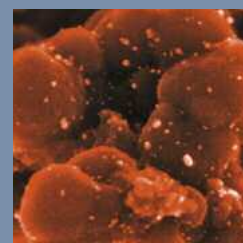
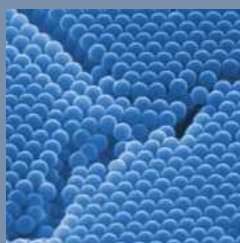
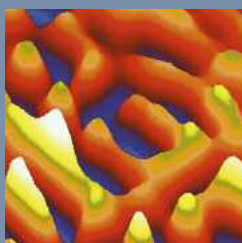
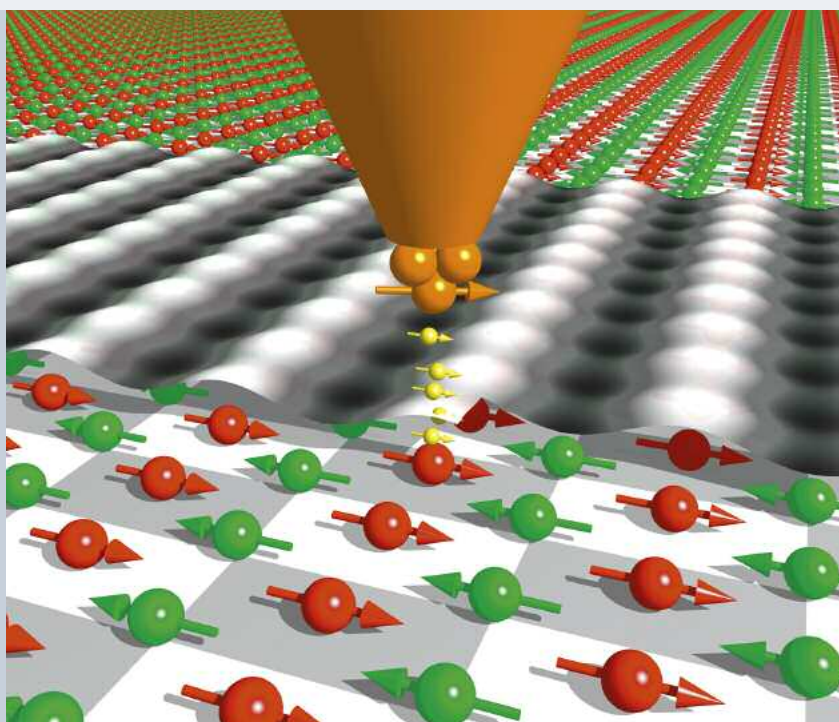


NanoAnalytik

Anwendung in Forschung und Praxis



An **Hessen** führt kein Weg vorbei.

NanoAnalytik

Anwendung in
Forschung und Praxis

Band 16 der Schriftenreihe
der Aktionslinie Hessen-Nanotech

Impressum

NanoAnalytik - Anwendung in Forschung und Praxis

Band 16 der Schriftenreihe der Aktionslinie
Hessen-Nanotech des Hessischen Ministeriums
für Wirtschaft, Verkehr und Landesentwicklung

Erstellt von:

Dr. Wolfgang Luther
VDI Technologiezentrum GmbH
Zukünftige Technologien Consulting
VDI-Platz 1
40468 Düsseldorf
www.zt-consulting.de

Redaktion:

Sebastian Hummel
(Hessisches Ministerium für Wirtschaft,
Verkehr und Landesentwicklung)
Dr. Rainer Waldschmidt, Alexander Bracht,
Markus Lämmer (Hessen Agentur, Hessen-Nanotech)

Herausgeber:

HA Hessen Agentur GmbH
Abraham-Lincoln-Straße 38-42
65189 Wiesbaden
Telefon 0611 774-8614
Telefax 0611 774-8620
www.hessen-agentur.de

Der Herausgeber übernimmt keine Gewähr für die
Richtigkeit, die Genauigkeit und die Vollständigkeit
der Angaben sowie für die Beachtung privater Rechte
Dritter. Die in der Veröffentlichung geäußerten Ansichten
und Meinungen müssen nicht mit der Meinung des
Herausgebers übereinstimmen.

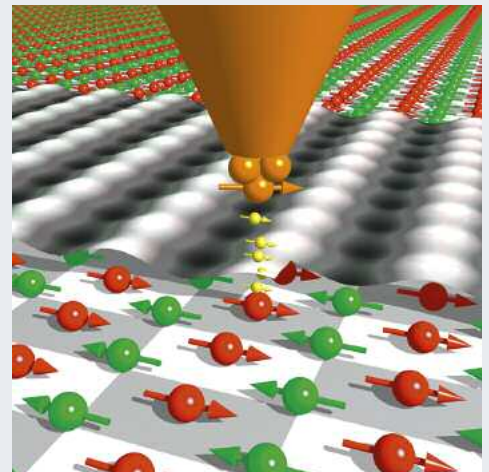
© Hessisches Ministerium für Wirtschaft,
Verkehr und Landesentwicklung
Kaiser-Friedrich-Ring 75
65185 Wiesbaden
www.wirtschaft.hessen.de

Vervielfältigung und Nachdruck –
auch auszugsweise – nur nach vorheriger
schriftlicher Genehmigung.

Gestaltung: WerbeAtelier Theißen, Lohfelden
Druck: Silber Druck, Niestetal

www.hessen-nanotech.de

Dezember 2009



© S. Heinze, Universität Hamburg

Abbildungen Cover
oben: S. Heinze, Universität Hamburg
unten links: Omicron GmbH, Prof. W. Felsch, Universität Göttingen
unten Mitte: BS-Partikel GmbH
unten rechts: FEI Deutschland GmbH

Inhalt

	Vom Labor in die Industrie: NanoAnalytik eröffnet neue Einblicke und Märkte	2
1	Die „Nanoaugen“ von Forschung, Entwicklung und Industrie	4
2	Anwendungspotenziale in Forschung und industrieller Praxis	6
	2.1 Sicherung von Produkt- und Prozessqualität	8
	2.2 Schadensanalyse	11
	2.3 Nano-Metrologie	13
	2.4 Partikelmesstechnik zur Sicherheitsbewertung von Nanomaterialien	14
	2.5 Anwendungsorientierte Forschung	15
	2.6 Von der NanoAnalytik zur Nanomanipulation	16
3	Nanoanalytische Methoden und Einsatzmöglichkeiten	17
	3.1 Überblick zum Methoden- und Einsatzspektrum	17
	3.2 Hochaufgelöst abbildende Verfahren (Mikroskopie)	21
	3.3 Spektroskopische / spektrometrische Verfahren zur Materialcharakterisierung	28
	3.4 Bestimmung der Partikelgrößenverteilung	30
	3.5 Sonstige Eigenschaften und Verfahren	33
	3.6 Marktpotenziale im Bereich der NanoAnalytik	34
4	Praxisbeispiele mit Bezug zu Hessen	35
	4.1 Omicron NanoTechnology GmbH	35
	4.2 Technische Universität Darmstadt / MPA	36
	4.3 BS-Partikel GmbH	38
	4.4 AQura GmbH	39
	4.5 Universität Kassel	40
	4.6 Fachhochschule Darmstadt	41
	4.7 FEI Deutschland GmbH	42
	4.8 NanoScale Systems GmbH	43
5	Forschungsprogramme im Bereich der NanoAnalytik	44
	5.1 Forschungsprojekte und -netzwerke mit Bezug zum Thema NanoAnalytik	44
	5.2 Fördermöglichkeiten und Netzwerke in Hessen	46
6	Verbände und Forschungsanstalten	48
	6.1 Verband der Materialprüfungsanstalten e.V.	48
	6.2 BAM - Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung	49
	6.3 AMA Fachverband für Sensorik e.V.	50
	6.4 PTB - Physikalisch-Technische Bundesanstalt	51
	6.5 Leitmesse analytica	52
7	Anhang	53
	7.1 Unternehmen in Hessen im Bereich NanoAnalytik	53
	7.2 Forschungseinrichtungen in Hessen im Bereich NanoAnalytik	55
	Abkürzungsverzeichnis	56
	Schriftenreihe	58

Vom Labor in die Industrie: NanoAnalytik eröffnet neue Einblicke und Märkte



Dieter Posch

Die Nanotechnologie wird erwachsen. Seit über zehn Jahren boomt in den Laboren die Erforschung der millionstel Millimeter kleinen Strukturen. Der exakte Nanoblick auf den Aufbau von Werkstoffen und Oberflächen, lebenden Zellen und Mikropartikeln nimmt bei vielen Entwicklungen heutzutage eine Schlüsselrolle ein. So erwarten Branchenkenner für die NanoAnalytik jährliche Wachstumsraten von bis zu neun Prozent. Dank intensiver Forschung ist Deutschland – und insbesondere Hessen mit seinen über 150 Unternehmen und rund 80 Nano-Forschungsgruppen – gut gewappnet, um von dieser Entwicklung zu profitieren.

Die Nutznießer der NanoAnalytik finden sich in zahlreichen Branchen. Hersteller von Elektronik-Komponenten können Defekte genauer aufspüren und damit Qualität und Leistungsfähigkeit ihrer Produkte verbessern. Exakt definierte Nanostrukturen sind die Voraussetzung für widerstandsfähige und hochqualitative Linsensysteme oder selbstreinigende Oberflächen.

Stabilere und zugleich für den Patienten verträglichere Implantate und Katheter basieren ebenso auf filigranen Nanostrukturen wie speziell gehärtete Legierungen im Maschinen- und Motorenbau.

Neben der Prozess- und Qualitätskontrolle neuer Produkte spielen nanoanalytische Methoden eine immer wichtigere Rolle bei der Entwicklung von Chemikalien, Arzneimitteln und Kosmetika. Reaktionen lassen sich im Detail verfolgen, Vorgänge an Grenzflächen besser verstehen und Wechselwirkungen von Molekülen und Nanoteilchen mit lebenden Zellen in atomarer Auflösung untersuchen.

Viele Ursachen für Materialbrüche und Korrosionsschäden erschließen sich erst mit den Instrumenten der NanoAnalytik. Nicht zuletzt lassen sich mit den exakten Messverfahren feinste Staubpartikel in der Luft oder Verunreinigungen von Flüssigkeiten aufspüren, die potenziell die Gesundheit gefährden könnten, mit konventionellen Methoden jedoch kaum nachweisbar waren.



Zugeschnitten auf das jeweilige Anwendungsfeld steht mittlerweile ein ganzer Strauß an Verfahren zur Analyse von Nano- und Mikrostrukturen zur Verfügung. Und hessische Unternehmen spielen bei der Entwicklung, Fertigung und internationalen Vermarktung innovativster Geräte traditionell ganz weit vorne mit. Das Potenzial der teilweise recht kostspieligen Nanoanalytik-Instrumente lässt sich allerdings nur mit speziellem Know-how ausschöpfen. Dennoch brauchen auch kleinere und mittlere Unternehmen nicht auf deren Einsatz in der Entwicklung ihrer zukunftsweisenden Produkte zu verzichten. Hessen gehört zu den führenden Nanotechnologie-Standorten in Deutschland und Europa mit hervorragenden Potenzialen und einer erstklassigen Infrastruktur in Wirtschaft und Wissenschaft. Auch das Angebot nanoanalytischer Dienstleistungen wächst:

Wer bei der Entwicklung neuer Nano-Werkstoffe oder ausgeklügelter Messmethoden noch am Anfang steht und Unterstützung braucht, sollte eine Kooperation mit einem Forschungsinstitut in Betracht ziehen.

Viele hessische Institute und Netzwerke, die mit Erfolg an zahlreichen Forschungsprojekten des Bundes und der EU mitarbeiten, bieten sich als Partner an. Mit der vorliegenden Broschüre wollen wir gerade kleinen und mittleren Unternehmen helfen, einen Einstieg in das Thema NanoAnalytik zu finden, die wesentlichen Grundlagen und Verfahren kennen zu lernen sowie Ansprechpartner in Hessen zu finden. Ich bin sicher, dass Sie die Technologien, die Ihnen den Blick in den Nanokosmos ermöglichen, faszinieren werden.

Dieter Posch
Hessischer Minister für Wirtschaft,
Verkehr und Landesentwicklung

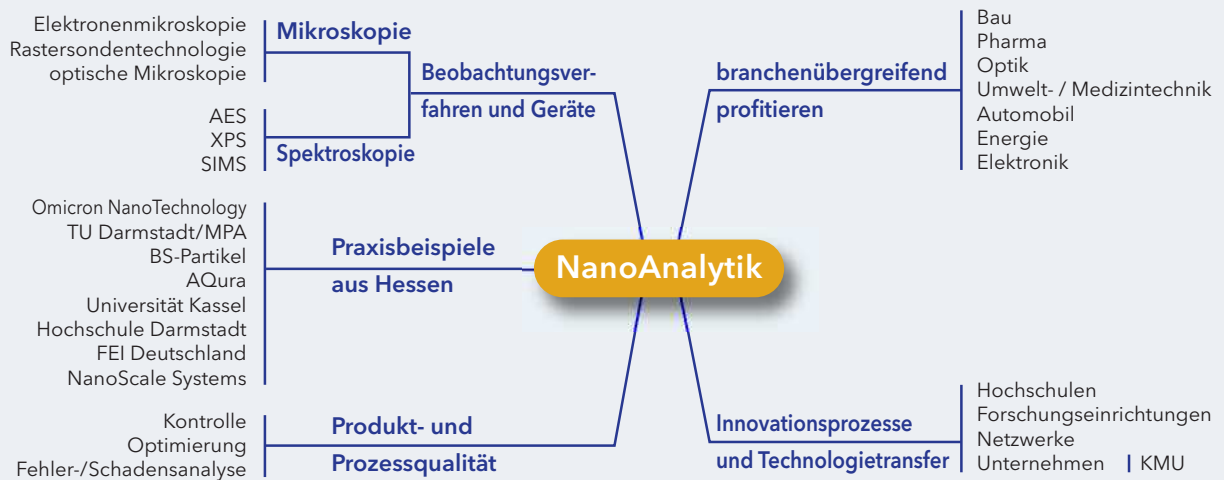
1 Die „Nanoaugen“ von Forschung, Entwicklung und Industrie

Viele Effekte, die für chemische und physikalische Eigenschaften von Stoffen und Oberflächen in unserer Umgebung entscheidend sind, spielen sich auf atomarer Ebene ab. Ein Atom hat einen Durchmesser von etwa einem zehntel Nanometer (ein Nanometer ist ein milliardstel Meter). Will man dort genauer hinschauen, sind dem menschlichen Auge Grenzen gesetzt. Aufgrund der Wellenlänge des sichtbaren Lichts ist die Auflösung, mit der man Oberflächen betrachten kann, mit klassischen optischen Mikroskopen auf etwa 200 Nanometer beschränkt. Um diese Beschränkung zu umgehen, entwickelte Ernst Ruska im Jahr 1931 das Elektronenmikroskop. In den folgenden Jahrzehnten wurde die Methode soweit verfeinert, dass in den 1960er Jahren erstmals eine Auflösung im atomaren Bereich erzielt werden konnte. Gerd Binnig und Heinrich Rohrer entwickelten im Jahr 1981 am IBM-Forschungszentrum in Rüschlikon das Rastertunnelmikroskop (STM – Scanning Tunneling Microscope), das erstmals eine Abbildung von Oberflächen auf atomarem Maßstab ermöglichte. 1986 erhielten Ruska, Binnig und Rohrer für ihre Entwicklungen den Nobelpreis für Physik. Die Entscheidung des Nobelkomitees galt damals als kleine Sensation – nicht nur, weil der Preis für anwendungsnahe Entwicklungen vergeben wurde, sondern auch, weil Ernst Ruska immerhin 55 Jahre auf seine Ehrung warten musste. Die Rastersondentechniken sind auch ein schönes Beispiel dafür, wie eine Erfindung in kurzer Zeit kommerziell umgesetzt werden konnte. Bereits wenige Jahre nach der Erfindung des Rastertunnelmikroskops durch Binnig und Rohrer fertigte die Firma Helmut Hund GmbH aus Wetzlar gemeinsam mit Wild-Leitz diese neuartigen Mikroskope erstmals in Serie. Mittlerweile hat sich die Rastersondenmikroskopie zu einem Marktsegment mit einem Weltmarktvolumen in einer Größenordnung von einer Milliarde Euro pro Jahr entwickelt.

Die Entwicklungen haben die Tür für den Blick in bislang unerschlossene Welten weit aufgestoßen. Angelehnt an die untersuchten Größen im Bereich von Nanometern spricht man allgemein von „NanoAnalytik“. Heute ist die Liste der Methoden und Verfahren der Analytik für die Nanotechnologie lang. Dabei spielt sie keineswegs nur eine wichtige Rolle in der Grundlagenforschung; auch im industriellen Bereich liefert sie wichtige Erkenntnisse über Struktur und Oberflächen von Materialien, Mechanismen von Materialschädigungen oder bietet neue Möglichkeiten in der industriellen Qualitätskontrolle. Alle Verfahren der NanoAnalytik basieren auf der physikalischen Wechselwirkung von Licht unterschiedlicher Frequenzbereiche, geladenen Teilchen oder einer Sonde mit der zu untersuchenden Probe. Die verschiedenen nanoanalytischen Messmethoden lassen sich dabei grundsätzlich in orts aufgelöste und integrale Verfahren unterteilen. Mit integralen Verfahren werden Volumina und Oberflächen untersucht, die wesentlich größer sind als die interessierenden Grundstrukturen. Ein typisches Beispiel ist die Untersuchung von Nanoteilchen in einem Stoffgemisch. Man erhält hierbei keine Informationen über einzelne Nanostrukturen, sondern lediglich gemittelte Messwerte beispielsweise über Größenverteilung, Anordnung oder chemische Eigenschaften der Nanoteilchen in einem Ensemble. Orts aufgelöste Verfahren machen dagegen tatsächlich die Struktur der untersuchten Objekte im Nanobereich sichtbar. Die beiden eingangs erwähnten Verfahren Elektronenmikroskopie und Rastertunnelmikroskopie sind die prominentesten Beispiele solcher bildgebender Verfahren, die bereits seit Jahrzehnten in den Materialwissenschaften, in der Biologie sowie in der Medizin etabliert sind. Der wesentliche Nachteil der orts aufgelösten Verfahren liegt in dem hohen Zeitaufwand, der in der Regel mit solchen Messungen verbunden ist. Um komplexe analytische Fragestellungen zu lösen, ist oftmals die geschickte Kombination integraler und ortsauflösender Methoden notwendig.

Die enorme Bedeutung und auch Leistungsfähigkeit der NanoAnalytik wird besonders deutlich, wenn man sich ihr von der Praxis her nähert. Neben den bereits erwähnten Bereichen Materialwissenschaften, Biologie und Medizin eröffnet der nachhaltige Trend zur Miniaturisierung immer neue Einsatzge-

Mindmap Broschüre NanoAnalytik



bierte für die NanoAnalytik. So verlangen im Elektronikbereich immer kleinere und damit leistungsfähigere Mikrochips in der Produktion zunehmend präzisere Geräte. Zur Qualitätskontrolle von Lithografiephotomasken, mit deren Hilfe die elektrischen Schaltkreise auf Silizium-Wafer aufgebracht werden, nutzt man die Rastertunnelmikroskopie in Kombination mit einer hochpräzisen Materialabscheidung, um fehlerhafte Photomasken zu reparieren. In der Mikrosystemtechnik ist die Rastersondentechnik vor allem für die Sensorik interessant, wo sich mithilfe der Rasterkraftmikroskopie unter anderem wesentlich leistungsfähigere Sensorelemente, zum Beispiel für hochempfindliche Gassensoren, fertigen lassen. Die Liste der möglichen Anwendung der NanoAnalytik ist lang und reicht von der Medizintechnik, wo beispielsweise fehlerhafte Implantate untersucht werden, über die Baustoffindustrie, die mit nanoanalytischen Verfahren die Eigenschaften moderner Betonmischungen untersucht, bis hin zur Umweltanalytik, in der die Konzentration von ultrafeinen Partikeln in der Umgebungsluft bestimmt wird. Die verschiedenen Methoden und Einsatzmöglichkeiten der NanoAnalytik werden in der vorliegenden Broschüre eingehend beschrieben.

Weiterhin werden die Anwendungspotenziale sowohl in der Forschung als auch in der industriellen Praxis dargestellt. Hierbei wird deutlich, dass die NanoAnalytik keineswegs nur für die Grundlagenforschung interessant ist, sondern in vielen Bereichen auch in der mittelständischen Industrie ihre Anwendung finden kann. Außerdem informiert die Broschüre über neue Forschungsprogramme in der NanoAnalytik, liefert Einschätzungen verschiedenster Branchenverbände zur Zukunft dieser Disziplin und gibt einen

Überblick über Unternehmen und Forschungseinrichtungen im Bereich NanoAnalytik in Hessen. Jeder, der sich intensiver mit der Nanotechnologie beschäftigt, wird mit einer Fülle an unterschiedlichen Verfahren und Geräten zur Untersuchung von Partikeln, Schichten und Strukturen konfrontiert. Die Kenntnis solcher Verfahren und der gezielte Einsatz der Technologie bergen enorme Potenziale, um die Produkt- und Prozessqualität oder auch die Arbeitsplatz- und Umweltbedingungen entscheidend zu verbessern und damit letztendlich entscheidende Vorteile im globalen Wettbewerb zu erlangen.

Auch in Zukunft sind weitere Überraschungen bei der Erschließung des Nanokosmos zu erwarten, wobei die Schranken herkömmlicher naturwissenschaftlicher Lehrmeinungen durch nanotechnologische Entwicklungen oftmals durchbrochen werden. Bestes Beispiel ist die Weiterentwicklung der optischen Mikroskopie, bei der durch geschickte Versuchsanordnungen das lange Zeit als unumstößlich geltende Abbesche Beugungslimit (Begrenzung der Auflösung auf die Hälfte der Wellenlänge des sichtbaren Lichtes, d.h. ca. 200 nm) umgangen werden kann und optische Abbildungen mit Auflösungen im Bereich von einigen zehn Nanometern möglich werden. Diese Verfahren der hochauflösenden optischen Mikroskopie bieten insbesondere in den Lebenswissenschaften ein enormes Potenzial, da mit ihnen in lebenden Zellen Prozesse auf der Nanoskala sichtbar gemacht werden können und so das Grundlagenverständnis in der Biologie und Medizin deutlich erweitert werden kann. Auch in diesem Fall ist mit Leica Microsystems ein hessisches Unternehmen bei der Kommerzialisierung dieser sogenannten STED-Technologie (vgl. S.27) in führender Rolle beteiligt.

2 Anwendungspotenziale in Forschung und industrieller Praxis

Die NanoAnalytik spielt heute in vielen Bereichen der Materialforschung eine zentrale Rolle – sowohl im industriellen Bereich als auch in der Grundlagenforschung. Die Struktur- und Materialcharakterisierung auf der Nanoskala ist oftmals die Grundlage für die Aufklärung von Struktur-Funktionsbeziehungen und damit der Schlüssel für ein gezieltes Materialdesign oder beispielsweise ein vertieftes Verständnis von Mechanismen der Materialschädigung. Aber auch für Routineanwendungen wie der industriellen Qualitätskontrolle finden nanoanalytische Methoden aufgrund eines zunehmenden Automatisierungsgrades der Messgeräte in wachsendem Maße Anwendung. Die Untersuchungsgegenstände, die Art der zu messenden Probeneigenschaften, die Messbedingungen sowie die Probenvorbereitung können dabei je nach Methode relativ stark differieren. Wichtigstes und klassisches Anwendungsgebiet der NanoAnalytik ist die Vermessung von Nanostrukturen anorganischer Festkörper z.B. in Bezug auf Oberflächentopologie, Schichtstruktur, Materialgefüge, Korngrößenverteilungen, chemische Zusammensetzung oder weitere physikochemischer Eigenschaften. Nanostrukturen wie Versetzungen, Fehlstellen, Einschlüsse oder Clusterbildung in kristallinen

Festkörpern bzw. auf Oberflächen sind oftmals entscheidend für deren Werkstoffeigenschaften und werden in zunehmendem Maße zur Veränderung bzw. Verbesserung metallischer oder keramischer Werkstoffe eingesetzt. Ohne die leistungsfähigen Methoden der NanoAnalytik wäre die gezielte Herstellung und Charakterisierung derartiger Nanostrukturen nicht möglich. In jüngerer Zeit sind darüber hinaus weitere Applikationsbereiche hinzugekommen, z. B. die Anwendung für polymere und biologische Nanostrukturen sowie die Analyse in flüssigen Medien, die insbesondere im Bereich der Biomedizin, der Umweltanalytik aber auch im Bereich niedrig viskoser Gele z.B. in der Keramikindustrie von essenzieller Bedeutung sind. Zunehmend wichtig wird die Messung von Nanopartikeln in gasförmiger oder auch flüssiger Phase, die im Zusammenhang mit der Risikoforschung zu Nanomaterialien und möglichen gesundheitlichen Wirkungen in den Fokus des wissenschaftlichen und öffentlichen Interesses gerückt sind.

