



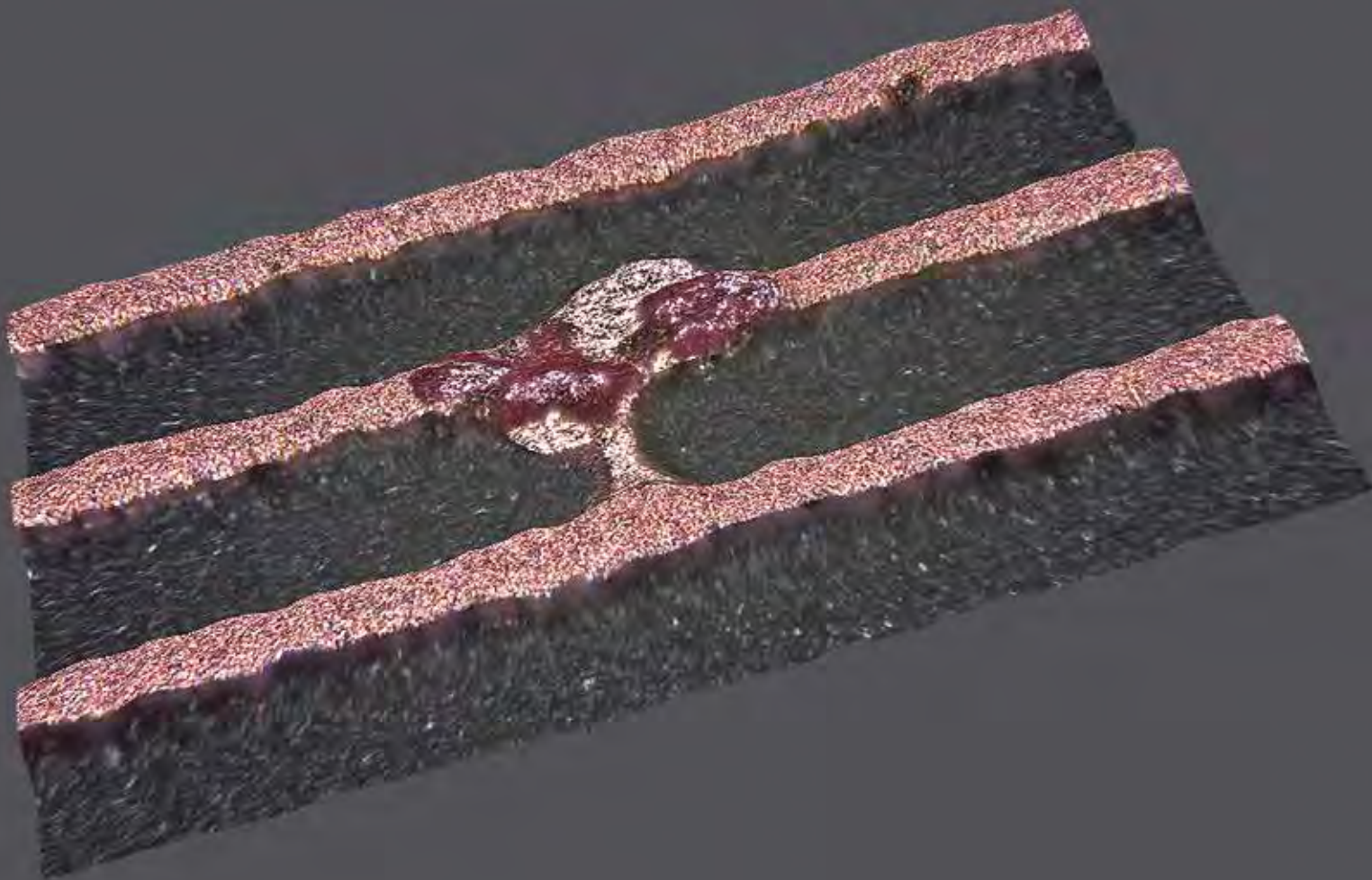
Fraunhofer

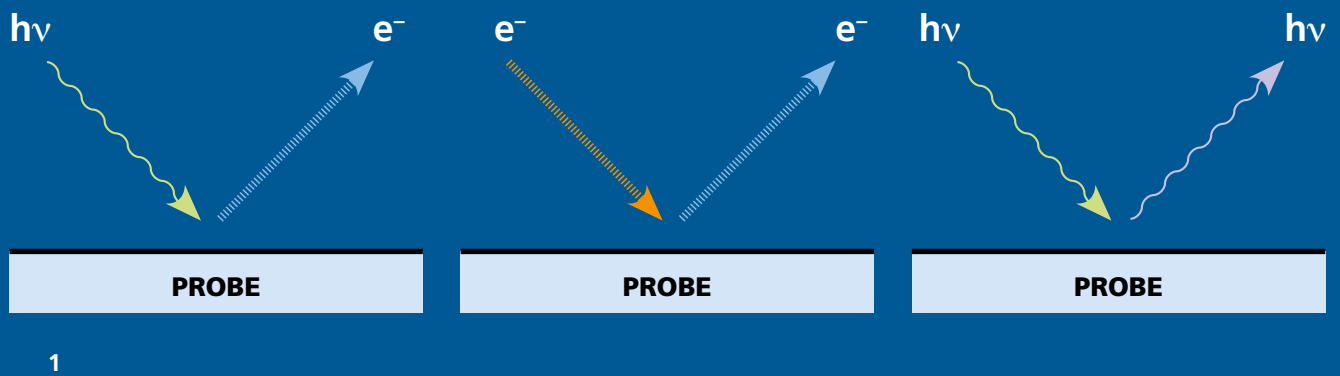
IGB

FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR GRENZFLÄCHEN- UND BIOVERFAHRENSTECHNIK IGB

OBERFLÄCHENANALYTIK

PROZESSANALYTIK, SCHADENSANALYTIK, PRODUKTENTWICKLUNG, QUALITÄTSSICHERUNG





OBERFLÄCHEN- UND GRENZFLÄCHENANALYTIK

Jedes Material beziehungsweise Produkt tritt mit seiner Oberfläche in Wechselwirkung mit der Außenwelt. Daher bestimmen die chemischen, physikalischen und biologischen Eigenschaften der Oberfläche maßgeblich die Einsatzmöglichkeiten und oft auch die Lebensdauer eines Bauteils.

Innovative Produkte werden daher zunehmend durch ein maßgeschneidertes Oberflächendesign veredelt, dessen Prozesse und Oberflächenzusammensetzungen bis in den submikroskopischen oder gar atomaren Bereich kontrolliert werden müssen. Denn Haftung, Benetzung, Verschleiß oder Korrosion werden bereits durch geringste Kontaminationen beeinflusst.

Nur moderne Methoden der Oberflächenanalytik ermöglichen den Zugang zu diesen Informationen.

Mikro- und Nanopartikel

