

Institut für Geographie und Geologie  
Julius-Maximilians-Universität Würzburg  
Am Hubland · D-97074 Würzburg

Sekretariat: +49 (0)931 31-85421  
PC-Fax +49 (0)931 / 31-87345  
e-mail: christine.linge@uni-wuerzburg.de  
Internet: www.geographie.uni-wuerzburg.de  
Laborleiter: Prof. Dr. Ulrich Schüßler  
e-mail: uli.schuessler@uni-wuerzburg.de

## Nutzungsordnung für die Elektronenstrahl-Mikrosonde

Laut Beschluss des Lehrstuhls für Geodynamik und Geomaterialforschung der Universität Würzburg vom 08.11.2010 wird die Nutzung des Elektronenstrahl-Mikrosondenlabors durch folgende Nutzungsordnung geregelt.

### 1. Laborausstattung

Kernstück des Labors ist eine Elektronenstrahl-Mikrosonde CAMECA SX50 mit 4 wellenlängen-dispersiven Röntgenspektrometern, Sekundär- und Rückstreuielektronen-Detektoren und einem nachträglichen Update der Computersteuerung durch eine Unix-Sun-Workstation. Die analytischen Möglichkeiten umfassen die Darstellung der Raster-Elektronenbilder, eine qualitative Analytik, eine quantitative Analytik der Haupt- und Nebenelemente ab Ordnungszahl 11 (Na) anhand von Punktanalysen bei einer räumlichen Auflösung von > 2 Mikrometern und die Erstellung von Element-Verteilungsbildern (mapping). Die Analytik von Spurenelementen erfolgt nicht routinemäßig, ist in bestimmten Fällen aber möglich. Die Routineanalytik bezieht sich in erster Linie auf geologisches Probenmaterial, i.e. gesteinsbildende Minerale, Erzminerale, im weiteren Sinne auch auf archäologische und moderne Werkstoffe. Es können standardmäßig Proben mit folgenden Abmessungen analysiert werden:

- Rechteckige Proben mit den Abmessungen 48 x 8mm; Dicke der Proben maximal 2 mm; Oberfläche entsprechend poliert; nicht abgedeckt (Dünnschliffe, Streupräparate)
- Runde Proben mit Durchmessern von 25 mm oder 39 mm; Dicke der Proben maximal 2 cm; Oberfläche entsprechend poliert; nicht abgedeckt (Erzanschliffe, eingegossene Proben)
- Kleine, unregelmäßig geformte polierte Objekte mit einer maximalen Größe von 40 x 50 x 18 mm (z.B. archäologische Proben, unformatierte Erzproben, Werkstoffproben)

Die Proben müssen vor der Messung gründlich gereinigt und mit einer ca. 150 nm dicken Kohlenstoffschicht zur Ladungsableitung bedampft sein.

### 2. Probenvorbereitung

Eine fachmännische Probenpräparation ist Grundvoraussetzung für eine sinnvolle Messung. Standardmäßig werden nur Proben untersucht, deren Oberfläche eben und entsprechend poliert sind (Polierfinish: 0.25 – 1 µm). Gegebenenfalls kann die Qualität der zu untersuchenden Probenoberflächen von den betreuenden Personen überprüft werden. Falls die Qualität nicht ausreicht, wird dringend empfohlen, die Präparation im Institut durchführen zu lassen, u.U. kostenpflichtig. Bevor eine Probe analysiert werden kann, müssen einige wichtige Arbeitsschritte vom Benutzer selbst durchgeführt werden.

## **2.1 Messtermin**

Termine für Messungen werden bei den betreuenden Personen nachgefragt (per Telefon, e-mail oder persönlich) und in einen Kalender eingetragen. Alle Termine haben unverbindlichen Charakter, da jederzeit Störungen im Labor auftreten können, die eine Umplanung zur Folge haben. Signifikante Änderungen des Messplanes, die sich aus einem Stillstand der Mikrosonde mit längerem Service-Einsatz ergeben können, werden im Einvernehmen mit den Arbeitsgruppenleitern diskutiert, wobei insbesondere die Dringlichkeit eines Messprojektes berücksichtigt wird (z.B. Abgabetermin von BSc-Arbeiten).

## **2.2 Probenpräparation**

Eine Probenpräparation muss rechtzeitig bei dem für das Präparationslabor zuständigen Mitarbeiter in Auftrag geben werden. Erstnutzer (z.B. Studierende im Rahmen von studienqualifizierenden Arbeiten) sollen unbedingt ein Vorgespräch mit den Betreuern der Sonde über die Art der Präparation bzw. über die Anzahl der Proben führen.

