



**AMU Anwenderzentrum**  
**Material- und Umweltforschung**  
**der Universität Augsburg**

Vorstellung der Analysemethoden

# Inhalt

<b>Mikroskopie</b>	3
Optisches Digitalmikroskop	3
Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	3
Rasterelektronenmikroskop (REM / ESEM)	4
<b>Topografie</b>	5
Profilometer	5
Rasterkraftmikroskop (AFM)	6
<b>Mechanische Prüfung</b>	7
Nanoindenter	7
Universalprüfmaschinen	8
Mikrohärteprüfer	9
<b>Thermische Analyse</b>	11
Dilatometer (DIL)	11
Thermogravimetrie (TG)	12
Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)	13
Dynamisch-mechanische Analyse (DMA)	14
<b>Chemische Analytik</b>	15
Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)	15
Nuclear-Magnetic-Resonance-Spectroscopy (NMR)	15
Elementaranalyse	15
Gas Chromatographie - Massenspektrometer (GC-MS)	15
UV-Vis Spektroskopie	16
Fourier-Transform Infrarotspektrometer (FT-IR)	16
<b>Dünnschicht-Charakterisierung</b>	17
Raster-Auger-Mikroskopie (RAM)	17
Photoelektronen-Spektroskopie (XPS, UPS)	17
Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)	17
Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS)	17
<b>Beschichtungen</b>	19
<b>Präparationsmöglichkeiten</b>	21
Querschnittspräparation (CSP)	21
Oberflächenbehandlung (PECS)	21
<b>Kontakt</b>	23



# Mikroskopie

---

Von der Millimeter- bis zur Nanometer-Skala können alle Dimensionen der Probenstruktur mittels mikroskopischer Methoden (Digitalmikroskop, REM, TEM) aufgelöst werden. Zudem kann die Elementzusammensetzung der Probe sogar im Sub-Mikrometer-Bereich mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) bestimmt werden.

## Optisches Digitalmikroskop



[www.keyence.de](http://www.keyence.de)

Das optische Digitalmikroskop (Keyence, VHX-600) ist eine Kombination von hochwertigen Objektiven mit einem leistungsfähigen Rechner. Es ermöglicht präzise Untersuchung mit einer Vielzahl von Messfunktionen.

- Leistungsstarkes Telezoom-Objektiv (VH-Z50) für großen Betrachtungsabstand von 85 mm mit 500-facher Vergrößerung
- Hochauflösendes Zoomobjektiv (VH-Z500) mit optischem Zoom von 500x bis 5000x

## Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)



[www.jeol.com](http://www.jeol.com)

Bei der Transmissionselektronenmikroskopie durchstrahlt ein beschleunigter Elektronenstrahl (Beschleunigungsspannungen: 80 bis 200kV) die dünne Probe, was Auflösungen in atomarer Größenordnung ermöglicht. Mittels Anregung und Detektion charakteristischer Röntgenstrahlung kann die Elementzusammensetzung bestimmt werden.

**Hersteller / Gerätetyp:**

JEOL, JEM 2100F

## Rasterelektronenmikroskop (REM / ESEM)



[www.phenom-world.com](http://www.phenom-world.com)

### Hersteller / Gerätetyp:

- LEO (Zeiss), Gemini 982
- FEI, XL 30 ESEM FEG
- FEI (Phenom-World), Phenom

### Spezifikationen / Besonderheiten:

#### XL 30 ESEM FEG

Environmental-SEM (ESEM) erlaubt Untersuchungen bei höheren Drücken und unter Wasserdampf-Atmosphäre (wet-mode), sodass auch organisches Material, sowie nichtleitende oder stark ausgasende Proben ohne weitere Präparation (Beschichtung) zerstörungsfrei analysiert werden können.

Im High Vacuum-Modus (HiVac) lassen sich besonders hohe Vergrößerungen und Auflösungen erzielen.