Mikro- und Nanopartikel haben aufgrund ihres großen Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnisses oft eigene charakteristische Eigenschaften und werden als eigenständiges Material oder als Bestandteil von Oberflächenbeschichtungen eingesetzt. Der Partikelcharakterisierung kommt daher eine wichtige Bedeutung zu und sie erfordert angepasste Analysemethoden.

Die Oberflächenanalytik des Fraunhofer IGB verfügt über ein umfangreiches Instrumentarium an hoch spezialisierten Methoden, Verfahren und Geräten.

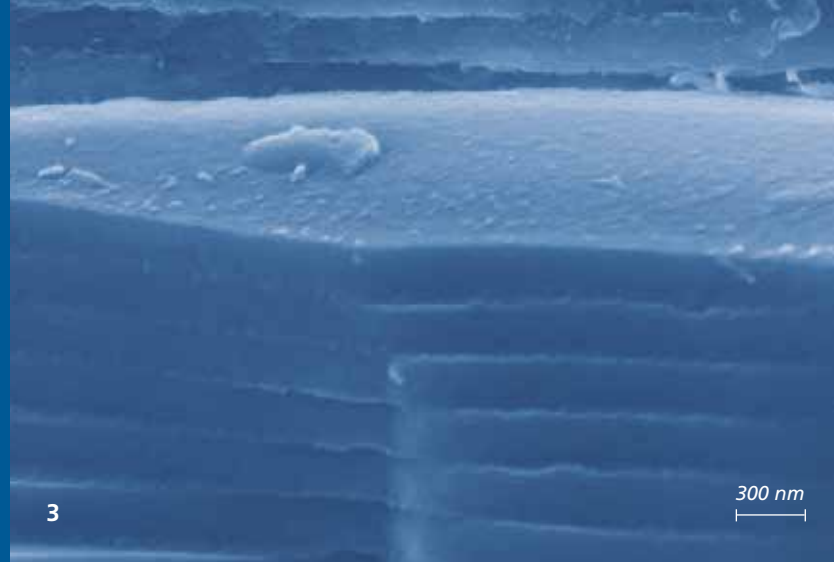
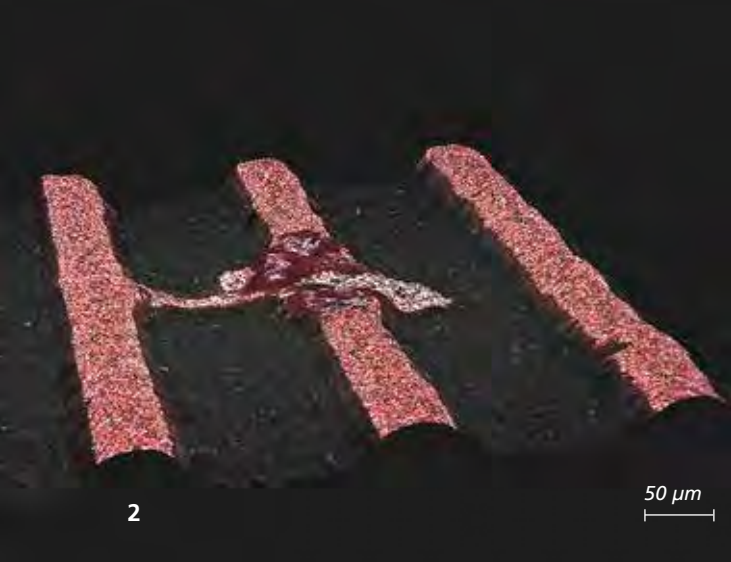
Wir charakterisieren für Sie

An Ober- und Grenzflächen, dünnen Schichten, Pulvern, Partikeln sowie Membranen messen wir für Sie:

- **chemische Eigenschaften**
(z. B. Element- und Oberflächenzusammensetzung)
- **physikalische Eigenschaften**
(z. B. spezifische Oberfläche, Schichtdicke und Benetzungseigenschaften)
- **morphologische Eigenschaften**
(z. B. Rauheit und Topografie)

In Kooperation mit unseren Mikro- und Zellbiologen ermitteln wir auch **biologische Eigenschaften**, beispielsweise die Biokompatibilität oder antibakterielle Wirkung von Oberflächen.