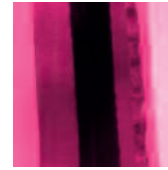


Quelle: BASF

Abmessungen

Länge
Breite
Durchmesser
Schichtdicken

Abbildende Verfahren: REM, TEM, AFM
für Schichtdicken auch Ellipsometrie



Querschnitt durch den Schichtaufbau einer beschreibbaren CD (TEM-Aufnahme)

Größenverteilungen

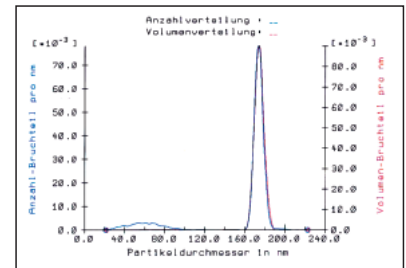
Radiusverteilung
(Annahme Kugelgestalt)

Analytische Ultrazentrifuge
Feldflussfraktionierung
Laserlichtstreuung

Annahme: Kugelgestalt
Standards bedingt vorhanden in Form von runden Latexteilchen
Problem: Abweichung von Kugelgestalt

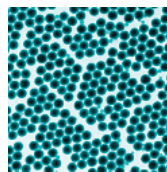
Volumenverteilung
(Annahme Kugelgestalt)

Abbildende Verfahren:
REM, TEM, Rastersondenmikroskopie (z. B. AFM)



Teilchengrößenverteilung aus Bildanalyse

Anzahlverteilung
(Annahme Kugelgestalt)

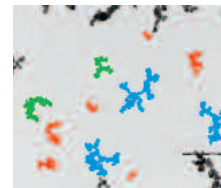


TEM-Aufnahme einer Latex-Dispersion z.B. für Bildanalyse

Gestalt

Kugelförmig
Stabförmig
Plättchenförmig
Größe und kleinste Ausdehnung
Abweichung von der Kugelgestalt

Abbildende Verfahren:
REM, TEM, AFM



Teilchenklassifizierung durch Bildanalyse im TEM, Beispiel Pigmenttrübe

Chemische Zusammensetzung

Elementgehalte

Elementaranalyse:
• Elektronenstrahlmikroanalyse (TEM/EDX, REM/EDX)
• Elektronenenergieverlustspektrometrie (TEM/EELS)
• C, H, N, O, S
• Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)
• optische Emissionsspektrometrie (ICP-OES)
• Massenspektrometrie (ICP-MS)
• Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)

Chemische Gruppen

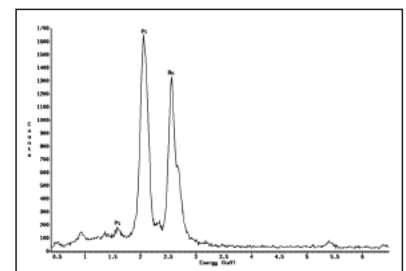
Infrarot (IR)-Spektrometrie

Phasenzusammensetzung

Elektronenbeugung, Röntgenbeugung

Oberflächenchemie

Elektronenspektrometrie für die Chemische Analyse (ESCA/XPS)
Sekundärionenmassenspektrometrie (SIMS)



Elementspektrum (EDX) eines Teilchens einer Metalllegierung

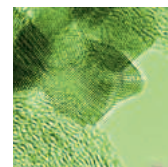
Struktur und Morphologie

Gefüge
Schichtaufbau
Primärteilchengrößen

Abbildende Verfahren:
REM, TEM, AFM

Kristallgröße

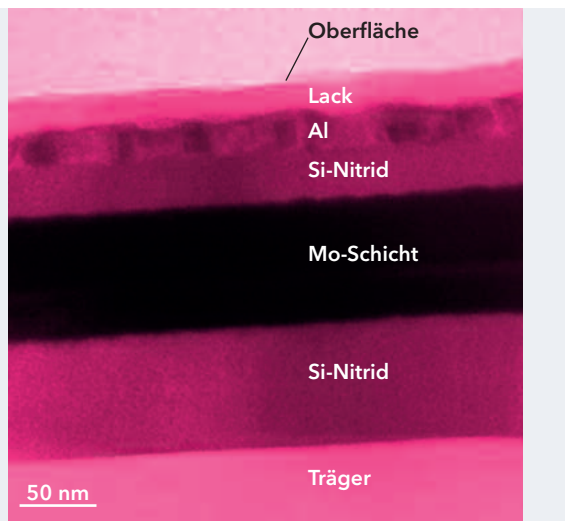
TEM



TEM-Aufnahme eines Teilchens einer Metalllegierung

2.1 Sicherung von Produkt- und Prozessqualität

Aufbau des nano-skaligen Schichtsystems einer beschreibbaren CD. Aufnahme des Querschnitts mit hochauflösendem TEM und EDX-Analyse der Schichten (Quelle: AQura)

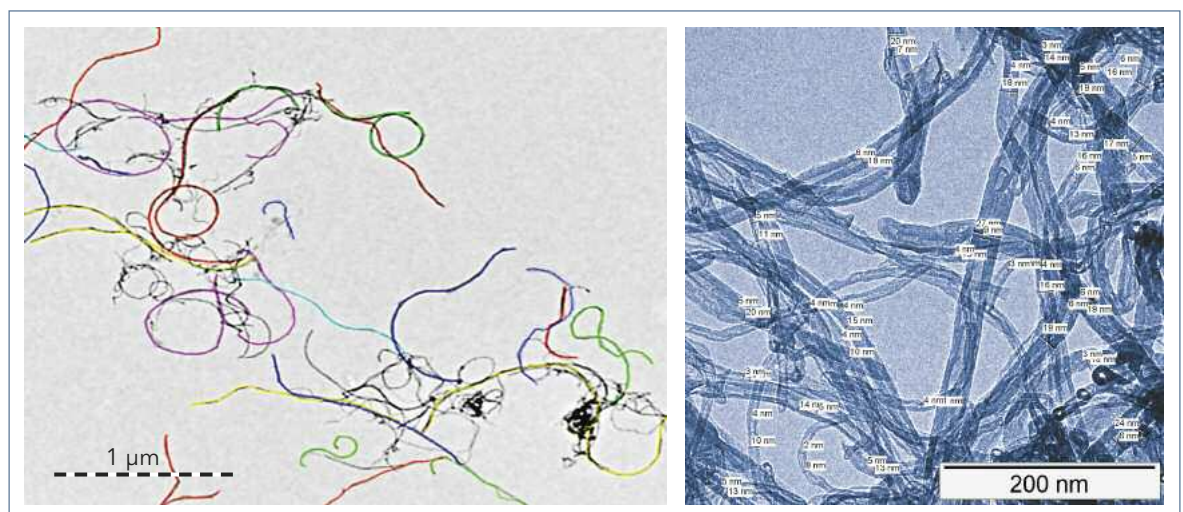


Der Trend in der Nano- und Mikrotechnologie zur Fertigung immer feinerer und präziserer Strukturen, beispielsweise in Anwendungsfeldern der Elektronik, der Optik oder der Medizintechnik, macht eine Produkt- und Prozesskontrolle mit Hilfe nanoanalytischer Methoden unerlässlich. Nur durch eine hochpräzise Kontrolle und Charakterisierung von Nanostrukturen auf Oberflächen sowie in Festkörpern und heterogenen Stoffgemischen lassen sich die gewünschten Komponenten- und Produkteigenschaften realisieren.

Während im Bereich der Prozesskontrolle der Einsatz beispielsweise der Elektronenmikroskopie als aufwändige Messmethode eher punktuell zur Kontrolle und Optimierung von Produkt- und Prozessparametern erfolgt, existieren mit halbautomatisierten Geräten im Bereich der Rastersondentechnik sowie der optischen Profilometrie nanoanalytische Methoden, die mit relativ hohem Durchsatz routinemäßig in der industriellen Qualitätskontrolle eingesetzt werden können.

Im Bereich der chemischen Industrie nimmt die Herstellung nanostrukturierter Materialien eine immer wichtigere Rolle ein. Ein dynamisches Wachstum ist beispielsweise im Bereich der Kohlenstoffnanoröhren zu verzeichnen, denen aufgrund ihrer außergewöhnlichen Materialeigenschaften ein breites industrielles Anwendungsspektrum prognostiziert wird. In Deutschland soll im Rahmen der vom BMBF unterstützten Innovationsallianz „CNT erobern Märkte“ eine Technologieplattform zur gezielten Herstellung, Funktionalisierung, Dispergierung und Weiterverarbeitung von Kohlenstoffnanoröhren für eine breite kommerzielle Nutzung entwickelt werden. Für Anwendungen im Bereich elektrisch leitfähiger Polymere ist beispielsweise die durchschnittliche Länge und Dicke der Kohlenstoffnanoröhren sowie die Anzahl der Verzweigungspunkte ein entscheidendes Qualitätskriterium. Diese Parameter lassen sich zuverlässig nur durch Anwendung abbildender NanoAnalytikverfahren wie der Transmissionselektronenmikroskopie bestimmen.

Längen- und Dickenbestimmung von Multiwalled Carbon Nanotubes mittels TEM in einer Ultraschall-Dispersion von MWCNT in Glykol. In der linken Abbildung sind unterschiedliche Längenbereiche von CNT mittels Bildbearbeitungssoftware eingefärbt worden. (Quelle: BMS)



Großflächige mikro- und nanostrukturierte Oberflächen spielen in vielen industriellen Anwendungen eine zentrale Rolle, wie beispielsweise bei passiven und aktiven optischen Elementen für Display-, Tageslicht- und Kunstlichtanwendungen oder auch bei funktionalen Strukturen wie selbstreinigenden Folien. Derartige 3D-Strukturen lassen sich beispielsweise durch Stempel- und Prägeverfahren auf Kunststoffsubstraten großflächig herstellen, wobei eine sehr hohe Präzision der Prägewerkzeuge erforderlich ist. Zur Überwachung der Prozesskette bei der Herstellung großflächiger Nano- und Mikrostrukturen in 3D lassen sich insbesondere optische Verfahren wie die konfokale Mikroskopie oder Interferometrie einsetzen, mit denen Oberflächenprofile in einer Tiefenauflösung im Nanometer-Bereich großflächig und berührungsfrei vermessen werden können.

Die Anwendungspalette der optischen Profilometrie in der industriellen Praxis hat sich in den letzten Jahren insbesondere auch durch die Entwicklung kundenspezifischer Lösungen deutlich erweitert. Dies betrifft beispielsweise den Motorenbau in der Automobilindustrie, bei dem zunehmend neue Werkstoffe und damit verbundene neuartige Oberflächenstrukturen eingesetzt werden, um einerseits eine kostengünstigere Produktion und andererseits einen niedrigeren Kraftstoffverbrauch sowie eine höhere Lebensdauer zu erreichen. Kurbelgehäuse aus einer Aluminium-Silizium-Legierung weisen dabei eine optimale Kombination von Leichtigkeit und Härte auf. In den Laufflächen der Zylinder werden die harten Siliziumpartikel frei gelegt und bilden ein „Traggerüst“ für die Laufbahn, was den Verschleiß der sonst weichen Oberfläche enorm reduziert. Mit Hilfe eines speziellen Zylindermesskopfes kann eine flächenhafte Charakterisierung der Si-Kristalle auf den Zylinderinnenflächen durch die konfokale 3D-Mikroskopie durchgeführt werden. So wird eine Beurteilung der Qualität der Laufflächen sowie die Analyse des Einlaufprozesses ermöglicht. In kurzer Zeit lassen sich damit Problemstellungen hinsichtlich Verschleißverhalten und Kraftstoff- sowie Schmiermittelverbrauch neu entwickelter Motoren lösen.



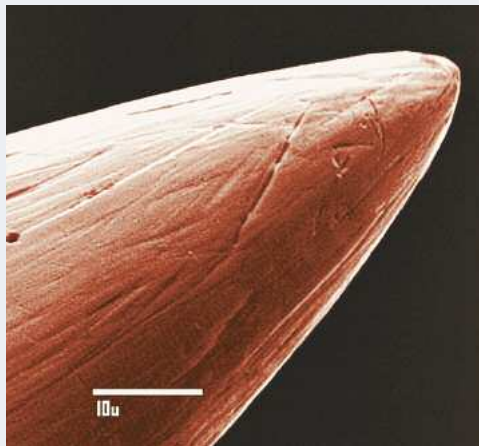
Links: Zylindermesskopf zur optischen 3D-Analyse von Zylinderinnenflächen, die von BMW zur Optimierung neuer Motoren auf Basis von Silizium-Aluminium-Legierungen bereits in der Praxis eingesetzt werden.

Rechts: Optische 3D-Darstellung einer Gruppe von Siliziumpartikeln im Aluminiumträgermaterial mit horizontalem Profilschnitt.
(Quelle: Nanofocus AG)

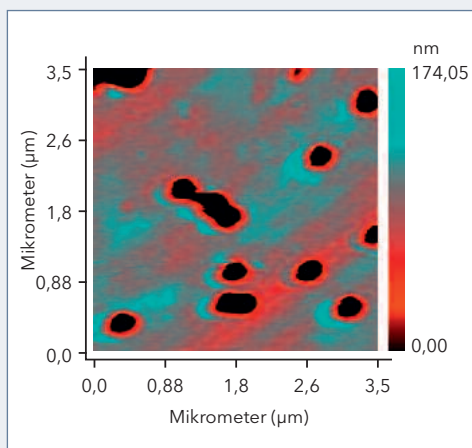
Produktkontrolle und Prozessoptimierung in der Umwelt- und Medizintechnik

Nanoanalytische Methoden finden zunehmend auch bei der Produktkontrolle im Bereich der Umwelt- und Medizintechnik Einsatz. Als Beispiel kann die Qualitätskontrolle bei Bakterienfiltern genannt werden. Durch Fehler im Produktionsprozess können Abweichungen bei der Porengröße im Filter entstehen, so dass bei Überschreiten einer bestimmten Toleranz die Leistungsfähigkeit des Filters eingeschränkt ist und Bakterien durch den Filter hindurch dringen können. Zur Kontrolle der Filterporen werden Rastersondentechniken eingesetzt, die die Filteroberfläche und die Größe der Filterporen im Sub-Mikrometer-Bereich charakterisieren können. Auch zur Prozessoptimierung bei der Herstellung von Kanülen und Nadeln in der Medizintechnik werden nanoanalytische Verfahren eingesetzt. Herstellungsbedingte Riefen und Fehlstellen lassen sich mittels Rastersondenmikroskopie erkennen und so die Produktionsparameter innerhalb akzeptabler Fehler-toleranzen optimieren.

Mittels Rasterelektronenmikroskopie lassen sich herstellungsbedingte Riefen einer Akupunktur-nadel erkennen.
(Quelle: Labor Dr. Weischer)



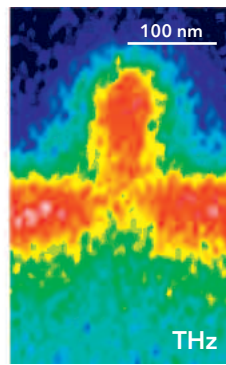
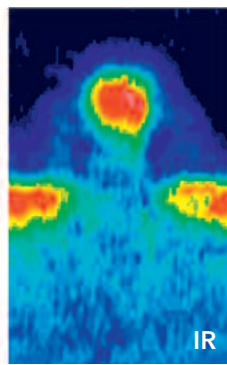
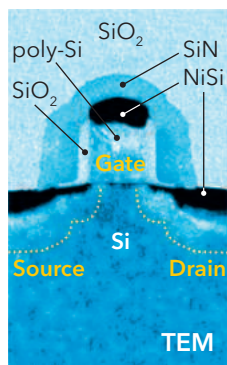
Rasterkraftmikroskopische Aufnahme eines Polycarbonat-filters mit fehlerhaften Poren.
(Quelle: Labor Dr. Weischer)



Qualitäts- und Fehleranalyse in der Elektronik

Der Trend zu immer kleineren Strukturen von Mikrochips und einer damit einhergehenden Leistungssteigerung gemäß den Vorgaben der Technologie-Roadmap der Halbleiterindustrie (Stichwort „Moore-sches Gesetz“) verlangt eine immer höhere Präzision der zur Chipherstellung eingesetzten Geräte. Bei den in der Photolithografie verwendeten Photomas-ken, die als Vorlage zum Aufprägen der elektronischen Schaltkreise auf die Silizium-Wafer mittels UV-Licht dienen, würden Strukturabweichungen von wenigen Nanometern zu irreparablen Fehlern der Mikrochips führen. Zur Qualitätskontrolle der Photo-masken ist daher der Einsatz der NanoAnalytik uner-lässig. Bereits heute sind die Photomasken aller-dings so komplex, dass sie nicht mehr fehlerfrei her-gestellt werden können und durch Kombination von elektronenmikroskopischer Analytik und hochpräzi-ser Materialabscheidung repariert werden müssen. Das Unternehmen NaWoTec in Rossdorf bei Darm-stadt, das zur Carl Zeiss SMT AG gehört, hat mit der EBID-(Electron Beam Induced Deposition)Technolo-gie eine Lösung entwickelt und kommerzialisiert, mit der entsprechende Lithografiemasken geprüft und gleichzeitig korrigiert werden können. (vgl. S.16).

Mit Hilfe neuer nanoanalytischer Methoden lassen sich nicht nur die Strukturen nanoskaliger Mikro-chips untersuchen, sondern auch die Verteilung der Ladungsträger in den einzelnen Transistoren, die entscheidend für die Funktionalität der Bauteile ist. Eine neue Entwicklung des Max-Planck-Institutes für Biochemie, die den Einsatz von Terahertz-Strahlung in SNOM-Geräten vorsieht, ermöglicht eine extrem sensitive Detektion von Ladungsträgern in den Tran-sistorstrukturen mit einer lateralen Auflösung von ca. 40 nm. Dies macht die Methode ausgesprochen interessant für die Qualitäts- und Fehleranalyse in der Halbleitertechnik.

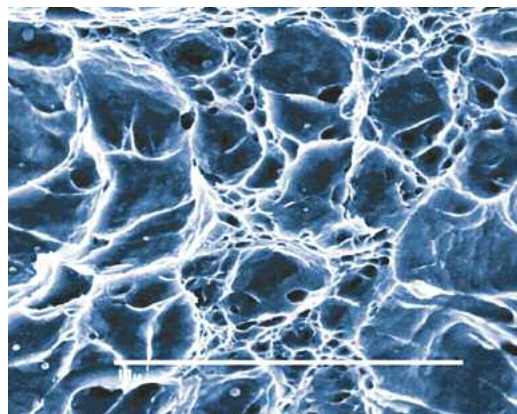


Aufnahmen eines einzelnen Transistors der 65 nm Technologie. Die elektronenmikroskopische Aufnahme (TEM) **links** bietet eine hohe Strukturauflösung, allerdings keine Information bezüglich der Ladungsträgerverteilung. Die Infrarot-SNOM Aufnahme in der **Mitte** zeigt in unterschiedlichen Farben die Verteilung der Ladungsträger in den einzelnen Transistorstrukturen. Die Terahertz-SNOM Aufnahme **rechts** liefert eine deutlich höhere Sensitivität.
(Quelle: MPI für Biochemie)

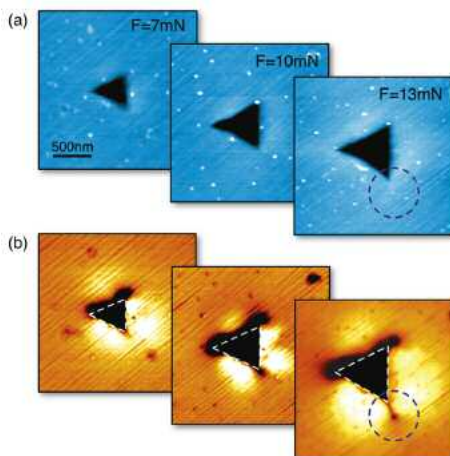
2.2 Schadensanalyse

Ein breites Anwendungsfeld nanoanalytischer Methoden ist die Analyse von Schäden, die durch Materialversagen und Material bedingte Ausfälle entstehen. Häufige Einsatzgebiete sind die Untersuchung von Materialbrüchen oder Korrosionsschäden. Die Untersuchung von Bruchflächen erlaubt wichtige Rückschlüsse auf die Ursache eines Materialversagens. Dies ist sowohl wichtig für die Auslegung von Komponenten zur künftigen Vermeidung von ähnlichen Schädigungen als auch zur Feststellung der Verantwortlichkeit für einen eingetretenen Schadensfall. Durch Analyse der Mikro-/Nanostruktur der Bruchfläche lassen sich präzise Aussagen zur Art des Schadensvorganges treffen. An der Art der Bruchfläche ist üblicherweise zu erkennen, ob der Bruch ein Gewaltbruch oder ein Ermüdungsbruch ist, ob das Material duktil oder spröde gebrochen ist, ggf. von wo der Riss ausgegangen ist,

und ob z.B. Einschlüsse im Material zur Schädigung beigetragen haben. Beispielsweise lässt sich bei einem gewaltsamen Bruch eines Eisenstabes eine charakteristische Wabenstruktur auf den Bruchflächen erkennen.



Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines duktilen Gewaltbruches eines Eisenstabs mit deutlich erkennbarer Wabenstruktur.
(Quelle: Labor Dr. Weischer)



Beobachtung der Entstehung von Nanorissen mit einem Infrarot-Nahfeldmikroskop: **a)** Relief von dreieckigen Eindrücken auf der Oberfläche eines Siliziumcarbid-Kristalls, welche mit Hilfe einer scharfen Diamant-Spitze erzeugt wurden. Mit zunehmender Kraft werden die Eindrücke tiefer und größer. **b)** Infrarotbilder bei einer Wellenlänge von 10 Mikrometern zeigen deutlich die Spannungsfelder um die Eindrücke. Bereiche, in denen der Kristall komprimiert wurde, erscheinen hell, gedehnte Regionen dunkel. Aufgrund der außergewöhnlich hohen Auflösung lässt sich auch die Entstehung von Nanorissen erkennen (blau gestrichelter Kreis).

(Quelle: Andreas Huber, Max-Planck-Institut für Biochemie, Martinsried)

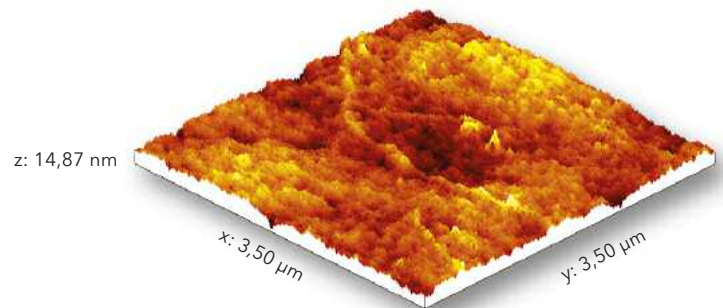
Untersuchung von Korrosionsschäden

Korrosion ist eine der häufigsten Ursachen für materialbedingte Schadensfälle und verursacht in Deutschland jährlich volkswirtschaftliche Schäden in Milliardenhöhe – beispielsweise im Bereich von Stahlbetonbauten, Maschinen in aggressiver Umgebung, Rohrleitungen für reaktive Produkte, Außeninstallationen oder Automobilkomponenten. Zur Aufklärung der genauen Schadensursache, wie beispielsweise einer fehlerhaften Korrosionsschutzschicht, gibt die Untersuchung der Oberflächentopographie sowie der chemischen Zusammensetzung der Proben mittels REM/EDX Aufschluss hinsichtlich der eingetretenen strukturellen und chemischen Änderungen. Durch eine Mikrobereichsanalyse mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie in Verbindung mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) lassen sich die Ursachen lokaler Korrosionsangriffe durch chemische Bestimmung der Korrosionsprodukte wie u.a. Chloride oder Sulfate zuverlässig ermitteln. Insbesondere Chlorid kann aufgrund seiner katalytisch wirkenden korrosionsauslösenden Eigenschaften bereits bei geringen Konzentrationen in Anwesenheit von Feuchtigkeit und Luftsauerstoff beträchtliche Korrosionsschäden bei metallischen Werkstoffen hervorrufen.

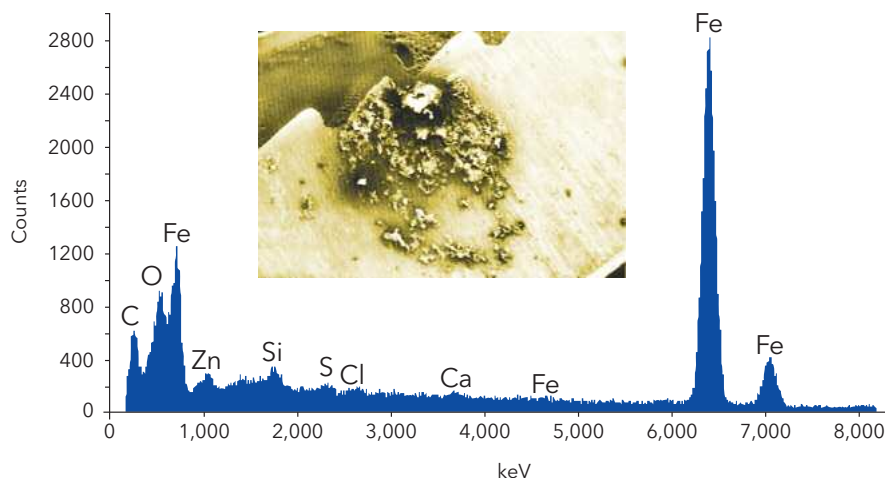
Schadensanalyse in der Medizintechnik

Auch im Bereich der Medizintechnik gewinnen nanoanalytische Untersuchungsmethoden an Bedeutung. Ein Beispiel ist die Untersuchung fehlerhafter Implantate wie den Intraokularlinsen aus Kunststoff, die in Deutschland ca. 800.000 mal pro Jahr zur Behandlung des Grauen Stars eingesetzt werden. In bis zu 50 Prozent der Fälle kommt es nach einigen Jahren zu einer Eintrübung der Intraokularlinsen, die durch chemische Ablagerungen, die Bildung von Mikrovakuolen oder der Ansiedlung von Linsenepithelzellen hervorgerufen werden. Zur genauen Aufklärung der Schadensursache bei fehlerhaften, explantierten Linsen ist der Einsatz nanoanalytischer Methoden z.T. unabdingbar. Mit der Rasterkraftmikroskopie lassen sich beispielsweise Abweichungen in der Oberflächenstruktur identifizieren, die mit lichtmikroskopischen Methoden z.T. nicht festgestellt werden können.

Rasterkraftmikroskopische Aufnahme einer explantierten, getrübbten d. h. defekten Intraokularlinse.
(Quelle: Labor Dr. Weischer)



Untersuchung der Korrosionsschäden eines fehlerhaft verzinkten Sägeblattes mittels REM/EDX. In der REM-Aufnahme lässt sich deutlich die „Pustelbildung“ erkennen und die EDX-Messung gibt Aufschluss über chlorid- und schwefelhaltige Korrosionsprodukte. (Quelle: Labor Dr. Weischer)



2.3 Nano-Metrologie

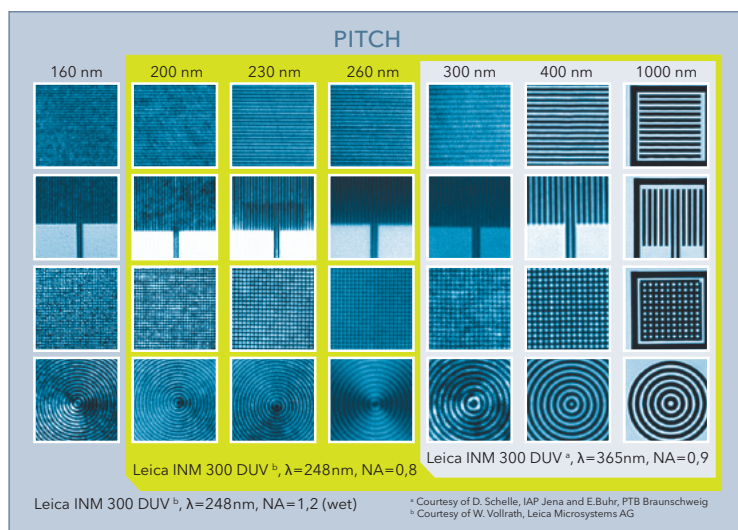
In vielen industriellen Anwendungsfeldern wie der Elektronik, der Mikrosystemtechnik oder der Optik werden nanoskalige Standards und Kalibriernormale sowie sinnvolle, auf das internationale Maßeinheitensystem rückführbare Parameter für nanostrukturierte Oberflächen und Objekte immer wichtiger. In den letzten Jahren war daher ein starker Anstieg der Aktivitäten im Bereich der Nanometrologie zu verzeichnen, die sich insbesondere mit der Längenmessung und -kalibrierung nanoskaliger Objekte befasst. Für metrologische Einsatzzwecke bietet sich insbesondere die Rasterkraftmikroskopie an, die sich einerseits dazu eignet, einzelne Atome an Festkörperoberflächen zu zählen, deren Abstand als Maßstab im Nanometerformat genutzt werden kann. Auf der anderen Seite können mit der Rastersondentechnik auch zweidimensionale Längenkalibrierungen von Oberflächen mit nanoskaliger Genauigkeit vorgenommen werden. Basis hierfür sind hochpräzise Positionierungssysteme, u. a. auf Basis von Piezo-Sensor- / Aktorsystemen und interferometrischen Wegsensoren, mit denen die Bewegung der Probensonde über der Probenoberfläche mit nanoskaliger Genauigkeit kontrolliert werden kann. Mit dieser Methode lassen sich beispielsweise die Strukturabstände von Kalibriergrittern mit einer Präzision im sub-Nanometerbereich vermessen.

Von hoher Bedeutung im Bereich der Nanometrologie ist die Herstellung und Vermessung von Kalibriernormalen, z. B. Linien und Gitter mit definiertem Abstand, mit denen Längenvergleichsmessungen durchgeführt oder auch das Auflösungsvermögen

von Mikroskopen bestimmt werden kann. So werden Linienbreitennormale, die über scharfkantige und hochparallele Stege in definierten Linienabständen verfügen, für die Kalibrierung des Auflösungsvermögens im Bereich der UV-Mikroskopie, der konfokalen Laser-Scanning-Mikroskopie sowie der AFM eingesetzt. Bei den Rastersondentechniken lassen sich durch die Messung von Linienbreitennormalen ebenso die Geometrie und der Radius von Probensonden bestimmen. Mit Hilfe von Kreisgittern lassen sich auf einfache Weise Gerätefehler wie Astigmatismen erkennen und korrigieren. Derartige Kalibriernormale sind u. a. in einem vom BMBF geförderten Verbundprojekt „Nanoskalige, kalibrierte Breitenmaßverkörperungen für höchstauflösende Inspektionsverfahren“ unter Beteiligung der Firma Leica aus Wetzlar entwickelt worden. Die messtechnische Charakterisierung erfolgte hierbei mittels optischer, REM- und AFM-Methoden durch die Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB).

