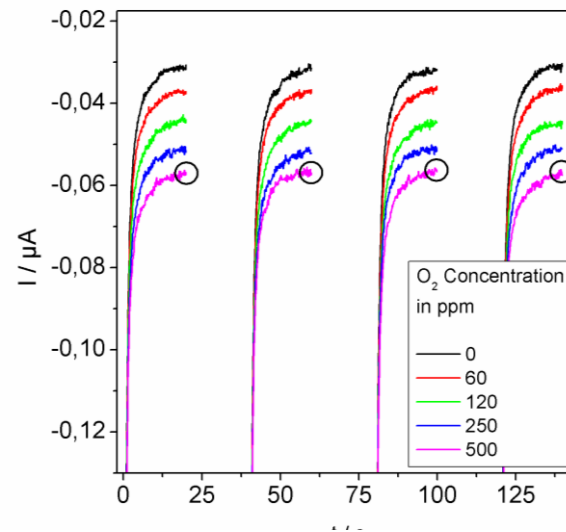


ANALYTISCHE METHODEN

ANGEWANDTE ELEKTROCHEMIE

Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT



Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

Lieber Leser,

auf den folgenden Seiten finden Sie einige Beispiele unserer analytischen Methoden, die wir Ihnen gerne als Dienstleistung anbieten.

Praxisbeispiele, Rahmendaten und Abbildungen sollen Ihnen eine Idee davon geben, ob eine Methode eventuell für Ihre Aufgabenstellung interessant sein könnte.

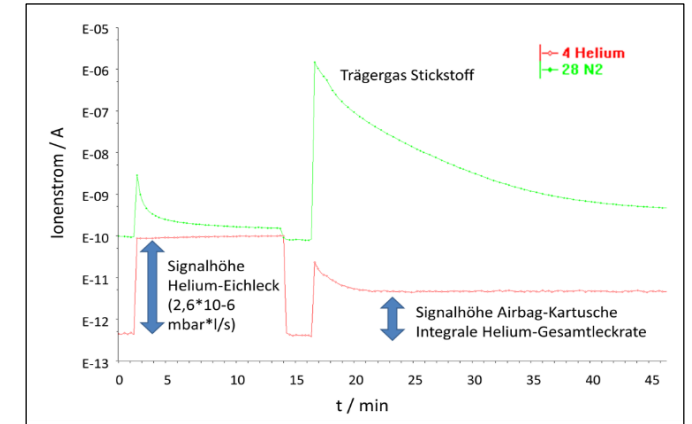
Zögern Sie nicht, uns anzusprechen.

Kontaktdaten:

- Dipl.-Ing.(FH) Peter Rabenecker
Gruppenleiter Sensorik und Analysesysteme
Angewandte Elektrochemie
Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT
Joseph-von-Fraunhofer-Str. 7, 76327 Pfinztal, Germany
Phone: +49 721 4640-247, Fax: +49 721 4640-320
peter.rabenecker@ict.fraunhofer.de

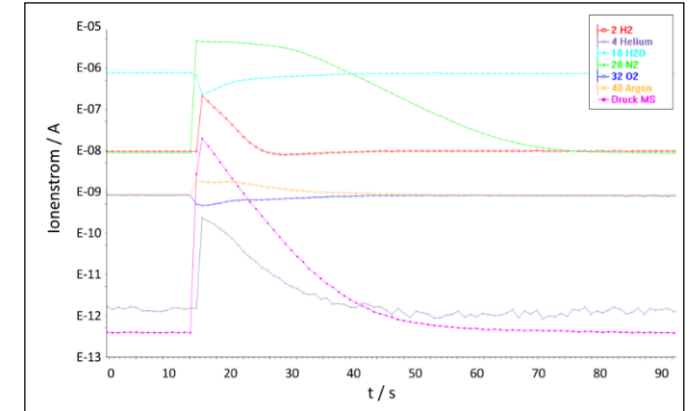
Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Leckagemessungen mit Helium
- über Massenspektrometrie (MS)
 - Probenmaterial: gasförmig
 - Probenmenge: Bauteilgröße beliebig
 - Messbare Leckraten für Helium: $10^{-3} - 10^{-12}$ mbar*l/s
 - Vorhandene Eichlecks: $2,6 \cdot 10^{-6}$ und $1,7 \cdot 10^{-8}$ mbar*l/s
 - Anwendungsbeispiele: Airbags, Batterien, Elektronikbauteile, Sensoren