Da zur Optimierung von Prozessen und Produkten nicht nur die Materialoberfläche, sondern insbesondere auch die verwendeten Prozessmedien eine herausragende Rolle spielen, ist unsere zentrale chemische Analytik mit allen gängigen Methoden zur Charakterisierung und Analytik von flüssigen Medien ausgestattet.



EINSATZMÖGLICHKEITEN UND WIRTSCHAFTLICHER NUTZEN

Oberflächenanalytische Verfahren liefern einen detaillierten Einblick in den, mit dem Auge nicht mehr sichtbaren, chemischen und strukturellen Aufbau der Werkstoffoberflächen und der darauf befindlichen filmischen oder partikulären Kontaminationsschichten. In der modernen industriellen Praxis sind daher Methoden zur exakten Charakterisierung von Produktoberflächen nicht mehr weg zu denken.

Sie liefern entscheidende Hinweise bei

- der Fehler- und Schadensanalyse im Herstellungs- und Verarbeitungsprozess,
- der Qualitätskontrolle und Überwachung von Prozessschritten und
- der Produktentwicklung und Prozessoptimierung.

Fehler- und Schadensanalytik

Treten Störungen im Prozessablauf auf, die sich durch das fehlerhafte Verhalten oder den Ausfall des Produktes bemerkbar machen, muss schnellstmöglich die Ursache gefunden und beseitigt werden. Häufig gleicht dies der Suche nach der Nadel im Heuhaufen. Oberflächenanalytische Methoden können hier wesentliche Hinweise zur Herkunft unerwünschter Kontaminationen oder zur Veränderung von Prozessparametern geben.

Kontrolle von Prozessschritten

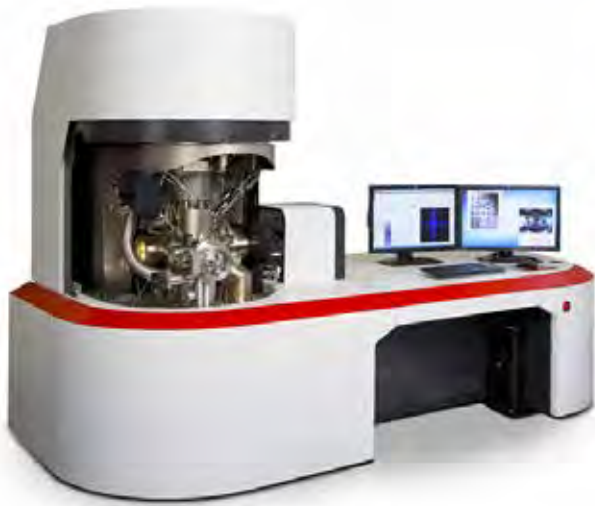
Effektiver und kostensparender als die Beseitigung von Fehlern im Nachhinein ist der frühzeitige Einsatz der Analytik zur Kontrolle und Optimierung von Produktionsschritten. Häufig ist es möglich, die aufwendige und nicht in jedem Fall in die betriebliche Praxis zu integrierende High-end-Analytik nur während der Prozessentwicklung einzusetzen und später die Überwachung durch einfachere Methoden durchzuführen.

Optimierung von Produkten

»Think small« – der Trend zur Miniaturisierung setzt sich immer stärker in unseren Schlüsselbranchen durch. Ob Automobilindustrie, Metallverarbeitung, Textilherstellung, Kunststoffproduktion, Pharmabranche oder Medizintechnik – die Materialoberflächen haben sich längst zu einem Mikrokosmos der Möglichkeiten gemausert. In dieser Welt definieren ausgeklügelte nano- und biotechnologische Elemente, raffinierte Beschichtungen und fortschrittliche Oberflächenveredlungen von preiswerten Volumenmaterialien innovative Produkte. Die Zeiten aber, wo man die Produktentwicklung sprichwörtlich selbst »unter die Lupe nehmen« kann, sind vorbei. Die zielorientierte Entwicklung von Produkten mit innovativen Eigenschaften der Materialoberflächen erfordert eine systematische Begleitung mittels oberflächenanalytischer Methoden.

- 1 *Prinzipien oberflächenanalytischer Methoden.*
- 2 *Schadensfall: Defekte Leiterbahn.*
- 3 *Produktoptimierung: Entwicklung von Barrierschichten.*

1



CHEMISCHE OBERFLÄCHENANALYTIK

Für die Analyse der Elementzusammensetzung oder der Bindungszustände an Materialoberflächen nutzen wir je nach Probenart und Fragestellung die dafür geeignete Methode oder Kombinationen.

