

Labors

Chemische Analytik

&

Chemie

Instrumentelle Analytik

GC/MS
FTIR
UV/VIS
TGA, TGA-IR, DSC
AAS / ICP
RFA

Oberflächenanalytik

REM / EDX
AUGER
XPS
SIMS

Elektrochemie und Sensorik

Impedanzspektroskopie
Cyclovoltammetrie
Korrosionsuntersuchung
Elektroanalytik

Typische Proben

Luft – Wasser –
Abwasser – Schlamm
Schwermetalle
Rückstände
Öle
Polymere

Röntgenfotoelektronenspektroskopie (XPS, ESCA)

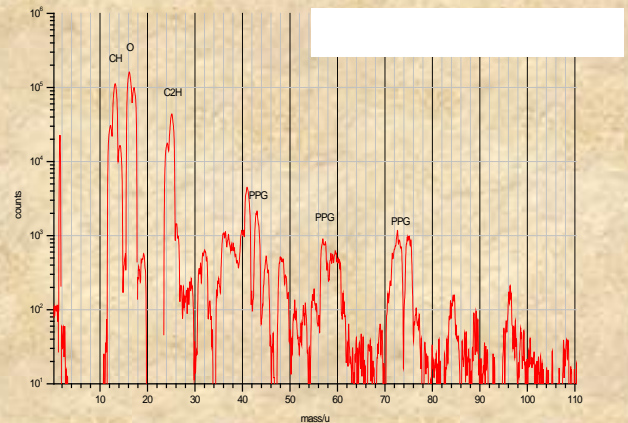
- Elementanalyse, Tiefenprofil, Bindungszustand.

Prinzip: Bei der Anregung mit weicher Röntgenstrahlung werden aus der Probe durch den äußeren Fotoeffekt Primär- und Sekundärelektronen freigesetzt, deren Energie gemessen wird.

Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)

- Elementanalyse und Tiefenprofil.
- Bindungszustand der Elemente (ab H).

Prinzip: Abtrag der Probe mit Argonionen; massenspektroskopische Analyse der Sekundärionen.



SIMS: mit Polypropylenglycol verunreinigte Metalloberfläche.

Legierungs- und Metallionenanalytik

Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)

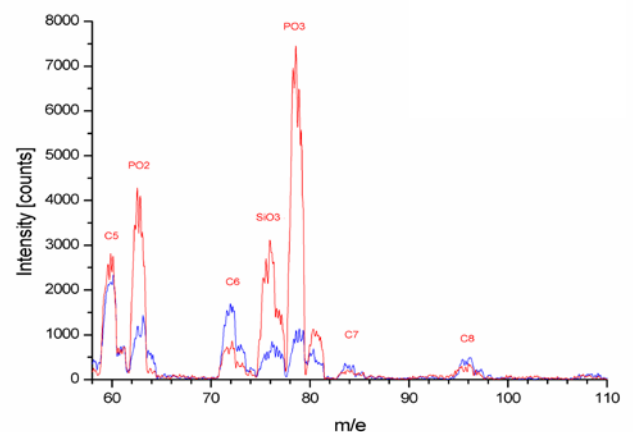
- Quantitative Elementbestimmung (ab Fluor) in Volumenproben, z. B. Filterstäube, Stähle, Legierungen, Baustoffe, Düngemittel, Blut, Harn.
- Nachweisgrenze 0,1 ppm
- Tiefeninformation >1000 Atomlagen.

Prinzip: Bei der Anregung mit Röntgenstrahlung emittieren die Atome ein elementspezifisches Linienspektrum (Röntgenfluoreszenz). Die in den inneren Schalen entstandenen Lücken werden durch Elektronen aus höheren Schalen besetzt; die Differenzenergie wird als charakteristische Röntgenstrahlung frei. Die Wellenlänge der K_{α} -Linie (für den Übergang $L \rightarrow K$) hängt von der Ordnungszahl ab ($Z \sim \lambda^{-1/2}$).