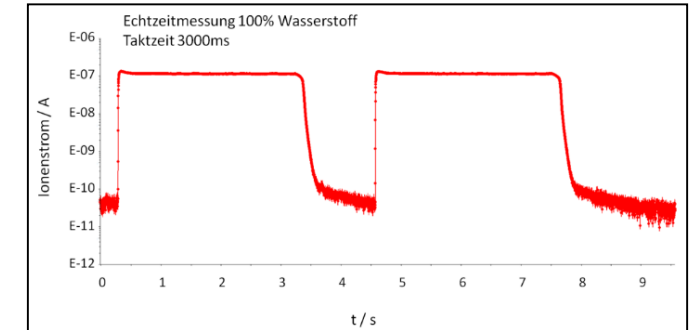
Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- In Situ Analyse sehr kleiner Gasmengen
- Online-Analyse beeinträchtigt Reaktion nicht
- über Massenspektrometrie (MS)
 - Probenmaterial: gasförmig
 - Probenmenge: 1 pico – 1000 μ Liter
 - Gasverbrauch: 100 nanoL/min. (Atmosphäre)
 - Messbereich: 1 ppb bis 100% (10 Dekaden)
 - Nachweisgrenze: 1 ppb = ca. 1 pico Liter
 - Anwendungsbeispiele: Gaseinschlüsse (Glas, Metall, Kunststoff), REED-Kontakt Gaszusammensetzung, Batteriegase (auch Knopfzellen)



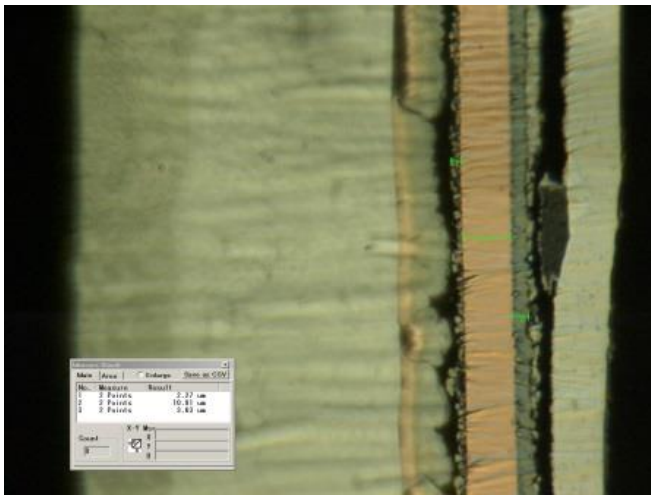
Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Echtzeitmessungen für Wasserstoff
- über Massenspektrometrie (MS)
 - Probenmaterial: gasförmig
 - Probenmenge: > 100 milli-Liter
 - Gasverbrauch: 5 ml/min. (Atmosphäre)
 - Messbereich: 100 ppb bis 100% (8 Dekaden)
 - Abtastrate = 1000 Hz bzw. Messzeit = 1 ms
 - Ansprechzeit: 190 ms
 - Anwendungsbeispiele: Schnelle Strömungsvorgänge, H₂-Verbrennungsreaktionen, H₂-Verpuffung Li-Batterien