Elektronen-Spektroskopie zur chemischen Analyse (ESCA)

Mit ESCA analysieren wir die chemische Natur, beispielsweise von partikulären Verschmutzungen, wie die Verunreinigung auf einem Brillenglas mittels Imaging und Small-Spot-Analyse (Grafik rechts). Aufgrund der Informationstiefe von ca. 10 nm wird ausschließlich die äußerste Oberfläche erfasst. Kombiniert mit einem Sputterabtrag können auch Tiefenprofile erstellt werden. Das geschieht mit einer Ar-Cluster Sputterkanone, mittels derer ein Abtrag der Oberfläche ohne Veränderung der Chemie möglich ist. Zusätzlich ist in der Axis Supra ein Augerspektrometer und eine EDX-Einheit zur chemischen Analyse mit hoher Ortsauflösung integriert.

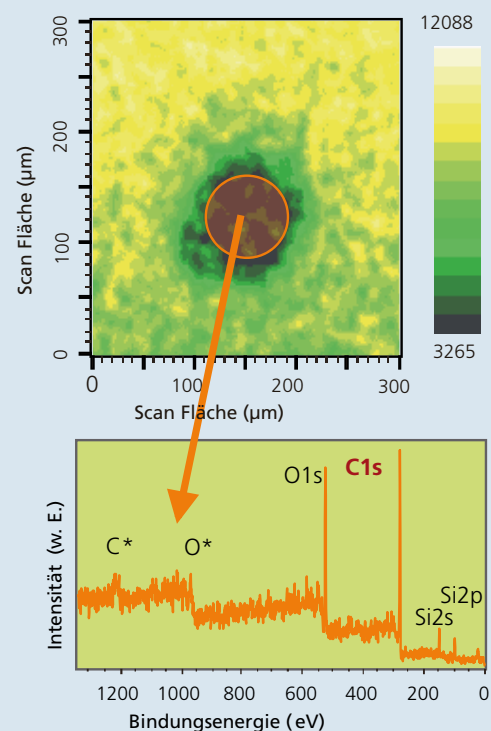
Infrarot (IR)-Mikroskopie und -Spektroskopie

Die IR-Spektroskopie und -Mikroskopie bietet verschiedene Messmöglichkeiten. So kann im Transmissions-, Reflexionsmodus oder mittels abgeschwächte Totalreflexion (ATR), bei sehr dünnen Schichten, gemessen werden. Bei der Spektroskopie stehen mittleres IR (MIR) und nahes IR (NIR) zur Verfügung. Über den Vergleich mit Datenbanken oder Referenzsubstanzen können organische Verbindungen identifiziert werden.

Konfokale Raman-Spektroskopie

Mittels der konfokalen Raman-Spektroskopie lassen sich Proben mit einer Ortsauflösung von kleiner 1 μm analysieren. Mapping ermöglicht die Ermittlung der Verteilung einer Substanz, beispielsweise dem Wirkstoff in einer Tablette.

ESCA-Aufnahme und Spektroskopie an 100- μm -Partikel auf einem Brillenglas





2

- 1 ESCA.
- 2 Raman-Spektroskopie an einer Tablette.

Fluoreszenz-Mikroskopie

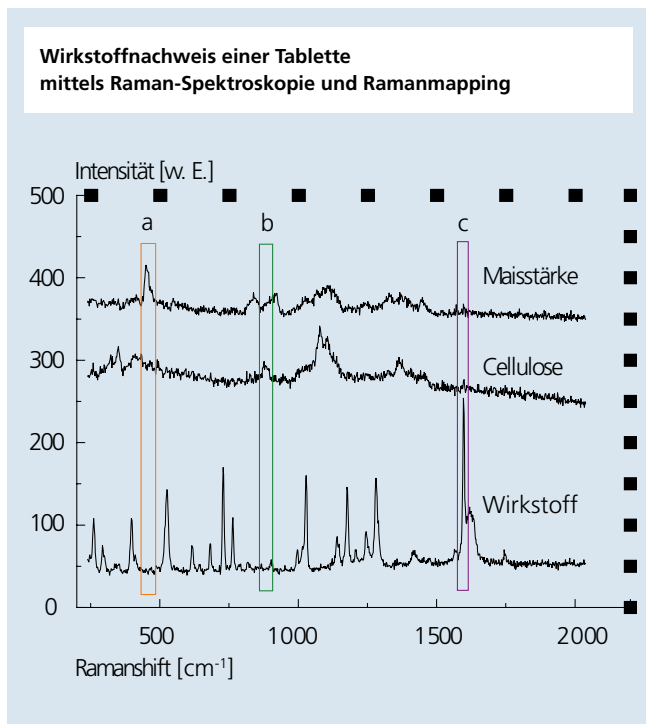
Bei der Fluoreszenz wird Licht von der Probe absorbiert und unmittelbar darauf Licht mit einer größeren Wellenlänge emittiert. Eigenfluoreszenz oder mit geeigneten Fluoreszenzfarbstoffen markierte Substanzen können detektiert werden.