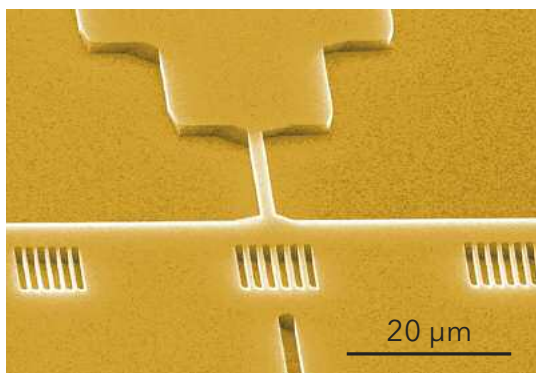
Ebenfalls von Interesse im Bereich der Nanometrologie sind zertifizierte Partikelgrößen- und Partikelzählstandards, die beispielsweise von BS-Partikel in Wiesbaden entwickelt und hergestellt werden, mit denen Partikelmessgeräte validiert und kalibriert werden können (vgl. Praxisbeispiel S. 38).

Infolge der immer weiter fortschreitenden Verkleinerung von Strukturgrößen u. a. in der Halbleitertechnik ist die Weiterentwicklung nanoanalytischer Messmethoden im Hinblick auf Präzision und Auflösungs-



Die Abbildung zeigt die Leistungsfähigkeit heutiger UV-Mikroskope anhand der Strukturen des nanoskaligen Linienbreiten / Pitch-Normals. Jede Spalte im Bild repräsentiert eine Gitterperiode. Bei Beleuchtungswellenlängen von $\lambda=365\text{ nm}$ werden Gitter mit einer Periode von 300 nm , bei $\lambda=248\text{ nm}$ Gitter mit 200 nm Periode klar aufgelöst. Bei Einsatz von Immersionsobjektiven (NA=1,2) gelingt es, Gitterperioden bis 160 nm (Linienbreite: 80 nm) darzustellen. Die Aufnahmen wurden von E. Buhr (PTB), D. Schelle (IAP Jena) und W. Vollrath (Leica Wetzlar) zur Verfügung gestellt.

REM-Aufnahme einer Kalibrierstruktur – Gruppen mit unterschiedlichen Linienbreiten von 300 bis 800 nm.
(Quelle: Supracon AG)



vermögen ein wichtiges Forschungsfeld, mit dem sich insbesondere Metrologieinstitute wie die PTB in Deutschland (vgl. S. 51) oder das NIST (National Institute of Standards and Technology) in den USA befassen. Darüber hinaus sind Gremien der internationalen Standardisierungsorganisationen ISO und IEC zum Themenfeld Nanotechnologie eingerichtet worden, die sich u. a. explizit mit Fragen der Nomenklatur sowie Prüf- und Messtechniken auch im Bereich der NanoAnalytik befassen (vgl. Nano-Normung, Schriftenreihe Hessen-Nanotech, Band 8).

2.4 Partikelmesstechnik zur Sicherheitsbewertung von Nanomaterialien

Die wachsende kommerzielle Verbreitung von Nanomaterialien erfordert angemessene Methoden zur Sicherheitsbewertung im Hinblick auf mögliche (öko-)toxikologische Risiken. Neben geeigneten toxikologischen Testmethoden sind hierfür analytische Verfahren gefragt, die in der Lage sind, nanopartikuläre Materialien in der Umwelt und in biologischen Proben hinsichtlich relevanter Parameter wie beispielsweise Partikelanzahl, -größenverteilung oder chemischer Zusammensetzung zu charakterisieren. Einen der am potenziell gefährdeten Expositionswege von Nanopartikeln stellt die inhalative Aufnahme aus der Luft dar. Die aufgenommenen Nanopartikel könnten im Lungengewebe zu Entzündungen führen bzw. sich bei Durchdringen der Lungenzellen über den Blutkreislauf im gesamten Körper verteilen, wo sie dann auch andere Organe schädigen können. Essenziell für eine Gefährdungseinschätzung ist die Expositionsbestimmung, d. h. in welchem Ausmaß Menschen in Kontakt mit Nanopartikeln gelangen.^[1] Gefragt sind hier Messmethoden zur Bestimmung der Partikelgrößen und -konzentrationen in Luft oder auch in Flüssigkeiten. Zur Bestimmung von Nanopartikeln in der Luft werden beispielsweise Partikelzähler auf Basis der SMPS-Methode (vgl. Kap 3.4.2) eingesetzt.

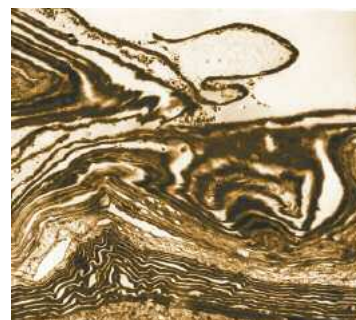
Ein weiteres Einsatzfeld nanoanalytischer Methoden ist die Bestimmung von Nanopartikeln im Gewebe (z. B. Haut), um eine mögliche Aufnahme von Nanopartikeln aus Kosmetika in den menschlichen Körper zu untersuchen. Verbreitete Anwendung finden beispielsweise nanoskalige Titandioxid- oder Zinkoxid-

partikel als UV-Schutzmittel in Sonnencremes. Zur Untersuchung des Penetrationsverhaltens dieser Nanopartikel im Hautgewebe existieren unterschiedliche Analysemethoden wie die Kryo-Elektronenmikroskopie von präparierten Hautschnitten. Besondere Aufmerksamkeit erfordert bei dieser Methode die Probenpräparation, bei der sich unter Umständen Artefakte bilden können, und die Sicherstellung der Repräsentativität der Messung aufgrund eines sehr geringen Probenareals.



Einsatz von Partikelmessgeräten zur Bestimmung von Expositionsprofilen im Arbeitsbereich einer Sprühbeschichtungsanlage bei Verwendung nanopartikulärer Sol-Gel-Materialien.
(Quelle: Nanogate/BGIA)

Kryo-TEM:
Aufnahme eines
Hautquerschnittes.
(Quelle: Uni Leipzig)



^[1] Zum Thema Nano-Sicherheit wird verwiesen auf die umfassende Informationsplattform www.nano-sicherheit.de der Aktionslinie Hessen-Nanotech des Hessischen Wirtschaftsministeriums.

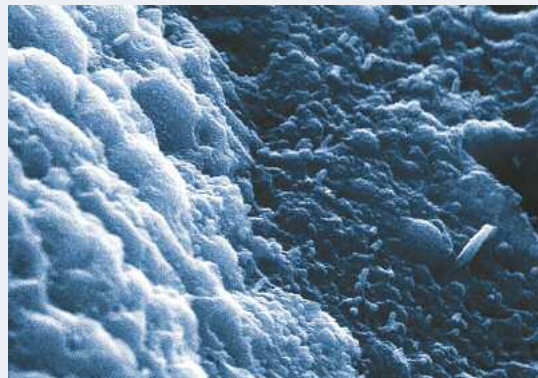
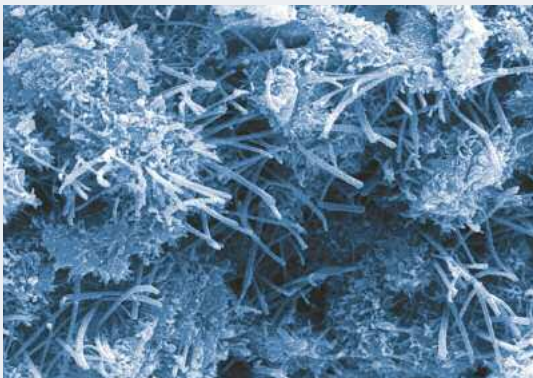
2.5 Anwendungsorientierte Forschung

Nanoanalytische Methoden finden in fast allen Bereichen der Materialforschung Einsatzmöglichkeiten. Aus der Fülle der unterschiedlichen Anwendungsgebiete sollen im Folgenden einige Beispiele erläutert werden, bei denen nanoanalytische Methoden den Schlüssel für neue Produkte und Innovationen in den Bereichen Pharmakologie, Informationstechnik und der Bautechnik darstellen.

Ein aktuelles Einsatzgebiet der Nanotechnologie ist die Optimierung von Baustoffen. Durch nanoskalige Zusatzstoffe beispielsweise bei Zementmischungen lassen sich die Eigenschaften des weltweit wichtigsten Baustoffs Beton deutlich verbessern. Der Zusatz von Nano-Silikapartikeln in Zementmischungen bewirkt eine wesentlich dichtere Betonmatrix, die nicht die sonst üblichen nadelförmigen kristallinen Kalziumsilikathydrat-(CSH)-Phasen ausbildet, sondern eine fast keramisch dichte Struktur bildet. Dadurch steigt nicht nur die Druckfestigkeit des Betons, sondern es verbessert sich auch die Korrosionsbeständigkeit. Mittels nanoanalytischer Methoden wie der ESEM, der hochauflösenden Niedrigvakuum-SEM und der Kryo-TEM lassen sich die Hydrationsprozesse bei der Betonhärtung verfolgen und daraus der Einfluss nanoskaliger Zusatzstoffe bei der Betonoptimierung analysieren.

Mit ultrahochfestem Beton (UHPC) lassen sich durch einen deutlich reduzierten Materialeinsatz erhebliche Ressourceneinsparungen im Vergleich zu Normalbeton realisieren sowie die Konstruktionsmöglichkeiten wesentlich erweitern (vgl. Nanotechnologien in Architektur und Bauwesen, Schriftenreihe Hessen-Nanotech, Band 7).

Im Bereich der pharmakologischen Forschung spielt die NanoAnalytik vor allem bei der Charakterisierung von Biomolekülen eine zentrale Rolle. Analytische Methoden der Nanotechnologie tragen bereits seit den neunziger Jahren viel zum Verständnis molekularer Prozesse in der Zelle bei. Eine wichtige Methode ist hierbei die Rasterkraftmikroskopie, mit der zum Beispiel Proteine auf Oberflächen von Zellen sichtbar gemacht werden können. Auch Faltungsprozesse von Biomolekülen, die eine Schlüsselrolle hinsichtlich der Funktionalität beispielsweise von Proteinen spielen, lassen sich mit der Rasterkraftmikroskopie untersuchen. Dazu wird eine Seite des zu charakterisierenden Moleküls an die AFM-Spitze und die andere an den „Objektträger“ fixiert. Beim Zurückziehen der AFM-Spitze wird die ausgeübte Kraft über die Verbiegung des Federbalkens gemessen. Mit diesem Messprinzip können zum Beispiel auch die Wechselwirkungen zwischen pharmazeutischen Wirkstoffen und Biomolekülen bestimmt werden.



SEM-Bilder der Mikrostruktur eines Normalbetons (**links**) und eines nano-optimierten Ultrahochleistungsbetons - UHPC, (**rechts**). Gegenüber dem Normalbeton ist die UHPC-Matrix wesentlich dichter. Bildbreite links: 23 µm, rechts 7 µm. (Quelle: Uni Kassel)

Weiterhin von großer Bedeutung in der Einzelmolekülspektroskopie ist die konfokale Fluoreszenzmikroskopie. Bei diesem Verfahren werden Biomoleküle mit einem Fluoreszenzfarbstoff markiert und dieser mit einem Laser angeregt. Durch eine spezielle Anordnung von Linsen und Blenden wird erreicht, dass nur Licht aus der Brennebene detektiert wird. Damit kann das Messvolumen soweit minimiert werden, dass bei entsprechender Verdünnung der Probe im Mittel nur noch ein Molekül gemessen wird. Die konfokale Fluoreszenzmikroskopie ermög-

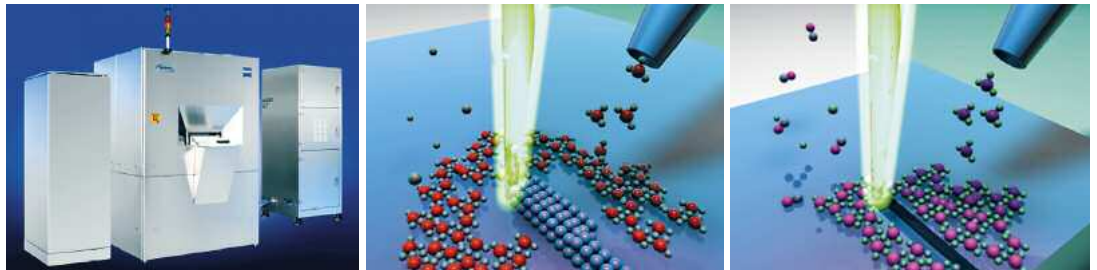
licht es, Objekte Bildpunkt für Bildpunkt abzurastern und so einzelne mit einem Farbstoff markierte Moleküle in biologischen Objekten nachzuweisen. Im Gegensatz zu Rastersondenmethoden ist die Fluoreszenzmikroskopie nicht auf Oberflächen beschränkt und kann daher auch eingesetzt werden, um Vorgänge innerhalb der Zelle zu untersuchen (siehe auch S. 26). Zu den faszinierenden Beiträgen, die die Einzelmolekülspektroskopie in der Biologie geleistet hat, gehören die Aufklärung von Transport- und Signalprozessen innerhalb der Zelle.

2.6 Von der NanoAnalytik zur Nanomanipulation

Links: NaWoTec
Maskenreparaturgerät
MeRiT™ MG.

Mitte und rechts:
Elektronenstrahlinduziertes
Deponieren und Ätzen.

(Quelle: NaWoTec GmbH)



Eine oftmals im Zusammenhang mit der Nanotechnologie geäußerte Vision ist die kontrollierte Manipulation einzelner nanoskaliger Bausteine mit dem Ziel, technisch nutzbare Strukturen und Komponenten herzustellen. Prinzipiell wurde die Möglichkeit der Manipulation einzelner Atome mittels Rastertunnelmikroskopen bereits gezeigt. Von einer technischen Nutzung derartiger Verfahren zum Aufbau von Komponenten ist man hingegen noch weit entfernt. Nichtsdestotrotz sind bereits einige Verfahren entwickelt worden, mit denen sich Nanostrukturen zunächst analysieren und anschließend auch gezielt ändern lassen. Derartige Verfahren werden beispielsweise zur Reparatur von Lithografiemasken für die Halbleiterherstellung eingesetzt. Lithographie-Masken zur Abbildung von Halbleiter-Strukturen mit Größen von derzeit bis zu 45 nm sind sehr aufwändig und praktisch nicht fehlerfrei herzustellen. Die Firma NaWoTec aus Rossdorf bei Darmstadt, die 2005 von der Firma Zeiss übernommen worden ist, hat ein Reparaturgerät entwickelt, das aus einer Kombination von Raster-Elektronenmikroskop und

einem aufwändigen Gaszuführungssystem besteht. Dieses Maskenreparaturgerät macht die Strukturen sichtbar und gibt an das Gas, das aus der Düse strömt, Energie ab, so dass es sich auf der Maskenunterlage verfestigt, um fehlende Strukturen zu ergänzen. Eine andere Gassorte wirkt in Verbindung mit dem Elektronenstrahl wie ein feiner Radiergummi, der fehlerhafte Strukturen entfernen kann. Der Markt für derartige Maskenreparaturgeräte wird auf über 60 Mio. US\$ geschätzt.

Ein ähnliches Verfahren zur 3D-Strukturzeugung in Kombination mit der Elektronenmikroskopie hat die Firma NanoScale Systems entwickelt. Mit dieser sog. EBID (Electron Beam Induced Deposition)-Methode lassen sich funktionale Strukturen und Materialien mit Systemabmessungen deutlich unterhalb 50 Nanometern und Kantengenauigkeiten im Bereich von 1 bis 3 Nanometern herstellen (vgl. Praxisbeispiel auf S. 43).

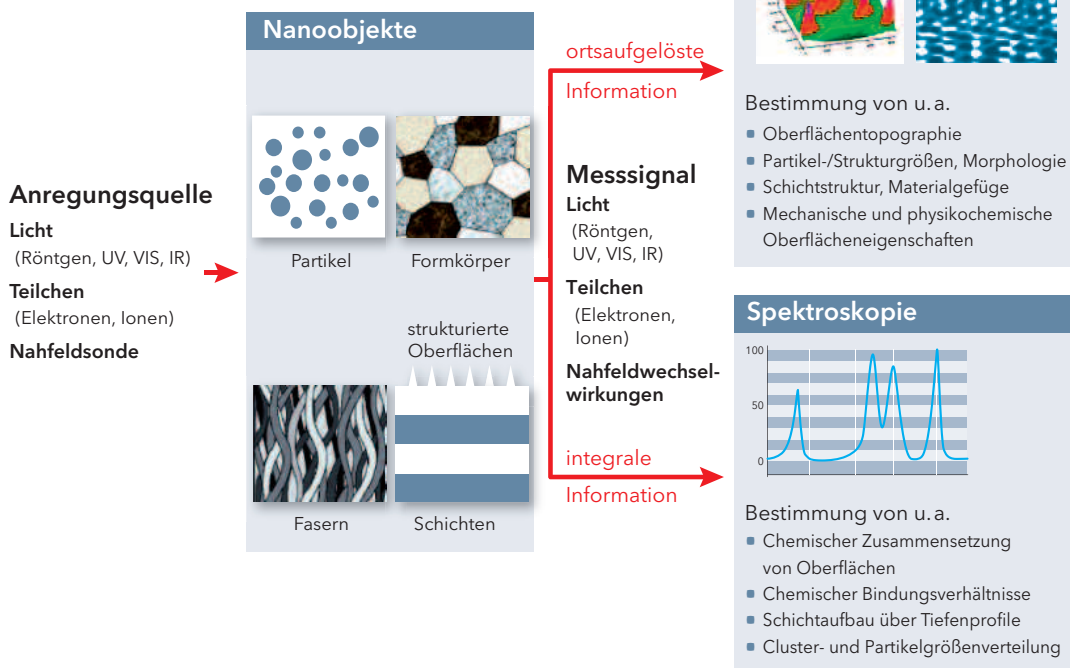
3 Nanoanalytische Methoden und Einsatzmöglichkeiten

3.1 Überblick zum Methoden- und Einsatzspektrum

Die NanoAnalytik umfasst ein breites Arsenal von Methoden und Varianten, die sich z.T. ergänzend zur Lösung spezifischer Fragestellungen herangezogen werden können. Sie basieren überwiegend auf der Wechselwirkung von Licht unterschiedlicher Frequenzbereiche (Infrarot bis Röntgenbereich), geladenen oder ungeladenen Teilchen (Elektronen, Ionen etc.) oder einem Nahfeld zwischen einer Sonde mit der Probe. Zur Informationsgewinnung werden rückgestreute bzw. emittierte Photonen, Elektronen oder Ionen bzw. das infolge einer Nahfeldwechselwirkung einer Sonde mit der Proben-

oberfläche resultierende Messsignal – wie z.B. ein Tunnelstrom oder eine Kraftwirkung – herangezogen. Analytische Verfahren können grundsätzlich in orts aufgelöste und integrale Informationen liefernde Verfahren unterschieden werden (vgl. Abbildung unten). Orts aufgelöste Informationen werden in der NanoAnalytik im Wesentlichen durch hochaufgelöste abbildende Verfahren (Mikroskopie) gewonnen, während man bei Spektroskopie und Verfahren zur Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen integrale Informationen erhält.

Prinzipien der NanoAnalytik



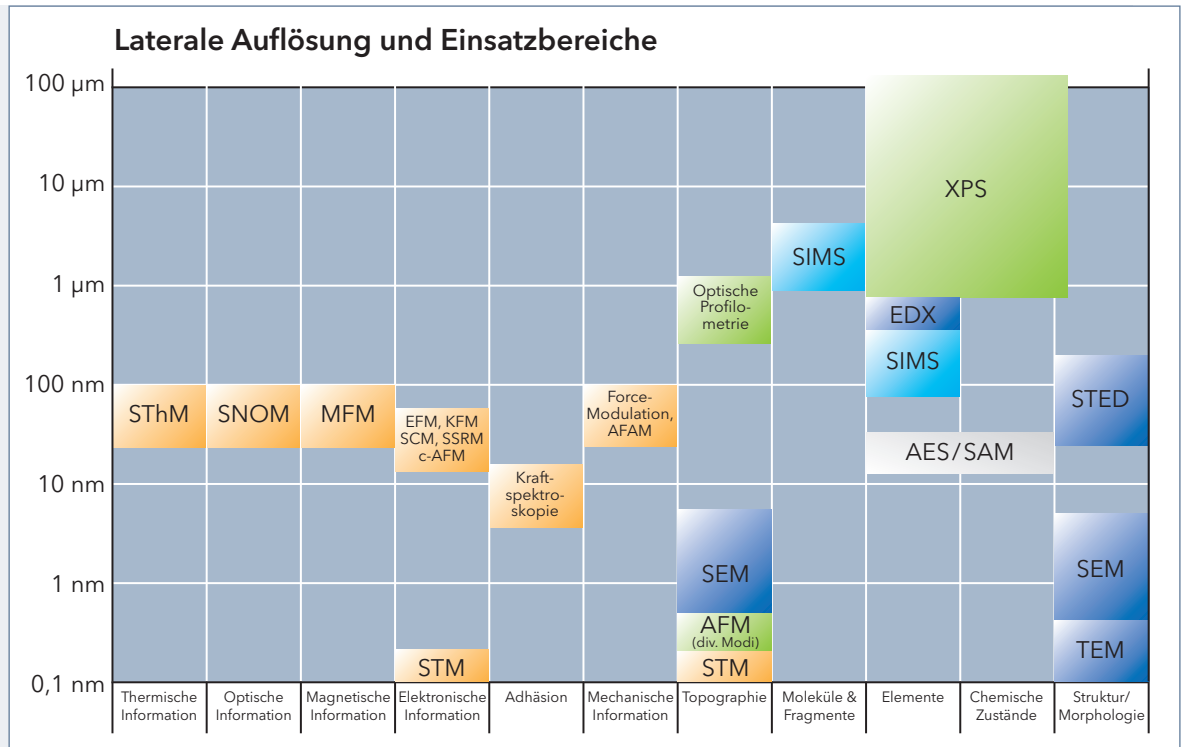
	Methode	Was wird gemessen?	Räumliche Auflösung
Hochauflöste abbildende Verfahren (Mikroskopie)	Elektronenmikroskopie (EM)		
	Raster-EM (SEM) Variante: ESEM (Environmental REM) Kombination mit Röntgenspektroskopie EDX	Oberflächentopographie, Partikelmorphologie / -struktur / -größenverteilung, in Kombination mit EDX: Elementzusammensetzung	lateral: Standard ca. 2 nm hochauflösend bis ca. 0,5 nm Tiefeninformation: wenige Atomlagen
	Transmissions-EM (TEM) Varianten: HRTEM (Hochauflösende TEM) RTEM (Raster TEM) EFTEM (Energiegefilterte TEM)	Morphologie, Kristallstruktur und chemische Zusammensetzung kleinster Materiebausteine	lateral: bis ca. 0,1 nm Tiefeninformation: ca. 5 nm bis einige 100 nm
	Rastersondentechniken (SXM)		
	Rastertunnelmikroskop (STM)	Oberflächentopographie, Elektronische Struktur von Molekülen	lateral: bis ca. 0,1 nm Tiefeninformation: wenige Atomlagen
	Rasterkraftmikroskop (AFM) Varianten: Scanning-Thermal-Microscopy (SThM), Electric-Force-Microscopy (EFM) Magnetic-Force-Microscopy (MFM)	Oberflächentopographie, Messung von Adhäsions- und Reibungskräften, Messung lokaler elektrischer und magnetischer Felder, Temperaturfelder	
	SNOM Varianten: Apertur-SNOM (a-SNOM) Streuende SNOM (s-SNOM) auch für Infrarotbereich	Oberflächentopographie, lokale optische 3D-Eigenschaften durch Erfassung der Nahfeldwechselwirkungen einer Lichtsonde auf einer Probenoberfläche	lateral: Standard ca. 50 nm, demonstriert: 2-3 nm
	Hochauflösende optische Mikroskopie		
	4Pi-konfokale Fluoreszenzmikroskopie	Dreidimensionale Abbildung von Nano- und Mikroobjekten durch Fluoreszenzlicht, Einzelmolekülnachweis durch Fluoreszenzmarker	axial: 100 nm
	STED-Mikroskopie Variante: STED 4Pi-Mikroskop	Dreidimensionale Abbildung von Nano- und Mikroobjekten durch fluoreszierendes Licht (z.B. biologische Zellen)	lateral: ca. 50 nm Variante STED 4Pi-Mikroskop bis ca. 20 nm
Spektroskopische / Spektrometrische Verfahren	Feld-Ionen-Mikroskopie (FIM) Varianten: 3D-Atomsonden (3DAP)-FIM	Quantitative und hochauflösende chemische Mikroanalyse	lateral: ca. 0,5 nm Tiefeninformation: 0,2 nm
	Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) Variante: Raster-Auger-Elektronenmikroskopie (SAM), Kombination mit SEM	Quantitative Elementanalyse (außer Wasserstoff und Helium) von Oberflächen mit hoher lateraler Auflösung	bis zu 10 nm (SAM), Tiefeninformation: ca. 1-3 nm, durch sukzessiven Ionenstrahlabtrag sind Tiefenprofile bis 1 µm möglich
	Photo-Elektronen-Spektroskopie (XPS) andere Bezeichnung ESCA: Elektronenspektroskopie zur chemischen Analyse	Identifikation von chemischen Elementen (außer H und He) und Bindungstypen / -Oxidationsstufen, quantitative Aussagen über chemische Zusammensetzung	im abbildenden Modus: typischerweise 1-3 µm, in Entwicklung bis 200 nm, Tiefeninformation: 5-20 nm
Partikelgrößenverteilung	Sekundär-Ionen-Massenspektroskopie (SIMS) Varianten: Flugzeit (Time-of-flight)-SIMS, ToF-SIMS zur empfindlicheren Massendetektion	Identifikation von chemischen Elementen und Molekülen und Molekülfragmenten, Tiefenprofile der Elementverteilung	lateral: ca. 100 nm, Tiefeninformation: 2 Atomlagen, Tiefenprofile durch Ionenstrahlabtrag
	Photonenkorrelationsspektroskopie / Dynamische Lichtstreuung Varianten: Photon Crosscorrelation, Spectroscopy (PCCS), Polarized-Intensity Differential, Scattering (PIDS)	Partikelgrößenverteilung	Partikeldurchmesser > 1 nm
	Scanning Mobility Particle Sizer (SMPS)	Größe und Konzentration ultrafeiner Partikel in hoher Auflösung	Partikelgrößenbereich von 1 nm bis 1000 nm
Sonstige Eigenschaften	Analytische Ultrazentrifuge, Variante: Scheibenzentrifuge	Größenverteilung von Nanopartikeln in Dispersionen durch Messung der Sedimentationsgeschwindigkeit	Partikelgrößenbereich von 1 nm bis 50 µm
	Konfokale Lasermikroskopie, Interferometrie, Ellipsometrie	Berührungslose 3D-Vermessung von Oberflächen, Schichtdickenmessung	lateral: ca. 300 nm, Tiefeninformation: im nm-Bereich
	Nanoindentationsverfahren	Mechanische Eigenschaften dünner Schichten	Schichtdicken < 1 µm
Sonstige Eigenschaften	Zetapotenzialanalyse	Abstoßung oder Anziehung zwischen Partikeln in Suspensionen	Partikelgrößenbereich ca. 3 nm bis einige µm

