



ICAN

INTERDISCIPLINARY CENTER FOR
ANALYTICS ON THE NANOSCALE

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN

Offen im Denken

Auf der Mikro- und Nanoskala

Ein Größenvergleich

Im Vergleich zum Durchmesser der Erde entspricht die Größe einer Haselnuss etwa einem Nanometer...



Größe einer
Haselnuss



ca. 13 mm

$1 \text{ m} = 1\,000 \text{ mm}$







$1 \text{ m} = 1\,000\,000 \text{ }\mu\text{m}$

$1 \text{ mm} = 1\,000\,000\,000 \text{ nm}$

bzw. $1 \text{ nm} = 0,000\,000\,001 \text{ m}$

Durchmesser der Erde rund $13\,000 \text{ km} = 13\,000\,000 \text{ m} = 13\,000\,000\,000 \text{ mm}$

Inhalt

	Wissenschaft braucht Analytik	2
	Zur Geschichte des ICAN	4
	Wenn Nano ans Limit kommt	6
	Wo Bindung bestimmend ist	10
	Von der Oberfläche in die Tiefe	14
	Oberflächeneigenschaften fühlen	18
	Aus groß mach klein	22
	Ohne sie läuft nichts	26
	Impressum	28

Wissenschaft braucht Analytik

Frank-J. Meyer zu Heringdorf - Wissenschaftlicher Direktor

Problemstellungen aus den Natur- und Ingenieurwissenschaften haben eines gemeinsam: um sie fundiert zu beantworten, werden Geräte benötigt, die genau für die Klärung der spezifischen Fragestellung entwickelt wurden. Aus den vielfältigen Forschungsschwerpunkten innerhalb von CENIDE ergeben sich daraus unterschiedlichste analytische Anforderungen.

Aufwändige Mikroskopie

Häufig ist es notwendig, spektrale Information mit räumlicher Auflösung zu kombinieren. Hochentwickelte mikroskopische Nanoanalytiken sind allerdings meist derartig kostspielig, dass sie die Budgets einzelner Forscherteams übersteigen. Zudem wäre es für einzelne Arbeitsgruppen kaum möglich, einen aufwändigen Gerätepark mit mehreren komplexen Geräten adäquat zu unterhalten und auszulasten. Es ist daher üblich geworden, aufwändige analytische Geräte gemeinsam zu nutzen. In diesem Kontext steht das „Interdisciplinary Center for Analytics on the Nanoscale“ (ICAN) als Gerätezentrum innerhalb des Profilschwerpunkts „Nanowissenschaften“ an der Universität Duisburg-Essen.

Die ICAN Mission

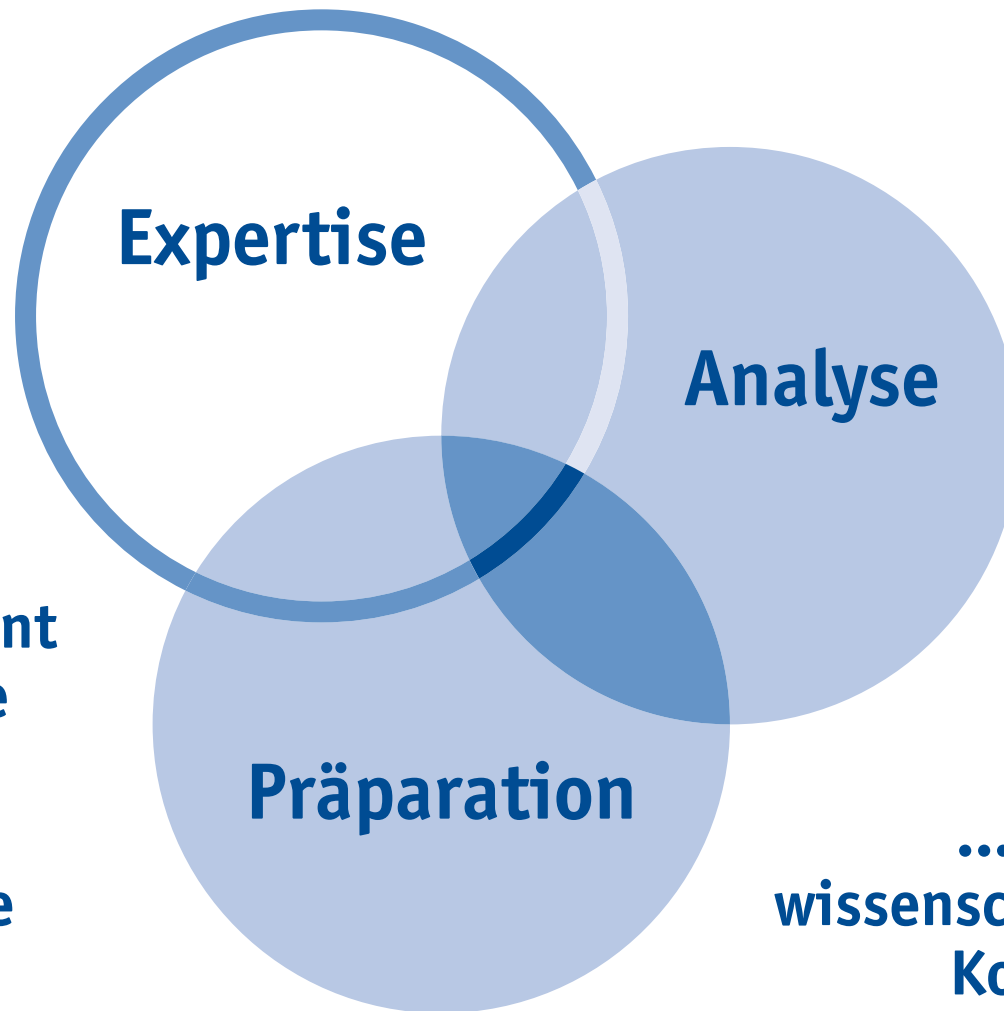
Mit finanzieller Unterstützung durch die Universität betreibt das ICAN seit 10 Jahren ein Mikroskopiezentrum im NanoEnergieTechnik Zentrum (NETZ). Das ICAN stellt hochmoderne analytische Methoden zentral zur Verfügung und vermittelt zudem die Nutzung von in den Arbeitsgruppen vorhandenen Geräten.

Analyse, Präparation und Expertise

Das ICAN bietet neben der eigentlichen Messtechnik auch die präparative Vorbereitung von Proben. Die Kreise im Logo des ICAN stehen so gewissermaßen als Symbole für *Präparation* und *Analytik*. Die vorliegende Broschüre möchte diese Kompetenzen um einen weiteren wichtigen Aspekt erweitern, der häufig als Selbstverständlichkeit gesehen wird: es bedarf hochqualifizierten, naturwissenschaftlich ausgebildeten Personals, um die komplexen Geräte zu bedienen und die gewonnenen Daten korrekt zu interpretieren. Denn selbst mit den besten Methoden lassen sich komplexe Fragestellungen nur dann beantworten, wenn fundierte wissenschaftliche Expertise vorhanden ist.

Willkommen im ICAN,

dem Nanoanalytik- und Mikroskopiezentrum von CENIDE.



Das ICAN vereint
anspruchsvolle
analytische
Messmethoden
und präparative
Techniken...

...mit hoher
wissenschaftlicher
Kompetenz.

Zur Geschichte des ICAN

2014-2024 - 10 Jahre ICAN

Das ICAN blickt auf eine Erfolgsgeschichte zurück, die 2007 ihren Anfang nahm. Kurz nach der Gründung von CENIDE wurden bereits die ersten Ideen darüber ausgetauscht, wie es gelingen könnte, die in den Arbeitsgruppen vorhandenen analytischen Ressourcen effektiv zu nutzen, indem man sie anderen zur Verfügung stellt. Aus dieser Idee entstand zwischen 2009 und 2010 das ICAN.

10 Jahre ICAN

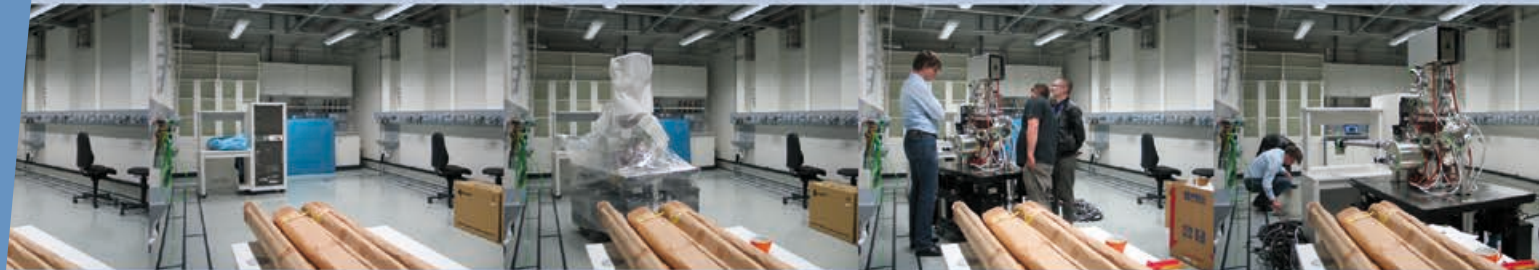
Seit 2012 wurde das ICAN strukturell und personell weiterentwickelt. Im Rahmen des NETZ-Forschungsbaus konnten Mittel für fünf Groß- und etliche Kleingeräte eingeworben werden. Gleichzeitig wurden im Rahmen eines DFG-Antrages für ein Gerätezentrum Mittel zur Finanzierung des erforderlichen Personals eingeworben. Die Großgeräte wurden ab 2013 in Betrieb genommen und zentrales Personal für Technik und Buchhaltung eingestellt. Die Eröffnung des Mikroskopiezentrums 2014 im NETZ war dann der offizielle Start des ICAN. Um das ICAN weiter auszubauen und als DFG-registriertes Gerätezentrum dauerhaft an der UDE zu etablieren, gab es 2017 einen DFG-Folgeantrag.