UV/VIS-Spektroskopie

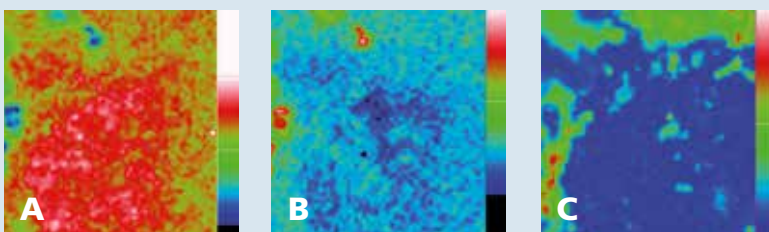
Die UV/VIS-Spektroskopie kann z. B. zum Nachweis ungesättigter organischer Substanzen eingesetzt werden. Zum Nachweis von Verschmutzungen auf Oberflächen werden diese mit einem geeigneten Lösemittel abgespült und in Lösung gemessen.

Energiedispersive Röntgenmikroanalyse (EDX)

Die energiedispersive Röntgenmikroanalyse ermöglicht die Ermittlung der Elementzusammensetzung auf einer mittels REM abgebildeten Oberfläche. Neben flächiger und Spotmessung können auch Elementmappings aufgenommen werden.



Intensitätsverteilung der Tablettenbestandteile in einem 120 µm² großen Bereich der Tablette



- A: Intensitätsverteilung des Bereichs 440–480 cm^{-1} , charakteristisch für Maisstärke.
- B: Intensitätsverteilung des Bereichs 856–900 cm^{-1} , charakteristisch für Cellulose.
- C: Intensitätsverteilung des Bereichs 1584–1607 cm^{-1} , charakteristisch für den Wirkstoff.



1

TOPOGRAFIE UND MORPHOLOGIE

Je nach Dimension der zu erfassenden Topografie setzen wir die 3D-Lichtmikroskopie, die Rasterelektronenmikroskopie (REM) oder Rastersonden-Techniken ein.

3D-Lichtmikroskopie

Mittels der 3D-Lichtmikroskopie können dreidimensionale Bilder mit hoher Tiefenschärfe aufgenommen und dreidimensional im Raum betrachtet werden. Durch die Wahl der Objektive kann eine Vergrößerung von 5–5000fach gewählt werden.

Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die Rasterelektronenmikroskopie ist die vielseitigste unter den mikroskopischen Untersuchungsmethoden. Ihre Vorteile sind:

- weiter Vergrößerungsbereich (20–1 Millionfach)
- große Tiefenschärfe
- maximale Auflösung 1 nm

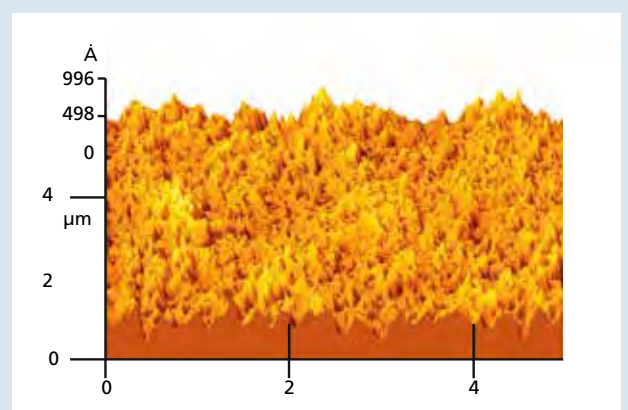
1 Aufnahme der Partikelgrößenverteilung von Mikropartikeln mittels Lichtmikroskopie.

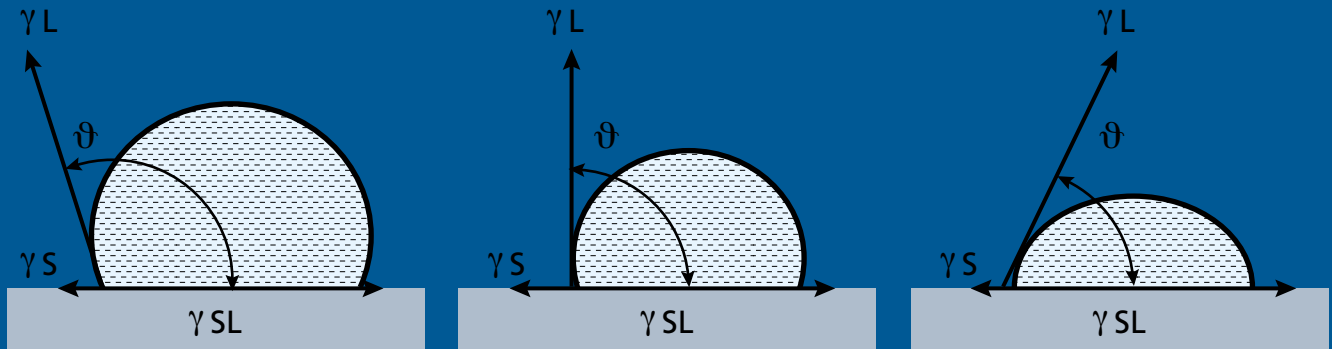
2 Schematische Darstellung der Kontaktwinkelmessung.

Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Mittels Rasterkraftmikroskopie kann die Mikrostruktur von Oberflächen bis in den Nanometermaßstab abgebildet und beispielsweise die plasmatechnische Erhöhung der Mikro- rauigkeit von Kunststoffen nachgewiesen werden. Über die Bildauswertung lassen sich mittlere Rauheitswerte berechnen. Unterschiedliche Modi liefern neben der Topografie auch den Materialkontrast.

AFM-Aufnahme einer plasmabehandelten LDPE-Oberfläche





2

OBERFLÄCHENSPIGUNG, BENETZUNG UND TENSIOMETRIE

Grenz- und Oberflächenspannungen liefern Aussagen zur Benetzbarkeit von Oberflächen und sind wichtige Materialeigenschaften beim Drucken, Lackieren und Beschichten.

Kontaktwinkelmessung

Die relativ einfache Bestimmung der Benetzungseigenschaften von Materialoberflächen über Kontaktwinkelmessungen kann bereits wichtige Aussagen zur Sauberkeit oder Verklebbarkeit des Produktes liefern. Durch Variation der Messflüssigkeit können die polaren und unpolaren Anteile der Oberflächenenergie berechnet werden. Die Ermittlung der Hysterese aus Vorrück- und Rückzugsrandwinkel gibt Hinweise auf Inhomogenitäten oder Rauheit der Oberfläche.

Bestimmung der dynamischen Oberflächenspannung von Flüssigkeiten

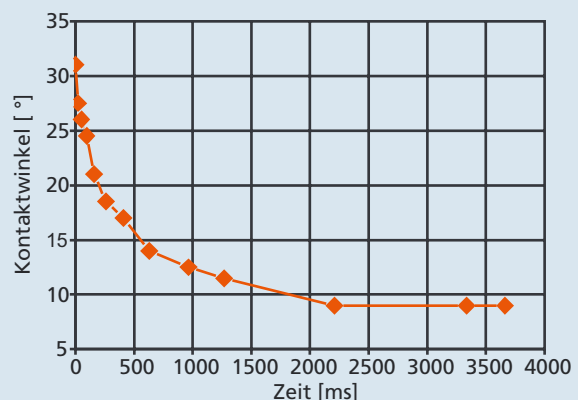
Zur Ermittlung der dynamischen Oberflächenspannung von Flüssigkeiten stehen verschiedene Methoden zur Verfügung.

- Wilhelmy-Plattenmethode
- Blasendruck-Tensiometrie
- Tropfen-Volumen-Tensiometrie

Benetzungsverhalten von Pulvern

- Beobachtung des Kontaktwinkels nach der Methode des liegenden Tropfens an Presslingen
- Imbibitionsmethode: Hier wird die von einer Pulverschüttung angesaugte Flüssigkeitsmenge in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Durch vollbenetzende Flüssigkeiten wird eine Eichung durchgeführt. Mit unvollständig benetzenden Flüssigkeiten werden anschließend die Kontaktwinkel am Pulver ermittelt.

Dynamische Entwicklung des Kontaktwinkels bei schnellen Benetzungsprozessen





SONDERMETHODEN

Am Fraunhofer IGB stehen weitere Analysengeräte zur Verfügung. Sollten Sie eine spezifische Methode suchen, die wir nicht am Institut haben, sprechen Sie uns dennoch an. Durch unser umfassendes Netzwerk zu anderen Fraunhofer-Instituten, Universitäts-Instituten, Großforschungseinrichtungen und privaten Analysenanbietern finden wir die für Ihre Fragestellung geeignete Methode oder Methodenkombination.

Spektroskopische Ellipsometrie

Die spektroskopische Ellipsometrie ist eine optische Untersuchungsmethode zur Messung der optischen Indizes n und k und der Dicke von Dünnschichten, beispielsweise Oxidschichten oder Polymerfilmen.

Elektronenspinresonanz (ESR)

Mit der Elektronenspinresonanz (ESR) lassen sich Radikale nachweisen und charakterisieren. Aufgrund der hohen Empfindlichkeit lassen sich auch Abklingkurven der Radikaldichte an Materialoberflächen nach einer Plasmabehandlung detektieren. Dieses Verfahren kann auch für größere Flächenbereiche im Abbildungsmodus genutzt werden.

MALDI-TOF / TOF-Massenspektrometrie

Das Instrument ermöglicht die Bestimmung der Molekülmasse (m/z -Modus) sowie der PSD-Fragmente (Post Source Decay PSD, m/z -Modus). Es wird typischerweise zur Proteinanalytik eingesetzt. In Einzelfällen kann es auch zur Analyse weiterer Polymere verwendet werden.

1 MALDI-TOF/TOF-MS.

2 Molekular geprägte Nanopartikel.

3 Oberflächenfunktionalisierung von Chipoberflächen.



POLYMER- / PARTIKEL-CHARAKTERISIERUNG

Dynamische Lichtstreuung (DLS)

Mittels der dynamischen Lichtstreuung auch Photokorrelationspektroskopie (PCS) genannt kann die Größenverteilung von Partikeln im Bereich von 1 nm bis in den Mikrometerbereich präzise und zerstörungsfrei analysiert werden.

Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Bei diesem Verfahren wird die Wärmemenge bestimmt, die bei der physikalischen oder chemischen Umwandlung eines Stoffes aufgebracht werden muss oder entsteht.

Thermogravimetrie (TG)

Bei der Thermogravimetrie wird die Masse bzw. die Massenänderung einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder Zeit gemessen. Änderungen in der Masse treten bei Verdampfung, Zersetzung, chemischen Reaktionen, magnetischen oder elektrischen Umwandlungen auf.

Simultane Thermoanalyse (STA)

Die simultane Thermoanalyse stellt eine Kombination der beiden Methoden DSC und TG dar. Dadurch wird eine gleichzeitige Messung von energetischen Effekten und Massenänderungen an ein und derselben Probe ermöglicht.

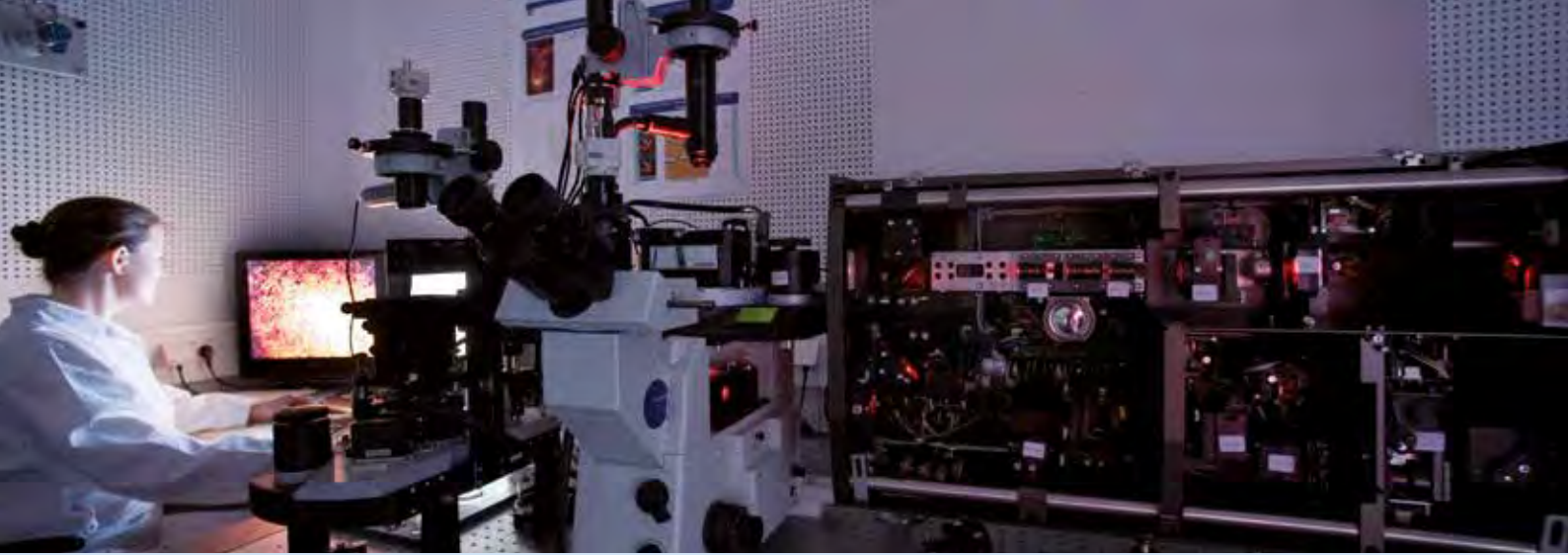
Gelpermeationschromatographie (GPC)

Die Gelpermeationschromatographie (GPC) ist eine Standardmethode zur Bestimmung von Molmassenverteilungen in Polymerproben.

Volumetrische Sorptionsanalyse

Mittels dieser Methode können verschiedene Materialgrößen bestimmt werden:

- Spezifische Oberfläche (BET, Langmuir)
- Porenradienverteilung
- Mikroporen und Mesoporenanalyse
- Wasserdampfadsorption
- Chemisorptionsanalysen



APPARATIVE AUSSTATTUNG AM FRAUNHOFER IGB

Chemische Analytik

- Elektronen-Spektroskopie zur chemischen Analyse (ESCA), Multipoint, Imaging, Valenzband, Tiefenprofil, winkelabhängig
- Energiedispersive Röntgenmikroanalyse (EDX)
- MIR- und NIR-Spektroskopie, diffuse Reflexion, Transmission, streifender Einfall, abgeschwächte Totalreflexion (Mikro)-ATR
- Infrarot-Mikroskopie (Transmission, ATR, Reflexion)
- Konfokale Fluoreszenzspektroskopie
- Konfokale Mikro-RAMAN-Spektroskopie, auch in Kombination mit Rasterkraftmikroskopie

Topografie / Morphologie

- Lichtmikroskopie (LM), auch 3D
- Hochauflösende Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie (FE-REM)
- Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Weitere Methoden

- Spektroskopische Ellipsometrie
- Elektronenspinresonanz (ESR)
- UV/VIS-Spektroskopie
- MALDI-TOF-Massenspektrometrie
- Schwingquarzmikrowaage mit Dissipationsmessung (QCM-D)
- Farbmessung
- Glanzmessung