Proben-/ Messbedingungen	Gerätekosten	Industrielle Anwendungsfelder	Seite
elektrisch leitende bzw. gesputterte Proben, Hochvakuum, ESEM: geringes Vakuum, auch isolierende und flüssige Proben	ca. 100.000 € bis 1 Mio. €	Fehler- und Schadensanalyse in vielen Branchen (Automobil, Baustoffe, Maschinenbau etc.)	22
elektronendurchlässige Proben (Schichtdicke im nm-Bereich), Probenpräparation u.a. durch fokussierten Ionenstrahl (FIB), Messungen im Hochvakuum	je nach Ausstattung und Auflösungsvermögen bis zu 7 Mio. €	Strukturanalyse anorganischer und biologischer Materialien	22
Elektrisch leitende Proben	ca. 50.000 € (Grundausstattung) bis 500.000 € (Spezialgeräte)	Halbautomatisierte Lösungen zur Qualitätssicherung in der Industrie, breites Anwendungsspektrum in der Materialforschung	23
Sehr flexible Messbedingungen (Normaltemperatur bis Hochvakuum), weiter Temperaturbereich			23
zerstörungsfrei, auch in Flüssigkeiten anwendbar	ab ca. 180.000 €	Qualitätskontrolle (z.B. Kristallwachstum bei Waferproduktion, Materialforschung, chemische Analytik)	25
Fluoreszenzmarkierte Proben, z.B. fixierte oder lebende Zellen	keine Angabe	u.a. Charakterisierung biologischer Prozesse auf subzellulärer Ebene	26
Fluoreszenzmarkierte Proben, z.B. fixierte oder lebende Zellen	STED ca. 900.000 €	u.a. Charakterisierung biologischer Prozesse auf subzellulärer Ebene, künftig ggf. Halbleitertechnik	27
Präparation einer nm feinen Spitze z.B. mittels FIB-Technik	> 1 Mio. €	Materialforschung, z.B. Untersuchung von Stählen und Legierungen, Nanokomposite und -schichtsysteme	
Elektrisch leitfähige und halbleitende Proben, vakuumfest	ca. 200.000 € bis 600.000 €	Materialcharakterisierung und Qualitätskontrolle (Oberflächenkontamination und -homogenität, Schichtqualität, Schadensanalyse)	
vakuumfest (trocken, gefroren), empfindliche Proben (wie Polymere) können durch Röntgenstrahlung verändert werden	ca. 100.000 € bis 600.000 €	Chemische Oberflächen-Charakterisierung in einer Vielzahl von Anwendungsfeldern	28
vakuumfest (trocken, gefroren oder nur mit eingeschlossenen Flüssigkeiten)	> 500.000 € bis 1.5 Mio. €	Chemische Oberflächen-Charakterisierung in einer Vielzahl von Anwendungsfeldern	29
Nanopartikel-Suspensionen (verdünnt) mit PCCS auch in unverdünnten Lösungen	bis zu 50.000 €	Qualitätskontrolle und Stabilität von Suspensionen im Medizin-/Pharma-Bereich, Nanopartikelherstellung	31
Aerosole	ca. 40.000 € bis 70.000 €	Abgas- und Luftqualitätsmessungen, Aerosolforschung	31
Dispersionen	ca. 300.000 € Scheibenzentrifuge 35.000 € bis 50.000 €	Größenbestimmung von Nanopartikel-Dispersionen (z.B. Polymerdispersionen)	32
Beliebige Festkörper, auch mobile Geräte mit Einsatz unter Produktionsbedingungen	ab ca. 100.000 €	3D-Oberflächen-Inspektion in der industriellen Qualitätskontrolle	33
Festkörperoberflächen	s. AFM, spezielle Spitzen ca. 500 €	Oberflächentechnik, Mikroelektronik, Mikromechanik, Optik	26
Dispersionen	k.A.	Dispersionsstabilität (z.B. Lebensmittel, Pharma, Abwasser)	

Ohne erschöpfend auf jede Verfahrensvariante einzugehen, soll in den folgenden Kapiteln ein Überblick über die wichtigsten Methoden sowie deren Anwendungsbereiche gegeben werden. Ein wesentliches Kriterium im Vergleich der unterschiedlichen Methoden ist hierbei die laterale Auflösung, die der geringsten Entfernung zweier Strukturmerkmale ent-

spricht, die voneinander getrennt dargestellt werden können. Eine Übersicht zum lateralen Auflösungsvermögen und der jeweils erhaltenden Information verschiedener nanoanalytischer Methoden gibt die folgende Abbildung.

Laterale Auflösung und Einsatzbereiche nanoanalytischer Verfahren.
(Quelle: Kompetenzzentrum NanoAnalytik in Münster, Ergänzungen VDI TZ)



Neben der lateralen Auflösung sind natürlich noch weitere Kriterien, wie etwa die Art der zu messenden Proben, die Probenvorbereitung, die Qualifikationsanforderungen an das bedienende Personal oder auch die Höhe der Geräteinvestitionen, von hohem Interesse für den praktischen Einsatz der NanoAnalytik (vgl. Abbildung S. 18/19). Aufgrund der z.T. hohen Kosten und des oftmals erforderlichen Einsatzes hochqualifizierten Fachpersonals ist insbesondere für KMU der Erwerb und Betrieb eigener NanoAnalytik-Geräte oft ökonomisch nicht sinnvoll. In diesen Fällen ist die Kooperation mit kompetenten Dienstleistungslaboratorien zu empfehlen, die auch komplexe Fragestellungen mit leistungsfähigen nanoanalytischen Verfahren bearbeiten können (vgl. Praxisbeispiel S. 39). Darüber hinaus bietet eine Reihe hessischer Hochschuleinrichtungen die Möglichkeit, bestimmte Verfahren im Hinblick auf standardmäßig nicht zu lösende Fragestellungen gezielt anzupassen und weiterzuentwickeln.

Auskunft zu möglichen Ansprechpartnern bietet der Kompetenz- und Infrastrukturatlas Nanotechnologien in Hessen, der Profile von über 160 Nanotech-Unternehmen, Netzwerken, Forschungseinrichtungen und Hochschulen in Hessen enthält (www.hessen-nanotech.de/kompetenzatlas).



3.2 Hochaufgelöst abbildende Verfahren (Mikroskopie)

Hochaufgelöst abbildende Verfahren (Mikroskopie) sind Verfahren mit Ortsauflösung, die Auskunft über die räumliche Verteilung bzw. Orientierung, Struktur und Zusammensetzung von Materialien geben können. Diese abbildenden mikroskopischen Untersuchungsmethoden nehmen seit Jahrzehnten einen festen Platz in Materialwissenschaften, Biologie und Medizin ein und haben durch den Trend zur Miniaturisierung von Werkstoffen, Bauelementen und Biomaterialien eine dynamische Weiterentwicklung erfahren. Dies betrifft insbesondere eine immense Steigerung der Auflösung von Objekteinheiten, die mittlerweile weniger als 0,1 Nanometer (1 Ångström) beträgt und damit unterhalb des Durchmessers einzelner Atome liegt.

Eine wichtige Rolle spielt hierbei die Elektronenmikroskopie nicht nur aufgrund der Auflösung bis in atomare Dimensionen, sondern auch aufgrund der Möglichkeit, die Bildinformation direkt mit der Kristallstruktur, physikalischen Eigenschaften und der chemischen Zusammensetzung des Untersuchungsobjektes verknüpfen zu können. Rasterelektronenmikroskopie und Transmissionselektronenmikroskopie sind lange etablierte Methoden der Mikro- und NanoAnalytik, die durch fortschreitende Innovationen an die Grenzen der theoretisch möglichen lateralen Auflösung und der Energieauflösung vorangetrieben werden.

Die zweite wesentliche Methodenfamilie mikroskopischer NanoAnalytikverfahren sind die Rastersondentechniken wie Rasterkraftmikroskopie und Rastertunnelmikroskopie, die in den letzten Jahren eine weite Verbreitung gefunden haben. Die Rastersondenmethoden erlauben es in sehr aussagekräftiger Weise, die Bildinformation mit den lokalen physikalischen Eigenschaften (Leitfähigkeit, Magnetismus, Wärmeleitung etc.) von Materialoberflächen zu verknüpfen, und können in einem weiten Einsatzbereich in Bezug auf Temperatur, Druck und Probenkonsistenz genutzt werden.

Neben den genannten Methoden sind in jüngerer Zeit auch hochauflösende optische Mikroskopieverfahren entwickelt worden, die durch Ausnutzung bestimmter physikalischer Effekte Auflösungen in Bereichen deutlich unterhalb 100 nm ermöglichen und insbesondere in der Biologie bei der zerstörungsfreien dreidimensionalen Abbildung von Zellbestandteilen eingesetzt werden.

Der exzellenten Auflösung der nanoanalytischen Mikroskopieverfahren steht als Nachteil der hohe Zeitaufwand entgegen, der den Anwendungsbereich auf räumlich stark eingegrenzte Probenabschnitte beschränkt. Der gewählte Probenausschnitt ist nicht zwangsläufig repräsentativ für die gesamte Probe. Daher müssen in der Regel mehrere kleine Ausschnitte vermessen werden, um ein zuverlässiges Ergebnis zu erhalten. Während Rastersondentechniken die obersten Atomlagen eines Festkörpers erfassen können, gelingt es mit elektronenmikroskopischen Verfahren, Informationen über die lokale Morphologie, Kristallstruktur und in Kombination mit spektroskopischen Detektoren auch über die chemische Zusammensetzung und das Bindungsverhalten zu erhalten. Dies erlaubt die Erfassung lokaler Phänomene wie z.B. von inneren Grenzflächen, Defekten, Sekundärphasen in Festkörpern und deren Wechselwirkung mit der Festkörpermatrix bis hin zum atomistischen Aufbau von einzelnen Nanoteilchen.

Zur Lösung komplexer analytischer Fragestellungen ist oftmals eine geeignete Kombination integraler und orts aufgelöster nanoanalytischer Methoden erforderlich. So ist beispielsweise bei der Bestimmung einer Partikelgrößenverteilung mittels Lichtstreuungsverfahren, der SMPS-Methode oder Analytischer Ultrazentrifuge zusätzlich die Bestimmung der Partikelform mit einem bildgebenden Verfahren wie z.B. Raster- oder Transmissionselektronenmikroskopie erforderlich, da Abweichungen von einer sphärischen Partikelform die Messergebnisse verfälschen können.

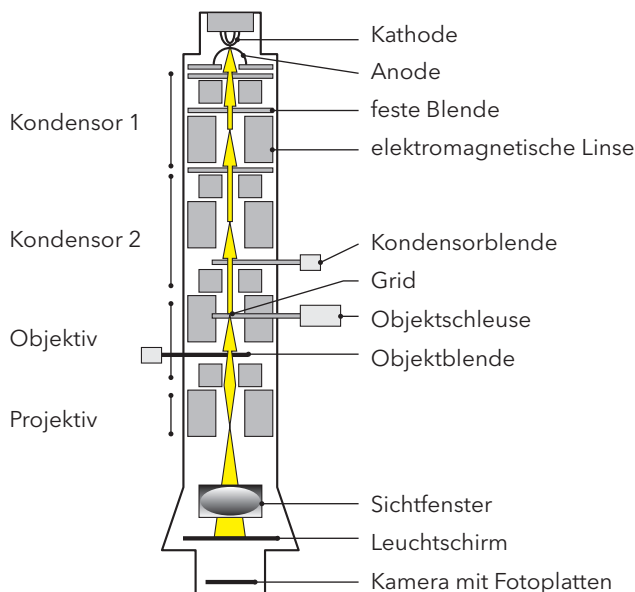
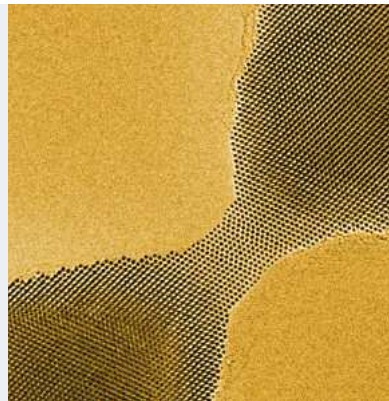
Die NanoAnalytik stellt hierbei ein leistungsfähiges Instrumentarium bereit, das eine umfassende Charakterisierung von Werkstoffen, Bauelementen, biologischen und medizinischen Proben sowie die Entwicklung und Kontrolle der Eigenschaften von neuartigen Nanomaterialien ermöglicht.

3.2.1 Elektronenmikroskopie

In einem Elektronenmikroskop werden Elektronen anstelle von Licht zur Abbildung verwendet. Da aufgrund des Wellen-Teilchen-Dualismus die Elektronen wesentlich kürzere Wellenlängen besitzen als sichtbares Licht, können sie auch wesentlich kleinere Strukturen auflösen. Die Elektronenmikroskopie ist bereits Anfang des 20. Jahrhunderts entwickelt worden und damit die älteste NanoAnalytikmethode. Trotz der Ausgereiftheit der Methode gibt es kontinuierlich Ansatzpunkte für Verfahrensverbesserungen, um die Auflösung und den Einsatzbereich der Elektronenmikroskopie weiter zu verbessern. Die laterale Auflösung modernster Transmissionselektronenmikroskope reicht bis unterhalb von einem Ångström (0,1 nm) und ermöglicht damit die Abbildung einzelner Atome.

Zu den Hauptbestandteilen eines Elektronenmikroskops zählt die Elektronenkanone, die die freien Elektronen in einer Elektronenquelle erzeugt und in Richtung einer ringförmig um die Strahlachse liegenden Anode beschleunigt. Zwischen Anode und Kathode liegt eine Hochspannung, die, je nach Mikroskop, von wenigen kV bis zu 3 MV variiert. Die Elektronen werden von Elektronenlinsen gebündelt, die die Flugbahnen der Elektronen entweder magnetisch oder elektrostatisch ablenken können. Zu einem Elektronenmikroskop gehört weiterhin ein Vakuumsystem, das für einen effizienten Betrieb der Elektronenquelle sorgt und eine Abschwächung des Elektronenstrahls durch Kollisionen mit Gasmolekülen oder Schwebeteilchen vermeidet. Sehr dünne Proben können mit einem Elektronenstrahl durchstrahlt und damit kann ein Abbild der Probendichte erhalten werden (Transmissionselektronenmikroskopie). In der Rasterelektronenmikroskopie wird ein Elektronenstrahl über eine Probe geführt. Dieser löst verschiedene Signale aus, wie z. B. Sekundärelektronen, Rückstreuелеktronen und charakteristische Röntgenstrahlen.

TEM-Aufnahme einer „Nanobrücke“ aus Goldatomen.
(Quelle: FEI)



Prinzipskizze Transmissionselektronenmikroskop. (Quelle: FU Berlin)

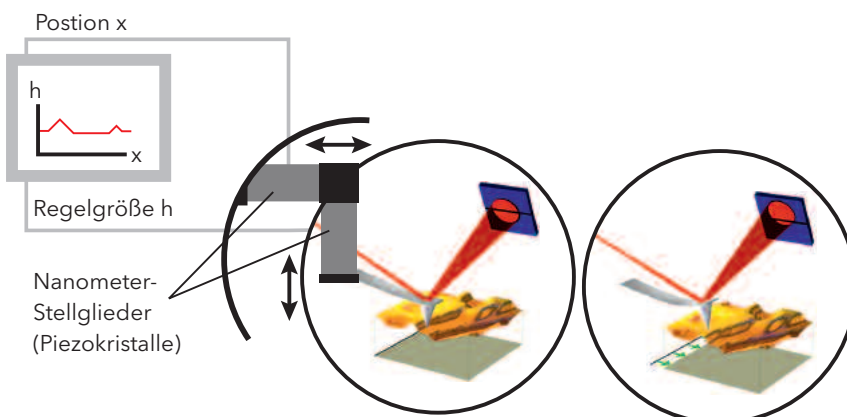
Die ersten beiden Arten können für die Abbildung der Topografie und letztere für die Darstellung von Elementverteilungen genutzt werden, da die Energie der emittierten Röntgenstrahlung charakteristisch für jedes Element ist (Röntgenspektroskopie). Die Rasterelektronenmikroskopie gehört zu den lange etablierten und am weitesten verbreiteten NanoAnalytik-Methoden. Die Einführung von Systemen, die mit sehr niedriger Energie und bei vergleichsweise geringem Unterdruck arbeiten, hat den Anwendungsbereich der Rasterelektronenmikroskopie in den letzten Jahren stark erweitert, insbesondere auf dem Gebiet der Bio- und Umweltanalytik.

Die Auflösung der Elektronenmikroskopie wird entscheidend durch die Qualität der Linsensysteme und die Herstellungstechnik des Präparats bestimmt. Mit der neuesten Generation Transmissionselektronenmikroskope sind Auflösungen bis zu 0,05 nm möglich und somit die Darstellung einzelner Atome. Dies stellt sehr hohe Anforderungen an die Probenqualität, die definiert und gleichmäßig auf ca. 100 nm gedünnt werden müssen, so dass diese im TEM durchstrahlt werden können. Gebräuchlich ist hierbei der Einsatz eines fokussierten Ionenstrahles (FIB, Focussed Ion Beam) mit dem lamellenförmige TEM-Proben durch senkrechten Beschuss der Oberfläche aus dem Festmaterial herauspräpariert werden können.

3.2.2 Rastersondenmikroskopie

Rastersondenverfahren (SXM-Verfahren) spielen eine zentrale Rolle in der NanoAnalytik. Hierbei handelt es sich um Mikroskopieverfahren mit atomarer Auflösung, bei denen das Substrat mit einer Mikrosondenspitze rasterförmig abgetastet wird und die hierbei auftretenden physikalischen und chemischen Wechselwirkungen zwischen Substrat und Sonde gemessen werden. Entscheidend für die Leistungsfähigkeit der Rastersondentechniken ist die extrem präzise Positionierung der Sonde – zum Teil auf den Bruchteil eines Atomdurchmessers genau – über der Probenoberfläche. Dies gelingt mit Hilfe von Stellgliedern aus Piezokristallen, die sich bei Anlegen einer elektrischen Spannung kontrolliert verformen lassen.

Durch Kombination unterschiedlicher derartiger „Nanomotoren“ für Grob- und Feinjustage kann die Sonde in alle sechs Raumrichtungen mit atomarer Präzision positioniert werden. Im Bereich der Rastersondenverfahren existieren viele unterschiedliche Varianten, die beispielsweise zur Messung topografischer und mechanischer Eigenschaften (Rasterkraftmikroskopie, Nano-Indentation), elektronischer und magnetischer Eigenschaften (Rastertunnelmikroskopie *STM*, Electric Force Microscopy *EFM* bzw. Magnetic Force Microscopy *MFM*) oder auch thermischer (Scanning Thermal Microscopy *SThM*) bzw. optischer Eigenschaften (Scanning Near Field Microscopy *SNOM*) eingesetzt werden.



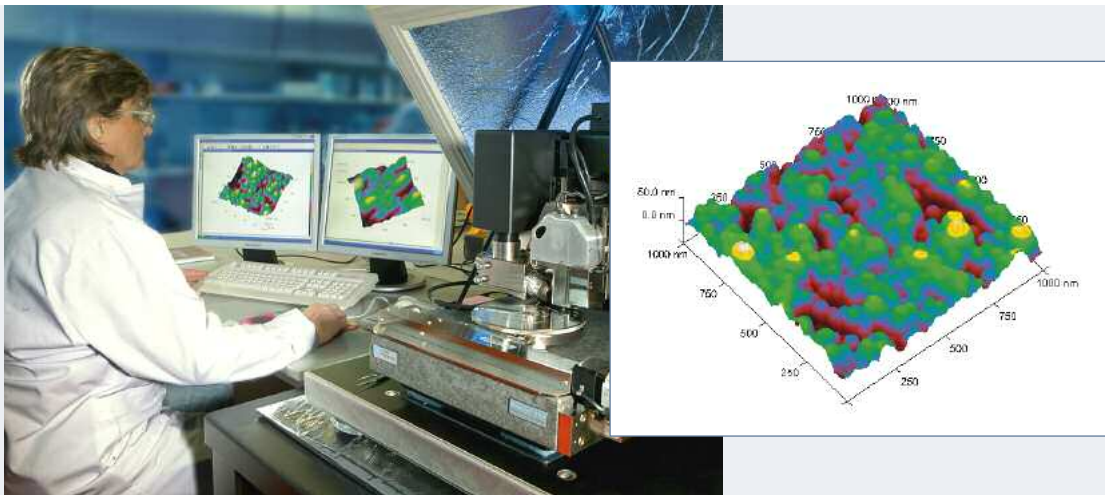
Quelle: Kompetenzzentrum HanseNanoTec

Funktionsprinzip der Rastersondentechnik: Gemessen wird die Wechselwirkung zwischen einer an einem beweglichen Hebelarm (engl. Cantilever) befestigten nano-feinen Spitze und der Probenoberfläche, die mit der Sonde zeilenförmig abgerastert wird. Der Abstand der Sonde von der Probe wird durch einen Regelkreis einer abstandsabhängigen Messgröße (h) und der Auslenkung eines Piezostellgliedes konstant gehalten und durch die Höhen- und Tiefenauslenkung der Sonde die Oberflächentopografie erfasst.

Bei der Rasterkraftmikroskopie wird die Auslenkung des Federbalkens – verursacht durch atomare Anziehungs- und Abstoßungskräfte – durch einen Laserstrahl detektiert, der von der Rückseite des Cantilevers auf einen Photodetektor reflektiert wird. Neben diesem Messmodus, bei dem die Sonde im statischen Kontakt mit der Probe steht, gibt es noch den dynamischen Messmodus, bei dem der Cantilever mit einer bestimmten Frequenz schwingt und die Schwingungsdämpfung durch Wechselwirkung mit der Probe registriert wird. Ebenso möglich sind spektroskopische Messungen, bei denen eine Messgröße in Abhängigkeit von einem gezielt veränderten Messparameter als Kennlinie aufgezeichnet wird. Durch die Funktionalisierung der Sonde lassen sich sehr spezifische Wechselwirkungen zur Charakterisierung der Probe hervorrufen.

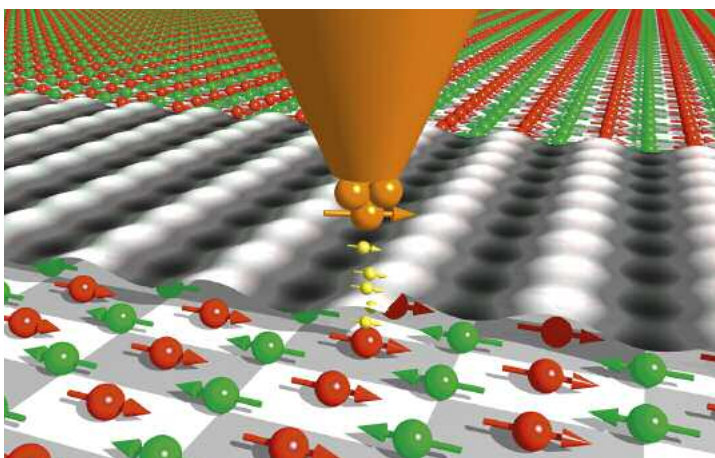
Links: Rasterkraftmikroskop / Atomic Force Microscope (AFM) neuester Bauart, Dimension 3100, Fa. Veeco, im Betrieb.
(Quelle: AQura)

Rechts: dreidimensionale Darstellung einer Oberflächentopografie.
(Quelle: AQura)

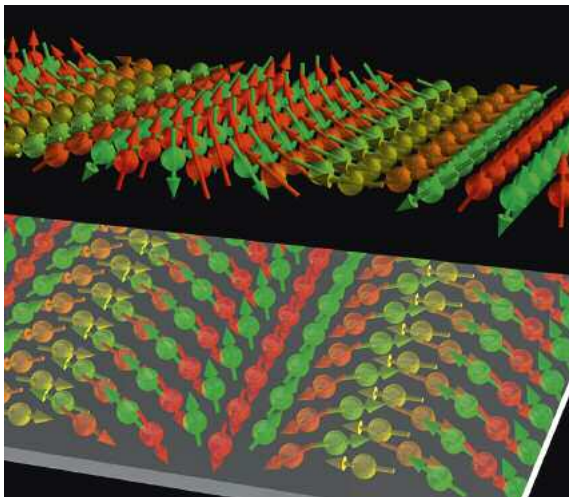


Als Vorzug der SXM-Verfahren ist insbesondere die Fähigkeit zu nennen, Informationen mit atomarer Auflösung zu gewinnen, ohne die Probe dabei zu zerstören. Rastersondenverfahren können flexibel unter verschiedenen Bedingungen eingesetzt werden, von Normaldruck bis hin zum Ultrahochvakuum, von Kryomessungen im Tieftemperaturbereich bis hin zu Messungen in Flüssigkeiten. Wichtige Anwendungsfelder der Rastersondentechniken sind die Materialforschung, die Halbleiterherstellung und der Life-Science-Bereich. Da die Gerätekosten der SXM-Techniken relativ moderat sind, haben diese nicht nur in der Forschung eine weite Verbreitung gefunden, sondern werden mit z.T. halbautomatisierten Lösungen zunehmend auch in der industriellen Qualitäts- und Prozesskontrolle eingesetzt.

Als Weltmarktführer für Rastersondengeräte im Bereich 3D-Metrologie und Fertigungskontrolle gilt die amerikanische Firma Veeco. Die Firma Omicron NanoTechnology aus Taunusstein hat sich auf die Oberflächenanalytik mittels Rastersondenmikroskopie im Ultrahochvakuum spezialisiert und ist weltweit führender Anbieter von Geräten und Equipment auf diesem Gebiet. Aufgrund der Vielzahl möglicher Einsatzgebiete der SXM-Techniken, die bei Weitem noch nicht ausgeschöpft sind, werden sich auch in Zukunft weitere aussichtsreiche Marktnischen für innovative Geräteentwickler in diesem Bereich bieten.



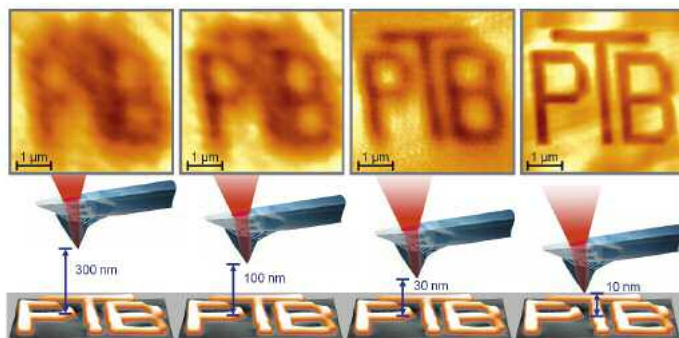
Prinzip der Spin-polarisierten Rastertunnelmikroskopie: Oben die Sonde, deren Spitze aus einem magnetisierten Eisenatom besteht. Dessen Spin ist durch einen Pfeil symbolisiert. Rot und grün dargestellt sind die Atome der Probenoberfläche. Zeigt ihr Spin in die gleiche Richtung wie der der Tunnelspitze (rote Atome), nimmt der Tunnelstrom zwischen Spitze und Oberfläche zu, bei entgegengesetzter Ausrichtung (grüne Atome) wird er schwächer. Die magnetischen Eigenschaften der Oberfläche erscheinen so als Streifenmuster aus stärkeren und schwächeren Strömen.
(Quelle: S. Heinze, Universität Hamburg)



Nachweis der Chiralität („Händigkeit“, Spiegelsymmetrie) der magnetischen Momente einer Manganatomschicht mit Hilfe der spinpolarisierten Rastertunnelmikroskopie. Die magnetischen Momente der einzelnen Mangan-Atome bilden eine gedrehte dreidimensionale Struktur, eine so genannte Spinspirale. In der Abbildung repräsentieren die Pfeile schematisch die magnetischen Momente der Mangan-Atome, die so genannten „Spins“, die man sich als winzige Kompassnadeln vorstellen kann. In Experimenten konnte nur eine der möglichen Drehrichtungen der Spins festgestellt werden (**oben**), während die **unten** im Spiegelbild gezeigte Drehrichtung nicht beobachtet wurde. Die magnetische Struktur ist also chiral. Diese Ergebnisse sind für die Entwicklung zukünftiger Computersysteme auf Basis der Spintronik von Bedeutung, bei der neben der Ladung auch der Drehsinn der Elektronen zur Informationsverarbeitung herangezogen werden kann. (Quelle: P. Ferriani, Universität Hamburg, www.nanoscience.de)

Bei der optischen Rasternahfeldmikroskopie (SNOM) wird eine Nahfeldsonde mit einer nanometerfeinen Öffnung (Apertur) im Abstand nur weniger Nanometer rasterförmig über die Probenoberfläche bewegt und dabei die optische Nahfeldwechselwirkung der Probe mit Licht detektiert, das entweder über die Sonde oder von außen auf die Probe eingekoppelt wird.

