

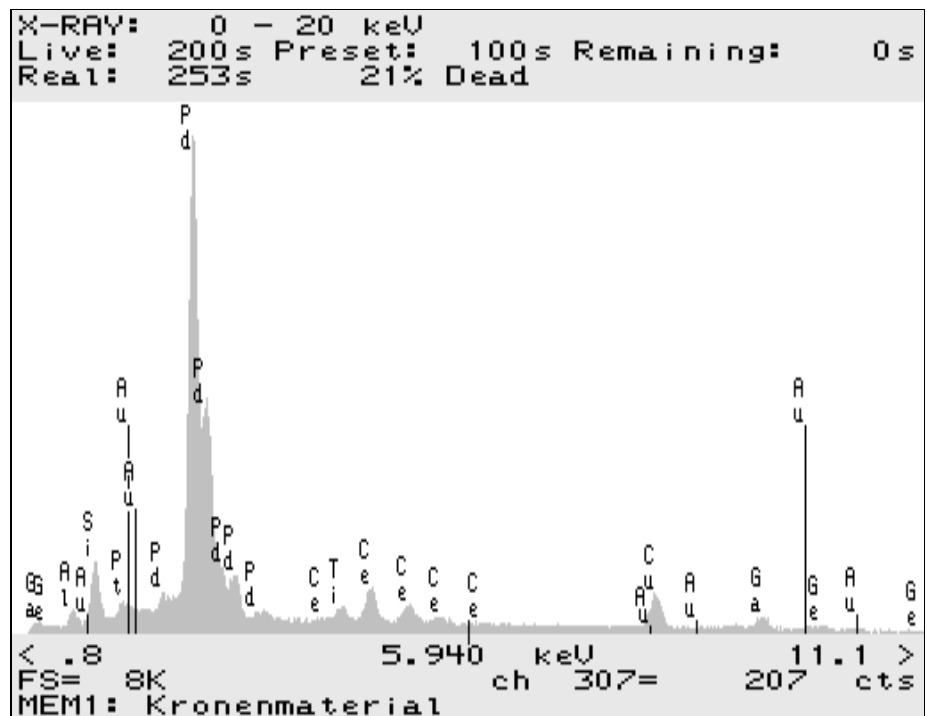
## Analytische Werkstoffbestimmung mit dem Rasterelektronenmikroskop und der Mikroanalyse

Das Rasterelektronenmikroskop eignet sich gut dafür, die chemische Zusammensetzung vieler Werkstoffe zu bestimmen. Natürlich werden dafür auch andere Analysenverfahren eingesetzt. - Die besonderen Vorteile gerade dieses Verfahrens liegen in der Möglichkeit Werkstoffe zu bestimmen, nachdem diese bereits zum Fertigprodukt oder Halbfertigprodukt weiterverarbeitet wurden. Außerdem können die Werkstücke fast beliebig geformt, zusammengesetzt und fast beliebig klein sein. Die Obergrenzen der Probengröße liegen bei etwa 12x10x5 cm (je nach Probenkammer und Probenstisch im Gerät). In vielen Fällen ist keinerlei Präparation erforderlich und die Proben bleiben unverändert. Das analysierte Volumen kann bis in den Mikrometerbereich hinunter verkleinert werden.

Eine qualitative Analyse erfordert einen Zeitaufwand von nur einigen Minuten. Man erhält dabei zunächst einen Überblick über die enthaltenen Elemente und eine Konzentrationsabschätzung. Die Daten dieser qualitativen Analyse können zusätzlich vollquantitativ ausgewertet werden. Nach Aufnahme geeigneter Standarddaten für das jeweilige Analysenproblem kann auch ein vollquantitatives Analyseergebnis in wenigen Minuten vorliegen.

### Beispiel: Feststellung der chemischen Zusammensetzung einer Zahnkrone.

Es handelte sich um eine nach längerem Tragen entfernte Überkronung von 4 Zähnen. Das Kronenmaterial wurde mit Leit-C-Plast auf einen Probenhalter aufgesetzt und ohne weitere Vorbereitungen im REM untersucht.



Im Spektrum des analysierten Oberflächenbereiches (siehe Abb. oben) wurden die identifizierten Linien mit den chem. Symbolen der zugehörigen chem. Elemente gekennzeichnet. Außerdem wurde die Lage der Goldlinien im Spektrum markiert, um zu zeigen, daß Gold im Material dieser Krone nicht nachweisbar ist. Die Linien von Silizium und Aluminium im Spektrum werden durch Reste der Keramikverblendung im analysierten Bereich verursacht.

Die im Anschluß an die Aufnahme des Spektrums durchgeführte Quantifizierung ergab folgendes (Originalausdruck des Analysensystems):

```

Kronenmaterial          LIVETIME(spec.)= 200
  ENERGY    RES      AREA
    1.0     75.22  129974
TOTAL AREA= 154484
...
FIT INDEX= 2.79

ELMT      APP.CONC  ERROR(WT%)
AlK : 0     .335    .029Not used for quantitation
SiK : 0     .969    .033Not used for quantitation
TiK : 0     .432    .049
PdL : 0    24.578   .333
AgL : 0    - .428   .323* < 2 Sigma*
AuM : 0     .108   .100* < 2 Sigma*
PtM : 0     .468   .099
CuK : 0     3.277   .161
CeL : 0     3.016   .134
GaK : 0     1.854   .213
GeK : 0     .659   .267
AuL : 0     .464   .534* < 2 Sigma*Not used for quantitation

ZAF CALCULATIONS

..[ 2 iterations]

20.00 kV  TILT=20.00  ELEV=20.00  AZIM=45.00  COSINE=1.000

Spectrum:  Kronenmaterial          Labor Dr. Lorenz

All elmts analysed,NORMALISED

ELMT      ZAF      %ELMT +-      Error ATOM.%
TiK : 0   .870    1.354 +-      .154  2.803
PdL : 0   .926   72.442 +-     .981  67.488
AgL : 0   .955    < .647 +-     .323
AuM : 0   .764    < .200 +-     .100
PtM : 0   .741    1.725 +-     .365   .877
CuK : 0  1.057    8.456 +-     .416  13.191
CeL : 0   .880    9.356 +-     .416   6.619
GaK : 0  1.115    4.534 +-     .520   6.447
GeK : 0  1.031    1.744 +-     .706   2.381
TOTAL                99.612                100.000

```

### Ergebnisse:

Das Kronenmaterial besteht aus einer komplexen, mehrphasigen Metalllegierung. Hauptlegierungsbestandteil ist Palladium (Pd).

Element	Gew. %	stat. Fehler
Titan (Ti)	1.4	+ - 0.2
Palladium (Pd)	72.4	+ - 1.0
Silber (Ag)	< .6	+ - 0.3
Gold (Au)	< .2	+ - 0.1
Platin (Pt)	1.7	+ - 0.4
Kupfer (Cu)	8.4	+ - 0.4
Cer (Ce)	9.3	+ - 0.4
Gallium (Ga)	4.5	+ - 0.5
Germanium (Ge)	1.7	+ - 0.7
Summe	100.2	

Die wesentliche Aussage des Analysenausdruckes wird nebenan nochmal in allgemeiner verständlicher Form zusammengefaßt:

Analysiert wurde ein unregelmäßiger Oberflächenbereich von etwa 50x70µm Ausdehnung. Neben dem oben angegebenen Fehler sind weitere Fehler möglich durch den Einfluß der unregelmäßigen Oberfläche und die Inhomogenität der Legierung im Analysenbereich. Die Gehalte von Gold und Silber liegen unter der Nachweisgrenze des Analysensystems.