Oberflächenspannung / Benetzungseigenschaften

- Statischer und dynamischer Randwinkel, diverse Tensiometer, z. B. nach Wilhelmy, du Noüy, Tropfen-Volumen oder Blasendruck

Polymer- / Partikelcharakterisierung

- Dynamische Lichtstreuung (DLS)
Zetapotenzial, Partikelgrößenverteilung
- Adsorptions-/Desorptionskurven
(BET-Oberflächen, Porenradialverteilung)
- Thermogravimetrieanalyse (TGA)
- Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC)
- μ -Kalorimetrie
- Gelpermeationschromatographie (GPC)

Membrancharakterisierung

- Permeabilität, MWCO-Bestimmung
- Porometrie
- Post-mortem-Analysen

Analyse von Flüssigkeiten und Prozessmedien

- Umfangreiche Ausstattung in unserer zentralen chemischen Analytik wie HPLC, ICP-AES, GC-MS, AAS.

» WIR ARBEITEN SCHON SEIT VIELEN JAHREN MIT DEM FRAUNHOFER IGB ZUSAMMEN. DIE SCHNELLE, VERTRAULICHE UND KOMPETENTE AUFTRAGSBEARBEITUNG IST FÜR UNS SEHR WICHTIG. «

Dirk Meyer, Dipl.-Ing.: MAHLE Kleinmotoren-Komponenten GmbH & Co. KG

WIR CHARAKTERISIEREN FÜR SIE

Werkstoffoberflächen von

- Feststoffen
- Schichten
- Membranen
- Pulvern
- Flüssigkeiten

aus allen Arten von Materialien wie

- Polymeren
- Keramiken und Gläsern
- Metallen
- Verbundmaterialien

Mit Hilfe dieser Analysen können Fragen zu folgenden Eigenschaften beantwortet werden:

- Benetzung
- Adsorption
- Korrosion
- Schichtdicke
- Haftung
- Reinheit
- Rauigkeit
- Chemische Zusammensetzung
- Chemische Funktionen
- Topografie
- Farbe
- Glanz

Kompetenz

Erfahrene Fachspezialisten bieten Ihnen mit moderner Ausstattung ein breites Spektrum an Know-how und verhelfen durch die ermittelten Analyseergebnisse Ihren Innovationen zum Erfolg.

Akkreditierung

Das Fraunhofer IGB präsentiert sich als moderner Dienstleister auf dem Gebiet der Oberflächen- und Grenzflächenanalytik. Um für unsere Kunden bestmögliche Qualität zu garantieren, wurde ein Qualitätsmanagementsystem eingeführt und diverse analytische Methoden akkreditiert.

Vertraulichkeit und Zuverlässigkeit

Wir garantieren absolute Vertraulichkeit sowie eine schnelle und zuverlässige Auftragsabwicklung.

Kontakt

Dr. Michael Haupt

Telefon +49 711 970-4028

michael.haupt@igb.fraunhofer.de

Dr. Christian Oehr

Telefon +49 711 970-4137

christian.oehr@igb.fraunhofer.de

**Fraunhofer-Institut
für Grenzflächen- und
Bioverfahrenstechnik IGB**
Nobelstraße 12
70569 Stuttgart

Telefon +49 711 970-4401
Fax +49 711 970-4200
info@igb.fraunhofer.de
www.igb.fraunhofer.de

Gebündelte Kompetenz durch Vernetzung

Die Fraunhofer-Allianz Reinigungstechnik befasst sich mit der Reinigung von Oberflächen insbesondere auch mit Sonderverfahren. Zur Kontrolle des Reinigungserfolges, der Qualitätssicherung, aber auch der Schadensanalytik werden oberflächenanalytische Methoden eingesetzt. Durch die Partner der Allianz stehen somit unterschiedlichste Analysenmethoden zur Verfügung.
www.allianz-reinigungstechnik.de

Polymere Oberflächen werden zunehmend mit spezifischen Funktionen ausgerüstet, um neue oder verbesserte Eigenschaften für das Produkt zu erhalten. Die analytische Kompetenz zur Charakterisierung, Bewertung und Prozessoptimierung polymerer Werkstoffe wird über die Fraunhofer-Allianz Polymere Oberflächen POLO ständig ausgebaut.
www.polo.fraunhofer.de

Entwicklungen im Bereich der Nanotechnologie erfordern innovative oberflächenanalytische Methoden, um Prozesse oder erzielte Materialeigenschaften zu optimieren. Zum Teil müssen bestehende Methoden weiterentwickelt und den neuesten Anforderungen angepasst werden. Hier sind wir Partner in der Fraunhofer-Allianz Nanotechnologie.
www.nano.fraunhofer.de

Fraunhofer IGB Kurzprofil

Das Fraunhofer IGB entwickelt und optimiert Verfahren und Produkte für die Geschäftsfelder Gesundheit, Chemie und Prozessindustrie sowie Umwelt und Energie. Wir verbinden höchste wissenschaftliche Qualität mit professionellem Know-how in unseren Kompetenzfeldern – stets mit Blick auf Wirtschaftlichkeit und Nachhaltigkeit.
www.igb.fraunhofer.de