Damit entstand das ICAN in seiner heutigen Struktur, mit einem wissenschaftlichen Direktor, vier Wissenschaftlern, einem technischen Mitarbeiter und einem Buchhalter.

Das ICAN heute

Aktuell blickt das ICAN auf modernste Geräte, eine solide Personaldecke und eine professionelle Buchhaltung. Das ICAN unterstützt eine breite Nutzerbasis aus akademischen Einrichtungen und der Industrie mit Probenpräparation, Analytik und wissenschaftlicher Expertise. Regelmäßig werden Nutzer auch an den Geräten geschult und für einen Anwenderbetrieb ausgebildet. Das ICAN tritt regelmäßig als Aussteller auf Messen und Konferenzen auf und vermittelt mit Training-Days und den ICAN Notes Grundlagenwissen an Nutzer und Interessierte.

Aufgrund der Möglichkeiten und der Expertise spielt das ICAN heute eine wichtige Rolle in zahlreichen koordinierten Forschungsprojekten. Zehn Jahre nach der Eröffnung des zentralen Mikroskopiezentrums ist das ICAN damit zu einem unverzichtbaren Bestandteil der Nanowissenschaften an der UDE geworden.



Campus:Aktuell

Newsletter der Universität Duisburg-Essen

Ausgabe 11.2/2014 > 19.11.2014

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN

Offen im Denken

MELDUNG DES TAGES

Tiefe Einblicke: Neues Mikroskopiezentrum



Priv.-Doz. Nils Hartmann (oben) und CENIDE-Direktor Prof. Christof Schulz erläutern die Funktionsweise eines Spektrometers. © UDE

Ruhe, stabiles Klima und eigene Fundamente: Das brauchen die fünf hochauflösenden Großgeräte im neuen Mikroskopiezentrum. 50 Gäste aus Forschung und Industrie fanden sich zur feierlichen Einweihung im NanoEnergieTechnik-Zentrum (NETZ) ein.

► <https://www.uni-due.de/de/presse/meldung.php?id=8728>

NANO
ENERGIE
TECHNIK
ZENTRUM



Wenn Nano ans Limit kommt

Markus Heidelmann - Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM)

Ab und an ist es notwendig, den Dingen im Detail auf den Grund zu gehen. Fragestellungen bezüglich moderner Werkstoffe, zum Beispiel in Halbleiterchips, erfordern es, die Bausteine dieser Werkstoffe bis ins Kleinste zu erkennen und deren atomare Struktur abzubilden. Beispielsweise haben die einzelnen Transistoren eines aktuellen Mikroprozessors lediglich eine Breite von drei Nanometern, also drei milliardstel Meter. Auf atomarer Skala handelt es sich hier also nur noch um eine Breite von etwa zehn Atomen. Führt nun ein Problem im Fertigungsprozess dazu, dass stellenweise zwei, drei Atome zu viel oder zu wenig vorhanden sind, so ändern sich die Eigenschaften des Transistors dramatisch. Dies kann letzten Endes zum Versagen eines ganzen Prozessors führen. Gleiches gilt z.B. auch hinsichtlich der atomaren Struktur von Katalysatoren, bei welchen die eigentliche Reaktion oft nur an Fehlstellen im Kristallgitter auftritt. Die Analyse mittels atomar aufgelöster Transmissions-Elektronen-Mikroskopie kann hier entscheidende Hilfestellung leisten.

Markus Heidelmann promovierte nach seinem Studium der Physik an der RWTH Aachen im

Bereich TEM am Peter Grünberg Institut im Forschungszentrum Jülich, wobei der Schwerpunkt auf der Methodenentwicklung lag. Daran anschließend beschäftigte er sich zunächst mit der tomographisch/räumlichen Abbildung von Kohlenstoffnanoröhrchen in technischen Textilfasern und wandte sich später der Untersuchung komplexer metallischer Legierungen zu. Deren Struktur unterscheidet sich von herkömmlichen Legierungen dadurch, dass sich in ihren Einheitszellen - so wird die kleinste mögliche Anordnung von mehreren Atomen zu einem Baustein, aus welchem wiederum der gesamte Festkörper aufgebaut ist, benannt - nicht nur eine Hand voll Atome befinden, sondern bis zu mehreren Tausend. Nach einem kurzen Abstecher in das Feld der Hochentropielegierungen wechselte er schließlich zu seiner jetzigen Tätigkeit.

Im ICAN berät er zum Thema TEM und analysiert unterschiedlichste Probenmaterialien. Des Weiteren gehört die Unterweisung von Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern in die selbständige Arbeit am TEM, einschließlich der eigenverantwortlichen Analyse der Messergebnisse, zu seinen Aufgaben.



TEM

Transmissions-Elektronen-Mikroskopie

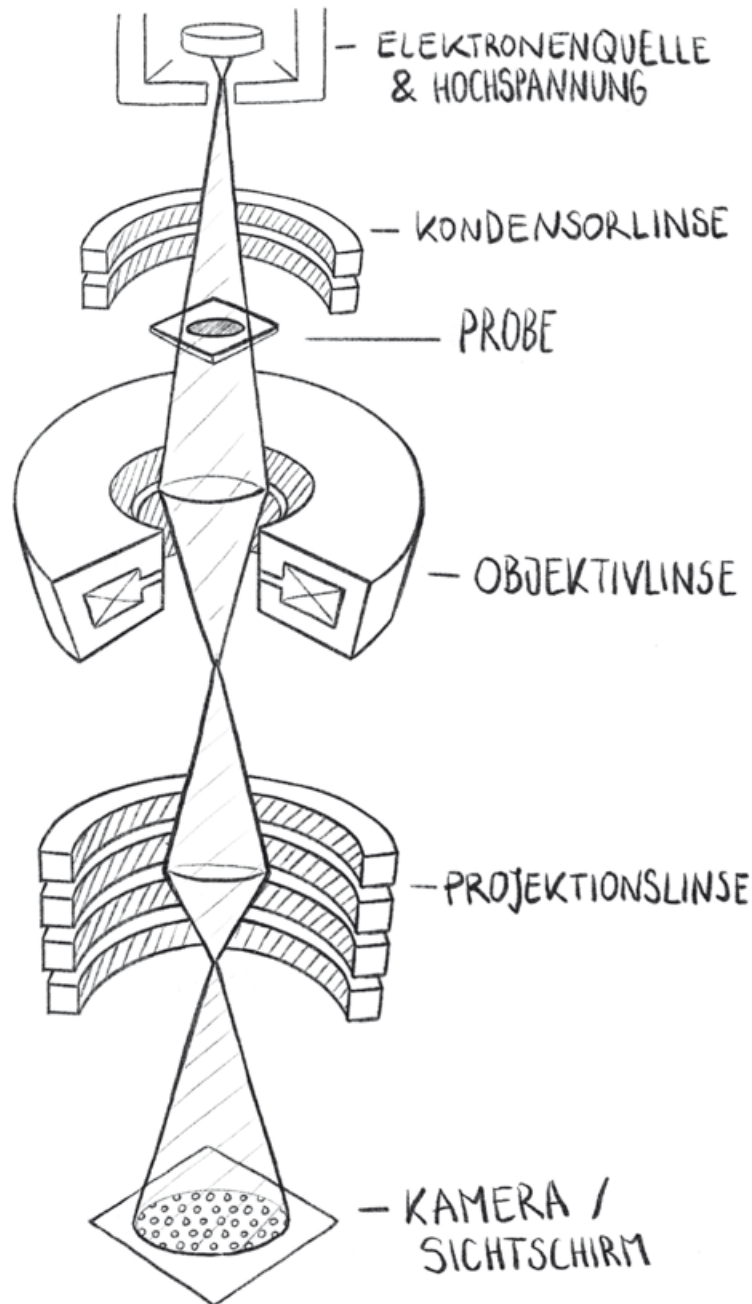
Die theoretisch erreichbare Auflösung, also die Möglichkeit, zwei dicht beieinander liegende Objekte noch als solche zu erkennen, hängt für ein Lichtmikroskop nach Ernst Abbe von der Wellenlänge des verwendeten Lichts ab. Für sichtbares Licht mit einer Wellenlänge von beispielsweise 500 nm ist die Auflösung auf circa 250 nm begrenzt, wobei ein Nanometer (nm) dem milliardsten Teil eines Meters entspricht ($1 \text{ nm} = 0,000\,000\,001 \text{ m}$).

Atomare Abstände in Festkörpern liegen allerdings im Bereich 0,3 nm und sind daher mit sichtbarem Licht nicht abzubilden.

In einem Transmissions-Elektronen-Mikroskop werden zur Abbildung die Proben mit stark beschleunigten Elektronen durchstrahlt. Die Wellenlänge der Elektronen hängt von der Beschleunigungsspannung ab, z.B. 0,00275 nm bei 200 kV, und ist damit deutlich kleiner als interatomare Abstände.

Als Linsen kommen Elektromagneten zum Einsatz, welche den Elektronenstrahl zunächst auf die Probe fokussieren und anschließend eine vergrößerte Abbildung auf einer Kamera erzeugen. Die Proben müssen hierfür „elektronentransparent“ sein, was im Wesentlichen bedeutet, dass ihre Dicke kleiner als 100 nm sein muss.

