

# Surface Science

Materialwissenschaftliche Analyse und Produktentwicklung



## Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

M. Sohn  
HS Emden/Leer

- 1 Arbeitsgebiete
- 2 Hochauflösende 3D-Lichtmikroskopie
- 3 IR-Spektroskopie und -Mikroskopie
- 4 Rasterkraftmikroskopie (AFM)
- 5 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

## Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikrosk  
(REM)

## Arbeitsgebiete



### Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

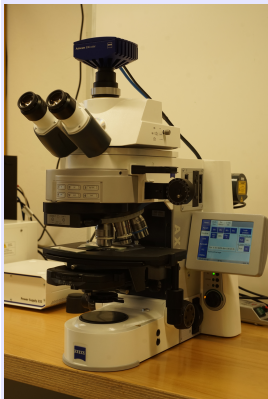
Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

- **Anwendung:** (Funktionalisierte) Oberflächen
  - Polymere, Reaktivharze
  - Epoxidharze, Polyurethane, Polyester
  - Coatings, Fasern, Folien, Schäume, Pulver
- **Methoden:** Hochauflösende bildgebende Verfahren bis in nm-Bereich
  - 3D-Lichtmikroskopie  $\Rightarrow$  Makro
  - Rasterelektronenmikroskopie (REM)  $\Rightarrow$  Mikro
  - Rasterkraftmikroskopie (AFM)  $\Rightarrow$  Nano
  - IR-Spektroskopie und IR-Mikroskopie (FTIR)  $\Rightarrow$  Chemie
- **Ziele:**
  - 1 **Topographie** (Oberflächen) **und Morphologie** (Form, räumliche Struktur)
  - 2 **Mechanische, elektrische, magnetische Eigenschaften**  
E-Modul, Kontaktwinkel, Oberflächenenergie, BET-Oberfläche, Porosität, Leitfähigkeit
  - 3 **Chemische Zusammensetzung**  
(Schadensanalyse, Defekte, Inhomogenitäten, Ausblühungen)
  - 4 **Dynamik chemischer Prozesse**  
(Reaktionsverfolgung: Polymersiation, Aushärtung, Phasentransfer, Alterung, Zerstörung)

## Hochauflösende 3D-Mikroskopie

Axio Imager.Z2m der Fa. Zeiss



### ① Auflicht:

- Hellfeld (HF)
- Dunkelfeld (DF) Polarisation
- Differentialinterferenzkontrast (DIC) und zirkularer Differentialinterferenzkontrast (C-DIC)
- Fluoreszenz

### ② Durchlicht:

- Hellfeld (HF)
- Dunkelfeld (DF)
- Polarisation
- Differentialinterferenzkontrast (DIC) und Plas-DIC
- Phasenkontrast

Arbeitsgebiete

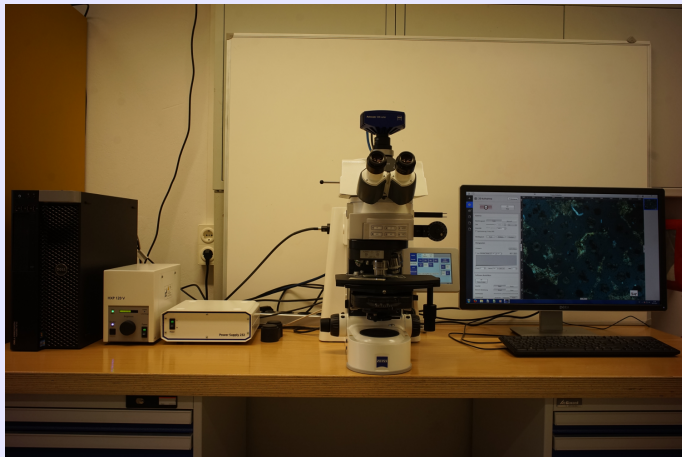
Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

## Hochauflösende 3D-Mikroskopie



Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikrosk  
(REM)