Als optisches Nahfeld wird ein lokales elektromagnetisches Feld bezeichnet, das im Abstand unterhalb der Größenordnung der Wellenlänge des Lichtes einer Lichtquelle auftritt. Aus der Wechselwirkung dieses optischen Nahfeldes mit der Probenoberfläche lassen sich topografische Informationen über die Probe ermitteln. Dabei ist die Auflösung im Wesentlichen durch die Geometrie der Sonde (d.h. in der Regel durch den Aperturdurchmesser) und nicht durch die Strahlungswellenlänge gegeben. Ein Teil der Strahlung, der nach der Wechselwirkung mit der Probe in die Sonde zurück gelangt, wird detektiert und in eine Bildinformation umgesetzt. Durch parallele Messungen mit einer AFM-Sonde wird jeweils der Abstand der SNOM-Sonde justiert, um eine optimale Auflösung zu erhalten.

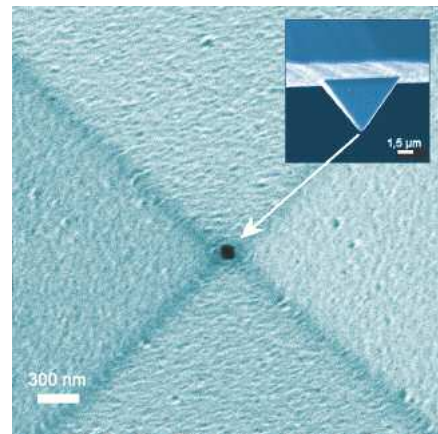


Abstandsabhängigkeit der nahfeldoptischen Auflösung:

Serie von Transmissionsrasterbildern an einem Silicium-Wafer mit 20 nm hohen Gold/Palladium-Teststrukturen. Im **linken** Bild wurde die Nahfeldsonde in einer Höhe von ca. 300 nm über die Probe geführt. Dieser Abstand wird bis ca. 10 nm im **rechten** Bild verringert, wobei eine laterale optische Auflösung von ca. 80 nm erreicht wird. (Quelle: PTB)

SNOM-Apertur an der Spitze einer hohlen Pyramide eines SNOM-Cantilevers. (Quelle: Witec)

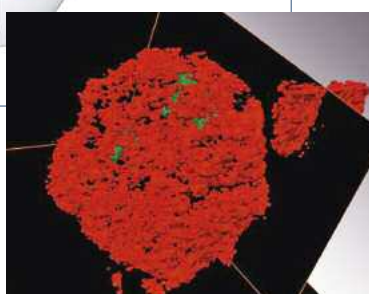
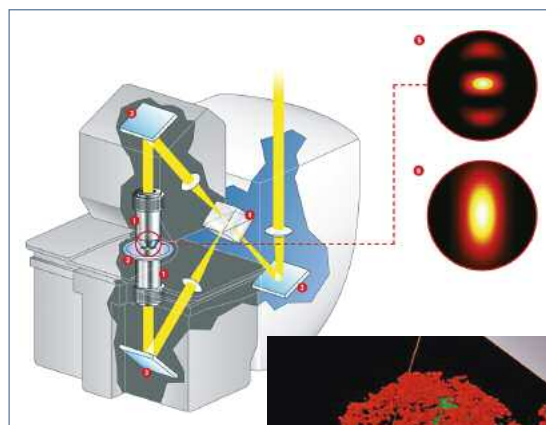
Rasterkraftmikroskope lassen sich nicht nur für abbildende Untersuchungen, sondern auch zur Bestimmung mechanischer Materialeigenschaften einsetzen, wie beispielsweise zur Bestimmung von Kräften bei der Proteinfaltung oder der Härtemessung von Festkörperoberflächen. Das sogenannte Nanoindentation-Verfahren spielt bei der Bestimmung der mechanischen Eigenschaften dünner Schichten, wie sie beispielsweise in der Oberflächentechnik, Optik, Mikroelektronik, und -mechanik oder Medizintechnik eingesetzt werden, eine zunehmende Rolle. In vielen Fällen ist dieses Verfahren die einzige Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften dünner Schichten zu untersuchen.



3.2.3 Hochauflösende optische Mikroskopie

Durch neue Verfahrensentwicklungen Anfang der 90er Jahre gelang es, die durch die Wellenlänge des sichtbaren Lichtes begrenzte Auflösung im Bereich der optischen Mikroskopie zu umgehen und so das Instrumentarium nanoanalytischer Verfahren durch die hochauflösende optische Mikroskopie zu erweitern. Zu den Verfahren der hochauflösenden optischen Mikroskopie zählen insbesondere die konfokale 4Pi-Fluoreszenz-Mikroskopie und die STED (Stimulated Emission Depletion)-Mikroskopie, die maßgeblich vom deutschen Physiker Prof. Stefan Hell entwickelt worden sind. Durch die optische Erschließung des Nanokosmos sind insbesondere in der biomedizinischen Grundlagenforschung neue Möglichkeiten eröffnet worden, nanoskalige Strukturen in lebenden Zellen zu beobachten und daraus wichtige Erkenntnisse für neue Therapien und Medikamente zu gewinnen.

^[2] Nähere Informationen zur Methode unter www.nanoscopy.de



4Pi-Konfokale Fluoreszenz-Mikroskopie

Im Gegensatz zum herkömmlichen Lichtmikroskop wird bei der 4Pi-Mikroskopie das Objekt durch zwei Objektive betrachtet, die ober- und unterhalb des Objektes angeordnet sind, d. h. es wird der gesamte Raumwinkel zur Beobachtung ausgenutzt (in Anlehnung an die Formel zur Berechnung einer Kugeloberfläche $4\pi r^2$ wird die Technik daher 4Pi-Mikroskopie genannt). Durch genaue Abstimmung der Lichtwege der gegenüberliegenden Objektive lässt sich bei kohärenter Beleuchtung, z. B. mit Laserlicht durch konstruktive Interferenz des Lichtes, der Fokuspunkt gegenüber der konventionellen Konfokal-Mikroskopie deutlich verkleinern und eine axiale Auflösung von 100 nm erreichen.^[2] Mit dem 4Pi-Mikroskop lassen sich somit submikroskopisch kleine Strukturen in lebenden Zellen und Zellorganellen mit einer Detailschärfe und einem Zugewinn an struktureller Information räumlich darstellen wie bisher mit keinem anderen kommerziellen Lichtmikroskop. Im Jahr 2005 wurde der Innovationspreis der Deutschen Wirtschaft für die Entwicklung des ersten kommerziellen 4Pi-Mikroskops an das Hightech-Optikunternehmen Leica Microsystems verliehen. Durch Kombination der STED-Mikroskopie (s. S. 27) mit der 4Pi-Technik lassen sich inzwischen Auflösungen von wenigen 10 nm erreichen.

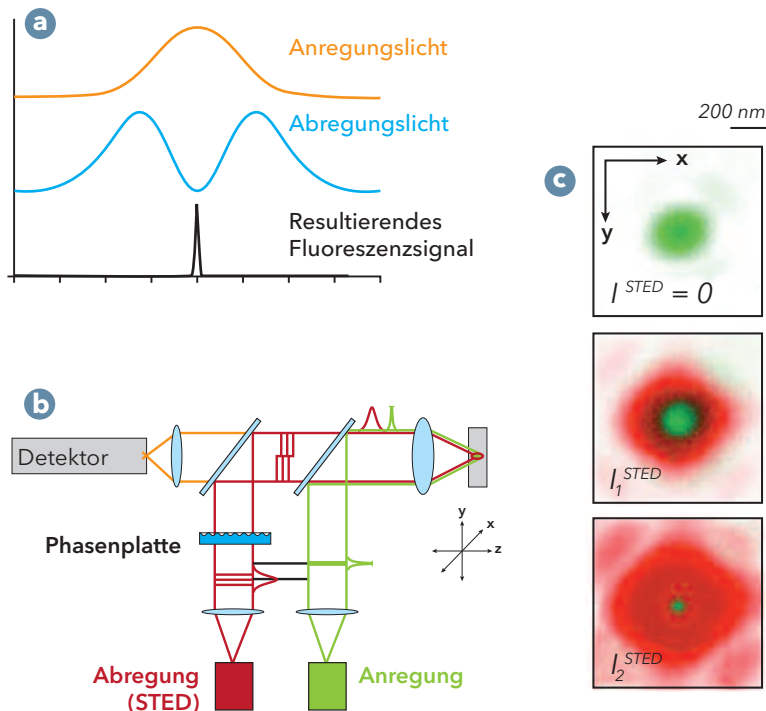
Links: Funktionsprinzip der 4Pi-Mikroskopie.

Rechts: Mit dem Leica TCS 4Pi erzeugte 3D-Rekonstruktion eines menschlichen roten Blutkörperchens, infiziert mit Malaria-Erregern (grün). (Mit freundlicher Genehmigung von Dr. James A. Dvorak, National Institute of Health, Maryland, USA)

STED-Mikroskopie

Die STED-Mikroskopie ist eine Weiterentwicklung der Fluoreszenzmikroskopie und basiert auf der Detektion des Fluoreszenzsignales einer mit fluoreszierenden Farbstoffen markierten Probe, die mit zwei Laserquellen unterschiedlicher Farbe angeregt werden. Dabei wird der Effekt genutzt, dass sich durch Laserlicht angeregten Fluoreszenzfarbstoffe durch Einstrahlen einer weiteren Lichtquelle im Wellenlängenbereich der Fluoreszenzstrahlung gezielt abgeregt und in den Grundzustand rückgeführt werden können. Das Anregungs- und das Abregungssignal werden parallel in das Mikroskopobjektiv eingekoppelt. Das Anregungssignal entspricht einer Punktquelle (Spot) mit einem Durchmesser > 200 nm, während das Abregungssignal so moduliert wird, dass es einen Ring im Außenbereich des Anregungsspot ausbildet, der im Zentrum eine Intensität von 0 aufweist. Dadurch wird die Fluoreszenzstrahlung der Probe auf einen kleinen Ausschnitt im Zentrum des Anregungssignals fokussiert, während die Fluoreszenzstrahlung im Außenbereich durch das Abregungssignal unterdrückt wird und der äußere Ring somit dunkel erscheint.

Das detektierte Fluoreszenzsignal entspricht also nur einem sehr kleinen Ausschnitt der Probe, dessen Durchmesser deutlich geringer als der des Anregungsspot ist, so dass Auflösungen unterhalb 100 nm erzielt werden können. Rastert man den derart verkleinerten Spot durch die Probe, liefert das sequentiell registrierte Fluoreszenzlicht somit ein deutlich schärferes Bild als ein beugungsbegrenztes optisches Mikroskop. Im Gegensatz zu Elektronen- oder Rastersondenmikroskopen arbeitet die STED-Mikroskopie völlig zerstörungsfrei und lässt sich sogar auf lebende Zellen anwenden, so dass auf der Nanoskala ablaufende Lebensprozesse direkt beobachtet werden können. Die STED-Mikroskopie, für deren Erfindung Prof. Hell 2006 mit dem Deutschen Zukunftspreis ausgezeichnet wurde, wird von der Firma Leica Microsystems mit Sitz in Wetzlar seit 2007 kommerziell vermarktet.



Prinzip der STED-Mikroskopie

- Zweidimensionaler Ausschnitt der räumlichen Intensitätsverteilung der Anregungs- und Abregungslichtquelle in der Fokalebene des Mikroskops. Im Zentrum des Anregungssignals weist das Abregungssignal eine Nullstelle auf.
- Typisches Schema eines STED-Mikroskops mit Anregungs- und Abregungsstrahl, Phasenplatte, Detektor und Objektiv.
- In der Fokalebene (x,y) des Objektivs bildet der Anregungslichtpuls (grün) eine Scheibe mit ca. 250 nm Durchmesser aus (**rechts oben**), die mit dem zeitlich synchronisierten Abregungslichtpuls überlappt (**rechts mittig**). Die Phasenplatte bildet den stimulierenden Abregestrah so um, dass er nicht ebenfalls eine Scheibe, sondern eine zentrale Nullstelle ausbildet. Das Abregungslicht wird bei niedriger STED-Sättigung nur im äußeren Bereich des Anregungsfokus wirksam. Mit zunehmender Intensität bleibt jedoch nur ein immer kleinerer Bereich von der Abregung durch stimulierte Emission ausgenommen (**rechts unten**), so dass der Fokalebereich, in dem Fluoreszenz noch möglich ist, also der Fluoreszenzspot, weit unterhalb der Beugungsgrenze gedrückt wird.

Das Abrastern eines fluoreszenzmarkierten Objekts in der XY-Ebene mit diesem kleineren Spot liefert Bilder mit Auflösungen weit unterhalb der Beugungsgrenze. (Quelle: Max-Planck-Institut für biophysikalische Chemie, Prof. Hell).

3.3 Spektroskopische / spektrometrische Verfahren zur Materialcharakterisierung

Spektroskopische / spektrometrische Verfahren sind integrale Verfahren, mit denen Volumina bzw. Oberflächenbereiche untersucht werden, die wesentlich größer sind als die interessierenden Grundstrukturen, z. B. Nanoteilchen in einem Stoffgemisch (Bulkphase) oder an einer Grenzfläche (z. B. einer Festkörperoberfläche). Ein Vorteil hierbei ist die schnelle Informationsgewinnung, z. B. über die chemischen Eigenschaften, die Anordnung, Struktur oder Größe von Nanoteilchen gemittelt über ein großes Ensemble. D. h., man erhält keine Informationen über einzelne Nanostrukturen. Zu den integralen Methoden zählen insbesondere die spektroskopischen Verfahren, bei denen die Intensität eines zeit-, wellenlängen- oder energieaufgelösten aber nicht orts aufgelösten spektralen Messsignals ausgewertet wird. Mit diesen Methoden erhält man beispielsweise Informationen über Verunreinigungen von Halbleiteroberflächen oder über die chemische Zusammensetzung von Werkstoffen, ohne diese exakt lokalisieren zu können. Durch eine starke räumliche Fokussierung des Anregungssignals können auch bei integralen spektroskopischen Methoden laterale Auflösungen bis in den nanoskaligen Bereich erzielt werden. Dies gilt beispielsweise für die Sekundär-Ionen-Massenspektrometrie (SIMS) oder die Auger-Elektronen-Spektroskopie in Kombination mit der Rasterelektronenmikroskopie. Diese Verfahren erreichen

eine exzellente Tiefenauflösung und werden z. B. für das Studium der Wechselwirkung von organischen und anorganischen Molekülen mit metallischen Strukturen eingesetzt.

Spektroskopische bzw. spektrometrische Verfahren beobachten bzw. messen, die Wechselwirkungen einer Anregungsquelle mit der zu untersuchenden Probe durch eine spektrale Analyse. Als Anregungsquelle werden nahezu das gesamte Spektrum elektromagnetischer Strahlung von der Röntgenstrahlung bis in den Radiowellenbereich sowie partikuläre Quellen wie Elektronen, Ionen oder Neutronen eingesetzt. Detektiert wird die aus der Anregung resultierende Rückantwort („Response“), z. B. in Form eines Teilchenstroms (wie bei der Massenspektrometrie), oder die elektromagnetische Strahlung, die nach Wechselwirkung mit der Probe gemessen wird. Im Rahmen der vorliegenden Broschüre sind insbesondere die Spektroskopieverfahren von Interesse, bei denen durch räumliche Fokussierung des Anregungssignals eine Ortsauflösung des untersuchten Objektes im Nanometermaßstab erzielt werden kann. Oftmals erfolgt hierbei eine Ankopplung spektroskopischer Methoden an abbildende Verfahren wie die Elektronenmikroskopie, so dass als Zusatzinformation zur Struktur und Topographie des untersuchten Objektes auch die chemische Zusammensetzung ermittelt werden kann.

3.3.1 Photoelektronen-Spektroskopie (XPS / ESCA)

Die Photoelektronen-Spektroskopie ist derzeit die Methode mit der größten Verbreitung für die chemische Analyse von Oberflächen (synonym wird auch die Bezeichnung ESCA, Electron Spectroscopy for Chemical Analysis, verwendet). XPS ist auf praktisch allen Proben einsetzbar und liefert eine Fülle von chemischen Informationen, wie beispielsweise quantitative Aussagen über die Elementzusammensetzung und die chemische Umgebung (Bindungsverhältnisse der Elemente). Bei der XPS-Methode wird ein Röntgenstrahl auf die Probenoberfläche gelenkt, der aus den Atomen der Probe Elektronen mit einer charakteristischen kinetischen Energie herauslöst.

Aus der Energie der Elektronen, die abhängig von der Art und dem chemischen Zustand des Elements (wie z. B. der Oxidationsstufe oder dem Vorhandensein ausgedehnter Elektronenbindungen) ist, lässt sich auf die Zusammensetzung der Oberfläche und den chemischen Zustand der detektierten Elemente schließen. Die Tiefenauflösung der XPS-Methode reicht bedingt durch die Austrittstiefe der Photoelektronen von wenigen nm bis zu 20 nm, so dass mittels sukzessiven schichtweisen Probenabtrags durch Ionenbeschuss detaillierte Tiefenprofile von Werkstoffoberflächen gewonnen werden können. Die laterale Auflösung der XPS ist relativ eingeschränkt und

liegt üblicherweise eher im Mikrometer-Bereich. Neue Geräteentwicklungen beispielsweise der Firma Omicron haben jedoch auch in diesem Bereich zu einer deutlich verbesserten lateralen Auflösung geführt. Diese sogenannten NanoESCA-Geräte ermöglichen laterale Auflösungen von ca. 650 nm unter Laborbedingungen und für detaillierte abbildende Analysen ca. 150 nm (bei Verwendung von Synchrotron-Strahlung) bzw. von 50 nm im PEEM-Übersichtsmodus (Photo Emission Electron Microscope). Aufgrund der relativ hohen Kosten für die Anschaffung und die Bedienung werden XPS-Analysen oftmals von Servicelabors ergänzt mit weiteren Methoden durchgeführt.



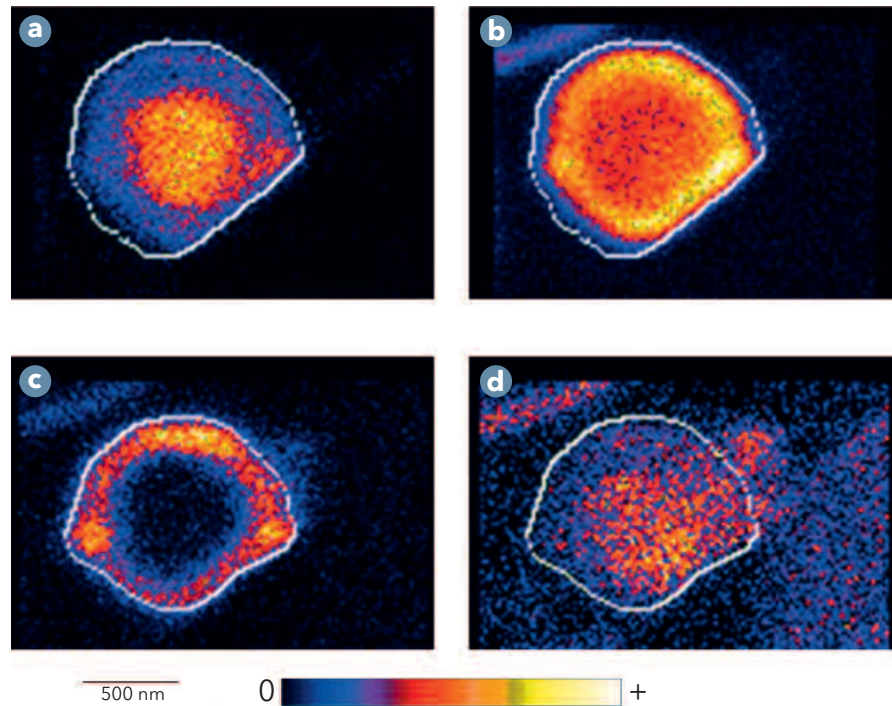
NanoESCA-Gerät
als Tool für die
NanoAnalytik.
(Quelle: Omicron)

3.3.2 Sekundär-Ionen-Massen-Spektrometrie (SIMS)

Die Sekundär-Ionen-Massen-Spektrometrie (SIMS) ist eine oberflächensensitive Methode für die Elementanalyse und bietet wie XPS die Möglichkeit der Erstellung von Abbildungen und Tiefenprofilen und somit einer dreidimensionalen Abbildung der Element- und Isotopenzusammensetzungen einer Probe. Das Funktionsprinzip der SIMS-Methode basiert auf einem Ionenstrahl, der eine Probenoberfläche abtastet und dabei Atome, Moleküle und Molekülfragmente aus den obersten Oberflächenschichten heraus schlägt. Der ionisierte Anteil der Teilchen wird durch ein elektrisches Feld abgesaugt, beschleunigt und dann nach Massen getrennt detektiert. Eine besonders hohe Empfindlichkeit haben die Time-of-Flight-Systeme (ToF-SIMS), bei denen für die Analyse ca. 100-fach geringere Ionenströme benötigt werden als in Systemen mit Quadrupol-Analysatoren. Weitere Verbesserungen hinsichtlich der Massenempfindlichkeit lassen sich durch eine Nachionisierung des emittierten Teilchenstroms mittels Plasmen, Elektronenstrahlen oder Laser und einer dadurch erhöhten Ionenausbeute erreichen.

Die SIMS-Methode hat prinzipiell ein relativ breites Anwendungsspektrum auch im industriellen Bereich, ist aber aufgrund der hohen Investitionskosten und des hohen Anspruchs an den Bediener für kleine und mittelständische Unternehmen eher als Serviceleistung durch entsprechend ausgerüstete Labore nutzbar. Mit einer speziellen Ionenoptik lassen sich bei der Sekundär-Ionen-Massen-Spektrometrie laterale Auflösungen kleiner als 50 Nanometer realisieren (Nano-SIMS). Weltweit gibt es derzeit ca. 20 dieser NanoSIMS-Geräte, deren Einsatz von hohem wissenschaftlichem Interesse beispielsweise für die Bestimmung von Stickstoff- und Kohlenstoff-Isotopenzusammensetzungen (C_{12}/C_{13} bzw. N_{14}/N_{15}) im Zusammenhang mit der Analyse von Lebensprozessen ist. Mit Hilfe der NanoSIMS-Methode ist es möglich, den Einbau bestimmter Elemente z. B. bei der Nahrungsaufnahme oder sonstiger Stoffwechsel-Aktivität exakt zu lokalisieren. Weiterhin findet die NanoSIMS-Methode Einsatz in der Materialforschung, Kosmologie und Geologie zur hochaufgelösten Messung von Spurenelementen, zur Altersbestimmung oder dem Herkunftsnachweis anhand von Isotopenzusammensetzungen.

NanoSIMS Aufnahme eines mittels FIB-Methode präparierten Schnittes einer Bakteriospore. Die Aufnahmen repräsentieren jeweils die Konzentrationen der Elemente Phosphor **(a)**, Schwefel **(b)**, Chlor **(c)** und Fluor **(d)**. Hellere Farben indizieren höhere Ionenkonzentrationen. (Quelle: Lawrence Livermore National Laboratory)



3.4 Bestimmung der Partikelgrößenverteilung

Die Bestimmung von Partikelanzahl und -größenverteilungen in flüssigen und gasförmigen Gemischen ist eine häufig gestellte analytische Fragestellung insbesondere im Umweltbereich (Luftreinhaltung, Abgasmessungen), aber auch für industrielle Fragestellungen z. B. in der Chemie, der Pharmazie oder der Lebensmittelindustrie. Im Zusammenhang mit der zunehmenden Verbreitung industriell hergestellter nanopartikulärer Materialien, aber auch in Bezug auf Fragestellungen hinsichtlich möglicher gesundheitlicher Risiken ultrafeiner Stäube, kommt der Charakterisierung von Nano- und Mikropartikelgemischen in Luft und in Flüssigkeiten insbesondere der Bestimmung der Anzahlkonzentrationen und Größenverteilungen eine wachsende Bedeutung zu. Die Vielzahl der analytischen Verfahren zur Charakterisierung von Partikelgemischen lässt sich prinzipiell in online-Verfahren und Sammelverfahren unterscheiden. Bei letzteren werden die Partikel z. B. durch Filtration abgeschieden und anschließend analytisch charakterisiert, u. a. mittels Anwendung der in vorhergehenden Abschnitten erwähnten Verfahren.

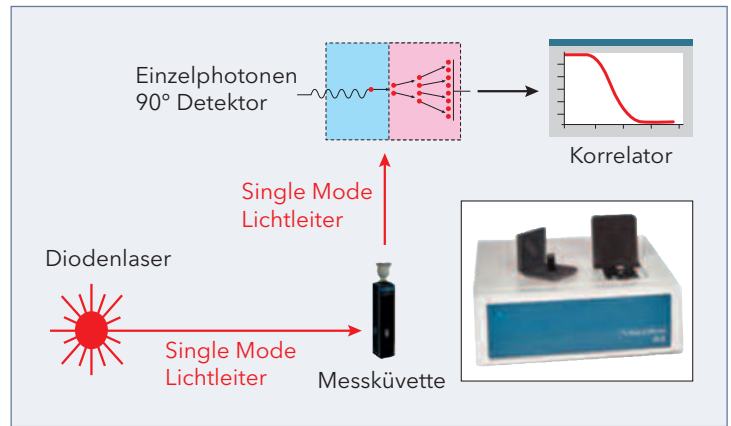
Im Folgenden werden einige Methoden vorgestellt, mit denen die Partikel unter realen Umgebungsbedingungen in Aerosolen oder in flüssigen Dispersionen untersucht werden können. Diese Verfahren bieten den Vorteil, dass sie eine schnelle Charakterisierung der Probe ermöglichen und Veränderungen durch die Probensammlung vermieden werden. Die Zahl der verschiedenen Verfahrensvarianten in diesem Bereich hat sich in den letzten Jahren deutlich erhöht, insbesondere auch durch den Bedarf an tragbaren Geräten zur Bestimmung personengebundener Expositionen im Zusammenhang mit der Risiko- und Expositionsforschung zu Nanopartikeln. Einige Verfahren arbeiten mit einer vorgeschalteten elektrostatischen Auftrennung des Aerosols in Partikelgrößenbereiche nach vorhergehender Ionisierung, bevor die eigentliche Messung durchgeführt wird. Im Folgenden sollen beispielhaft einige der gebräuchlichsten Methoden zur Bestimmung der Partikelanzahl und -größenverteilungen beschrieben werden, ohne Anspruch auf Vollständigkeit zu ergeben.