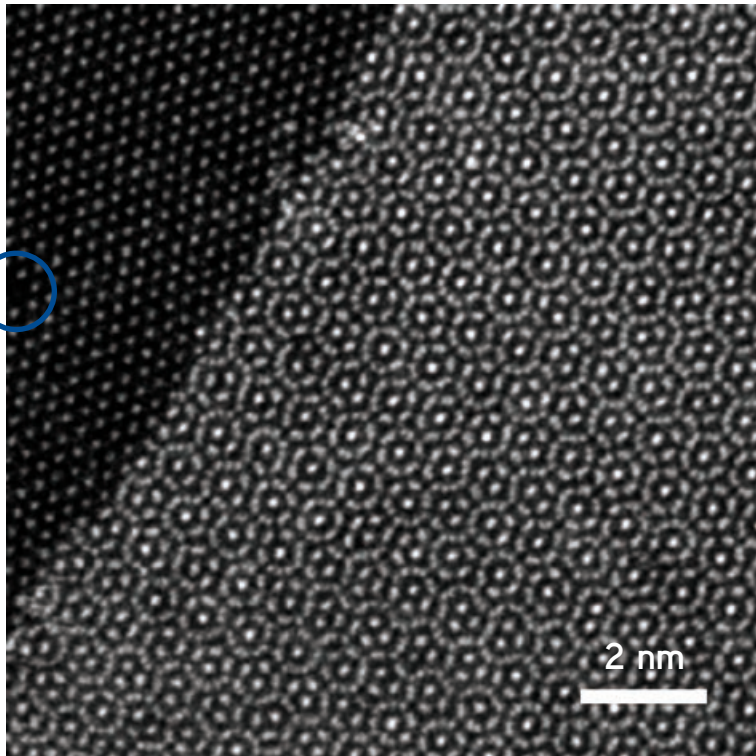
Dies ermöglicht im TEM die direkte Abbildung von Kristallgittern oder Nanopartikeln, deren besondere Eigenschaften auch von der Anordnung einzelner Atome abhängen können.



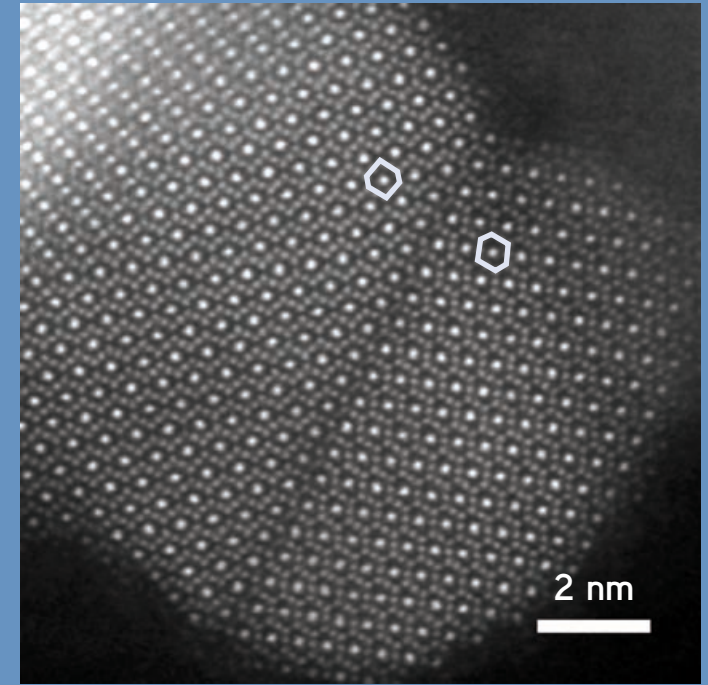


Hochwinkel-Dunkelfeldabbildung der atomaren Struktur einer Wolframdisulfidprobe*.

In diesem Abbildungsmodus erscheinen die einzelnen Atome als weiße Kugeln vor schwarzem Hintergrund. Im linken oberen Teil des Bildes ist eine einzelne Atomlage zu sehen, welche auch Fehlstellen aufweist (im blauen Kreis). Im restlichen Bild ist die Überlagerung mehrerer gegeneinander verdrehter und verschobener Lagen zu erkennen. Besonders in der Anwendung von Nanomaterialien als Katalysator ist es oft vorteilhaft, statt perfekter Kristalle gezielt Defektstrukturen zu erzeugen, da diese als Andockpunkt für die gewünschte chemische Reaktion dienen können.



*AG Vescan RWTH Aachen, Präparation: Henrik Myja.



Hochwinkel-Dunkelfeldabbildung der atomaren Struktur eines Cobalt-Eisenoxid Nanopartikel.

Die Anordnung der einzelnen Atome in einer Art Sechseckstruktur (im Bild markiert) weist auf die Spinellphase hin. Der etwa durch die Mitte der Abbildung schräg verlaufende Bereich mit leicht dunklerem Kontrast stellt eine Korngrenze dar. Links und rechts dieser Grenze sind die Sechsecke unterschiedlich ausgerichtet. Entgegen dem Beispiel links handelt es sich hier nicht um die Abbildung einzelner Atomlagen, sondern um einen Nanopartikel, wobei die weißen Kugeln dabei den einzelnen Atomsäulen in ihrer Projektion entsprechen.

Wo Bindung entscheidend ist

Ulrich Hagemann - Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (XPS)

Das Wissen über die genaue Zusammensetzung von Oberflächen ist in vielen wissenschaftlichen Bereichen von großer Wichtigkeit, zum Beispiel bei Batterie- und Katalysatormaterialien oder bei Schichtsystemen in Brennstoffzellen. Um deren Funktionalität zu optimieren und die elementaren Prozesse, die in diesen Systemen ablaufen, besser zu verstehen, ist die genaue Kenntnis über den Zustand der Oberfläche essentiell.

Die Röntgen - Photoelektronen - Spektroskopie (engl.: X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) ist eine Technik, die ebensolche Aussagen ermöglicht. Sie erlaubt die Identifizierung der Elemente in den ersten ca. 20 Atomlagen einer Oberfläche mit einer Sensitivität von etwa 1 von 200 Atomen. Das besondere an der XPS ist, dass am spektralen Fingerabdruck zwischen den Bindungsarten des Elements unterschieden werden kann, so zum Beispiel zwischen metallischem Eisen und Eisenoxid. Und auch verschiedene Arten von Eisenoxid (z.B. Eisen(II)-Oxid (FeO) und Eisen(III)-Oxid (Fe_2O_3)) sind unterscheidbar und es ist möglich zu bestimmen, wie viel Prozent der Eisenatome in welcher Bindungsart vorliegen.

Die XPS-Anlage im ICAN erlaubt es, solche Messungen mit einem Röntgenstrahl von nur 10 μm Durchmesser durchzuführen und damit Oberflächen mikroskopisch zu untersuchen. Kombiniert man das XPS mit komplementären Techniken des ICAN, zum Beispiel der Raster-(Auger-)Elektronenmikroskopie (SAM) oder der Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (TOF-SIMS) ergibt sich daraus ein umfassendes Bild von den Materialoberflächen, die so auch Rückschlüsse auf deren Eigenschaften z.B. als Katalyse- oder als Batteriematerial ermöglichen.

Ulrich Hagemann beschäftigt sich seit 2006 an der UDE mit verschiedenen Methoden der Oberflächenanalytik. Neben der SAM arbeitete er vor allem mit XPS und UPS im Rahmen seiner Promotion in der Fakultät für Physik, die er 2014 abschloss. Er wechselte dann ans ICAN, um die Betreuung von dort neu angeschafften Messgeräten zu übernehmen. Während seiner Zeit am ICAN erweiterte er kontinuierlich sein Wissen in weiteren Bereichen der Oberflächenanalytik, um den Mitarbeitern der UDE und anderen Forschungseinrichtungen mit Rat und Tat zur Seite stehen zu können.

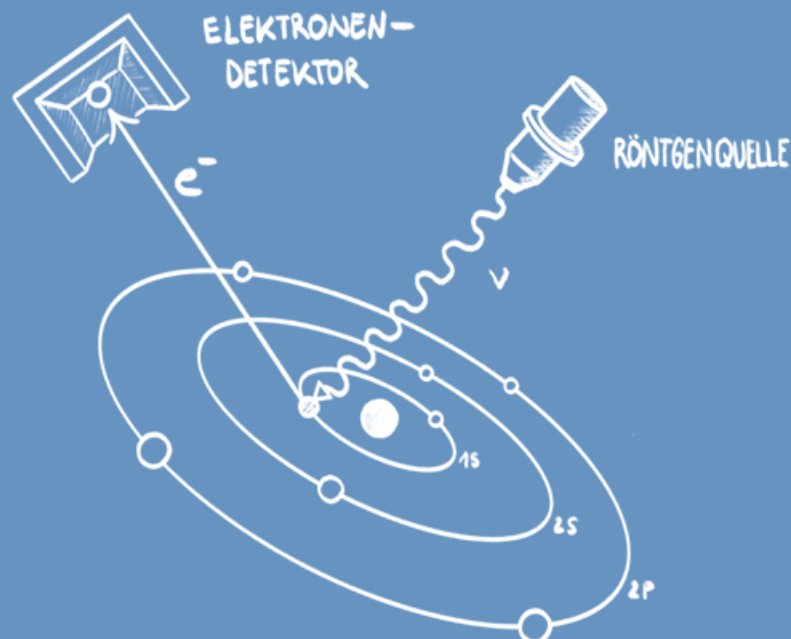


XPS

Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie

Die Energie, mit der ein Elektron in einem Atom gebunden ist, hängt vom jeweiligen Element ab. In einem Kohlenstoffatom sind diese Bindungszustände anders als in Eisen- oder Sauerstoffatomen.

Unter Ausnutzung des photoelektrischen Effekts ermöglicht die Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (engl.: X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) die Messung dieser Bindungsenergie. Hierfür wird die Probe mit Röntgenlicht bestrahlt. Dieses Licht ist monochromatisch, d.h. alle Photonen haben dieselbe Energie.