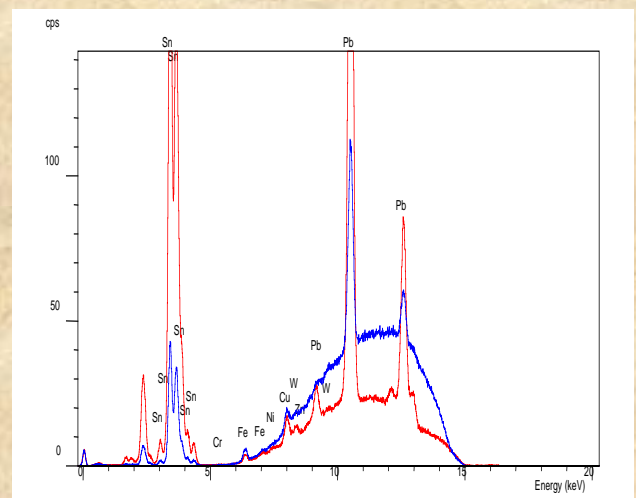
Spektralanalyse (OES)

- Legierungs- und Stahlanalyse
- Referenzprobe erforderlich

Prinzip: Bei der Anregung im Lichtbogen emittieren die Atome ein elementspezifisches Linienspektrum, dessen Intensität der Konzentration proportional ist.



SIMS: Spurenelemente auf einer Naturstoffprobe.



RFA: zwei Bleilote im Vergleich.

Atomabsorptionsspektroskopie (AAS)

- **Quantitative Elementanalytik** von Feststoffen und Flüssigkeiten im ppm-Bereich.
- **Aufschluss der Probe** erforderlich.

Prinzip: Die Probe wird in der Gasflamme atomisiert (F-AAS) und die konzentrationsabhängige Absorption im Licht einer Hohlkathodenlampe gemessen.

Atomemissionsspektroskopie (ICP-OES)

- **Quantitative Simultan-Multielement-Analyse**
- **Aufschluss der Probe** meist erforderlich

Prinzip: Bei der Anregung im Mikrowellenfeld senden die Atome ein elementspezifisches Emissionsspektrum aus, dessen Linienintensität der Konzentration proportional ist.

Thermoanalyse

Thermogravimetrie (TGA)

- **Wassergehalt** oder **Zersetzungstemperatur** fester oder flüssiger Proben.
- **Temperaturbereich:** 25°C -- 1000°C.
- **Inertgasatmosphäre** möglich.

Prinzip: Die Substanz wird im Mikrotiegel der Thermowaage kontinuierlich erhitzt und die Massenänderung aufgezeichnet.



GC/MS

Analytik organischer Stoffe

Infrarotspektroskopie (FTIR)

- **Aufklärung organischer Stoffe** und **Kunststoffe**

Prinzip: Infrarotes Licht versetzt chemische Bindungen in charakteristische Schwingungen, deren Frequenzen typisch für die funktionellen Gruppen und das Kohlenstoffgerüst der Verbindung sind.

Ultravioletspektroskopie (UV/VIS)

- **Absorption** oder **Reflexion** von Feststoffen, Flüssigkeiten, Papieren, Farbstoffen.
- **Konzentration** von Metallionen, Anionen und organischen Stoffen (Spektralfotometrie).

Prinzip: Sichtbares und ultraviolettes Licht regt charakteristische Elektronenübergänge in Molekülen an. Die Stärke der Absorption korreliert mit der Konzentration des (farbigen) Stoffes in der Lösung.

Gaschromatografie- Massenspektrometrie-Kopplung (GC/MS)

- **Flüchtige organische Stoffe** (VOC) in der Raumluft oder am Arbeitsplatz; z. B. Formaldehyd, PCP, Aromaten.
- **Zersetzungsprodukte** aus Materialien nach Wärmebehandlung (Thermodesorption).
- **PAK** in Filterstäuben und Verbrennungsruß.
- **Organische Säuren** in Umweltproben.
- **Qualitative und quantitative Analyse** organischer Stoffe, die bis ca. 300°C verdampfbar sind.