## Hochauflösende 3D-Mikroskopie

- **Objektive:**
  - Apochromatische EC-Epiplan-Apochromat Objektive 20x/0,60, 50x/0,95 und 100x/0,95
  - Hochauflösendes Öl-Immersionsobjektiv für Auflicht mit großer numerischer Apertur: 100x/1,4
  - Fluoreszenz-Objektive EC-Plan-Neofluar 20x/0,50 und 40x/0,75
- **Ausstattung:**
  - 3D-Mikroskopie mit z-Stapeln (Motorisierter z-Trieb in 10 nm Schritten)
  - LED-Beleuchtung (für konstante Farbtemperatur)
  - Hochauflösende Kamera mit Vollformatsensor (AxioCam)

Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

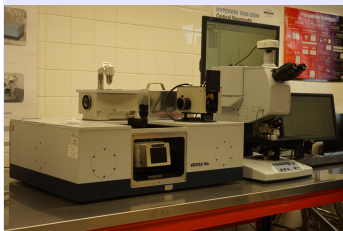
Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

## IR-Spektroskopie und -Mikroskopie

- IR-spektroskopische Materialuntersuchungen & Prozeßverfolgung:
  - Chemische Zusammensetzung und Struktur von Oberflächen, (Quer-)Schnitten, Schichten und Filmen
  - Reaktionen an Oberflächen
  - Heterogene Katalyse
- Meßmethoden:
  - ① IR-Spektroskopie
    - Video-Micro-ATR
    - Abgeschwächte Totalreflexion (ATR)
    - Diffuse Reflexion (DRIFT)
    - Flüssig- und Gasphasentransmissionsspektren
  - ② IR-Mikroskopie
    - Abgeschwächte Totalreflexion (ATR)
    - Streifender Einfall (GIR)
    - Reflexion
    - Transmission

⇒ Kombination spektroskopischer (IR) u. bildgebender Verfahren  
(VIS): **Chemische Bildgebung**

## IR-Spektroskopie: Vertex 70v, Fa. Bruker



- **Vakuum-FTIR-Spektrometer:**  
Evakuierbare optische Bank  
(Eliminierung atmosphärischer  
Interferenzen)  $\Rightarrow$  gutes S/N
- Auflösung  $0,4 \text{ cm}^{-1}$
- Spektralbereich MIR + NIR:  
 $10.000 - 380 \text{ cm}^{-1}$
- Rapid Scan von  
 $> 15$  Spektren/s (bei  $8 \text{ cm}^{-1}$   
Auflösung)
- Detektoren: MCT, SiGe- und  
InGaAs-Diode

Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

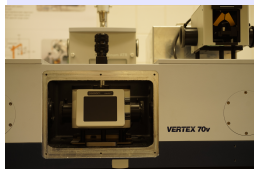
IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)



## IR-Spektroskopie: Video-Micro-ATR-Zelle VideoMVP, Fa. Harrick



### Anwendungen:

- Direkte Messung von Flüssigkeiten und Festkörpern
- Inerter Diamant- u. intensitätsstarker Ge-Kristall (austauschbar, 1 Reflexion,  $45^\circ$ )
- Real-time Verfolgung dynamischer Prozesse u. Probenbereichsauswahl im Sichtbaren mit 120x Vergrößerung, digitaler Export
- Micro-ATR: Nur 0,5 mm Kristalldurchmesser
- Temperierung bis  $200^\circ\text{C}$  (Ge: bis  $100^\circ\text{C}$ )
- Digitales Auslesen des Anpreßdrucks (Reproduzierbarkeit, quantitative Messungen)
- Kinetik
- Ausgewählte Probenbereiche
- in situ Technik (in-line, on-line), keine Probenmanipulation erforderlich