Die Wechselwirkung des Röntgenlichts mit der Probe löst Elektronen aus den Atomen der Oberfläche aus. Dies ist der photoelektrische Effekt. Misst man nun die Geschwindigkeit dieser Elektronen, so erlaubt dies einen Rückschluss auf das Element, aus dem diese Elektronen kommen, und sogar in welchem Zustand sich das jeweilige Element befindet, ob es sich z.B. um reines Eisen oder um oxidiertes Eisen handelt. Der Bindungszustand der Elektronen in einem Eisenatom, dessen nächster Bindungspartner ein weiteres Eisenatom ist, unterscheidet sich von dem in einem Eisenatom mit Sauerstoff als nächstem Bindungspartner. Damit ein bestimmter Bindungszustand nachweisbar ist, sollten ca. 0,5% aller Atome des untersuchten Probenvolumens in diesem spezifischen Zustand vorliegen.

Die Auswertung der gemessenen Daten erlaubt somit eine detaillierte Analyse der atomaren Zusammensetzung einer Oberfläche und oft auch der jeweiligen Zustände der verschiedenen Elemente.

Da die meisten chemischen Reaktionen an oberflächennahen Atomen stattfinden, ist die genaue Kenntnis der Oberflächenzustände von zentraler Bedeutung für das Verständnis solcher Reaktionen und die XPS eine wichtige Technik für viele Bereiche in den Natur- und Ingenieurwissenschaften.

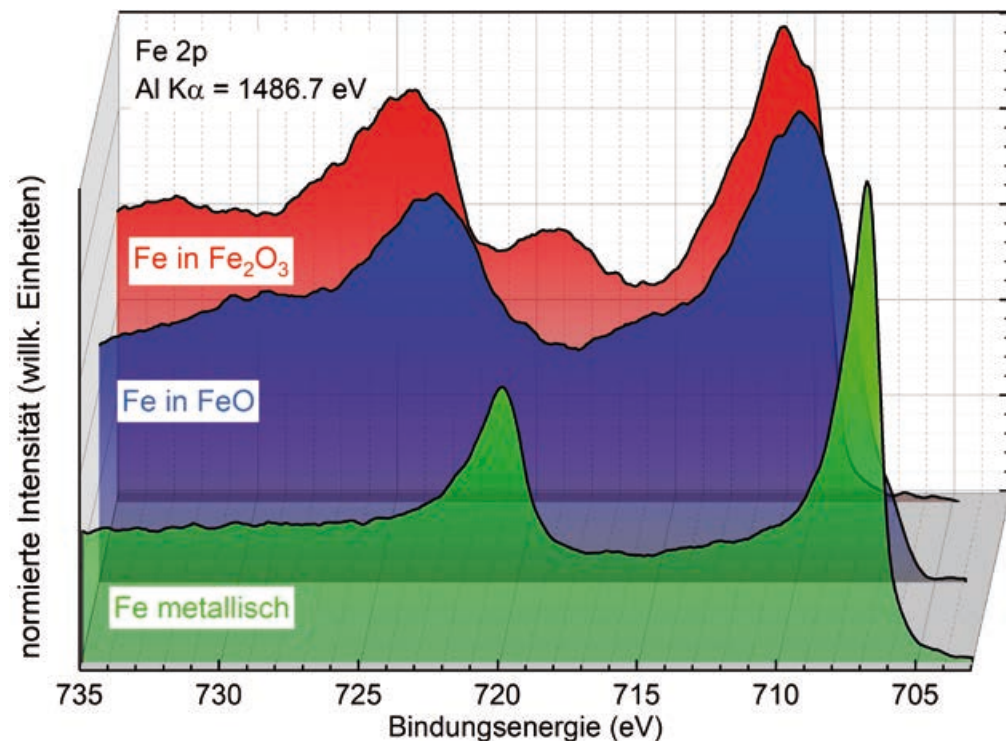


Gezeigt werden die Spektren von drei verschiedenen eisenhaltigen Proben. Die verwendete Röntgenquelle ist eine Aluminium-Anode die hauptsächlich Photonen mit 1486,7 eV (Einheit der Energie: Elektronenvolt, eV) Photonenenergie emittiert.

Auf der x-Achse ist die ermittelte Bindungsenergie der jeweiligen Elektronen aufgetragen, auf der y-Achse deren gemessene Intensität. Die Angabe Fe 2p beschreibt das Element und gibt das Elektronenorbital an, aus dem die Elektronen in diesem Energiebereich stammen.

Zwischen den 3 Kurven sind deutliche Unterschiede erkennbar. Das Signal des metallischen Eisen (grün) zeigt 2 Maxima bei 707 eV bzw. 720 eV Bindungsenergie. Bei den Proben mit oxidiertem Eisen (rot bzw. blau) ist im Vergleich sowohl die Position des rechten Maximums um wenige eV nach links verschoben, als auch dessen Breite deutlich größer. Aber auch die beiden Maxima der oxydischen Proben sind voneinander unterscheidbar, so durch die Existenz von Nebenlinien, die als kleinere Maxima sichtbar sind und deren Position bei etwa 715 eV für Fe in FeO und etwa 719 eV für Fe in Fe₂O₃ liegt. Bei diesen Nebenlinien handelt es sich um so genannte Shake-Up Linien, die daraus resultieren, dass das Atom, aus dem das Elektron emittiert wird, in einem leicht energetisch angeregten Zustand verbleibt. Diese Energie steht dem Elektron dann nicht mehr als Bewegungsenergie zur Verfügung.

Durch die Kenntnis von Lage und Linienform bei Referenzproben ist es somit möglich, in Proben, mittels des Fe 2p Signals die verschiedenen chemischen Zustände des Eisen zu identifizieren und in gewissen Grenzen auch zu quantifizieren.



Von der Oberfläche in die Tiefe

Nils Hartmann - Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)

Nils Hartmann kam 1999 zur Universität Duisburg-Essen, nach einem Forschungsaufenthalt als Postdoc in den USA. Fragestellungen zur Oberflächenanalytik in unterschiedlichen Bereichen der Oberflächenchemie begleiten ihn seit dem Abschluss seines Studiums. Seit 2018 befasst er sich im Servicebetrieb des ICAN mit wissenschaftlichen Fragestellungen rund um die Sekundärionen-Massenspektrometrie.

An der Methode begeistern ihn zum einen die besonderen Möglichkeiten - von der hochempfindlichen Spurenanalyse an der Oberfläche über die tiefen aufgelöste Messung ultradünner Schichtsysteme bis hin zur kompletten chemischen 3D-Analyse von Mikrostrukturen. Immer mit dem Ziel, die chemische Zusammensetzung zu verstehen und Einblicke in die molekulare Struktur der Materialien zu erhalten. Zum anderen sind die unterschiedlichen Herausforderungen, welche die SIMS-Analytik mit sich bringt, ein Ansporn für sich, gerade - aber nicht nur - bei der Analyse komplexer Materialien aus der modernen Forschung.

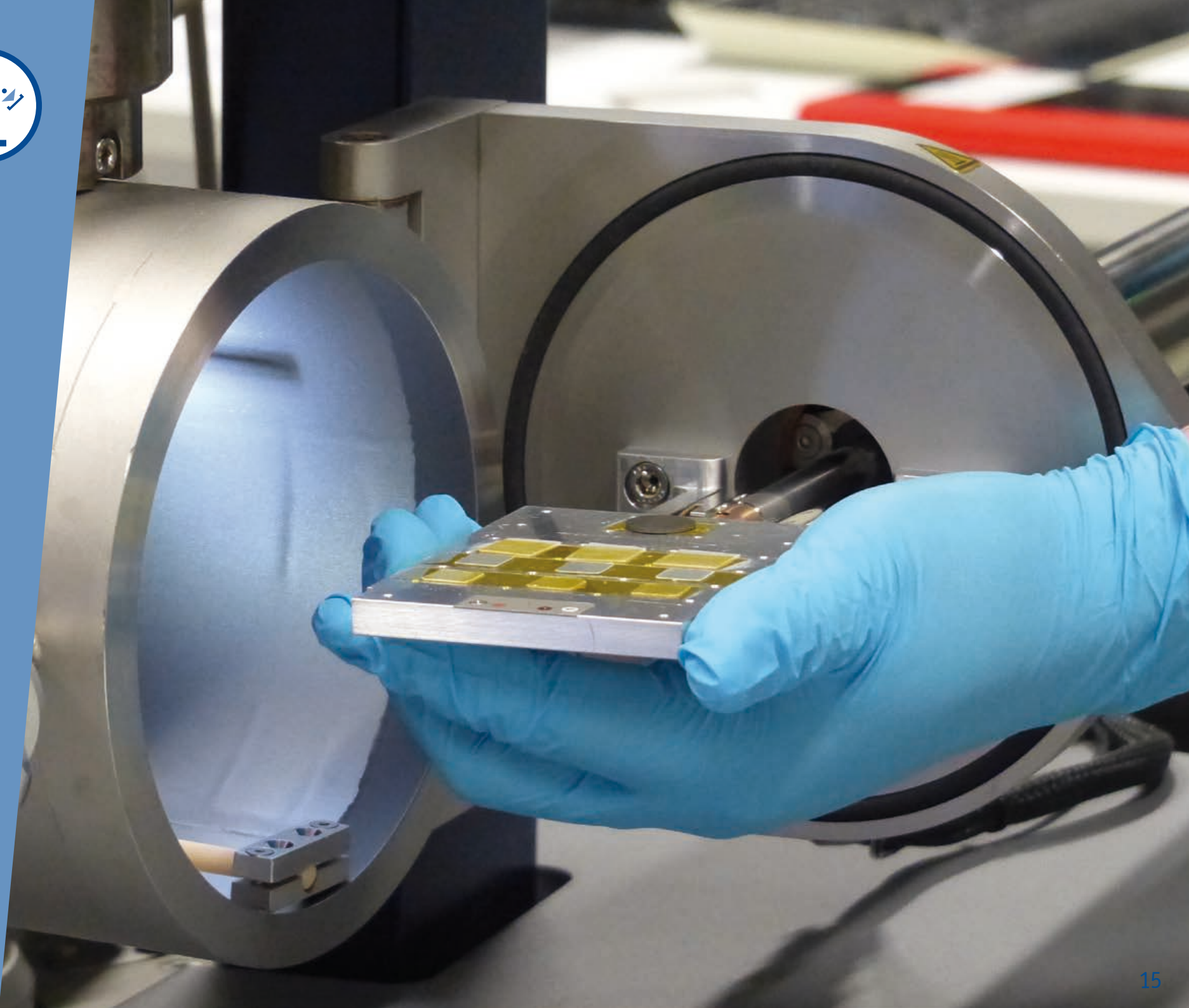
Das Grundmaterial, die sogenannte Matrix, hat einen enormen Einfluss auf die Messungen.

