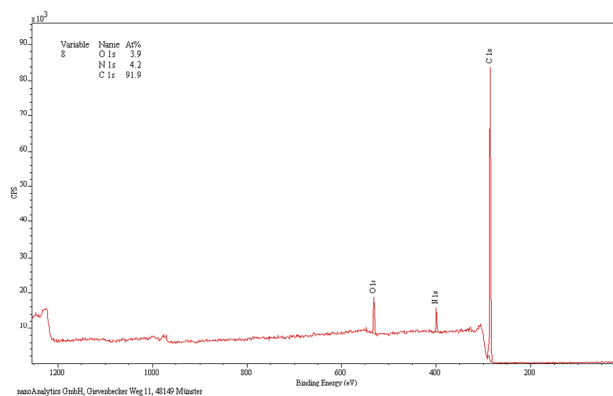
Ist ein Glasbehälter nicht verfügbar, können auch stabile (d. h. keine Folienbeutel) Polypropylen (PP)- oder Polyethylen (PE)-Behältnisse verwendet werden. Hierbei ist jedoch darauf zu achten, dass die zu analysierende Probenoberfläche nicht mit dem Kunststoff in Kontakt kommen kann. Unter Umständen muss die Probe dazu mit Hilfe eines doppelseitigen Klebestreifens an der nicht zu analysierenden Seite vorsichtig fixiert werden.

Ist ein Kontakt mit der Probenoberfläche nicht vermeidbar, sollte ein frisches Stück Aluminiumfolie (möglichst aus dem Haushalts-/Lebensmittelbereich) verwendet werden um die Probe damit großzügig einzuwickeln. In manchen Fällen ist ein frisches Blatt Schreibpapier ebenfalls vertretbar.

Beispiel der typischen Kontamination einer PE-Beutel-Innenseite

Reines Polyethylen (PE) besteht nur aus den Elementen Kohlenstoff und Wasserstoff. In der Regel werden dem Polymer aus verschiedenen Gründen jedoch Additive zugesetzt, um z. B. eine leichtere Verarbeitung des Polymers zu ermöglichen.

Die XPS-Analyse der Innenseite eines PE-Beutels ergibt:



Neben Kohlenstoff werden die Elemente Sauerstoff und Stickstoff nachgewiesen. Zusammen mit Hochauflösungsspektren der Elemente ergibt sich, dass die Oberfläche deutlich mit einer Amidverbindung belegt ist. Fettsäureamide werden z. B. als Gleitmittel oder Antistatika den Polymeren zugesetzt.

Ein Waschprozess des PE-Beutels mit Aceton entfernt diesen Belag. Werden jedoch Proben in solchen Beuteln transportiert, so können sich diese Additive auf die Probenoberfläche übertragen und verfälschen damit zwangsläufig das Ergebnis oberflächenanalytischer Untersuchungen.

Weiterführende Literatur:

- - ASTM E 1829