# Topografie

---

Die Oberflächenbeschaffenheit kann mit dem mechanischen Profilometer und Rasterkraftmikroskopen charakterisiert werden. Sowohl die Rauigkeit als auch die physikalischen und chemischen Eigenschaften von technischen Oberflächen oder Mikrostrukturen können untersucht werden.

## Rasterkraftmikroskop (AFM)



Die Probenoberfläche wird mit einer nanoskopisch kleinen Spitze abgerastert und die Auslenkung in die Höhe aufgezeichnet. Durch diese mechanische Abtastung der Oberfläche ergibt sich ein Bild der Topographie auf der Nanometerskala.

### Hersteller / Gerätetyp:

- Veeco (Bruker), Dimension 3100 mit Nanoscope IIIa Controller
- Veeco (Bruker), Icon

### Spezifikationen:

vertikale Auflösung: 0,3nm

- laterale Auflösung: ~10nm
- Scanbereich: max. 80 x 80µm
- max. Höhenunterschied (z-Hub):
  - Dimension 3100: 4,5µm
  - Icon: 10µm

Dimension 3100:

- Leitfähigkeitsmessung (C-AFM)
- Magnetic Force Microscopy (MFM) zur Charakterisierung magnetischer Eigenschaften

### Besonderheiten:

Icon:

- Quantitative nanomechanische Messung (Peak Force QNM), z.B. zur Bestimmung von E-Modul
- Scanning Thermal Microscopy (SThM) zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit (laterale Auflösung bis ca. 100nm)
- Nanoskalige Thermische Analyse (nano-TA)
- Probenheizung bis T~250°C für Proben mit einem Durchmesser von max. 15mm

## Profilometer

**Hersteller / Gerätetyp:**

• Veeco, Dektak 6M Stylus

# Mechanische Prüfung

In unserem Mechanik-Labor verfügen wir über eine Auswahl an Material-Prüfmaschinen mit einer umfangreichen Zubehörpalette. Von kleinen (1mN) bis zu hohe Prüfkraften (250kN) lassen sich alle gängigen Zug-, Druck-, Biege- und Scherversuche durchführen, in einem Temperaturbereich von -196°C bis 300°C. Außerdem kann die Mikro- und Nanohärte von Proben mittels Vickershärte-Prüfer und universellem nanomechanischem Tester (UNAT) bestimmt werden.

## Nanoindenter



[www.asmec.de](http://www.asmec.de)

Mit dem UNAT lassen sich die mechanischen Oberflächeneigenschaften im Mikro- und Nanobereich mit einer Kraft von maximal 2N ermitteln. Das Gerät verfügt über zwei unabhängige Messköpfe zur Messung normaler und lateraler Kraft-Verschiebungs-Kurven mit Nanometer-Auflösung. Zur Untersuchung der Faser-Matrix-Anbindung von Verbundwerkstoffen können sogenannte „push-out“ Versuche durchgeführt werden.

Hersteller / Gerätetyp:

- Asmec (Zwick/Roell), UNAT
- Nanotest

Spezifikationen:

Maximalkraft normal und lateral	± 2000 mN	(Druck und Zug)
Digitale Auflösung Kraftmessung	≤ 0,1 µN	
Grundrauschen Kraftmessung	≤ 6 µN	
Maximaler Weg normal / lateral	± 150 µm / ± 70 µm	(Druck und Zug)
Digitale Auflösung Wegmessung	≤ 0,01 nm	
Grundrauschen Wegmessung	≤ 1 nm	
Minimale / Maximale Scratchlänge	1 µm / 50 mm	



## Universalprüfmaschinen



[www.zwick.de](http://www.zwick.de)

In der mechanischen Werkstoffprüfung wird in der Regel eine monoton ansteigende, einachsige Belastung auf die Probe ausgeübt, um damit die Festigkeits- und Verformungseigenschaften bewerten zu können.