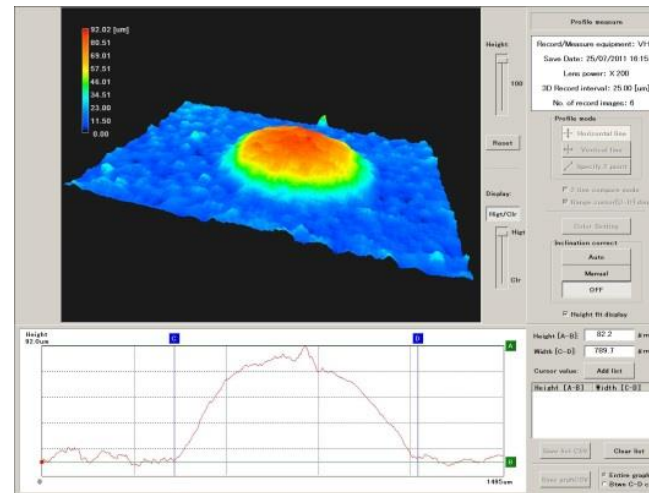


Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Inspektion von Probenmaterialien
- mittels digitaler Lichtmikroskopie
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Fertigungskontrolle, Dokumentation, 3-D Vermessung im μm -Bereich



Elektrodenaufbau Querschnitt



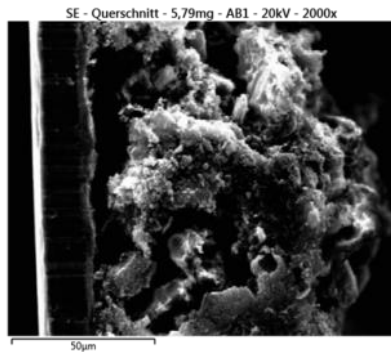
Ag-Partikel in Polymermatrix



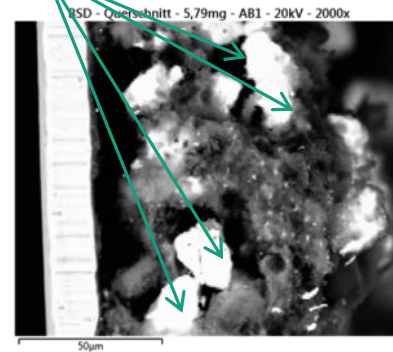
Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Topografie / Materialkontrast
- mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Elektrodencharakterisierung, Querschnittsanalyse

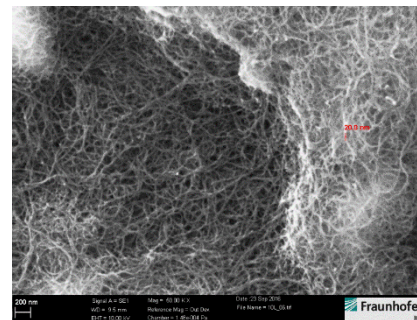
Im Topografiebild?



Schwefel Im Materialkontrast!

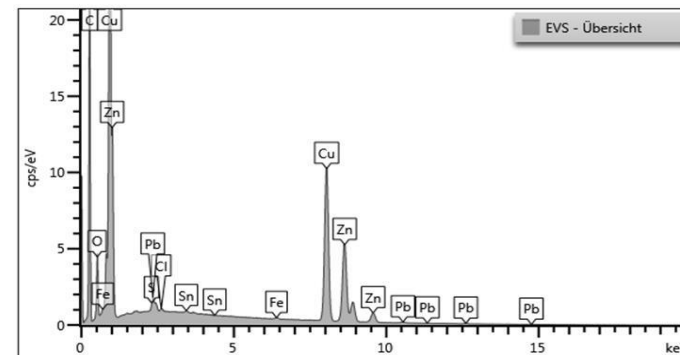
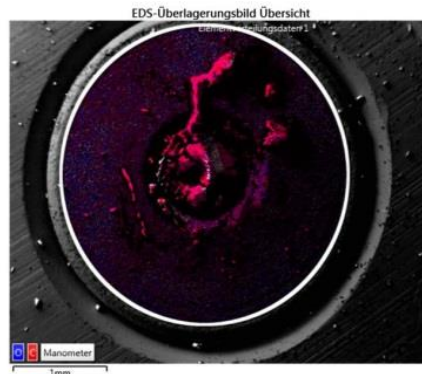