Arbeitsgebiete

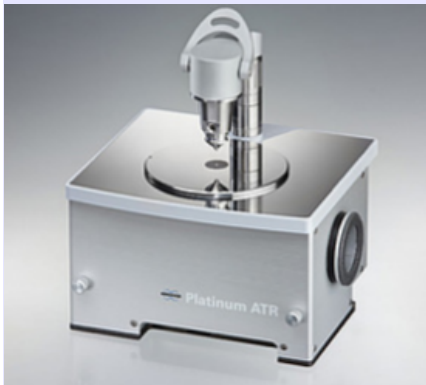
Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

## IR-Spektroskopie: ATR-Spektroskopie



Bruker Optik GmbH

- Platinum-ATR Meßzelle  
Fa. Bruker
- Diamant-Kristall, (1  
Reflexion,  $45^\circ$ )

Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

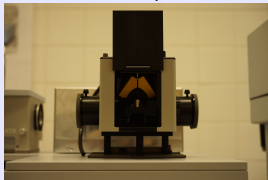
IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

## IR-Spektroskopie: Diffuse Reflexion FTIR-Spektroskopie

- Direkte Messung von stark streuenden und absorbierenden Proben (keine Probenpräparation)
- Rauhe Oberflächen, Pulver, Fasern, Schäume, heterogene Katalysatoren (Zeolithe), Coatings, Filme
- Kinetische Experimente (Reaktionsverfolgung)
- in situ Technik (in-line, on-line), keine Probenmanipulation



Harrick

- ① Praying Mantis (Fa. Harrick): Zwei 6:1, 90° off-axis Ellipsoide als Ausleuchtungs- und Kollektorspiegel
- ② Temperatur- & druckkontrollierte Reaktionszelle (bis 910°C, -133 kPa)

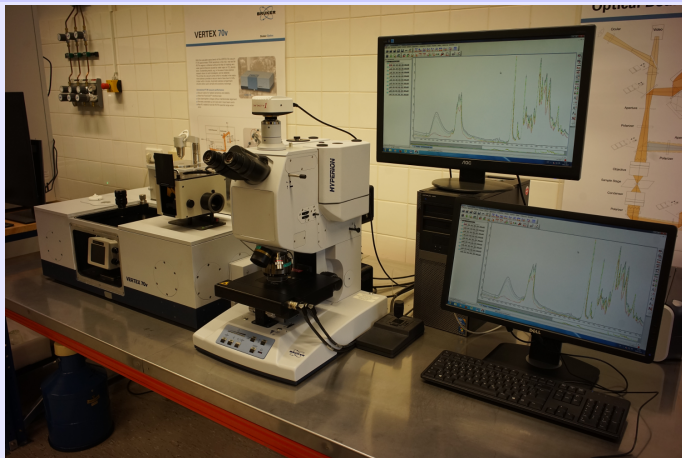
## Konfokale IR-Mikroskopie: Hyperion 2000, Fa. Bruker

- Visuelle u. chemische Bildgebung mit hoher Ortsauflösung ( $< 10 \mu\text{m}$ ): Chemische Zusammensetzung und Struktur
- Bis minimal  $100 \mu\text{m}^2$  große Flächen
- IR-Mikroskop Hyperion 2000 am externen Ausgang des Vakuum-FTIR-Spektrometers Vertex 70v, Fa. Bruker



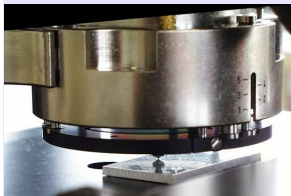
- Zunächst visuelle Probenflächenauswahl im VIS: 4x, 15x, 36x
- Anschließende IR-Untersuchungsmethoden (Objektive) für *chemisches Abbild*:
  - 1 Abgeschwächte Totalreflexion (ATR) (20x)
  - 2 Streifender Einfall (GIR) (15x)
  - 3 Reflexionsmessung (15x/36x)
  - 4 Transmissionsmessung (15x/36x)
- CCD-Kamera für *visuelles Abbild*
- Einzelpunkte, xy-Mapping