Zusätzlich zur Standard Kraft-Weg-Messung kann die Dehnung berührungslos, optisch gemessen werden.

Die Unterschiedlichen Schadensmechanismen etwa in Faserverbundwerkstoffen können zudem mittels Schallemissionsanalyse detektiert und zugeordnet werden.

### Hersteller / Gerätetyp:

- Instron, 8502
- Zwick/Roell, Z250
- Zwick/Roell, Zmart.Pro (1464)
- Zwick/Roell, Z5.0
- Zwick/Roell, Z0.5

### Spezifikationen:

- Prüfkräfte von 1mN bis 250kN
- Temperaturbereich von -196°C (Flüssigstickstoff) bis 300°C

### Besonderheiten:

- Berührungslose, mehrachsige Dehnungsmessung über optische Aufnahme
- Schallemissionsanalyse

### Tests:

- Interlaminar-Shear-Strength (ILSS)
- Interlaminar-Fracture-Toughness-Energy (G1C)
- ...

## Mikrohärteprüfer



Die Härte entspricht dem mechanische Widerstand, den ein Werkstoff dem mechanischen Eindringen eines härteren Prüfkörpers entgegensetzt. Als solches ist sie auch ein Maß für das Verschleißverhalten von Materialien.

Bei der Mikrohärteprüfung nach Vickers wird eine gleichseitige Diamantpyramide mit einem Öffnungswinkel von  $136^\circ$  unter einer festgelegten Prüfkraft in das Werkstück eingedrückt. Das Verhältnis von Prüfkraft zur Oberfläche des zurückbleibenden Eindrucks ergibt die Vickershärte (HV).

**Hersteller / Gerätetyp:**

• Bühler, Micromet II

**Probenanforderungen:**

- max. Höhe: 80mm
- max. Breite: 100mm
- polierte, planparallele Oberfläche



# Thermische Analyse

---

Thermische Analyse (TA) ist allgemein ein Oberbegriff für Methoden, bei denen physikalische und chemische Eigenschaften einer Substanz oder Reaktionsgemisches als Funktion der Temperatur bzw. der Zeit gemessen werden, wobei die Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm unterworfen ist. Zu den verschiedenen Prüfmethode gehört u.a. die Thermogravimetrie (TG bzw. TGA) zumeist gekoppelt mit Gasanalyse-Methoden (z.B. Gaschromatograph, Massenspektrometer, Infrarotspektrometer), die Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK bzw. DSC), sowie thermo-mechanische Analyseverfahren, wie etwa Dilatometer (DIL) oder die Dynamisch-mechanische Analyse

## Dilatometrie



[www.netzsch.com](http://www.netzsch.com)

Die Dilatometrie findet Einsatz bei der hochgenauen Messung von Dimensionsänderungen an Feststoffen, Schmelzen, Pulvern, Pasten und keramischen Fasern während einer programmierten Temperaturänderung.

**Hersteller / Gerätetyp:**

• Netzsch, DIL 402 C

**Liefert Informationen über:**

- Änderung der Dichte
- Phasenübergangstemperaturen
- Sinterverhalten
- etc.

## Thermogravimetrie (TG)



[www.netzsch.com](http://www.netzsch.com)

Bei der Thermogravimetrie wird die Masse bzw. die Masseänderung einer Probe in Abhängigkeit der Temperatur, der Atmosphäre bzw. der Zeit gemessen.

Für die Gasanalytik stehen Gaschromatographie (GC), Massenspektrometrie (MS), Infrarotspektrometer (FTIR), sowie Thermodesorption GC-MS zur Verfügung.

Die Thermogravimetrie kann zudem mit der Differenz-Thermoanalyse (DTA) oder der Dynamischen Differenz-Kalorimetrie (DSC) gekoppelt werden (Simultane Thermische Analyse; STA).