CNT-Beschichtung



Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

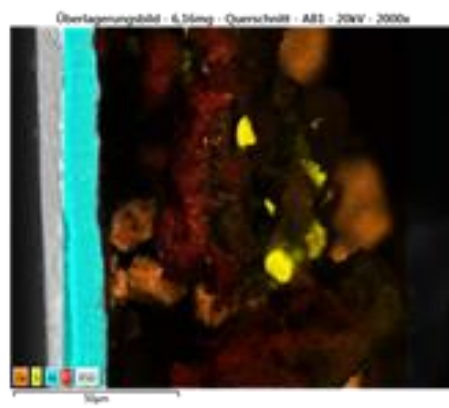
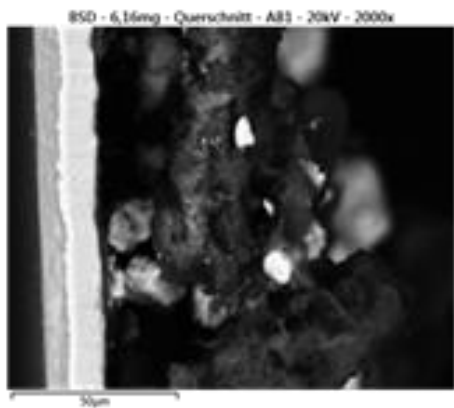
- Elementanalyse
- mittels Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Schadenanalyse



Beispiel: Korrosionsfragestellung an einem Manometer

Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Elementanalyse
- mittels Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Querschnittsanalysen

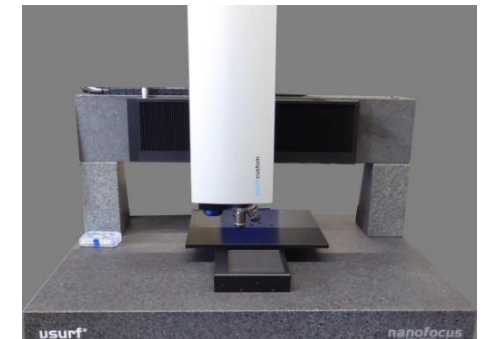
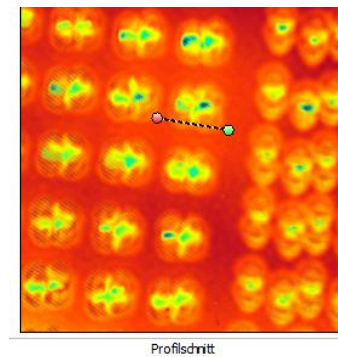
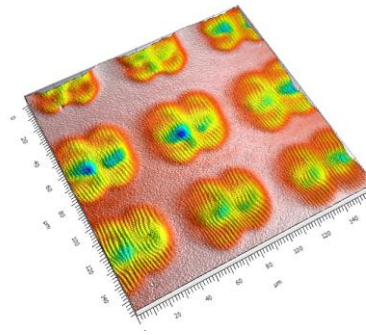
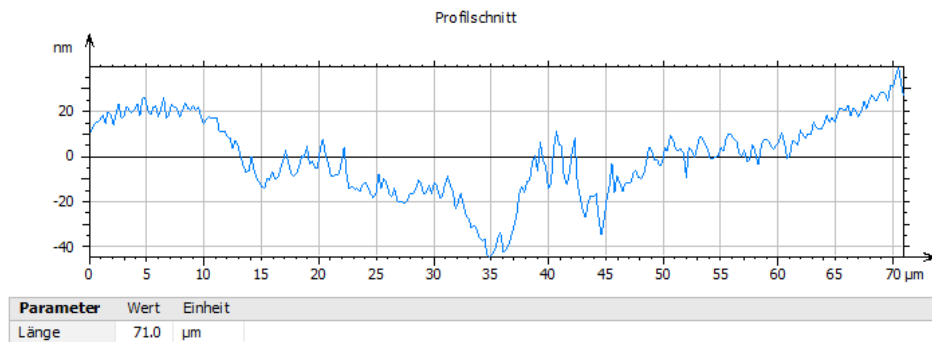