Je nach Matrix, variiert die Empfindlichkeit der Methode für ein chemisches Element über mehrere Größenordnungen hinweg. Dadurch bedingt, können in manchen Fällen kleine Materialänderungen beispielsweise einen starken Intensitätsanstieg bedingen, obwohl die Konzentrationen tatsächlich abnehmen.

Auch die Interpretation der gewonnenen Massenspektren stellt oft ein eigenes Puzzle dar, das es zu lösen gilt, gerade, wenn es um die Zuordnung von molekularen Fragmenten im hohen Massenbereich und entsprechende Rückschlüsse auf das zu analysierende Material geht.

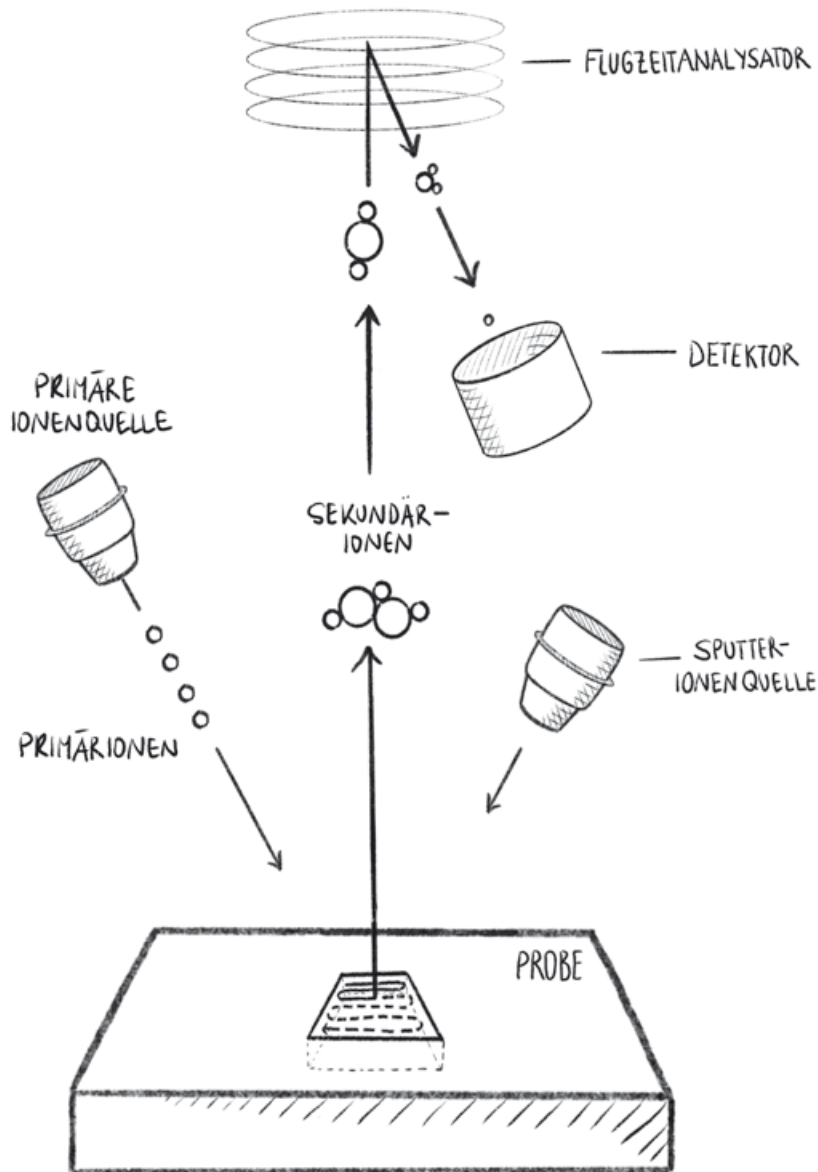
Um Messungen zu planen und die Daten zu interpretieren ist es daher notwendig, möglichst umfassende und detaillierte Informationen zum Material und zu dem Herstellungsprozess zu erhalten. Oft sind auch geeignete Referenzmaterialien und eine Vorcharakterisierung mit anderen Methoden im ICAN erforderlich.

Jedes neue Material wirft auch neue Fragen aus Sicht der SIMS-Analytik auf. Dies macht für Nils Hartmann den besonderen Reiz der Methode im Umfeld von ICAN aus. Es ist jedes Mal eine Herausforderung und immer wieder spannend.



SIMS

Sekundärionen-Massenspektrometrie



Eine Oberflächenanalyse mittels Sekundärionen-Massenspektrometrie basiert auf dem Beschuss der Probe mit energiereichen Ionen aus einer fein fokussierten Primärionenquelle. Beim Auftreffen der Primärionen auf die Oberfläche kommt es zu Stoßprozessen mit den Atomen des Probenmaterials, ähnlich wie bei der Eröffnung eines Billardspiels. Im weiteren Verlauf werden Atome und molekulare Fragmente aus der Probe herausgeschlagen und ionisiert. Mit Hilfe eines Flugzeitanalysators lässt sich die Flugzeit (engl.: time-of-flight, TOF) der Sekundärionen bis zum Detektor und daraus deren Masse bestimmen. Das so gewonnene Massenspektrum erlaubt es, auf den chemischen Aufbau der Probe, bspw. die enthaltenen chemischen Elemente an der Oberfläche, zu schließen.

Die Methode zeichnet sich durch eine besonders hohe Empfindlichkeit aus. Alle chemischen Elemente, einschließlich Wasserstoff, können bestimmt werden.

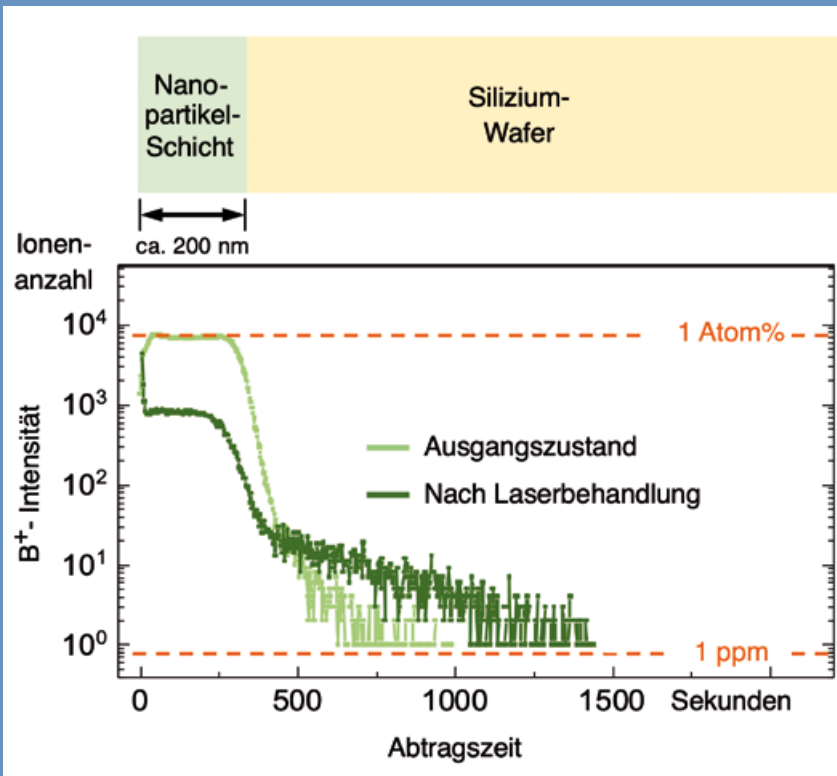
Da der Beschuss mit energiereichen Ionen auch einen fein kontrollierten Materialabtrag ermöglicht, erlaubt die TOF-SIMS-Analytik mit Hilfe einer weiteren Ionenquelle, der Sputterionenquelle (englisch für: to sputter - zerstäuben), zudem auch eine Tiefenanalyse. Hierzu wird der ausgewählte Probenbereich in mehreren Zyklen zunächst analysiert und dann jeweils etwas weiter in die Tiefe abgetragen. Letztendlich kann so eine hochempfindliche chemische 3D-Analyse vom Nanometer- bis in den Mikrometerbereich durchgeführt werden.



Die sehr hohe Empfindlichkeit der TOF-SIMS-Analytik ermöglicht die Detektion von Elementkonzentrationen weit unterhalb von einem Atomprozent (1 Atom%) bis in den Bereich eines Millionstel Mengenanteils (1 ppm, engl.: parts per million).

Die Abbildung zeigt entsprechende Konzentrationsänderungen beim Tiefenabtrag einer mit Bor dotierten Silizium-Nanopartikel-Schicht auf einem Silizium-Wafer jeweils vor und nach einer Laserbehandlung.