### Hersteller / Gerätetyp:

- Netzsch, STA 409 CD Skimmer
- Netzsch, STA 409 PC Luxx
- TA Instruments, Q500

### Spezifikationen:

- Temperaturbereich bis 1500°C
- Verschiedene Atmosphären
- Optionale Gasanalytik über:
  - Massenspektrometer (MS)
  - Infrarot-Spektrometer (FT-IR)
  - Thermodesorption GS-MS

### Liefert Informationen über:

- Massenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur und Atmosphäre
- Spezifische Wärmekapazität
- Umwandlungswärmen und -temperaturen
- Identifikation von Phasenübergängen

## Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)



[www.netzsch.com](http://www.netzsch.com)

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC) ist eine Methode, bei der die Differenz der Energiezufuhr (Wärmeströme) zwischen der Probe und einer Referenz als Funktion der Temperatur gemessen wird. Dadurch lassen sich etwa Phasenübergänge, Schmelztemperaturen oder das Reaktionsverhalten bei unterschiedlichen Atmosphären untersuchen.

### Hersteller / Gerätetyp:

- Netzsch, DSC 204 F1 Phoenix
- Setaram, HTDSC

### Spezifikationen:

- Temperaturbereich der 204 F1 Phoenix von  $-90^{\circ}\text{C}$  bis  $600^{\circ}\text{C}$
- Temperaturbereich der HTDSC von  $500^{\circ}\text{C}$  bis  $1600^{\circ}\text{C}$
- Verschiedene Atmosphären (üblicherweise Argon oder syn. Luft)

### Liefert Informationen über:

- Phasenübergangstemperaturen
- Glasübergang
- Schmelztemperatur
- Kristallisation
- Reaktionsverhalten
- thermische Stabilität
- Oxidationsstabilität
- Wärmekapazität

## Dynamisch mechanische Analyse (DMA)



[www.tainstruments.com](http://www.tainstruments.com)

DMA misst die mechanischen Eigenschaften eines Materials als Funktion der Zeit, Temperatur und Frequenz. Mehrere Deformationsmodi können in einem Temperaturbereich von -150°C bis 600°C durchgeführt werden.

**Hersteller / Gerätetyp:**

TA Instruments, Q800

**Spezifikationen:**

Maximalkraft:	18 N
Minimalkraft:	0.0001 N
Kraftauflösung:	0.00001 N
Dehnungsauflösung	1nm
Modul-Bereich:	$10^3$ bis $3 \times 10^{12}$ Pa
Modul-Genauigkeit:	$\pm 1\%$
Frequenzbereich:	0.01 bis 200 Hz
Temperaturbereich:	-150 bis 600°C
Heizrate:	0.1 bis 20°C/min
Kühlrate:	0.1 bis 10°C/min

**Liefert Informationen über:**

- viskoelastische Materialeigenschaften, z.B. Verlustfaktor  $\tan(\delta)$
- Dämpfung
- Aushärteverhalten von Harzen
- frequenzabhängiges mechanischen Verhalten von Materialien
- etc.

# Chemische Analytik

---

## Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)

Die Probe wird meist in Säuren aufgelöst und in ein Ar-Plasma (6000 - 10000 K) eingebracht. Durch die hohe Temperatur im Plasma wird jedes Element angeregt und sendet ein charakteristisches Linienspektrum aus, das sehr genau gemessen werden kann. Dies ermöglicht die quantitative Bestimmung nahezu aller Elemente des Periodensystems mit Ausnahme von Wasserstoff, Kohlenstoff, Sauerstoff, Stickstoff, sowie der Halogene und Edelgase.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Varian, VISTA MPX-Simultaneous

## Nuclear-Magnetic-Resonance-Spectroscopy (NMR)

Grundlage der NMR-Methode ist eine Wechselwirkung des Kernspins mit einem äußeren lokalen Magnetfeld. Dadurch erhält man eine sehr empfindliche Sonde, die bei organischen Molekülen eine Analyse der Bindungsverhältnisse und der Bindungswinkel erlaubt