Schwefellokalisierung (gelb)
in einer Beschichtung



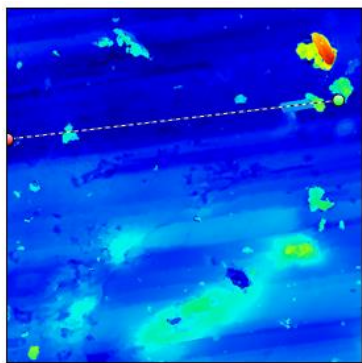
Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Oberflächencharakterisierung
- mittels Konfokaler Mikroskopie (KM)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Sprenggeprägte Hologramme



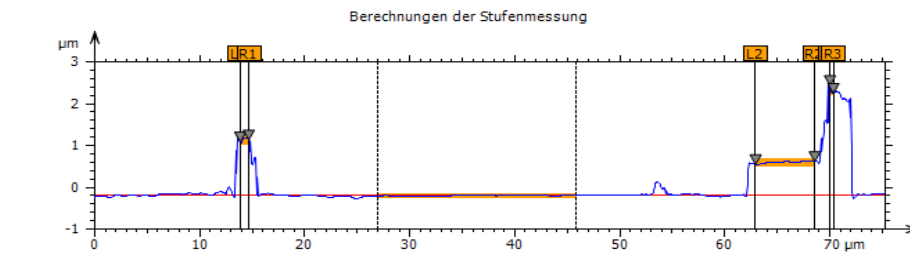
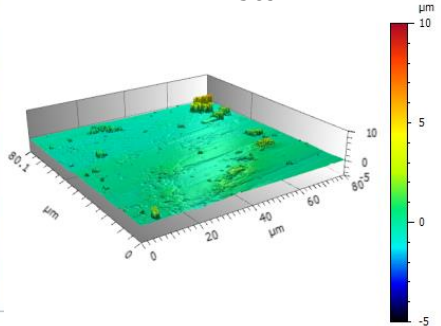
Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Oberflächencharakterisierung
- mittels Konfokaler Mikroskopie (KM)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Kristalle

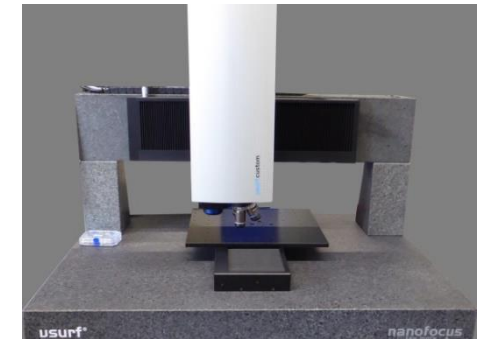


Profilschnitt

HMX-Kristall

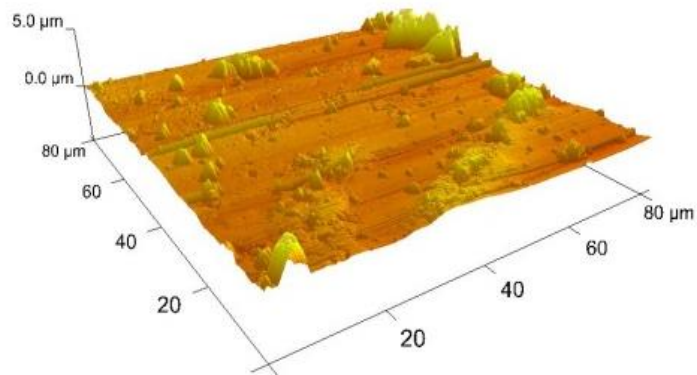


Parameter	Einheit	Stufe 1	Stufe 2	Stufe 3
Breite	µm	0.842	5.71	0.361
Maximale Höhe	µm	1.39	0.827	2.69
Durchschnittshöhe	µm	1.34	0.797	2.52