3.4.1 Lichtstreuungsverfahren

Kostengünstige Verfahren der Partikel-online-Mess-technik basieren auf Lichtstreuemethoden, bei denen die Streuung bzw. Beugung von Laserlicht durch die zu untersuchenden Teilchen ausgewertet wird. Eine Standardmethode zur Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen bis in den Nanobereich ist die dynamische Lichtstreuung (DLS), auch Photonen-Korrelations-Spektroskopie (PKS, bzw. englisch PCS) genannt, die das an suspendierten Nanopartikeln gestreute Licht eines Lasers auswertet. Dabei kommt es aufgrund der Brown'schen Molekularbewegung zu zeitlichen Änderungen bzw. Fluktuationen der Streulichtintensität, die unmittelbar mit der Partikelgröße (hydrodynamischer Durchmesser) korreliert.

Die Lichtstreuemethoden lassen sich je nach Verfahrensvariante für Partikelmessungen in einem Größenbereich von ca. 20 nm bis 2 µm bei der PIDS-Technologie (Polarized Intensity Differential Scattering) bzw. zwischen 1 nm bis 10 µm bei der dynamischen Lichtstreuung (DLS) einsetzen. Lichtstreuemethoden haben allerdings den Nachteil, dass sie von kugelförmigen Teilchen ausgehen, so dass bei ab-

weichenden Formen z. T. stark von den tatsächlichen Gegebenheiten abweichende Ergebnisse erzielt werden können. Aus diesem Grund ist zusätzlich der Einsatz eines geeigneten bildgebenden Verfahrens zur Validierung der Ergebnisse erforderlich.



Schematischer Aufbau eines modernen DLS-Instruments.
(Quelle: Viscotec)

3.4.2 SMPS

Die SMPS (Scanning Mobility Particle Sizing)-Methode zählt zu den gebräuchlichsten Messmethoden zur Bestimmung von Nanopartikeln in Aerosolen. Das Messprinzip basiert auf der je nach Partikelgröße unterschiedlichen elektrischen Bewegungsmobilität eines geladenen Partikels in einem elektrischen Feld. Das SMPS-System besteht aus einem Klassierer und einem Kondensationspartikelzähler (CPC). Im Klassierer, dem DMA (Differential Mobility Analyzer), wird das Proben-aerosol nach einer Ionisierung durch eine radioaktive Quelle durch konzentrische Elektroden geleitet und dabei die positiv geladenen Partikel durch Anlegen einer Elektroden-spannung entsprechend ihrer elektrischen Mobilität abgelenkt, wobei jeweils nur eine bestimmte Größenklasse an Nanopartikeln den Aus-



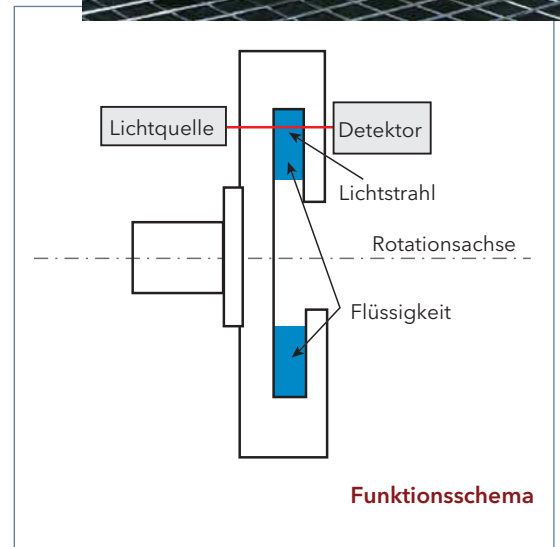
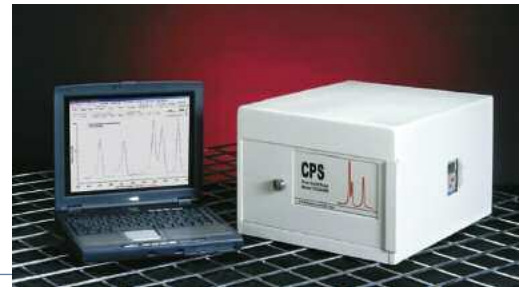
lass des Gerätes erreicht und in den Partikelzähler geleitet wird. Negativ geladene und ungeladene Partikel strömen entlang der äußeren Wand und verlassen das DMA über den Abluftauslass. Mit dem Kondensationspartikelzähler (CPC) wird dann die Partikelanzahlkonzentration im Proben-aerosol bestimmt. Der Sensor besteht aus einem beheizten Sättiger, einem gekühlten Kondensierer und einem optischen Detektor. Das in das Instrument eintretende Aerosol enthält Partikelkerne, auf die das vorher verdampfte Butanol aufkondensiert. Die so entstehenden Tröpfchen werden vom optischen Detektor detektiert und so die einzelnen Partikel registriert. Anhand der Partikelzählrate kann die Partikelanzahlkonzentration eines bestimmten Äquivalenzdurchmessers berechnet werden.

SMPS-Gerät zur Anzahl- und Größenbestimmung von Nanopartikeln in Aerosolen.
(Quelle: Grimm Aerosol)

3.4.3 Analytische Ultrazentrifuge

Die Analytische Ultrazentrifuge (AUZ) ist eine lange etablierte Methode zur Bestimmung u. a. von Teilchengrößen und Teilchengrößenverteilungen in Flüssigkeiten. Prinzipiell können alle dispergierten Nanopartikel oder auch gelöste Moleküle in einem Größenbereich von 1–100 nm untersucht werden, die im Schwerfeld sedimentieren oder flotieren. In den experimentellen Arbeiten wird die Geschwindigkeit bestimmt, mit der sich die zu untersuchende Probe im Lösungsmittel unter dem Einfluss von Zentrifugal-, Auftriebs- und Reibungskraft bewegt. Die analytische Ultrazentrifuge ist ein wichtiges Analyseinstrument zur Charakterisierung von Nanopartikeln und Makromolekülen im Bereich der Biochemie und in den Polymer- und Kolloidwissenschaften.

Scheibenzentrifuge zur Größenbestimmung von Nanopartikeln in Flüssigkeiten. Die Sedimentation der Partikel wird durch die Zentrifugalkraft einer rotierenden Scheibe beschleunigt. Das abgebildete Tischgerät stellt eine einfach zu bedienende und handliche Gerätevariante dar. (Quelle: LOT Oriel)



Funktionsschema

3.4.4 Feldflussfraktionierung

Als weitere Methode der Bestimmung von Partikelgrößen in Flüssigkeiten ist die Feldflussfraktionierung (FFF) zu nennen, die Partikel in einem Größenbereich von 1 nm bis ca. 100 μm bestimmen und zugleich auftrennen kann. Das Trennprinzip basiert auf den je nach Größe unterschiedlichen Diffusionsgeschwindigkeiten der Partikel, die in einen dünnen Kanal injiziert werden und durch Anlegen eines zur Flussrichtung senkrechten Gradienten an die Außenwand des Kanals gedrückt werden. Kleine Partikel diffundieren dabei schneller zur Mitte des Kanals

zurück, wo aufgrund eines parabolförmigen Fließgeschwindigkeitsprofils die höchste Fließgeschwindigkeit herrscht, und treten dementsprechend früher aus dem Kanal aus als größere Partikel. Durch ein geeignetes Detektionssystem (UV-Detektor) können durch die unterschiedlichen Austritts-(Elutions-)zeiten die Größe und die Größenverteilung der Probe bestimmt werden. Derartige Geräte werden beispielsweise von der Firma Consensus kommerziell vertrieben.

3.5 Sonstige Eigenschaften und Verfahren

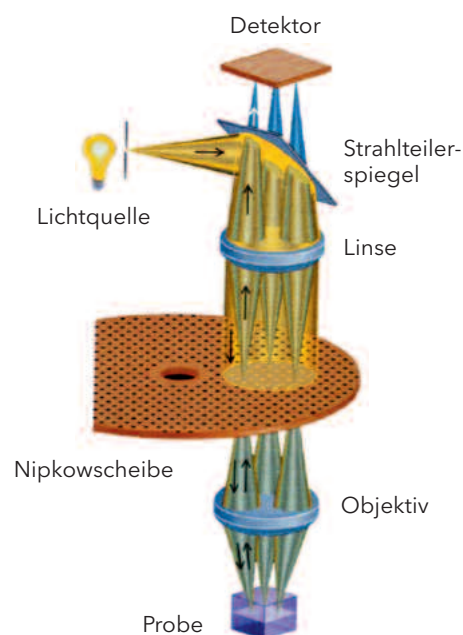
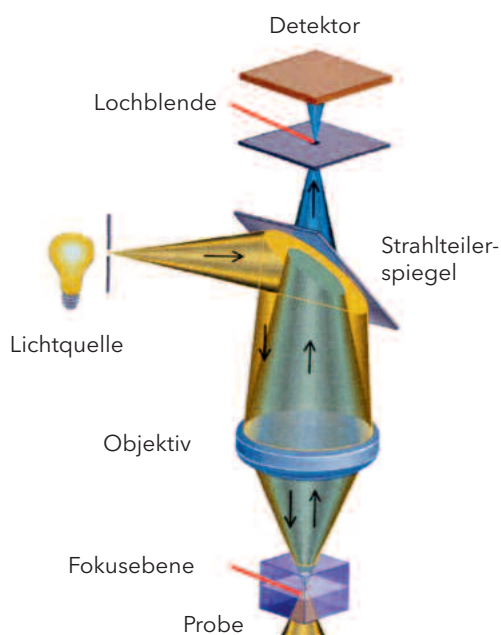
Von der unübersehbaren Vielzahl analytischer Messmethoden zur Materialcharakterisierung soll im Folgenden exemplarisch das Verfahren der optischen Profilometrie näher ausgeführt werden, das in der industriellen Qualitätskontrolle von Oberflächen mittlerweile eine weite Verbreitung gefunden hat. Auf Verfahren zur Bestimmung der Oberflächenchemie (z.B. ATR/FTIR) und Oberflächenladung (z.B. Zetapotenzialanalyse) sowie Verfahren aus dem Bereich der Polarimetrie und Ellipsometrie, die zur Charakterisierung von Nanoobjekten bzw. nanostrukturierten Oberflächen eingesetzt werden, wird hier nicht explizit eingegangen, da diese Methoden in der einschlägigen Fachliteratur beschrieben sind.

Optische Profilometrie

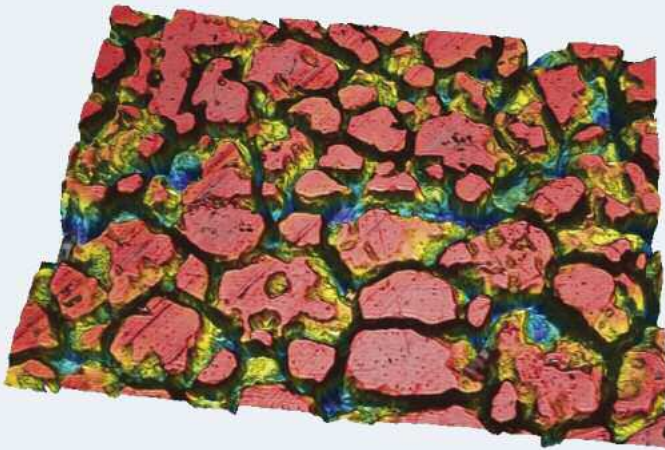
Durch die optische Profilometrie lassen sich Oberflächenprofile mit einer Tiefenschärfe im nm-Bereich nichtinvasiv und zerstörungsfrei vermessen. Damit stellt die Methode eine wichtige Ergänzung zu den klassischen Verfahren der Topographiebestimmung, wie den Tastschnittverfahren und den extrem hochauflösenden Rastersondenmethoden dar. Mit der optischen Profilometrie lassen sich vergleichsweise große Probenareale mit geringem Zeitaufwand ver-

messen, so dass die Methode in Verbindung mit den moderaten Investitionskosten auch für eine Eigenimplementierung in mittelständischen Unternehmen im Bereich der Produkt- und Prozesskontrolle von Interesse sein kann. In der optischen Profilometrie werden unterschiedliche Messverfahren wie die konfokale Mikroskopie und die Interferometrie eingesetzt.

Bei der konfokalen Mikroskopie wird Licht durch eine Lochblende über einen Strahlteilerspiegel und ein Objektiv auf die Probe geleitet. Das reflektierte Licht fällt durch das Objektiv auf eine zweite Lochblende, die sich im oberen Fokus des Objektivs befindet. Die Lochblenden bewirken, dass Strahlen von höheren und tieferen Schichten, die sich nicht in der unteren Fokusebene befinden, ausgeblendet werden. Die Probe wird punktwise abgetastet, man erhält das Bild einer oberflächenschicht. Durch Verschieben der Probe in z-Richtung und Abtasten mehrerer Schichten entsteht ein dreidimensionales Bild der Oberfläche. Integriert man in den Messaufbau eine rotierende Lochscheibe, kann gleichzeitig eine große Anzahl von Punkten der Probenoberfläche erfasst und dadurch die Messzeit drastisch verkürzt werden.



Prinzip der konfokalen Mikroskopie mit einer Lochblende (**links**) und rotierender Lochscheibenblende (**rechts**).
(Quelle: Nanofocus)



3D-Rekonstruktion einer mittels konfokaler Mikroskopie untersuchten Oberfläche. Leica Microsystems in Wetzlar und die spanische Sensofar-Tech haben ein 3D-Messmikroskop entwickelt, das erstmals Konfokalmikroskopie, Interferometrie und Farbbildgebung in einem Sensorkopf verbindet. (Quelle: Leica Microsystems)

Bei der Interferometrie wird ein Lichtstrahl (Weißlicht) in einem Strahlteiler in zwei Strahlengänge aufgespalten. Ein Strahl (der Referenzstrahl) wird an einer internen Referenzebene reflektiert und mit dem zweiten Strahl (Objektstrahl) überlagert. Durch die kurze Kohärenzlänge (die Weglänge von Referenz- und Objektstrahl sind annähernd gleich) tritt Interferenz nur in einem engen Bereich auf. Die Probe wird schrittweise in z-Richtung verschoben und die Interferenzmuster werden mit einer CCD-Kamera aufgenommen. Aus dem Intensitätsverlauf der Interferogramme wird für jeden Bildpunkt der Höhenwert berechnet.

Die optische Profilometrie ist eine technisch voll ausgereifte Methode. Derzeitige Entwicklungsprojekte haben neben einer weiteren Verbesserung der Messgeschwindigkeit und der lateralen Auflösung vor allem die Softwareentwicklung von kundenspezifischen SonderROUTINEN und die Standardisierung von Analysen zum Ziel.

3.6 Marktpotenziale im Bereich der NanoAnalytik

Das größte Marktvolumen im Bereich der NanoAnalytik entfällt auf den Mikroskopiebereich, der sich in die drei Hauptsegmente Elektronenmikroskopie, Rastersondentechnologie und die optische Mikroskopie untergliedert. Das Weltmarktvolumen für Mikroskope und Zubehör wird von der Business Communication Corporation im Jahr 2007 auf 2,3 Mrd. US\$ geschätzt, mit einem Anstieg bis zum Jahr 2012 auf 3,6 Mrd. US\$ bei jährlichen Wachstumsraten von 9 Prozent.^[3] Den stärksten Anteil am Weltmarkt hat hier die Asien-Pazifik-Region mit knapp der Hälfte des Umsatzes, gefolgt von Nordamerika und Europa mit jeweils ca. 25 Prozent.^[4]

Der größte Anteil bezüglich der Produktgruppen entfällt hierbei auf die Elektronen- und Ionenmikroskopie mit einem Weltmarkt von ca. 1,2 Mrd. US\$, gefolgt von optischer Mikroskopie mit ca. 600 Mio. US\$ und der Rastersondenmikroskopie mit ca. 500 Mio. US\$ bezogen auf das Jahr 2007. Der Markt für Rasterelektronenmikroskope soll bis zum Jahr 2012 auf 600 Mio. US\$ ansteigen.^[5] Im Bereich der Elektronenmikroskopie ist das wichtigste Anwenderseg-

ment der Bereich der universitären und institutionellen Forschung (ca. 570 Mio. US\$ in 2008), gefolgt vom Elektronikbereich (ca. 440 Mio. US\$ in 2008), dem Life-Science-Sektor (225 Mio. US\$ in 2008) und der industriellen Forschung (ca. 106 Mio. US\$ in 2008).^[6] Für die Rastersondentechniken werden die höchsten Wachstumsraten prognostiziert, so dass deren Marktanteil insbesondere gegenüber der optischen Mikroskopie ansteigen wird. Die Rastersondenmikroskopie bietet dabei auch für kleinere Unternehmen attraktive Marktnischen, wie beispielsweise für die Omicron NanoTechnology GmbH, die als Weltmarktführer im Bereich der Ultrahochvakuum-Rastersondentechniken gilt, oder die Witec GmbH als Weltmarktführer bei der Herstellung von SNOM-Mikroskopen.

Der Weltmarkt der analytischen Geräte zur Prozess-Spektroskopie, der allerdings nur zu geringem Anteil der NanoAnalytik (u. a. XPS oder SIMS) zugerechnet werden kann, betrug nach Angaben von BCC im Jahr 2008 ca. 950 Mio. US\$ mit prognostizierten Wachstumsraten von 8,5 Prozent bis 2013.^[7]

^[3] BCC 2007
<http://bccdaily.org/report/IAS017B.html>

^[4] Frost & Sullivan 2007, World Microscopes Market

^[5] BCC 2007
<http://bccdaily.org/report/NAN046A.htm>

^[6] FEI 2008, Firmenpräsentationen
<http://investor.fei.com/events.cfm>

^[7] BCC 2008 Process Spectroscopy: the global market, Pressemitteilung vom 15.8.2008

4 Praxisbeispiele aus Hessen

4.1 Die Augen in die Nanowelt

Nach der Einführung der Elektronenmikroskopie begann im Jahr 1986 ein neues revolutionäres Kapitel der Materialforschung: Dr. Gerd Binnig und Dr. Heinrich Rohrer wurden mit dem Physik-Nobelpreis für die Entwicklung ihres Scanning Tunneling Microscope (STM, deutsch: Rastertunnelmikroskop, das erste entwickelte Rastersondenmikroskop) ausgezeichnet. Geboren war damit quasi das „Auge in die Nanowelt“, mit dem es seither möglich ist, Materialuntersuchungen auf atomarer Ebene durchzuführen – ein Meilenstein in der Materialforschung und der entscheidende Schritt zur NanoAnalytik.

Heute werden STM-Systeme der inzwischen fünften Generation zum Beispiel dazu verwendet, Materialien bei Temperaturen nahe dem absoluten Nullpunkt (bei -267°C) zu untersuchen oder Grundlagen für neue Quantencomputer zu legen. Einer der bedeutendsten Hersteller für STM-Systeme ist die Firma Omicron NanoTechnology mit Sitz im hessischen Taunusstein in der Nähe von Wiesbaden. Kurz nach der Nobelpreisvergabe begann man dort mit der Entwicklung eines Rastersondenmikroskops, das im Ultrahochvakuum (UHV) arbeitet.

Basierend auf dieser Technologie hat sich Omicron im Bereich NanoAnalytik zu einem konstant wachsenden Unternehmen mit einer herausragenden Position auf dem Weltmarkt entwickelt. Zurückzuführen ist das insbesondere auf die kontinuierliche Entwicklung neuartiger innovativer Produkte, die mehrfach im Lauf der Firmengeschichte mit Technologiepreisen und Auszeichnungen prämiert wurden. 1999 wurde darüber hinaus das Unternehmen Omicron mit dem hessischen „Hidden Champion Award“ ausgezeichnet. Mit knapp 25 Jahren Firmengeschichte ist man heute eines der ältesten Unternehmen der Nanotechnik. Omicron ist international tätig, hat einen Exportanteil von 85 Prozent und ein Vertriebsnetz bestehend aus Tochtergesellschaften in den USA,

Japan, Frankreich und England sowie Niederlassungen in zehn Ländern. Die Omicron-Produktpalette ist durch die verschiedenen Ent-

Das Ultrahochvakuum-Tieftemperatur-Rastertunnelmikroskop LT STM kann in einem Temperaturbereich von 5 K mit atomarer Auflösung messen.

wicklungstrends und Kundenwünsche beständig gewachsen und wurde konsequent weiterentwickelt.

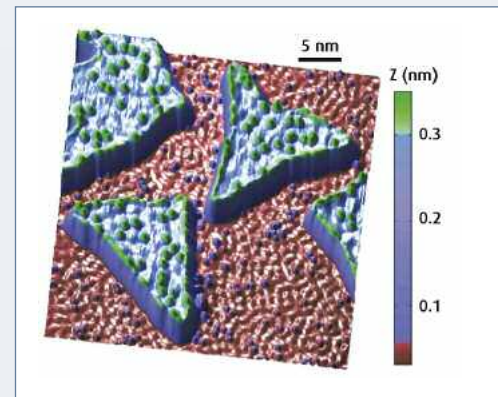
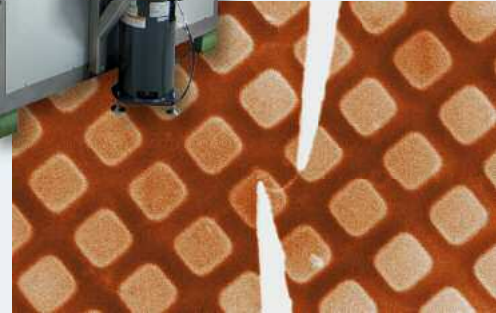
Da die Rastersondenmikroskopie „nur“ die genaue Position von Atomen auflöst, aber keine Information über die chemische Zusammensetzung einer Probe gibt und auch nur einen relativ kleinen Scanbereich (Sichtbereich auf der Probe) aufweist, hat Omicron zum Beispiel als komplementäre Methoden die traditionelle Elektronenmikroskopie und die Elektronenspektroskopie in seine UHV-Systeme integriert.

Diese Methoden können kombiniert werden mit Verfahren zur Herstellung dünner Schichten wie dem Molekularstrahlverfahren, so dass man die erzeugten Schichten mit den Analysemethoden sofort charakterisieren kann und somit die NanoAnalytik unmittelbar mit der Nanostrukturierung gekoppelt wird. Anders ausgedrückt: „Nanoanalytic meets Nano-Engineering“.



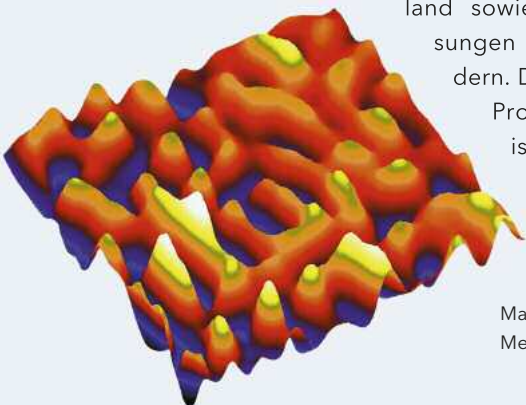
KONTAKT

Omicron NanoTechnology GmbH
Limburger Straße 75, 65232 Taunusstein
Andreas Frank, Leiter Marketing
Telefon 06128 987-361, Fax -33361
E-Mail a.frank@omicron.de
www.omicron.de



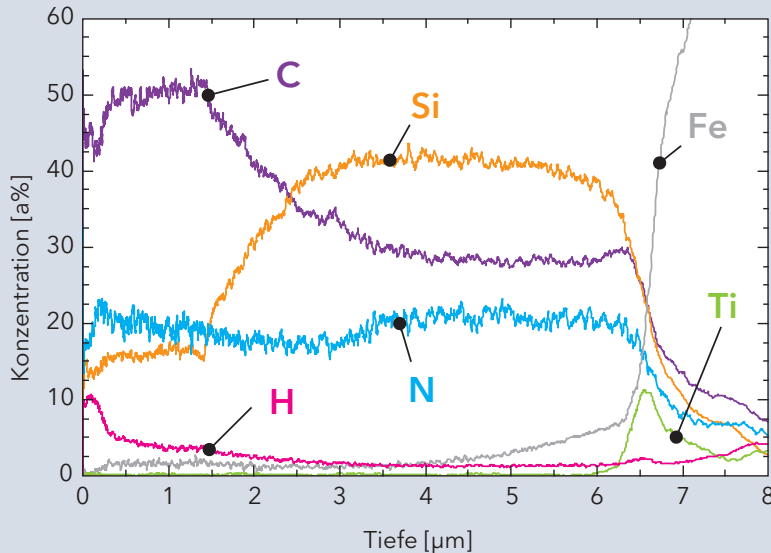
Topografie von Eisenatomen adsorbiert auf dreiecksförmigen Kobaltinseln auf einer Kupfer(111)-Kristallfläche bei 4,8 K. Die Eisenatome sind als grüne Vorsprünge auf den Kobaltinseln und als blaue Vorsprünge auf der Kuperoberfläche zu sehen.

(Quelle: „Observing Spin Polarization of Individual Magnetic Adatoms“ by Y. Yayon, V.W. Brar, L. Senapati, S. C. Erwin, and M. F. Crommie. PRL 99, 067202, 2007)



Magnetische Domänen auf einer $\text{CeH}_2/\text{57Fe}$ Multilagenschicht, MFM Messung bei $T = 5.7 \text{ K}$. (Quelle: Prof. W. Felsch, Universität Göttingen)

4.2 NanoAnalytik in der Materialprüfung und -forschung



GDOES-Tiefenprofil an einer gradierten PVD-Schicht auf Basis eines SiCN-Nanokomposits mit einer Temperaturbeständigkeit über 1300°C.

Nachhaltige F&E-Aktivitäten im Bereich Werkstofftechnik stellen hohe Anforderungen an die moderne Werkstoffanalytik, um die unter Beanspruchung ablaufenden Vorgänge bzw. Veränderungen auch im Sub-Mikrometer- und im Nanobereich darzustellen und zu verstehen. Die NanoAnalytik dient dabei nicht ausschließlich zur Charakterisierung sogenannter „Nanomaterialien“, sondern vielmehr zur Erforschung und Optimierung konventioneller Werkstoffe.

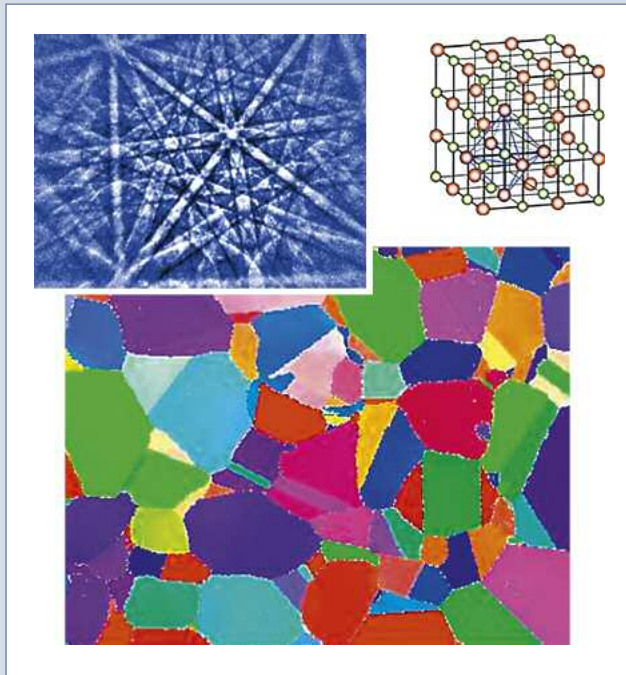
Die Staatliche Materialprüfungsanstalt (MPA) Darmstadt und das Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde (IfW) bilden das Zentrum für Konstruktionswerkstoffe der Technischen Universität Darmstadt und sind im Bereich aller Materialklassen in der ganzheitlichen Forschung und Entwicklung tätig, um – gemeinsam mit Industriepartnern – die Werkstoffe und die Werkstoffkonzepte für morgen zu entwickeln. Die F&E-Tätigkeiten befassen sich unter anderem mit Hochleistungswerkstoffen für die Energieerzeugung mit dem Ziel, höhere Prozesstemperaturen für bessere Wirkungsgrade zu erreichen. Aus werkstofftechnischer Sicht erfolgt das über die Ausbildung von Ausscheidungen im Nanometerbereich, die die sogenannte thermische Degradation, also das Verschlechtern der Eigenschaften unter Temperaturbe-

anspruchung, verhindern. Auch im Bereich der Lebensdauererhöhung von zyklisch beanspruchten Bauteilen ist der Blick in den Nanometerbereich unerlässlich. Dies betrifft sowohl die im Werkstoff auf atomarer Ebene erzeugten Druckeigenspannungen bei kugelgestrahlten Federn oder neueste Entwicklungen hochtemperaturbeständiger und hochfester Leichtmetalllegierungen für die Gewichts- und Energieeinsparung.