**Hersteller / Gerätetyp:** • Varian, VISTA MPX-Simultaneous

**Besonderheiten:**

- Festkörper-NMR
- Lösungsmittel-NMR
- verschiedene Kerne können gemessen werden:  
1H, 13C, 15N, 19F, 29Si, 31P, 185Re, 187Re

## Elementaranalyse

Organische Verbindungen bestehen hauptsächlich aus den Elementen C, H, N, S und O. Bei diesem Analyseverfahren wird die Probe bei ca. 1150 °C verbrannt und dabei die Elemente C, H, N, S und O quantitativ analysiert.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Elementar Analysensysteme, vario EL III

**Besonderheiten:**

- Probenmenge: 15-30 mg
- Säulen für C, H, N und S
- Sauerstoff wird separat gemessen

## Gas Chromatographie - Massenspektrometer (GC-MS)

Bei der GC-MS werden feste oder flüssige, meist organische Verbindungen verdampft und durch eine dünne Kapillarsäule transportiert. Je nach Moleküleigenschaften benötigt jede Substanz eine charakteristische Zeit, um die Säule zu passieren. Dadurch werden Substanzgemische in ihre Bestandteile aufgetrennt und anschließend mit einem Massenspektrometer nacheinander detektiert.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Varian, CP-3800 (GC) mit Saturn 2200 (MS)



## UV-Vis Spektroskopie

Die Probe wird mit Licht einer Xe-Blitzlampe durchstrahlt. Dabei wird die Absorption bzw. Transmission der Probe im Bereich von 190 bis 1100 nm quantitativ gemessen.

Ionen wie z.B. CN<sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sup>2-</sup> und NH<sub>4</sub><sup>+</sup> werden quantitativ in Farbstoffe überführt und deren Konzentration durch Ausmessen der Farbintensität bestimmt. Ist an einer Reaktion eine farbige Verbindung beteiligt, so kann deren Konzentrationsverlauf auch für kinetische Betrachtungen herangezogen werden.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Varian, Cary 50 Scan

**Besonderheit:** Die Messung kann auch in Inertgasatmosphäre oder in einem Reaktionsgefäß durchgeführt werden und über Lichtleiter mit dem Messgerät verbunden werden.

## Fourier-Transform Infrarotspektrometer (FT-IR)

Mit infraroter Strahlung werden Moleküle gezielt in Schwingungen und Rotationen versetzt. Dabei zeigen die funktionellen Gruppen chemischer Verbindungen charakteristische Absorptionen, die Aufschluss über die Zugehörigkeit zu einer bestimmten Substanzklasse geben.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Thermo (Nicolet), Nexus FT-IR mit ATR-Einheit

# Dünnschicht Charakterisierung

---

## Raster-Auger-Mikroskopie (RAM)

Die Raster-Auger-Mikroskopie (RAM) ist eine äußerst oberflächensensitive Methode, basierend auf dem Auger-Effekt. Sie liefert Bilder der chemische Zusammensetzung einer Oberflächenregion mit hoher örtlicher Auflösung. Zudem können mittels eines Sekundärelektronendetektors komplementäre Raster-Elektronen-Mikroskopische Aufnahmen erzeugt werden.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Omicron, NanoSAM Lab S

**Spezifikation:** • Auflösung:  
- unter 5nm bei RAM  
- besser als 3nm bei REM

## Photoelektronen-Spektroskopie (XPS, UPS)

Mit Hilfe von Licht (Röntgen-, oder UV-Licht) werden Elektronen aus dem Festkörper ausgelöst (Photoeffekt), die dann energie- und impulsabhängig gemessen werden können. Die oberflächensensitive Photoelektronen-Spektroskopie (XPS, UPS) liefert Informationen über die elektrischen Eigenschaften (Valenz- und Leitungselektronen), die chemische Zusammensetzung, die Bindungszustände oder der Oxidationsstufen.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Omicron

## Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)

Ein hochenergetischer Helium-Ionenstrahl wird auf die zu untersuchende Probe gerichtet. Die zurückgestreuten He-Ionen werden energieaufgelöst detektiert. Dadurch gewinnt man Informationen über Schichtdicken, die Stöchiometrie der enthaltenen Elemente oder die Flächendichte und Dosen.