## IR-Mikroskopie



IR-Mikroskop Hyperion 2000 (Bruker) am externen Port des Vakuum-FTIR-Spektrometer Vertex 70v in Emden

## IR-Mikroskopie: Meßmodi



Bruker Optik GmbH



Bruker Optik GmbH

**ATR:** 20x, Ge-Kristall



Bruker Optik GmbH

**Streiflicht, GIR:** 15x (52,2 – 84,2°)

## Rasterkraftmikroskopie (AFM)

### Anwendungen:

- 1 Bestimmung der Topographie auf der Nano-Ebene
- 2 Quantitative Bestimmung der mechanischen und elastischen Eigenschaften der Probe (Adhäsion, Elastizität, E-Modul)
- 3 Bestimmung von elektrischen und magnetischen Eigenschaften der Probe

### Eigenschaften:

- Max. Probengröße:  $xy = 140 \cdot 140 \text{ mm}$ ,  
 $z = 18 \text{ mm}$
- Messung in Luft, Gasen und Flüssigkeiten
- Optisches Mikroskop zur Justage und Probenpositionierung
- Motorisierte Proben-Stage
- Aktive Schwingungsentkopplung, Schallschutzhaube

## Rasterkraftmikroskopie (AFM): Scanner

- Tip-Scanner (xy von z entkoppelt)
- Scan-Bereich:  $xy = 100 \cdot 100 \mu\text{m}$ ,  
 $z = 15 \mu\text{m}$
- Closed-loop und open-loop Scan
- Scan-Modi:



JPK Nanowizard  
Nanoscience

- Contact, Non-Contact
- Tapping/Intermittent  
Contact/Dynamic Contact  
Mode/AC Mode
- Force Spectroscopy (Force  
Distance Spektroskopie)
- Lateral Force Mode (LFM)
- Phase Imaging
- Electrostatic-Force-Microscopy  
(EFM)
- Magnetic-Force-Microscopy  
(MFM)
- Conductive (C-AFM)

### Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)



## Rasterelektronenmikroskopie (REM)

EVO MA 10 mit EDX, Fa. Zeiss (AG Teubner, ILO)



Zeiss

Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterelektronenmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)

## Apparative Ausstattung

- 1 Rotationsviskosimeter (Searle-System, mit rotierendem Innenzylinder)
- 2 Elektrische Leitfähigkeit von Kunststoffen nach DIN
- 3 Herstellen von Probekörpern durch Spritzpressen, Stanzen und Fräsen
- 4 Laborextruder, Collin Typ 25 X/D, 4 kW, 6-zonig
- 5 Pendelschlagwerk, Prüfung nach Izod und Charpy, Schlagzugprüfung
- 6 Zug-, Druck-, Biegeprüfung mit Zwick-Universalprüfmaschine
- 7 Härteprüfung nach Shore A und D
- 8 Schmelzindex von Thermoplasten
- 9 Thermogravimetrie (Mettler SDTA 851)
- 10 Dynamische Differentielle Kalorimetrie (Mettler DSC 821)
- 11 Bewitterungsgerät (Hereaus Xenotest)
- 12 Extraktion und Bestimmung von Weichmachern

## Apparative Ausstattung (Forts.)

- ① Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) zur Untersuchung von Kunststoffen und Zusätzen
- ② Hochleistungs-Flüssigchromatographie / Gelpermeationschromatographie (HPLC-GPC)
- ③ Hochleistungs-Flüssigchromatographie-Massenspektroskopie
- ④ Farbmetrik (Data-Color, stationär)
- ⑤ Wärmebeständigkeit Vicat/HDT (Fa. CEST)

### Arbeitsgebiete

Hochauflösende  
3D-Lichtmikroskopie

IR-Spektroskopie und  
-Mikroskopie

Rasterkraftmikroskopie  
(AFM)

Rasterelektronenmikroskopie  
(REM)