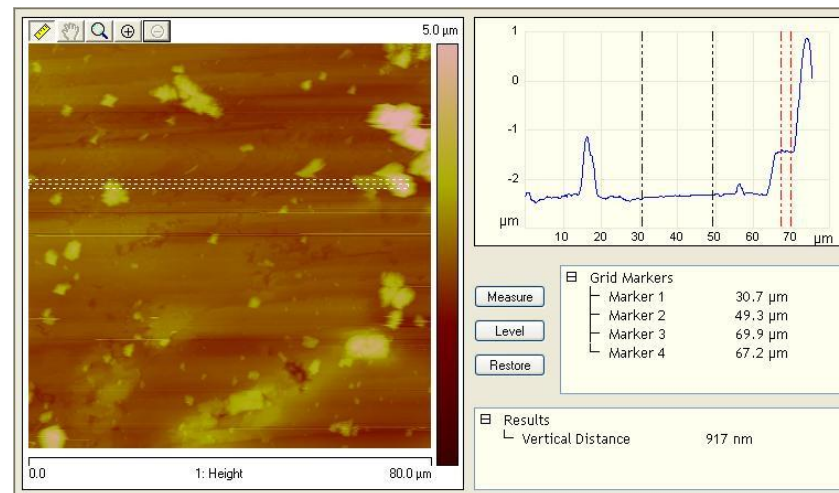


Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Oberflächencharakterisierung
- Mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Kristalle



Höhenbild mit Messung

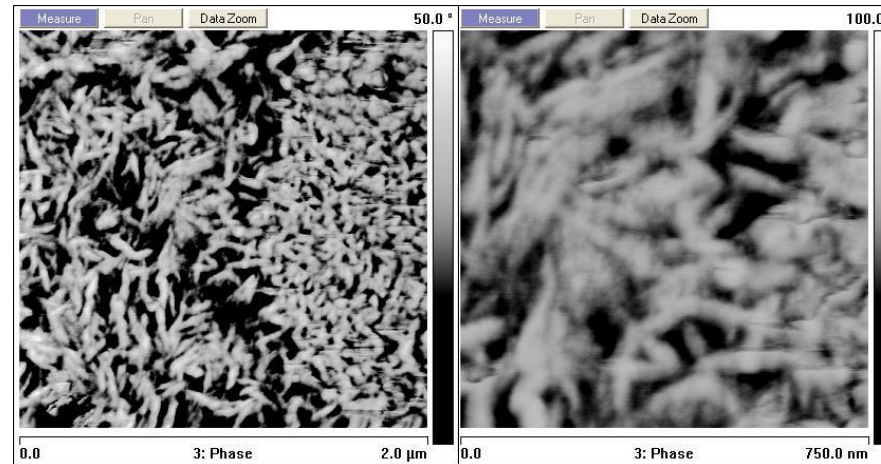
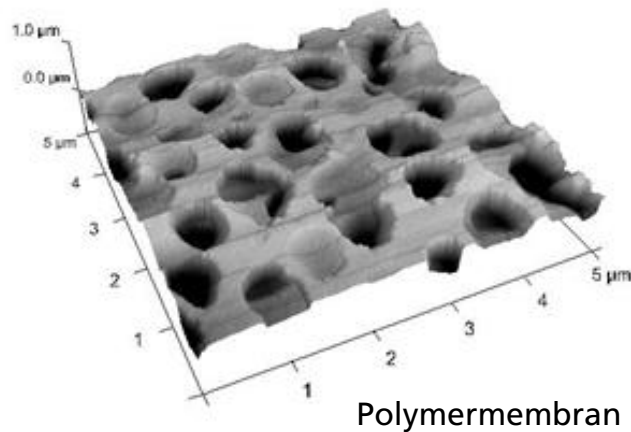


Topographie eines Kristalls



Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Materialcharakterisierung
- Mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Polymere