Zum Oberflächenschutz bzw. zur Funktionalisierung von Oberflächen sind Beschichtungen mit Dicken zwischen 50 nm und 5 µm ebenfalls unerlässlich. Diese werden an der MPA und am IfW mit Hochleistungs-PVD-Beschichtungsanlagen erzeugt und entsprechend analysiert sowie auf ihre Bauteileigenschaften hin ganzheitlich geprüft. Moderne Schichten zum Schutz vor Verschleiß und Korrosion bestehen heute z.B. aus mehreren tausend Einzellagen, bei denen die Dicke der wenige Nanometer starken Einzellagen die Schichteigenschaften bestimmt und daher exakt kontrolliert werden muss.

Unter Berücksichtigung der werkstofftechnischen Trends ist eine leistungsstarke und aussagekräftige Analytik mit Auflösungen bis in den Nanometerbereich und darunter erforderlich. Hier verfügen MPA und IfW über eine hervorragende Ausstattung.

Mittels Beugung von Röntgenstrahlen am Kristallgitter des Werkstoffs können über die gemessenen Abstände der Gitterebenen Atomabstände bestimmt werden. Die Kenntnis der Atomabstände und der Kristallstruktur liefert beispielsweise wertvolle Rückschlüsse auf die Bauteileigenschaften im Betrieb, indem sich Eigenspannungen, Texturen oder die vorhandenen Phasen bestimmen lassen. Im Bereich der Mikroskopie trägt die Rasterelektronenmikroskopie (REM) nachhaltig zur Visualisierung submikroskopischer Strukturen bis zu einer Auflösung von < 3 nm bei. Gleichzeitig können die Elementzusammensetzung ermittelt und mit einer weiteren, EBSD-Hochgeschwindigkeitskamera (EBSD = Electron Back-Scatter Diffraction, deutsch: Rückstreu-Elektronenbeugung) sogar Strukturanalysen an submikroskopischen Bestandteilen durchgeführt werden. Die daraus gewonnenen Informationen fließen z.B. in die Werkstoffentwicklung und die Schadensanalyse ein.



EBSD-Analyse zur Textur- und Phasenbestimmung an kristallinen Werkstoffen, hier an einer Superlegierung für Gasturbinen. Die unterschiedlichen Farben bei der EBSD-Analyse (**unten**) kennzeichnen die jeweilige Kornorientierung; Bild **links oben**: Beugungsbild (Kikuchi-Muster) zur Bestimmung von Orientierung und Gitterstruktur; schematische Zeichnung **rechts oben**: Aufbau einer kristallinen Elementarzelle.

Die Analyse der chemischen Eigenschaften erfolgt mittels der dem REM angeschlossenen Röntgenmikroanalyse (EDX) mit Auflösungen bis in den unteren Nanometerbereich sowie mit optischer Glimmentladungsspektroskopie (GDOES).

Mittels GDOES lassen sich Schichten und Oberflächenbehandlungen mit wenigen Nanometern Tiefenaufklärung charakterisieren, indem die Elementzusammensetzung der einzelnen Schichten tiefenaufgelöst quantifiziert und somit die Dicke der aufgetragenen Schichten ermittelt werden kann. Die Nachweisgrenzen betragen für die einzelnen Elemente zwischen 0,1 bis 10 ppm, wobei eine Tiefenaufklärung bis ca. 5 nm möglich ist.

Neben der chemischen und strukturellen Analytik können mittels nanoanalytischer Verfahren die mechanisch-technologischen Eigenschaften dünner Schichten oder einzelner Gefügebestandteile bestimmt werden. Dies erfolgt über die sogenannte Nanoindentation, die neben der Härte auch Spannungsdehnungsverläufe sowie Kennwerte zum elastisch-plastischen Werkstoffverhalten liefert.

Die NanoAnalytik geht demnach weit über die Grundlagenforschung hinaus und gewinnt besonders bei der anwendungsbezogenen Werkstoffforschung und -entwicklung, wie sie beispielsweise an der MPA und am IfW der Technischen Universität Darmstadt mit mehr als 60 Wissenschaftlern aus den unterschiedlichsten Fachdisziplinen betrieben wird, zunehmend an Bedeutung.

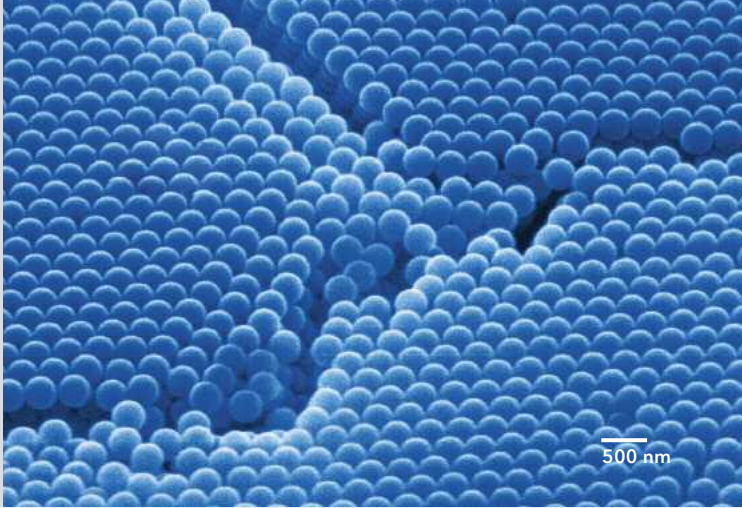
Darüber hinaus können an der MPA und dem IfW alle notwendigen makroskopischen mechanisch-strukturellen Eigenschaften von Werkstoffen bzw. von Bauteilen ermittelt werden.

KONTAKT

Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt
Technische Universität Darmstadt
Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde
Grafenstraße 2, 64283 Darmstadt
Telefon 06151 16-4430, Fax -6132
www.tu-darmstadt.de/mpa-ifw.html



4.3 Nano-Partikelstandards als Referenzsubstanzen für Forschung und industrielle Anwendung



Oben: REM-Aufnahme eines Partikelgrößenstandards (14.000-fache Vergrößerung). Partikelgröße: 305 nm.

Rechts: TEM-Aufnahme einer Versuchscharge. Mittlerer Partikeldurchmesser: 52 nm.

Partikel können als unregelmäßige kleine Körper einige Millimeter groß oder auch einige Nanometer klein sein. Sie sind praktisch überall; in Wasser, Luft, Erde, Lebensmitteln und technischen Erzeugnissen. Sie kommen aus natürlichen Ressourcen (z. B. Staub, Sandkörner, Bakterien) oder können aus industrieller Herstellung stammen (z. B. Poliermittel, Pigmente, Flüssigkristalle, Ionenaustauscher, Toner, usw.). Die häufigsten Partikel entstehen nicht durch maßgeschneiderte technische Prozesse. Oft fallen sie als Nebenprodukte an oder kommen als allgemeine Kontamination vor. In beiden Fällen sind sie unerwünscht. Bei allen partikelhaltigen Produkten ist jedoch eine genaue Kenntnis der Partikelgrößenverteilung wichtig, denn im „erwünschten Fall“ bestimmt sie meist die entscheidenden Produkteigenschaften. Im „unerwünschten Fall“ gibt sie Informationen über das Ausmaß der „Störung“ und auch Anhaltspunkte für deren sachgerechte Beseitigung.

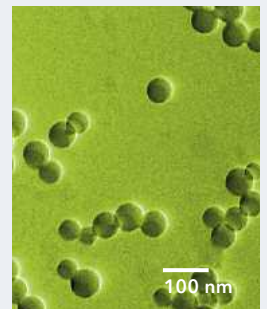
BS-Partikel fertigt und charakterisiert seit 2001 zertifizierte Partikelgrößen- und Partikelzählstandards. Das sind streng kugelförmige Polystyrolpartikel gleichen Durchmessers im Größenbereich von z. Zt. 80 µm bis hinab zu 180 nm. Sie dienen Hochschulen, Forschungsinstituten und der Industrie zu Vergleichs-, Validier- und Kalibrierzwecken, sowie für Modelluntersuchungen. Im Jahr 2007 hat BS-Partikel ein Forschungsprojekt begonnen, mit dem Ziel, möglichst eng größenverteilte, kugelförmige Partikel zwischen 20 nm und 100 nm in verschiedenen Größenabstufungen herzustellen.



REM-Aufnahme der Oberfläche eines ungünstig gewachsenen Partikels.

Die Schwierigkeit, solche Partikel von weniger als 100 Millionstel Millimeter Durchmesser sphärisch und von jeweils gleicher Größe reproduzierbar zu fertigen, liegt darin, dass sämtliche Vorgänge bei der Herstellung zwischen Molekülverbänden an Milliarden von Grenzflächen gleichzeitig und mit gleicher Intensität stattfinden müssen und keine lokalen Abweichungen in der Reaktionskinetik auftreten dürfen. Dies lässt sich mit den labortypischen Geräten von makroskopischer Größe nur sehr eingeschränkt realisieren. Würde man andererseits das Reaktionsgefäß soweit verkleinern, dass man in einer tausendstel Sekunde genau ein maßgeschneidertes kugelförmiges Partikel herstellen könnte, so würde man für 1 Gramm dieser Partikel mehr als 11 Tage benötigen.

Es musste also ein Syntheseweg gefunden werden, der unter praktikablen Bedingungen nur ein geringes Maß an Inhomogenität bei der Partikelbildung und damit eine akzeptable Verbreiterung der Partikelgrößenverteilung zulässt. Die andere Schwierigkeit liegt in der zuverlässigen Größenbestimmung von Nanopartikelkollektiven. Da jede der wenigen geeigneten Methoden ihre Stärken und Schwächen hat, werden zur Charakterisierung mehrere Messmethoden angewandt wie die analytische Scheibenzentrifuge, AFFFF-Methode (Asymmetrische Fluss-Feld-Fluss-Fraktionierung), dynamische Lichtstreuung und Transmissionselektronen-Mikroskopie.



KONTAKT
BS-Partikel GmbH
Dr. Bernd Schied
Bahnstraße 10, 65205 Wiesbaden
Telefon 0611 788899, Fax 0611 9721844
E-Mail support@bs-partikel.de
www.bs-partikel.de

4.4 Analytik für und mit Nanotechnologie



Nanotechnologie erzielt durch den Einsatz von Nanostrukturen völlig neue Materialeigenschaften. Folglich nimmt bei der Analyse und Charakterisierung von Nanomaterialien die exakte Bestimmung von Dimensionen im nm-Bereich (1 nm bis 100 nm) eine Schlüsselstellung ein. Denn in der Nanowelt bedeuten Größenunterschiede von 10 nm oft bereits deutlich veränderte Eigenschaften.

Die Untersuchung von Nanostrukturen erfordert zumeist relativ aufwändige Methoden und erfahrenes hochqualifiziertes Fachpersonal. Wer dies nicht selbst vorhält, kann das Know-how der AQura GmbH nutzen. Sie ist mit 230 Mitarbeitern an den Standorten Hanau und Marl und einem Vertriebsbüro in Frankfurt-Höchst tätig und besitzt langjährige Erfahrung in der Untersuchung nanoskaliger Materialien. Dafür stehen moderne Geräte und Untersuchungsmethoden zur Verfügung. Das sind zum Beispiel ein hochauflösendes Feldemissions-Transmissionselektronenmikroskop (HR-TEM), hochauflösende Feldemissions-Rasterelektronenmikroskope (HR-REM), jeweils gekoppelt mit verschiedenen Elementanalysetechniken (EDX/EELS), ein Rastersondenmikroskop (AFM) und Oberflächenanalysengeräte (ESCA/XPS, SIMS, AES). Einen wichtigen Teil der durchgeführten Untersuchungen nehmen Bestimmungen von Strukturabmessungen und Teilchengrößenverteilungen ein. Dazu werden mikroskopische Verfahren gekoppelt mit Bildanalyse und die verschiedensten Lichtstreuverfahren eingesetzt. Als Beispiele für letztere sind z. B. die PIDS-Technologie (Polarized Intensity Differential Scattering) und die Photonenkorrelationspektroskopie (PCS) zu nennen. Mit ersterer können Teilchen im Bereich 20 nm bis 2 µm und mit letzterer zwischen 0,6 nm und 6 µm vermessen werden. Aber auch nicht so weit verbreitete analytische Methoden wie die Feldflussfraktionierung (FFF) stehen zur Verfügung, mit der Teilchengrößen bis hinunter in den einstelligen nm-Bereich bestimmt werden können.

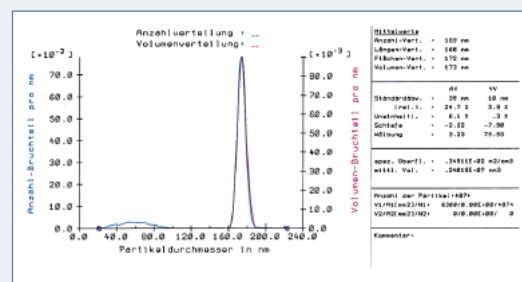
Über die Vielzahl der angebotenen Analysemethoden hinaus ist die AQura in der Lage, auch spezielle Methoden schnell neu zu entwickeln sowie rasch und präzise ein vorhandenes Kundenproblem mit angepassten Methoden zu lösen. Dieses Prinzip nach dem Motto „Alles aus einer Hand“ wird von vielen Kunden sehr geschätzt. Auch der Kontakt zu verschiedenen Instituten und Hochschulen wird gepflegt, um einzelne spezialisierte Untersuchungen dort durchführen zu lassen, Projekte gemeinsam zu bearbeiten oder aber die neuesten analytischen Entwicklungen mit zu verfolgen sowie auch mit voran zu treiben.

Von der AQura werden Aufgabenstellungen aus Forschung und Entwicklung sowie Anwendungstechnik und Produktion bearbeitet. Dabei steht die Lösung von Problemstellungen und komplexen analytischen Fragestellungen der Kunden im Mittelpunkt. Die Erzeugung von Messdaten allein reicht dafür nicht aus. Vielmehr ist darüber hinaus auf Basis der breiten Kenntnis von Materialien und Verfahren eine kompetente Interpretation der Daten erforderlich. Das geschieht im intensiven Kundenkontakt. Mit der weiteren Entwicklung der Nanotechnologie und ihrem Einzug in Produkte wird die darauf spezialisierte Analytik für Forschung und Entwicklung sowie Anwendungstechnik und Produktion weiter an Bedeutung gewinnen.

Links: Abbildung von Latexpartikeln mit dem Transmissions-elektronenmikroskop.

Mitte: Rasterelektronenmikroskop FEI Sirion XL30 FEG mit Feldemissionskathode.

Rechts: Transmissions-
elektronenmikroskop
JEOL 2010 F (200 kV)
mit Feldemissions-
kathode.



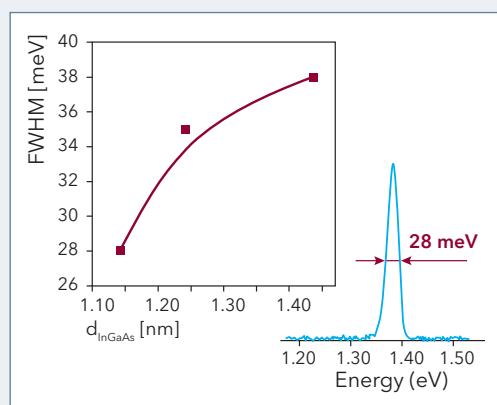
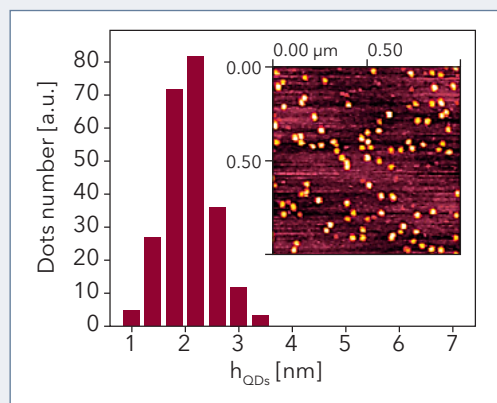
Teilchengrößenverteilung von Latexpartikeln (Stichprobe 4874 Teilchen).

KONTAKT
AQura GmbH

Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau-Wolfgang
Dr. Harald Müller, Marketing und Vertrieb
Telefon 06181 59-6320, Fax -76320
E-Mail harald.mueller@aqura.de
www.aqura.de



4.5 Morphologische und optische Analyse von nanostrukturierten Halbleitern



Oben: Statistische Höhenverteilung von InGaAs-Quantenpunkten abgeschieden auf einer GaAs-Oberfläche. Die Werte wurden aus einer AFM-Messung ermittelt (vgl. Inset).

Unten: Halbwertsbreite der Photolumineszenz (PL)-Emission von verschiedenen Proben, die entsprechend unterschiedlich starke Höhenfluktuationen aufweisen als Funktion der nominellen Abscheidedicke. Das Inset zeigt ein entsprechendes PL-Spektrum.

konstante von Indium-haltigen Verbindungshalbleitern sich stark von GaAs unterscheidet, treten hohe Verspannungen auf, die eine planare Abscheidung destabilisiert. Das System reagiert deshalb ab einer gewissen kritischen Schichtdicke mit der Ausbildung von Wachstumsinseln, die eine lokale Reduzierung der Verspannungsenergie ermöglichen, ohne bereits Kristallversetzungen zu generieren. Damit ist es möglich, Quantenpunkte zu erzeugen mit lateralen Durchmessern im Bereich von 10-20 nm und einer Höhe von wenigen Nanometern. Die Größe, die Größenverteilung und die Dichte der Quantenpunkte können mit Wachstumsparametern innerhalb eines bestimmten Bereichs eingestellt werden.

Wegen des defektfreien Herstellungsprozesses besitzen diese Nanostrukturen eine sehr hohe optische Qualität und können z.B. in Halbleiterlasern eingesetzt werden. Hierbei ist von besonderem Interesse, dass durch die neuen Freiheitsgrade, die man durch die Kontrolle der nanoskaligen geometrischen Parameter erzielt, die Materialeigenschaften auf spezifische Bauelementanwendungen abgestimmt werden können, ohne die chemische Zusammensetzung verändern zu müssen. Damit eröffnen sich neue Wege der Materialoptimierung und es können neu-

artige Eigenschaften erzielt werden, die mit konventionellen Materialien oder Herstellungsverfahren nicht realisierbar sind.

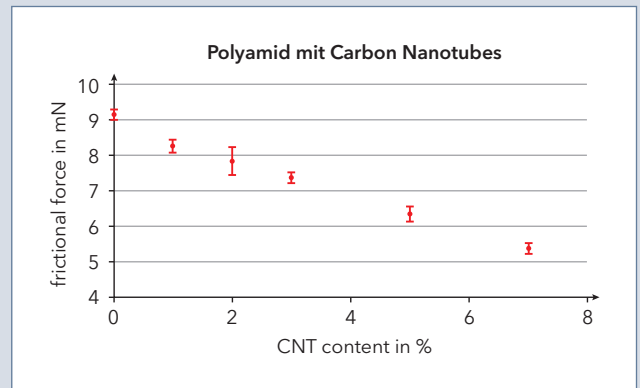
Zur Charakterisierung dieser neuartigen nanostrukturierten optischen Materialien sind morphologische und optische Analyseverfahren notwendig, die Aufschluss geben über die Geometrie der Quantenpunkte und deren optische Eigenschaften. Hierbei setzt das Institut für Nanostrukturtechnologie und Analytik (INA) an der Universität Kassel standardmäßig Rasterkraftmikroskopie (AFM) und Photolumineszenzmessungen (PL) bei tiefen Temperaturen (z.B. 10 K) ein. In der oberen Abbildung ist ein AFM-Bild (rechte Seite) und die daraus ausgewertete Höhenverteilung gezeigt. Man kann daraus eine Punktdichte von ca. $1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ und eine mittlere Höhe von ca. 2,2 nm ermitteln, mit einer Halbwertsbreite von ca. $\pm 0,5 \text{ nm}$. Die morphologischen Untersuchungen ergeben allerdings keine Rückschlüsse auf die optischen Eigenschaften. Durch Anregung der Proben mit einem grünen Laserstrahl und spektral aufgelöster Detektion der charakteristischen Photolumineszenzstrahlung, die in diesem Falle im nahen infraroten Spektralbereich liegt, ist es möglich, die optischen Eigenschaften der Quantenpunkte zu analysieren. Unten ist ein Spektrum der oben gezeigten Probe abgebildet, die bei einer Energie von 1,38 eV emittiert, äquivalent zu einer Wellenlänge von 900 nm. Aufgrund der Größenfluktuation ergibt sich jedoch eine gaußförmige Linienform mit einer Halbwertsbreite von 28 meV. Dass die Linienbreite tatsächlich im Wesentlichen auf die Höhenfluktuation der Quantenpunkte zurückzuführen ist, konnte durch den Vergleich mit den morphologischen Messungen bestätigt werden. Bei Strukturen mit größerer Fluktuation ergeben sich tatsächlich auch entsprechend größere Linienbreiten, wie unten gezeigt. Die Kombination dieser Analyseverfahren erlaubt deshalb wertvolle Rückschlüsse für die Entwicklung neuer optischer Materialien und ist unverzichtbar in der Nanostrukturtechnologieforschung.

KONTAKT

Institut für Nanostrukturtechnologie und Analytik (INA), Universität Kassel
Heinrich-Plett-Straße 40, 34132 Kassel
Prof. Dr. Johann Peter Reithmaier
Telefon 0561 804-4430
E-Mail jpreith@ina.uni-kassel.de
www.ina-kassel.de



4.6 Charakterisierung von Nano-Verbundwerkstoffen



Das Institut für Kunststofftechnik Darmstadt ikd ist eine wissenschaftliche Einrichtung des Fachbereichs Maschinenbau und Kunststofftechnik der Hochschule Darmstadt. Diese ist mit über 10 000 Studierenden eine der größten Fachhochschulen Deutschlands. Sie bietet eine praxisnahe Ausbildung mit überwiegend Bachelor- und Masterabschlüssen in mehr als 30 Studiengängen, insbesondere im Bereich der Ingenieur- und Informationswissenschaften. Die Projekte in der Nanotechnologie beschäftigen sich u. a. mit der Bestimmung von Oberflächenfunktionalitäten bei Nanokompositen. Dazu gehören beispielsweise Kratz- und Verschleißfestigkeiten sowie Reibeigenschaften.

Nanokomposite und ihre Oberfläche

Verbundwerkstoffe sind in den letzten Jahrzehnten immer wichtiger geworden. Zahlreiche Anwendungsgebiete ergeben sich durch die von den Herstellern einstellbaren mechanischen Eigenschaften der Composite-Materialien, so dass diese für ihre Anwendungen maßgeschneidert werden können. In den letzten Jahren nimmt der Einsatz von nanoskalierten Füllstoffen wegen ihrer außergewöhnlichen Eigenschaften stark zu. Es gibt schon erste Serienanwendungen zur Erhöhung der Kratzfestigkeit von Automobillacken. Dabei ist es möglich, schon durch eine modifizierte Oberfläche, z. B. eine Lackschicht oder Beschichtung, wesentliche Produkteigenschaften zu beeinflussen. Zu nennen sind hier elastische und plastische Verformbarkeiten, Kriechverhalten, Gleit- und Haftreibung, Härte, Dämpfung und nicht

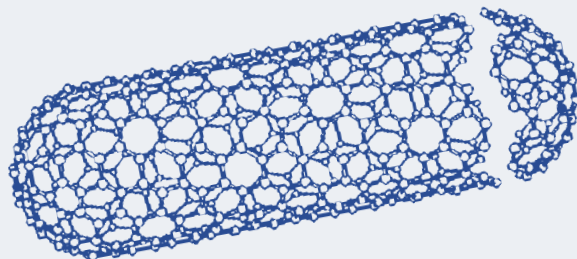
zuletzt die Verschleißbeständigkeit. So könnten die positiven Eigenschaften des Füllstoffes schon durch dünne Funktionsschichten, ohne einen hohen und teuren Einsatz von großen Füllstoffmengen, auf die mechanisch-physikalischen Oberflächenfunktionalitäten sowie die chemomechanischen Eigenschaften und die Umweltbeständigkeit eines Kunststoffteils übertragen werden.

Seit mehreren Jahren werden am Fachbereich Untersuchungen solcher Oberflächenfunktionalitäten vorgenommen. Speziell der Einsatz von Carbon-Nanotubes zur Reduktion der Gleitreibung wurde untersucht. Die Abbildung oben rechts zeigt den Einfluss von Multiwall Carbon Nanotubes auf die Reibkräfte an der Oberfläche des Kunststoffs. Die Arbeitsgruppe ist Mitglied im NanoNetzwerk Hessen.

Links: AFM-Aufnahme von Epoxidharz mit Nanopartikeln, die sich an der Oberfläche abzeichnen.

Rechts: Durch den CNT-Gehalt können die Gleitreibungseigenschaften von Kunststoffen gezielt beeinflusst werden.

Schematische Darstellung einer Kohlenstoffnanoröhre (CNT).



KONTAKT

Hochschule Darmstadt
Institut für Kunststofftechnik
Haardtring 100, 64295 Darmstadt
Prof. Dr. Ralph Stengler
Telefon 06151 16-8562, Fax -8977
E-Mail stengler@h-da.de
www.fbmh.h-da.de

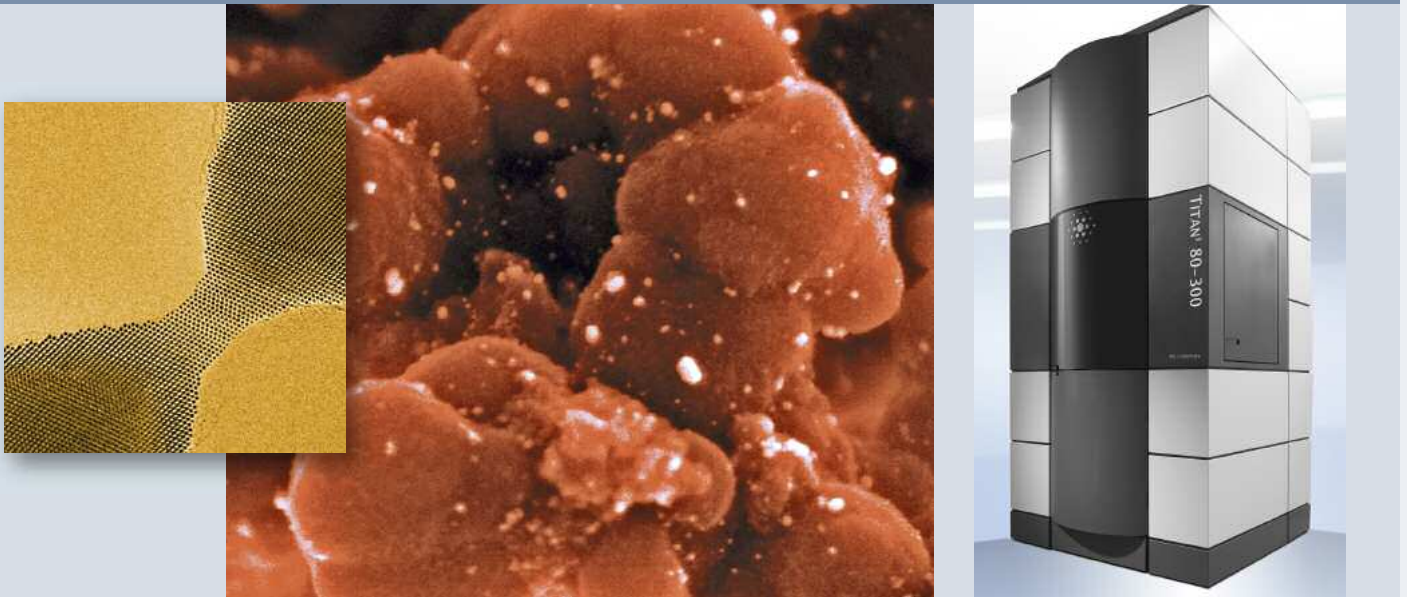
h_da

HOCHSCHULE DARMSTADT
UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

ikd

INSTITUT FÜR
KUNSTSTOFFTECHNIK DARMSTADT

4.7 Tools für die Nanowelt



Links: Zwillingsgrenzflächen einer Gold-Nanobrücke.