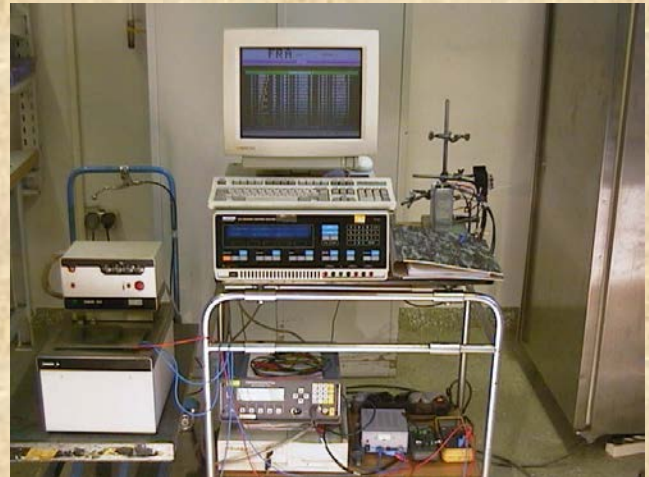
Prinzip: Das gasförmige oder flüssige Probenmischung wird im Gaschromatografen in den Trägergasstrom (mobile Phase) verdampft und durch Adsorptionswechselwirkungen mit dem Säulenmaterial (stationäre Phase) in die Einzelkomponenten aufgetrennt. Die Stoffe werden im massenselektiven Detektor (Quadrupol-Massenspektrometer) identifiziert.

Korrosionsmessungen und Elektroanalytik

Impedanzspektroskopie (EIS)

- **Frequenzgang, Innenwiderstand und Kapazität** elektrochemischer Zellen, elektronischer Bauteile, Batterien, Brennstoffzellen oder Materialien.
- Kinetik von Elektroden- und Korrosionsvorgängen.

Prinzip: Das elektrochemische System wird mit einem Wechselstrom- oder –spannungssignal kleiner Amplitude angeregt und aus der frequenzabhängigen Phasenverschiebung der „Systemantwort“ die Ortskurve der Impedanz (Wirk- und Bindwiderstand in der komplexen Ebene) bestimmt.

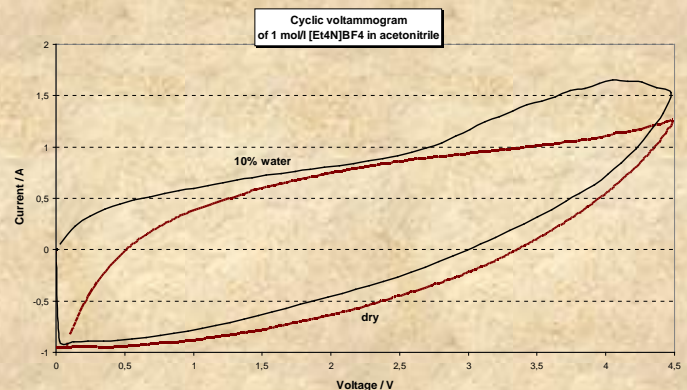


Impedanzspektroskopie

Cyclovoltammetrie (CV)

- **Elektrochemisches** Verhalten von Redoxelektroden, elektrochemischen Zellen und Korrosionssystemen.
- **Zersetzungsspannung** von Elektrolyten.

Prinzip: Eine zeitlich linear ansteigende Spannungsrampe wird an das elektrochemische System angelegt und er fließende Strom gemessen.



Cyclovoltammogramm einer Elektrolytlösung

Strom-Spannungs-Kurven (IE), Chronopotentiometrie, Chronoamperometrie, Ruhepotentialmessung

- **Korrosionsmessungen.**
- Elektrochemische Stabilität und Veränderlichkeit von Materialien.
- Lade- und Entladeverhalten von elektrochemischen Energiespeichern.

Prinzip: Der Prüfling wird von konstanter Spannung (potentiostatische Methode) oder konstantem Strom (galvanostatische Methode) durchflossen und Strom bzw. Spannung gemessen, bis sich ein stationärer Wert einstellt. Bei der Ruhepotentialmessung wird die Zellspannung bestimmt, bei dem kein äußerer Strom fließt.



Vakuumdestillation im Praktikum

Welches Verfahren für welchen Zweck?

Was möchten Sie untersuchen?

Feststoffe und Legierungen

Abbild: **REM**

Zusammensetzung:
EDX, OES, ICP

Tiefenprofil / Deckfilme:
XPS, SIMS, GDOS

Korrosion:
EIS, CV, IE

Schwermetalle

Umweltproben:
AAS, ICP

Organische Stoffe

Strukturaufklärung,
Absorption, Reflektion:
IR, UV/VIS, MS

Flüchtige Stoffe (VOC),
Luftanalyse:
GC/MS

Thermische Zersetzung
TGA, DSC

Summenparameter
**CSB, BSB,
TOC, AOX**

Polymere
**FTIR, GC/MS
TGA, DSC**