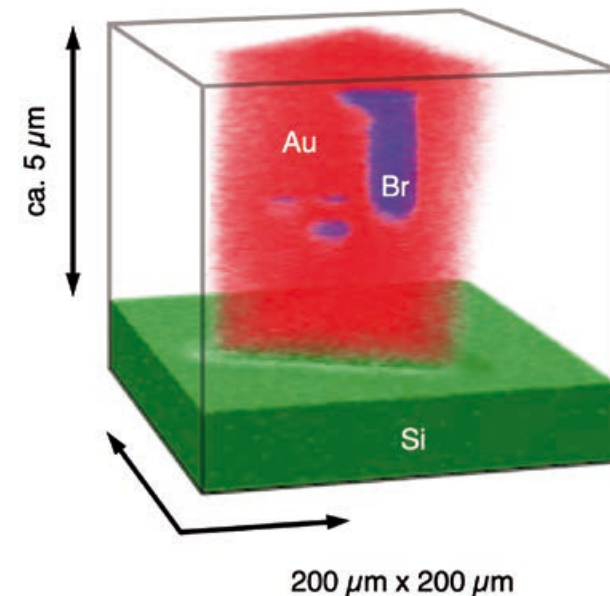
Der gezielte Zusatz kleinster Stoffmengen erlaubt es, Materialeigenschaften zweckgerichtet einzustellen. Beispiele hierfür finden sich in der Computerchipherstellung und in der großtechnischen Katalyse.



Aufgrund der hohen räumlichen Auflösung erlaubt die TOF-SIMS-Analytik eine chemische 3D-Analyse von Mikrostrukturen und damit die Identifizierung von Defekten im Mikro- und Nanometerbereich.

Die Abbildung zeigt eine entsprechende 3D-Darstellung einer inselförmigen Goldstruktur mit dreieckiger Grundfläche auf einem Silizium-Wafer. Zu erkennen ist die räumliche Lage von Defektstrukturen, die eine Restkonzentration von Brom aus dem Herstellungsprozess der Goldstruktur enthalten.

Mikro- und Nanodefekte spielen eine große Rolle in der Produktionskontrolle vieler industrieller Anwendungen, vom Autolack bis hin zur Herstellung von Solarzellen.



Oberflächeneigenschaften fühlen

Steffen Franzka - Rasterkraft-/Rastersonden-Mikroskopie (AFM/SPM)

Eigenschaften einer Oberfläche wie rau – glatt, fest – weich, trocken – feucht, die Kraft, mit der ein Magnet an einer Eisenplatte haftet oder auch das Kribbeln, wenn etwas unter Spannung steht und ein kleiner elektrischer Strom fließt, all das kann man ertasten und erfühlen. Was aber tun, wenn dies in sehr sehr kleinem Maßstab geschehen soll? Dann kann ein Rasterkraft-/Rastersondenmikroskop helfen.

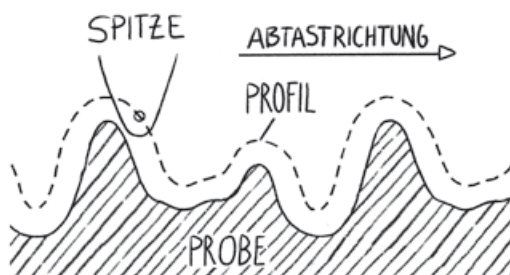
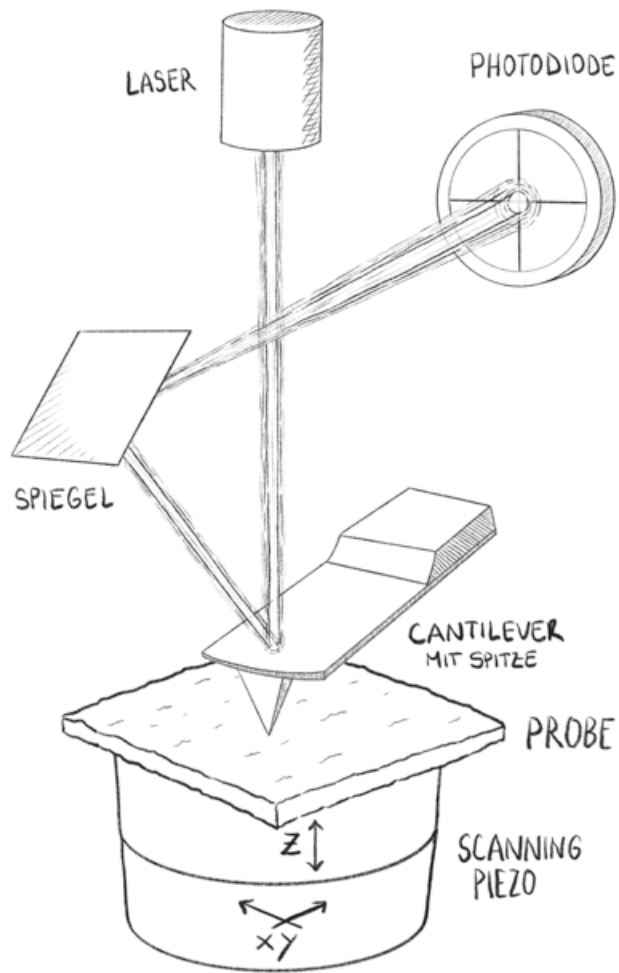
Als bildgebendes Verfahren zur hochaufgelösten Topographiedarstellung bis in den atomaren Bereich hinein, können mit einem AFM/SPM genauso elektrische, mechanische oder magnetische Oberflächeneigenschaften an unterschiedlichsten Materialien detektiert und abgebildet werden. Und das nicht nur an Luft, sondern gleichermaßen in Flüssigkeiten, also unter realen Bedingungen, was beispielsweise bei der Untersuchung von Membranen zur Stofftrennung oder bei biologischen Proben von Interesse ist. Ebenfalls ist es möglich, Oberflächen unter bestimmten Voraussetzungen mit gleicher Präzision zu manipulieren. All dies kann gleichermaßen als mikroskopische Erweiterung der Sinne betrachtet werden.

Mit Ende seines Physikstudiums an der TU Karl-Marx-Stadt/Chemnitz hat die Rastersondenmikroskopie die berufliche Laufbahn von Steffen Franzka mitbestimmt. Sei es im kommerziellen Bereich, bei seiner Promotion im Maschinenbau im Bereich Werkstoffkunde an der TU Karlsruhe (TH) oder in den Bereichen der anorganischen und physikalischen Chemie an der Universität Duisburg-Essen.

Seit Bestehen des ICAN zeichnet Steffen Franzka für das AFM/SPM verantwortlich und kümmert sich um die oft unterschätzte, jedoch sehr nützliche Lichtmikroskopie. Die Vielfalt der an das ICAN herangetragenen Problemstellungen aus den unterschiedlichsten, oft fachübergreifenden Themengebieten sind eine spannende Aufgabe, die immer wieder Neue, manchmal auch unkonventionelle Herangehensweisen erfordert. Dabei sind kritisches Hinterfragen und Geduld nicht selten Bestandteil seiner Arbeit.

Im Ganzen gesehen bringt Steffen Franzka somit nicht nur die Erfahrungen aus mehr als drei Jahrzehnten Rastersondenmikroskopie in das Umfeld des ICAN ein.



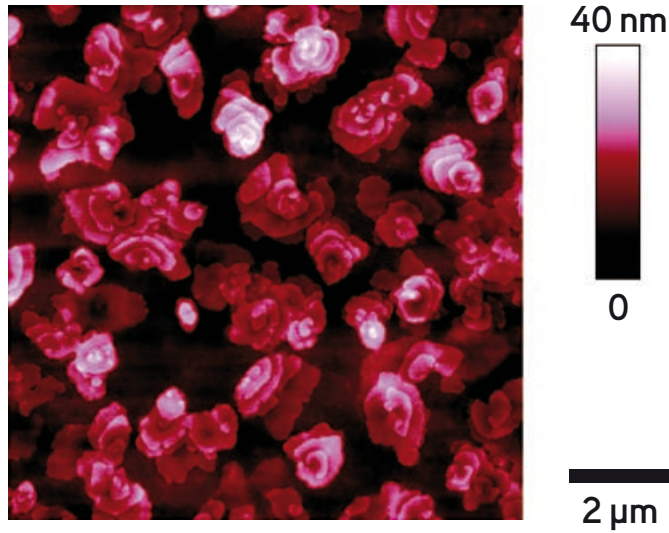


AFM/SPM

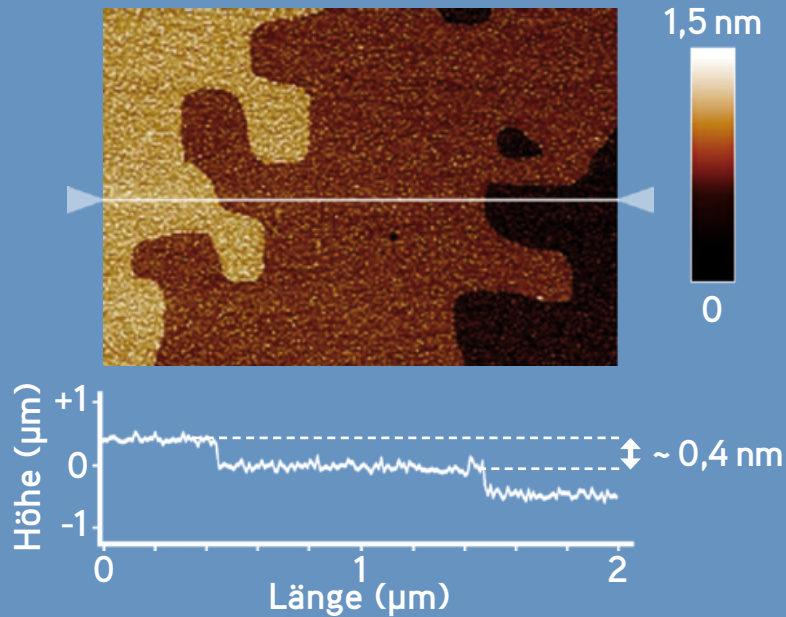
Rasterkraft-/Raster-Sonden-Mikroskopie

Ein Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic Force Microscope - AFM) ist eine Variante aus der Familie der Rastersondenmikroskope (engl. Scanning Probe Microscope – SPM), deren allgemeines Funktionsprinzip bestechend einfach ist. Eine feine Sondenspitze wird einer zu untersuchenden Probe bis auf wenige Atomdurchmesser angenähert und die dabei auftretenden Wechselwirkungen werden gemessen.