**Hersteller / Gerätetyp:** • High Voltage, Tandatron Beschleuniger

## Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS)

Mittels eines Ionenstrahls werden Sekundärionen aus der Probenoberfläche heraus gelöst, die mit einem Massenspektrometer detektiert werden. Die Aufnahme von Tiefenprofilen bis zu einer Tiefe von einigen Mikrometern ist möglich.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Atomika, SIMS 4100



# Beschichtungen

---

Die modernen Beschichtungen des AMU sind umweltverträglich und veredeln Oberflächen in vielerlei Hinsicht:

- Korrosionsbeständigkeit
- Biokompatibilität
- Aussehen
- Reflexionsvermögen, Brechungsindex
- Thermoschutz
- Elektrische Leitfähigkeit
- Katalytische Eigenschaften
- Diffusionsbarriere



# Präparationsmöglichkeiten

## Querschnittspräparation (CSP)

Der Cross-Section-Polisher gestaltet einen Probenquerschnitt senkrecht zur Probenoberfläche. Dies ist besonders geeignet für Messungen an mehrschichtigen Strukturen.

Der CSP kann einen perfekten Querschnitt von nahezu jedem Material erstellen, wie z.B.

- schwer zu polierenden weichen Materialien, wie Aluminium, Kupfer, Gold, Polymeren und Lötzinn
- schwer zu schneidenden harten Materialien, wie Keramiken und Glas und
- Verbundstoffen aus diesen Materialien.

Die CSP präparierten Proben finden z.B. Anwendung bei der Energie dispersiven Röntgenspektroskopie (EDX), der Rasterelektronenmikroskopie (REM/ESEM), der Raster-Auger-Mikroskopie (RAM) oder auch der Rutherford-Backscattering-Spectrometry (RBS).

**Hersteller / Gerätetyp:** • JEOL SM-09010

**Spezifikation:**

Beschleunigungsspannung:	2 - 6 kV
Ionenstrahldurchmesser:	500 µm
Abtragungsrate:	1.3 µm/min (6 kV, Silikon)
max. Probengröße:	11mm(L)x10mm(B)x2mm(H)
Bewegungsraum Probenhalter:	X: ±3 mm, Y: ±3 mm
Probenjustierung:	± 5°
Gas:	Argon

## Oberflächenbehandlung (PECS - Precision Etching & Coating System)

Das PECS ist ein einzigartiges Ionenstrahl basiertes System zur Ätzung von Oberflächen und anschließender Besputterung, welches besonders große und saubere Oberflächen zur Betrachtung im Raster-Elektronen-Mikroskop (REM/ESEM), im Transmissions-Elektronen-Mikroskop (TEM) oder in Lichtmikroskopen hervorbringt.

**Hersteller / Gerätetyp:** • Gatan 7 Model 682 PECS

**Spezifikation:**

Beschleunigungsspannung:	1 - 10 kV
Ionenstrahldurchmesser:	Ätzen 5 mm, Besputtern 1 mm
Ätzrate:	10 µm/h (10 kV, Silikon)
Ätzgröße:	7 - 10 mm Radius
Probenrotation:	10 - 60 rpm
Gas:	Argon



## Kontakt:

AMU Anwenderzentrum Material-  
und Umweltforschung

Universität Augsburg  
Universitätsstrasse 1a  
D-86159 Augsburg

Tel.: +49 821 598-3590

Fax: +49 821 598-3599

Homepage:

[www.amu-augsburg.de](http://www.amu-augsburg.de)

Ansprechpartner:

Dr. Timo Körner

Dr. Patrick Starke