Eine solide Zeitplanung für ein Messprojekt ist absolute Voraussetzung für die Realisierung der Analyse. Die einzelnen Schritte sind: 1. Auswahl der Proben, 2. Probenpräparation, 3. Vorbereitende Arbeiten mit dem Lichtmikroskop, 4. Markierung der Messbereiche, 5. Fotografische Dokumentation der Messbereiche, 6. Bedampfung der Probe, 7. Eigentliche Analyse. Auf jeden Fall sollte(n) die polierte(n) Probe(n) einige Tage vor dem Messtermin im Mikrosondenlabor vorliegen (Regel: 5 Werkta-ge), da die Proben vor der Messung noch bedampft werden müssen, und es nicht für jede Probe eine eigenständige Bedampfung geben kann.

## **2.3 Vorarbeiten vor der Messung**

- Die Proben müssen vor der eigentlichen Mikrosonden-Analyse mit dem Lichtmikroskop untersucht werden.
- Interessante Stellen sollen dazu markiert werden.
- Vor der Abgabe der Proben im Mikrosondenlabor müssen die Oberflächen der Proben sorgfältig gereinigt werden.
- Erfahrene Nutzer sollen am Tag der Messung die Proben selbständig in den Probenhalter einbauen und vor der Messung geklärt haben, mit welchen Analysen-Settings gearbeitet werden soll.
- Erstnutzer sollen sich spätestens am Vortag der Mess-Sitzung den Betreuern die Informationen zukommen lassen, mit welcher Probe angefangen werden sollen, welche Elemente gemessen werden sollen, und ob irgendwelche besonderen Messoptionen angewendet werden sollen (z. B. Profile, qualitative Untersuchungen, Element-Mapping, Spurenelement-Messungen etc.).

## **3. Kosten**

Die Kosten des Labors setzen sich aus zwei Posten zusammen:

### **1. Kosten für Anschaffung und Betrieb**

- Strom, Wasser, Klima
- Stelle für Betreuung
- Reparaturkosten
- Ersatz von elektrischen und mechanischen Komponenten, die nicht typischen Verschleißteilen entsprechen (z. B. Netzteile; Vakuumpumpen; Computer)

## 2. Kosten zur Durchführung des Messbetriebes und zur Sicherung der Analysenqualität

- Kosten für Spezialgase (Argon/Methan und Stickstoff)
- Laufende Kosten für Verbrauchsmaterial (z.B. Filamente, Blenden, Zählrohrfenster, Spektrometerfenster)
- Kosten für Wartungen und Service (z.B. Säulenreinigung; Justierarbeiten; Reinigung des Probenraumes; Wartung des X-Y-Z-Tisches und der Spektrometer; Wartung der Vakuumkomponenten; Wartung der Ionengetterpumpe)
- Neuerwerb, bzw. Nachkauf von zertifizierten Standards

Für die Berechnung der anteiligen Laborkosten, die auf akademische Nutzer umgelegt werden können, wurden ausschließlich die Laborkosten zur Durchführung des Messbetriebes und zur Sicherung der Analysenqualität berücksichtigt (zweiter Posten, auf der Basis der der letzten Jahre). Daraus ergeben sich folgende Nutzungspauschalen für unterschiedliche Nutzergruppen:

• **150 € / Messtag** - für alle akademischen Arbeiten, die von Lehrstuhlangehörigen durchgeführt werden (in der Verantwortlichkeit der jeweiligen Arbeitsgruppenleiter) sowie auch für jene Gäste, die direkt mit den Arbeitsgruppenleitern in gemeinsamen Projekten kooperieren.

• **250 € / Messtag** - für Universitätsangehörige, die nicht zum Lehrstuhl für Geodynamik und Geomaterialforschung zählen und für solche Gäste, die nicht im Rahmen von Projekten mit den Arbeitsgruppenleitern kooperieren. Für diese Messprojekte gilt, dass nach dem Hochfahren und Einstellen die Mikrosonde der ganze Tag bis zum nächsten Morgen zur Verfügung steht (9 Uhr). Hilfe bei messtechnischen Problemen kann üblicherweise in der Zeit von 9-17 Uhr gewährt werden. Allerdings wird davon ausgegangen, dass der Nutzer nach einer Einweisung in der Lage ist, das Gerät selbständig zu bedienen.

• **200 € / Stunde oder 2000 € / Messtag** – für Dritte (Firmen) im Rahmen von kommerzieller Auftragsanalytik. Diese Kosten umfassen Messgerätezeit, intensive Betreuung des Projektes durch den Operator, Evaluation der Daten, Abfassen eines Berichtes. Für automatisierte Messungen steht der gesamte Tag bis zum nächsten Morgen zur Verfügung (9 Uhr). Allgemein gilt, dass die Kosten für Probenvorbereitung (Anfertigen von Dünnschliffen, Bedampfen mit Kohlenstoff usw.) nicht in den Gebühren für die Nutzung der Mikrosonde enthalten sind. Hinweise zur Probenvorbereitung sollten vorher erfragt werden.

Würzburg, 08.11.2010

.....  
Prof. Dr. H. Frimmel  
Lehrstuhlinhaber

.....  
Prof. Dr. U. Schüßler  
Laborleitung Mikrosonde