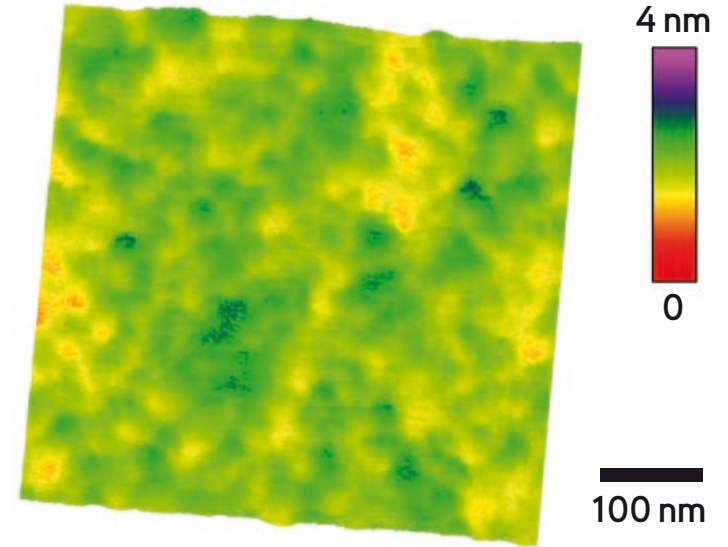
Beim Rasterkraftmikroskop sind das anziehende oder abstoßende Kräfte. Um diese zu bestimmen, ist eine Sondenspitze an einem biegsamen Federbalken, dem sog. Cantilever, angebracht. Nähert sich die Spitze der Probe, so wird aufgrund der Kräfte zwischen beiden der Cantilever ausgelenkt. Indem ein Laserstrahl den Cantilever beleuchtet und der reflektierte Strahl über einen Spiegel auf eine positionsempfindliche Photodiode gelenkt wird, wird die Biegung des Cantilevers ermittelt. Zum Abtasten (Scannen) der Probe wird die Spitze Zeile für Zeile rasterartig über die Probenoberfläche geführt und dabei in jedem Messpunkt die Cantileverauslenkung bestimmt. Nähert sich die Spitze, z.B. aufgrund einer Erhebung auf der Probe, der Oberfläche weiter an, so wird der Cantilever stärker ausgelenkt. Der aktuelle Messwert für die Auslenkung wird mit einem vorgegebenen konstanten Sollwert verglichen. Piezoelektrische Stellelemente, die sich durch Anlegen einer elektrischen Spannung ausdehnen oder zusammenziehen können, sorgen mit Hilfe eines Regelkreises dafür, dass die Abweichung zwischen Soll- und Messwert ausgeglichen wird. Damit bleibt der Abstand zwischen Spitze und Probe konstant. Die Spitze folgt so exakt dem Profil der Oberfläche und ein dreidimensionales Abbild der Oberflächentopographie kann erstellt werden.



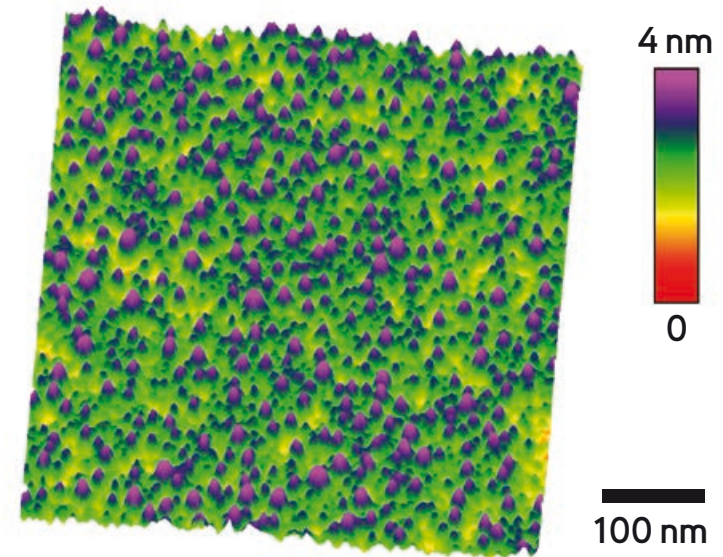
Wachs-„Rosenblüten“ auf Bitumen.



Atomare Stufen auf einem SrTiO_3 -Einkristall. Gezeigt wird ebenso das Höhenprofil entlang der durch Pfeile markierten Linie.



Oberflächentopographie einer Filtermembran in trockenem Zustand an Luft.



Erst wenn die Messung in Wasser stattfindet, wird die Verteilung von Polymeren sichtbar, welche die Oberfläche bedecken und im Wasser aufquellen (Höhe ca. 2 nm).

Aus groß mach klein

Thai Binh Nguyen - Probenpräparation

Eine sorgfältige Probenpräparation ist wichtiger Bestandteil jeder Analytik. Da nicht jedes Material die gleichen Eigenschaften besitzt, müssen die präparativen Methoden an die Eigenschaften der Probe angepasst werden. Dazu werden im ICAN unterschiedliche Geräte genutzt.

Um beispielsweise Proben für eine Messung „klein“, sprich in die richtige Dimension zu bringen, damit sie überhaupt in das entsprechende Messgerät passen, bedeutet dies Sägen, Schneiden, Schleifen oder Polieren.

Eine besondere Herausforderung ist die zum Teil recht aufwendige Präparation von Proben für TEM-Untersuchungen. Mit einem Durchmesser von ca. 3 mm sind diese schon recht klein. Das genügt jedoch nicht. Damit Elektronen eine Probe durchstrahlen können, muss diese zudem sehr dünn, d.h. elektronentransparent sein. Erreicht wird das erst ab Dicken von weniger als 100 nm. Dies kann z.B. durch Dünnen der Probe mittels Ionenstrahlen erreicht werden.

Eine sehr spezielle Präparationsmethode, die ein Höchstmaß an Präzision, Geduld und Geschick

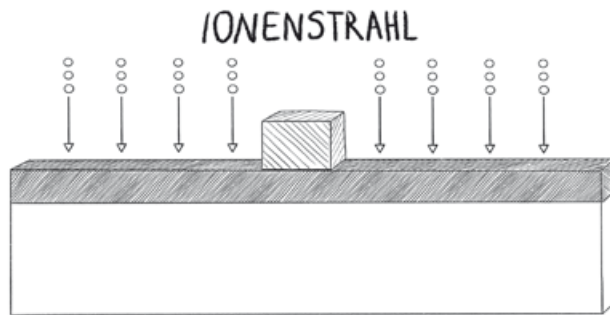
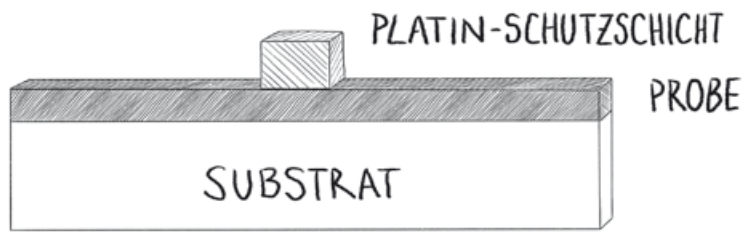
erfordert, ist die Bearbeitung einer Probe mit einem fokussierten Ionenstrahl, dem sog. Focused Ion Beam (FIB). Hierfür nutzt das ICAN ein dezentrales Gerät im Fachbereich Physik der Universität Duisburg-Essen, um damit gezielt relevante Bereiche aus einer Probe für TEM-Messungen herauszupräparieren.

Für diese und andere Präparationstechniken ist im ICAN Thai Binh Nguyen zuständig.

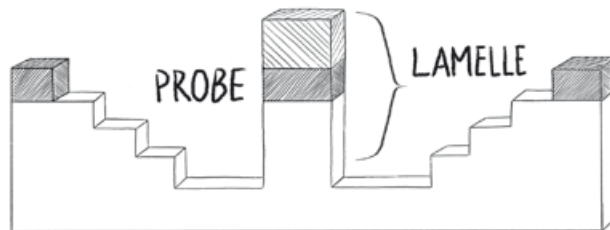
Nach seiner Ausbildung als chemisch technischer Assistent absolvierte er einen Bachelor im Studiengang Physikalische Technik an der Fachhochschule Münster. Dort sammelte er auch erste Erfahrungen mit der Rasterelektronenmikroskopie und entdeckte seine Begeisterung für das Feld der Nanoanalytik. Seine Stelle als technischer Mitarbeiter im ICAN trat er 2019 an.

Seitdem betreut Thai Binh Nguyen im ICAN eine große Anzahl von Klein- und Großgeräten. Ebenso sind die eigenständige Durchführung von Messungen mit dem TEM und REM mittlerweile Teil seines Aufgabenbereiches.