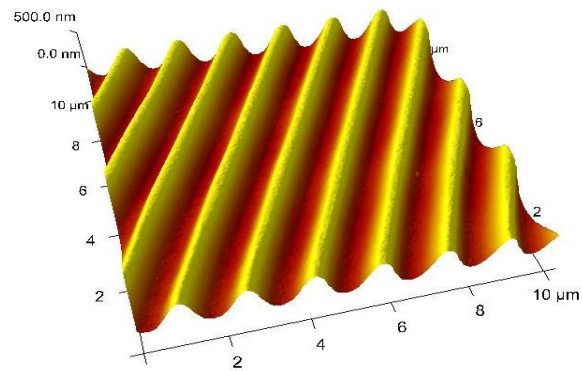


Härteunterschiede in Polyurethan
darstellbar im Phasenkontrast, Kryoschnitt

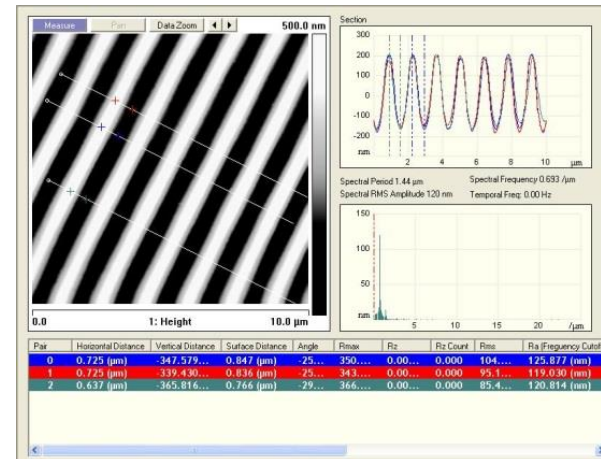


Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Topographie
- Mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM)
 - Probenmaterial: fest
 - Anwendungsbeispiele: Sprenggeprägte Hologramme



Hologrammausschnitt



Höhenmessung der Amplitude



Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Ionenanalyse – Schwerpunkt Anionen
 - Ionenchromatographie (IC), Kapillarelektrophorese (CE)
 - Free-Flow Elektrophorese (FFE), präparative Aufreinigungsmethode
 - Bisher nachgewiesene Verbindungen:
 - Fluorid, Chlorid, Bromid, Iodid
 - Chlorat, Bromat
 - Nitrat, Nitrit, Sulfat, Phosphat
 - Arsenat, Arsenit, Chromat
 - Formiat, Acetat, Propionat, ...
 - Verschiedene Hydroxycarbonate
 - Lanthanoide und Aktinoide (CE und FFE)
 - Explosivstoffe (modifizierte CE)
 - Probenmaterial: flüssig, vorzugsweise wässrig



Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Gasanalyse von eher kleinen Molekülen
 - Gaschromatographie mit element- und massenselektiven Detektoren
 - Gas-FTIR
 - Bisher nachgewiesene Verbindungen:
 - Wasserstoff, Sauerstoff, Stickstoff, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid
 - Leichtflüchtige organische Verbindungen (Alkane, Alkene, Aromaten, Alkohole uvm.)
 - Phosphortrifluorid, Phosphorylfluorid, Phosphan
 - Leichtflüchtige Schwefelverbindungen (Schwefelwasserstoff, Schwefeldioxid, Carbondisulfid, Carbonylsulfid, Methanthiol, ...)
 - Explosivstoffe (TNT, RDX, HMX, usw.)
 - Probenmaterial: fest, flüssig und gasförmig
 - Anwendungsbeispiele: Gase aus Batterien (Abusetests), Degradationsprodukte aus Batterie-Elektrolyten



Analytische Methoden der Angewandten Elektrochemie

- Thermische Analyse zur Erfassung physikalischer Umwandlungen und chemischer Reaktionen
- mit Wärmestrom-DSC
 - Proben: fest, flüssig, $\leq 1\text{mg}$
 - Anwendungsbeispiele: Materialprüfungen (Alterungsbeständigkeit, Schadensanalyse, Qualitätssicherung) von Komponenten oder Bauteilen (Kunststoffen)
Untersuchung von Komponenten für die Batteriesicherheit