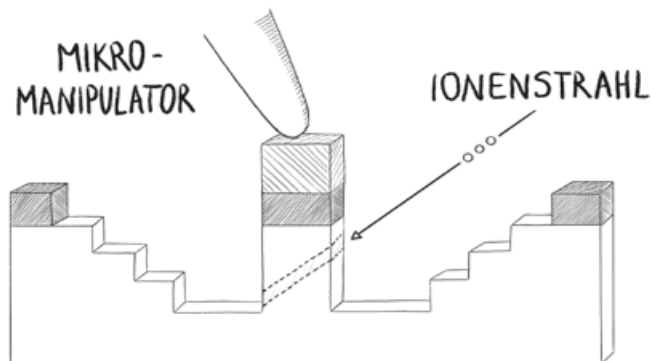




ABTRAG DES MATERIALS



FREIGELEGTE LAMELLE



ABTRENNEN DER LAMELLE

Probenpräparation

Herstellung einer FIB-Lamelle

Damit kleinste Bereiche aus großen Proben mit einem Transmissions-Elektronen-Mikroskop (TEM) im Detail untersucht werden können, müssen diese zuerst gezielt herauspräpariert werden. Dazu wird auch ein fokussierter Ionenstrahl (Focused Ion Beam, FIB) genutzt.

Um während der Präparation die Probe vor Veränderung oder sogar Zerstörung zu schützen, wird die Oberfläche zuerst mit einer Platin-Schutzschicht beschichtet.

Mit einem fokussierten Ionenstrahl aus Gallium-Ionen wird nun neben der Schutzschicht die Probe seitlich abgerastert. Die Ionen tragen dabei Material ab und ätzen tiefe Gräben hinein, so dass eine Lamelle freigelegt wird. Die Ätzgräben werden stufenförmig angelegt, um möglichst wenig Material abzutragen, welches sich in der Kammer oder auch wieder an der Lamelle selbst ablageren kann.

Die freigeätzte Lamelle wird dann, ebenfalls wieder mit Ionen, vom Substrat abgetrennt, mit einem Mikromanipulator aus dem Graben herausgeholt und an einem sog. Lift-Out Grid angebracht.

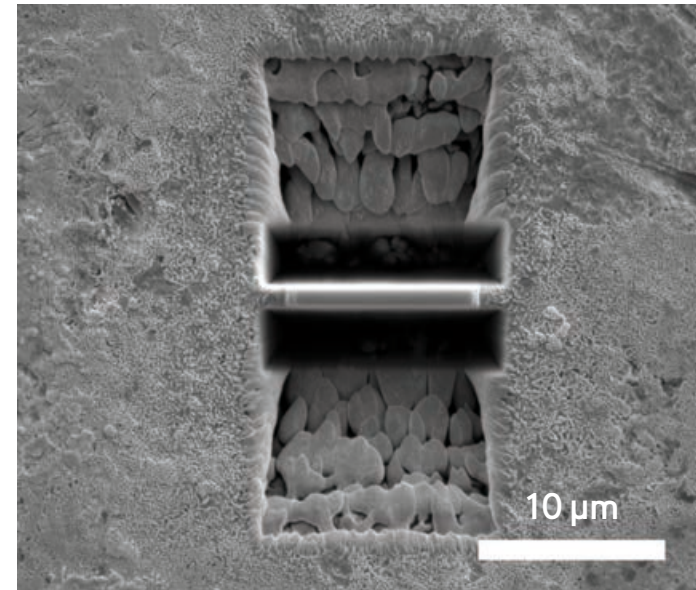
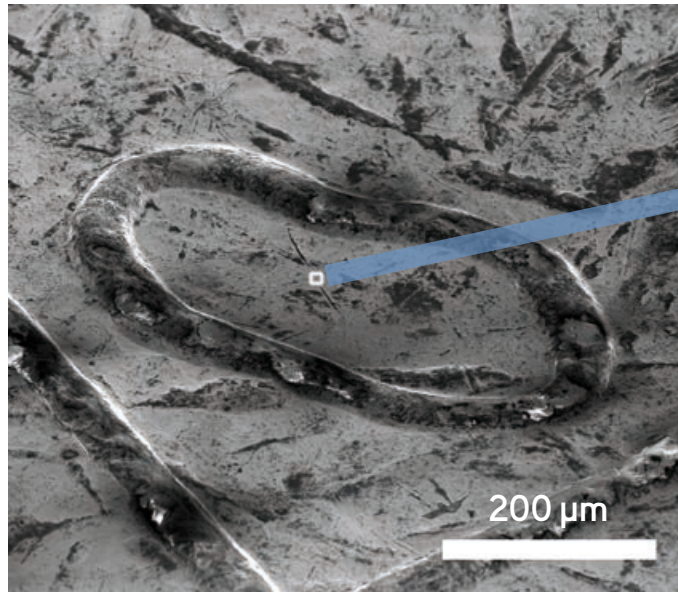
Abschließend muss die Lamelle noch auf eine Dicke von ca. 100 nm abgedünnt werden, um für die TEM-Messung eine ausreichende Elektronentransparenz zu erreichen.



Präparation einer FIB-Lamelle aus einer 1 Eurocent Münze.

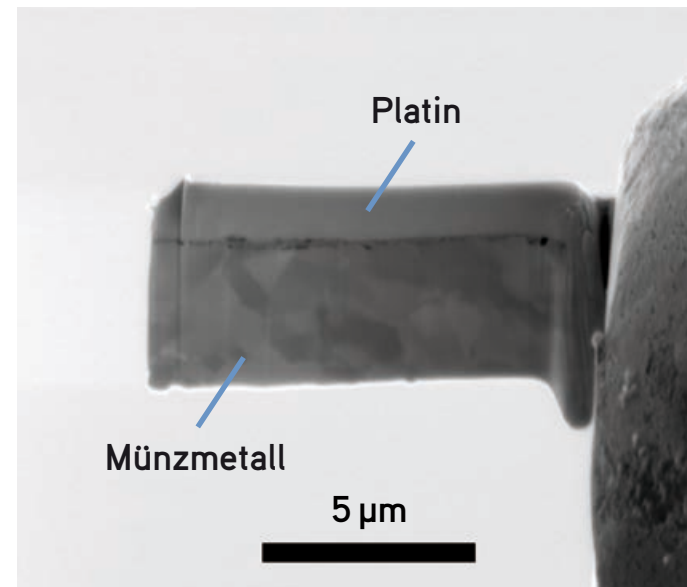
Die Schwarz-Weiß-Abbildungen zeigen rasterlektronenmikroskopische Aufnahmen einzelner Präparationsschritte:

Auswahl des Probenbereiches.



Weitgehend freigelegte Lamelle.

Herausgelöste Lamelle am Lift-Out Grid.



Ohne sie läuft nichts

Marcel Wienand - Assistenz & Finanzen

Ein Gerätezentrum wie das ICAN ist sehr auf eine professionelle Verwaltung angewiesen. Diese umfasst nicht nur Kunden-Erstkontakte, sondern auch die Angebotserstellung und die Abrechnung von Dienstleistungen. Zudem benötigen Nutzer und Nutzerinnen eine Anlaufstelle, um Zugang zu den Geräten zu erhalten oder Geräte für den Anwendungsbetrieb buchen zu können. Bei Gründung des ICAN gab es solche Strukturen noch nicht, vielmehr mussten sie in den Anfangsjahren aufgebaut werden.

Nach seiner Ausbildung als Bürokaufmann und einigen Berufsjahren in der freien Wirtschaft entschloss sich Marcel Wienand bereits im Februar 2014 als Assistent im Bereich Finanzen zum damals noch recht kleinen ICAN-Team zu stoßen. Gemeinsam wurden die ersten Hürden zum Aufbau des neuen Mikroskopiezentrum an der Universität Duisburg-Essen gemeistert, und er durfte recht bald weitere Kolleginnen und Kollegen, studentische Hilfskräfte und sogar zwei Auszubildende im Team begrüßen.

Neben der Abwicklung der Beschaffungsvorgänge für die fünf Groß- und viele Kleingeräte hat Marcel Wienand Strukturen für eine eigen-

ständige Buchhaltung innerhalb des ICAN entwickelt, so dass das ICAN bereits kurz nach Gründung Dienstleistungen sowohl internen als auch externen Kunden anbieten konnte. Bereits in den Anfangsjahren von ihm entwickelte Anwendungshilfen, wie zum Beispiel der praktische Gerätekalender, befinden sich auch heute noch im täglichen Einsatz.

Neben der Kundenbetreuung beinhaltet die Arbeit von Marcel Wienand aber auch Beschaffungs- und Buchhaltungsvorgänge, sowie die Erstellung und Auswertung von Statistiken, die Fakturierung, die Kostenkalkulation und die Unterstützung der akademischen und administrativen Abläufe innerhalb des ICAN.

Oftmals ist Marcel Wienand der erste Ansprechpartner für interne und externe Kunden und steht ihnen gerne mit Rat und Tat zur Seite, versorgt sie mit allen wichtigen Informationen und koordiniert die Weiterleitung ihrer Anfragen an die entsprechenden Mitarbeiter des ICAN. Ebenso bei der Betreuung von Veranstaltungen des ICAN, wie den Training-Days oder den Nutzertreffen, ist er mit großem Engagement und Freude dabei.



Impressum



Herausgegeben durch:

Interdisciplinary Center for Analytics on the Nanoscale (ICAN)

Der wissenschaftliche Direktor
Prof. Dr. Frank-J. Meyer zu Heringdorf

NanoEnergieTechnikZentrum (NETZ)
Universität Duisburg-Essen
Carl-Benz-Straße 199 | 47057 Duisburg
ican@uni-due.de | www.ican.uni-due.de



Gestaltung, Layout & Grafik: Steffen Franzka & Nora Flock
Fotos: © CENIDE | © ICAN | NASA („Blue Marbel“)

Copyright 2024, alle Rechte vorbehalten.



Center for Nanointegration Duisburg-Essen (CENIDE)

NanoEnergieTechnikZentrum (NETZ)
Universität Duisburg-Essen
Carl-Benz-Straße 199 | 47057 Duisburg
cenide@uni-due.de | www.cenide.de
www.facebook.com/CenterForNanointegration





ICAN

INTERDISCIPLINARY
CENTER FOR
ANALYTICS
ON THE
NANOSCALE



2014
2024