Mitte: Niederspannungsoberflächenanalyse von Platin-katalysator-Nanopartikeln mit einer Größe zwischen 5 nm und unter 1 nm.

Rechts: Das Titan³ 80-300 ist das leistungsfähigste hochauflösende Raster-Transmissionselektronenmikroskop für die 2D- und 3D-Proben-Charakterisierung bis auf atomare Ebene.

Unten: Das MagellanTM 400 SEM ist das erste Rasterelektronenmikroskop mit Subnanometer-Auflösung über den vollen Elektronenenergie-Bereich von 1 kV bis 30 kV.

Die Firma FEI mit Hauptsitz in Eindhoven ist einer der führenden Hersteller von Elektronenmikroskopen, Focused-Ion-Beam-Systemen, DualBeam-Systemen und damit verbundenem Zubehör. Die Firma FEI hat im Jahr 1998 die Philips Electron Optics übernommen, die bereits seit 1949 kommerziell Elektronenmikroskope herstellte. Das Unternehmen agiert weltweit mit Produktionsstandorten in den USA, den Niederlanden und der Tschechischen Republik und beschäftigt rund 1 700 Mitarbeiter. In Deutschland ist die FEI Deutschland GmbH mit mehr als 50 Mitarbeitern und einem Regionalbüro in Kassel vertreten.

Vieles von dem, was wir in der Alltagswelt erfahren und erleben, wird zu einem großen Teil von Prozessen und Phänomenen auf der Nanoskala – der Skala einzelner Atome und Moleküle – bestimmt. Obwohl diese Erkenntnis nicht neu ist, ermöglicht uns die wachsende Zahl von Instrumenten zur Erforschung und Manipulation dieser elementaren Bausteine einen immer weiter fortschreitenden Erkenntnisgewinn. Die Forschung im Nanotechnologiebereich befindet sich derzeit in einer Übergangsphase, die sich von einem erkenntnisgetriebenen Prozess mit einer eher zufälligen Umsetzung in Produkte hin zu einem gezielten Materialdesign bewegt, bei dem die technischen Spezifikationen auf Basis eines vertieften Verständnisses von Struktur-/Funktionsbeziehungen gezielt eingestellt werden können. Da die Entwicklung mittlerweile nicht nur Aktivitäten in For-

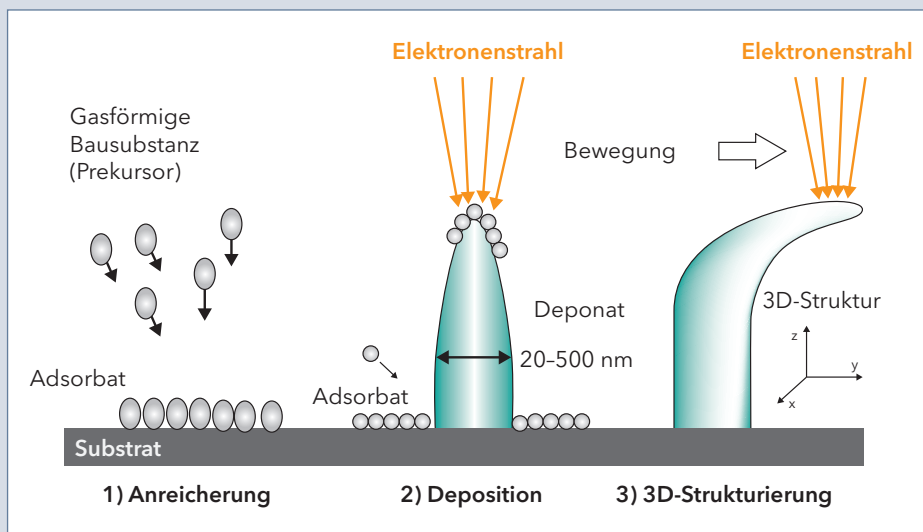
schungslaboren, sondern auch immer mehr die industrielle Praxis betreffen, wachsen die Anforderungen nicht nur in Bezug auf die Leistungsfähigkeit, sondern auch hinsichtlich der Zuverlässigkeit, der Handhabbarkeit und der ökonomischen Effizienz der Geräte. Das industrielle Anwendungsspektrum der Tools for NanotechTM von FEI reicht dabei von der Halbleitertechnik, Chemie- und Werkstoffforschung bis hin zur Schadensanalyse.

Die neue TitanTM-Produktfamilie im Bereich der Transmissionselektronenmikroskope erreicht die derzeit bestmögliche Auflösung von 0,05 nm, die ausreicht um einzelne Atome in vielen Materialien aufzulösen. In Zusammenarbeit mit führenden Wissenschaftlern und Forschungsinstitutionen beabsichtigt FEI auch in Zukunft eine führende Rolle in der Weiterentwicklung nanoanalytischer Methoden zu übernehmen.

KONTAKT
FEI Deutschland GmbH
Miramstraße 87, 34123 Kassel
E-Mail Jens.Greiser@fei.com
www.fei.com



4.8 Neuartiges Direkt-Verfahren für die Herstellung von MEMS- und NEMS-Komponenten



3D-Strukturierung mit EBID (Electron Beam Induced Deposition):
(1) Die „Bausubstanz“ (Prekursor), wird in zunächst gasförmiger Form als Adsorbat auf ein Substrat gebracht und **(2)** gezielt mit einem fokussierten Elektronenstrahl bestrahlt. Eine Säule aus hartem Material (Deponat) entsteht, die **(3)** durch eine kontrollierte Strahlbewegung zu beliebigen dreidimensionalen Objekten (hier ein Mikro-Bogen) weitergenährt werden kann.

MEMS und NEMS sind stark miniaturisierte elektromechanische Systeme, die mechanische Arbeit in elektrische Energie transformieren oder umgekehrt mechanische Kräfte erzeugen können. Damit spielen diese extrem flexiblen Mikrokomponenten eine wichtige Rolle in der Sensorik und der Aktuatorik. Sie kommen u. a. bei der Messung kleinster Kräfte, z. B. in der Druck-, Beschleunigungs- und Temperaturmessung oder Gas- und Biosensorik zum Einsatz.

Mit zunehmender Miniaturisierung, bis hin zum Sub-100-nm-Bereich, und unter Einsatz von Mikroarrays verbessert sich die Effektivität solcher Systeme um ein Vielfaches. Das hat zur Folge, dass bspw. schon wenige Atome oder Moleküle eines unbekannten Substanzgemisches ausreichen, um nachgewiesen oder quantifiziert werden zu können. Dies eröffnet gänzlich neue Wege für die NanoAnalytik in der Molekularbiologie, Biochemie, den Life Sciences und der diagnostischen Medizin.

Die NanoScale Systems GmbH setzt zur Mikrostrukturierung ein neuartiges Verfahren ein, mit dem MEMS- und NEMS-Komponenten auf besonders einfache Weise und dreidimensional (3D) im Raum hergestellt werden können. Im Unterschied zu herkömmlichen Techniken (Top-Down), die eine Reinraumumgebung und Photomasken bzw. Halbleiter, wie Silizium als Werkstoff benötigen, basiert diese Technologie auf einem Direktstrukturierungsansatz (Bottom-Up), durch den die konventionelle Lithographie drastisch vereinfacht wird. Unter Nutzung von Prinzipien der Selbstorganisation wird darüber

hinaus eine Vielfalt neuer Materialien (Nanokomposite) bereitgestellt, deren Möglichkeiten aufgrund ihrer einzigartigen nanokristallinen Beschaffenheit weit über den Einsatz von Silizium hinausreichen und über verbesserte Eigenschaften verfügen.

Unter Einsatz ihrer innovativen EBID-Technologie richtet die NanoScale Systems erhebliche Aufmerksamkeit auf die Erschließung neuer Anwendungen aus der biotechnologischen und pharmakologischen Analytik. Chiparchitekturen der nächsten Generation für biochemische Nachweisverfahren bis auf Einzelmolekülebene werden in den nächsten Jahren eine erhebliche Bedeutung zukommen. Die Einsatzmöglichkeiten von NEMS-Komponenten in biochemischen „Lab-on-a-Chip“-Anwendungen in der Genomik und Proteomik werden zurzeit im Rahmen eines bundesweiten Projektes mit mehreren interdisziplinären Partnern evaluiert.

Die NanoScale Systems GmbH wurde im Jahre 2005 als ein Spin-Off der Universität Frankfurt am Main in Darmstadt gegründet.



Freistehende MEMS-Komponente (mechanische Blattfeder), hergestellt mit EBID.

KONTAKT

NanoScale Systems GmbH
 Technologiezentrum Darmstadt
 Robert-Bosch-Straße 7, 64293 Darmstadt
 Dr. Alexander Kaya
 Telefon 06151 66740-37, Fax -39
 E-Mail info@nanoss.de
www.nanoss.de



5 Forschungsprogramme, Finanzierungs- und Fördermöglichkeiten

5.1 Forschungsprojekte und -netzwerke mit Bezug zum Thema NanoAnalytik

Multifunctional nanomaterials characterisation exploiting ellipsometry and polarimetry (NANOCHARM)

Laufzeit: 2008–2010, Coordinated Action, EU-FP7
Koordination: Consiglio Nazionale delle Ricerche (Italien)

www.nanocharm.org

Materials analysis based on partially correlated magnetic switching (MAPACOMAS)

Laufzeit: 2008–2011, Marie Curie Action, EU-FP7
Koordination: CIC nanoGune, Donostia (Spanien)

http://cordis.europa.eu/fp7/projects_de.html

Scanning microscopy using active resonating nanotips (SMART)

Laufzeit: 2008–2012, ERC Starting Grant, EU-FP7
Koordination: Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS) (Frankreich)

http://cordis.europa.eu/fp7/projects_de.html

Electromagnetic characterization of nanostructured materials (ECONAM)

Laufzeit: 2008–2010, Coordinating and Support Action, EU-FP7
Koordination: Helsinki University of Technology (Finnland)

<http://econam.metamorphose-vi.org>

Setting up research intensive clusters across the EU on characterization of polymer nanostructures (NAPOLYNET)

Laufzeit: 2008–2011, Coordination actions, EU-FP7
Koordination: Consiglio Nazionale delle Ricerche (Italien)

www.napolynet.eu

Nano-particles: their application in the development of electrochemical molecular beacon biosensors (NANOSENS)

Laufzeit: 2008–2010, Marie Curie Action, EU-FP7,
Koordination: Universität Tarragona (Spanien)

http://cordis.europa.eu/fp7/projects_de.html

Technology for the production of massively parallel intelligent cantilever – probe platforms or nanoscale analysis and synthesis

Laufzeit: 2005–2010, Integrated project, EU-FP6
Koordination: Nanoworld Services GmbH, (Deutschland)

<http://cordis.europa.eu/fp6/projects.htm>

Structured scintillators for medical imaging

Laufzeit: 2006–2009, Specific Targeted Research Project, EU-FP6
Koordination: Philips Technologie GmbH (Deutschland)

<http://cordis.europa.eu/fp6/projects.htm>

Innovative sensor-based processing technology of nanostructured multifunctional hybrids and composites

Laufzeit: 2007–2010, Integrated Project, EU-FP6
Koordination: Proplast (Italien)

<http://cordis.europa.eu/fp6/projects.htm>

NoE Research and facilities directed at instrumentation for manufacturing and analysis of single molecules and individual nanoclusters, targeted at life sciences

Laufzeit: 2004–2009, Networks of Excellence, EU-FP6
Koordination: University of Twente (Niederlande)

<http://cordis.europa.eu/fp6/projects.htm>

Long-Period Observation of Single (Bio)-Molecular Motors by Minimal-Invasive Fluorescence Lifetime Imaging Nanoscopy

Laufzeit: 2005–2008, Specific Targeted Research Project, EU-FP6
Koordination: Europhoton GmbH (Deutschland)

<http://cordis.europa.eu/fp6/projects.htm>

Moving sensitive immunoassays from slow and expensive to fast and affordable nanoparticle-based methods

Laufzeit: 2007–2009, Specific Targeted Research Project, FP6
Koordination: Dalen Diagnostics (Norwegen)

www.nanosense.eu

<http://cordis.europa.eu/fp6/projects.htm>

Nanoimaging in lebenden Zellen (NANOLIVE)

Laufzeit: 2007–2010, BMBF-Verbundprojekt
Koordination: Leica Microsystems GmbH (Deutschland)

<http://foerderportal.bund.de/foekat/jsp/StartAction.do>

Nano-Analytik für elektronische Bauelemente mit Strukturen kleiner 40 nm

Laufzeit: 2007–2010, BMBF-Verbundprojekt
Koordination: Carl Zeiss NTS GmbH (Deutschland)

<http://foerderportal.bund.de/foekat/jsp/StartAction.do>

Kompetenzzentrum NanoAnalytik Hamburg

www.nanoanalytik-hamburg.de

Kompetenzzentrum NanoAnalytik Münster

www.nanoanalytik-muenster.de

ENNaB – Excellence Network NanoBioTechnology

www.ennab.de

5.2 Fördermöglichkeiten und Netzwerke in Hessen

Hessen ModellProjekte

Der Bereich Hessen ModellProjekte der Hessen Agentur unterstützt und berät kleine und mittelständische Unternehmen (KMU), die gemeinsam mit weiteren Partnern aus dem privatwirtschaftlichen Umfeld, mit Hochschulen oder Forschungsinstituten technologieorientierte Vorhaben mit hohem Forschungs- und Entwicklungsaufwand realisieren möchten.

Im Rahmen von Hessen ModellProjekte werden zwischen 30 und 49 Prozent der förderfähigen Ausgaben von Forschungs- und Entwicklungsprojekten, die in Kooperation mehrerer Partner bearbeitet werden, gefördert. Diese Zuwendung muss durch finanzielle Eigenanteile des antragstellenden Unternehmens und der Partner kofinanziert werden. Im Rahmen von Hessen ModellProjekte stehen derzeit drei Maßnahmenlinien zur Verfügung:

- 1 Landes-Offensive zur Entwicklung Wissenschaftlich-ökonomischer Exzellenz mit der Förderlinie 3: LOEWE-KMU-Verbundvorhaben.

Dieses Förderprogramm wird aus Landesmitteln finanziert und untersteht dem Hessischen Ministerium für Wissenschaft und Kunst (HMWK). Bezuschusst werden Forschungsvorhaben, die durch kleine und mittlere Unternehmen aus Hessen im Verbund mit Hochschulen und öffentlichen Forschungseinrichtungen realisiert werden.

- 2 KMU-Modell- und Pilotprojekte für technologieorientierte Forschungs- und Entwicklungsprojekte zwischen KMU (unter möglicher Einbeziehung öffentlicher Forschungseinrichtungen) mit Vorrang in Nord- und Mittelhessen sowie der Odenwaldregion. Hierzu stehen Mittel des Europäischen Fonds für Regionale Entwicklung (EFRE) zur Verfügung, die durch das Land Hessen kofinanziert werden. Die Hessen Agentur agiert hier als Projektträger des Hessischen Ministeriums für Wirtschaft, Verkehr und Landesentwicklung (HMWVL).

- 3 Modellhafte Forschungs- und Entwicklungsprojekte mit dem Schwerpunkt Automotive-Bereich. Hierzu stehen Mittel des Europäischen Fonds für Regionale Entwicklung (EFRE) zur Verfügung, die durch das Land Hessen kofinanziert werden. Dieses Programm ist als Ergänzung zu Programm 2 mit einem fachlichen Schwerpunkt zu verstehen. Projektträger ist die Hessen Agentur im Auftrag des Hessischen Ministeriums für Wirtschaft, Verkehr und Landesentwicklung (HMWVL).

Der erste Schritt zur Förderung ist die Übersendung einer kurzen, aussagekräftigen Projektskizze an die Hessen Agentur vor Beginn der Maßnahme. Ein Formblatt steht im Internet unter www.innovationsfoerderung-hessen.de zum Download bereit.

www.innovationsfoerderung-hessen.de

HA Hessen Agentur GmbH
Frank Syring
Leiter Hessen ModellProjekte
Abraham-Lincoln-Straße 38-42
65189 Wiesbaden
Telefon 0611 774-8615, Fax -58615
frank.syring@hessen-agentur.de

 **LOEWE – Landes-Offensive zur
Entwicklung Wissenschaftlich-
ökonomischer Exzellenz**

Aktionslinie Hessen-Nanotech

Im Jahr 2005 startete das Hessische Ministerium für Wirtschaft, Verkehr und Landesentwicklung die Aktionslinie Hessen-Nanotech. Mit dieser Aktionslinie werden hessenweit die wirtschafts- und technologiebezogenen Aktivitäten in den Nanotechnologien und den materialbasierten Technologien gebündelt und koordiniert. Ziel der Aktionslinie ist es, die hessischen Kompetenzen in den Nanotechnologien und in den angrenzenden Technologiebereichen wie Material- und Oberflächentechnologie, Mikrosystemtechnologie und Optische Technologien national und international darzustellen.

Durch Technologie- und Standortmarketing sowie die Förderung der Netzworlbildung soll die internationale Wettbewerbsfähigkeit und Innovationskraft der hessischen Wissenschaft und Wirtschaft gestärkt werden. Die Aktionslinie Hessen-Nanotech unterstützt insbesondere die Vernetzung von Technologieanbietern und -anwendern. Im besonderen Fokus stehen die in Hessen stark ausgeprägten Anwendungsbereiche Automotive, Chemie, Pharma, Biotechnologie und Medizin-, Bau-, Umwelt- und Energietechnik sowie Informations- und Kommunikationstechnologie.

An den Schnittstellen zu den Nanowissenschaften arbeitet Hessen-Nanotech mit dem NanoNetzwerk-Hessen zusammen. Projektträger der Aktionslinie Hessen-Nanotech ist die landeseigene HA Hessen Agentur GmbH.

www.hessen-nanotech.de

Hessisches Ministerium für Wirtschaft,
Verkehr und Landesentwicklung
Sebastian Hummel
Kaiser-Friedrich-Ring 75, 65185 Wiesbaden
Telefon 0611 815-2471, Fax -492471
sebastian.hummel@hmwvl.hessen.de

HA Hessen Agentur GmbH
Alexander Bracht (Projektleiter Hessen-Nanotech)
Markus Lämmer
Abraham-Lincoln-Straße 38-42, 65189 Wiesbaden
Telefon 0611 774-8664, Fax -8620
alexander.bracht@hessen-agentur.de
www.hessen-agentur.de

NanoNetzwerkHessen

Das NanoNetzwerkHessen (NNH) wurde mit Unterstützung der Hessischen Landesregierung von den fünf Universitäten und den fünf Fachhochschulen des Landes im März 2004 gegründet, um auf der Grundlage einer Kooperationsvereinbarung eine enge innovationsorientierte Zusammenarbeit im Bereich der Nanowissenschaften zu starten. Das NNH zielt darauf ab, die vorhandenen Kompetenzen an hessischen Hochschulen zu bündeln, Kooperationen zu initiieren und den Nanotechnologie-Standort Hessen weiter auszubauen.

Koordinator des NanoNetzwerkHessen ist die Universität Kassel. Forscherinnen und Forscher aus den Disziplinen Physik, Chemie, Biologie, Pharmazie, Medizin, Materialwissenschaften und den verschiedensten Fächern der Ingenieur- und Geisteswissenschaften arbeiten an hessischen Hochschulen auf Gebieten der Nanowissenschaften. Gerade diese Durchdringung klassischer Disziplinen verstärkt ganz wesentlich das Innovationspotenzial dieser Wissenschaft und bietet in Hessen ausgezeichnete Ausgangsbedingungen für Kooperationen. Die Technologien, die heute an hessischen Hochschulen vertreten sind, sind breit gefächert und reichen von nanoskaligen und nanostrukturierte

Werkstoffen sowie Nanosystemtechnik über Nanomedizin, Nanomaterialchemie, Nanobiotechnologie bis hin zur Nanoanalytik. Forschungs- und Entwicklungsaufgaben könnten somit in diesen Feldern bereits im vorwettbewerblichen Bereich gemeinsam mit Wissenschaftlern, Entwicklern und Anwendern betrieben werden und damit Akteure, Ressourcen und Aktivitäten zusammenführen. Dies eröffnet den Netzwerkpartnern nicht nur die Erschließung komplementärer Ressourcen, sondern verbindet auch die Wissenschaft deutlicher als bisher mit wirtschaftlicher Anwendung und trägt damit zu einer schnelleren Umsetzung von nanotechnologischem Wissen in Produkte, Produktionsverfahren und Dienstleistungen bei.

www.nanonetzwerkessen.de

NanoNetzwerk Hessen (NNH) c/o Uni Kassel
Dr. Beatrix Kohnke (Leitung der Geschäftsstelle)
Christoph Schmidt (Projektmanager)
Mönchebergstraße 19, 34109 Kassel
Telefon 0561 804-2219, Fax-2226
management@nanonetzwerkessen.de

nnh₁₀-9
NANONetzwerkHESSEN

6 Verbände und Forschungsanstalten

6.1 Materialprüfung und Nanotechnologie

Nanotechnologie ist seit einiger Zeit immer mehr im Gespräch. Nicht selten ist damit die Frage verbunden, was man mit Nanotechnologie erreichen kann und wie man sich ihr nähert. Dabei sind zwei Wege bekannt. Die Physik hat sich der Nanostruktur durch ständige Miniaturisierung genähert. Dagegen gehen Biologie und Chemie von atomaren Strukturen aus und bauen hier über Moleküle gezielt Strukturen auf. Zur Analyse kommen Verfahren wie die Rastertunnelmikroskopie zum Einsatz. In die größeren Bereiche (ca. 100 nm) kann man schon mit der Rasterelektronenmikroskopie vordringen.

Wenn man die klassische Materialprüfung betrachtet, kommt man zunächst nicht auf die Idee, dass auch hier die Nanotechnologie Einzug halten wird. Betrachtet man an dieser Stelle die Arbeiten der Mitglieder des Verbandes der Materialprüfungsanstalten e. V., so liegt der Schwerpunkt auf Prüfung von Metallen, Baustoffen, Kunststoffen und Produkten aus allen Bereichen des Lebens.

Insbesondere im Baubereich wird man nicht sofort an Nanotechnologie denken. Doch gerade hier wird z. B. bei der Sanierung von historischen Bauwerken bereits seit einigen Jahren die Analyse mittels Rasterelektronenmikroskopie eingesetzt. So ist es in vielen Fällen wichtig, die vorhandenen Kristallstrukturen, aber auch Mikroorganismen aufzudecken. Auch bei der Untersuchung historisch wertvoller Gebäude werden neuartige Substanzen eingesetzt und die Überprüfung erfolgt ebenfalls mittels Rasterelektronenmikroskopie. Leider sind die Behandlungsmethoden noch nicht in jedem Fall ohne Nebenwirkungen und sind somit auch teilweise umstritten, da die Ursachen und Wirkungsweisen der Mikroorganismen im Zusammenwirken mit Baumaterialien noch nicht ausreichend erforscht sind. Gerade um diesen Bereich weiter voranzutreiben, ist die Forschung im Nanobereich vielversprechend.

Ein weiteres Beispiel sind Beschichtungen von verschiedenen Materialien, die die bestehenden Eigenschaften wie Temperaturbeständigkeit und/oder Festigkeit verändern oder verstärken. Hier wird die Materialprüfung nicht ausschließlich die Strukturanalyse durchführen, sondern die klassischen Prüfmethoden anwenden und wenn notwendig erweitern.

Noch beschäftigen sich insbesondere Forschungsvorhaben mit der Nanotechnologie. Je mehr jedoch die Grundlagenforschung verlassen wird und konkrete Materialien entstehen, müssen sie auch die an sie gestellten Anforderungen erfüllen, d. h. der Nachweis der Eigenschaften und der Anwendbarkeit muss durch die Materialprüfung erbracht werden.

Vorraussetzung hierfür ist die weitere Entwicklung spezieller geeigneter Prüfverfahren im Rahmen von Forschungsprogrammen. Nanotechnologie ist eine neue Herausforderung nicht nur für die Forschung und Industrie, sondern auch für die Prüfinstitute, die aufgefordert sind, sich der neuen Aufgabe zu stellen.

KONTAKT

Verband der Materialprüfungsanstalten e.V.
Ernst-Augustin-Straße 15
12489 Berlin
Telefon 030 67044-570
Telefax 030 67044-572
berlin@vmppa.de
www.vmpa.de



6.2 Die Rolle der NanoAnalytik für Industrie und Politik

Unter dem Begriff NanoAnalytik werden Mess- und Prüfverfahren verstanden, die Informationen über mindestens in einer Dimension nanoskaligen Objekten liefern können. Hierbei handelt es sich z.T. um hochentwickelte kommerziell verfügbare Methoden. Da viele existierende nanoanalytische Verfahren sich an der Grenze des zur Zeit technisch, physikalisch beziehungsweise chemisch Machbaren bewegen, gibt es noch kaum Referenzmaterialien zur Kalibrierung.

Hervorzuheben ist die Bedeutung der NanoAnalytik im Hinblick auf die aktuelle öffentliche Diskussion über Risiken der Nanotechnologien und mögliche „nano-spezifische“ Regulierungen. Denn eine standardisierte Analytik ist die Grundlage für Risikoanalysen, Regulierungen und Gesetzgebung.

Zur Messung der Eigenschaften einzelner Nanoobjekte bzw. abgegrenzter nanoskaliger Bereiche existieren bereits viele Verfahren (Rastersondenverfahren AFM und STM, Elektronenmikroskopie REM und TEM, Röntgenkleinwinkelstreuung SAXS, Ellipsometrie, Röntgenreflektion, TXRF, chemische Zusammensetzung mittels ESCA, ToF-SIMS, AES, Nanoindentation, ...).

Das aktuelle Qualitätsniveau dieser Messverfahren ist sehr unterschiedlich. So sind zum einen Prüfkammern mit reproduzierbarer stabiler Partikelverteilung in Gasen noch nicht realisiert, zum anderen ist die Schichtdickenmessung in Sub-Nanometerdimension bereits Routine. Eine Steigerung des Qualitätsniveaus wird zukünftig durch Ringversuche und neu zu entwickelnde Referenzmaterialien erreicht werden. Ziel ist die Rückführbarkeit auf die SI-Einheiten. Trotz der existierenden Verfahren gibt es natürlich einen großen Bedarf zur Entwicklung neuer Verfahren, auch im Hinblick auf den Routineeinsatz unter industriellen Fertigungsbedingungen.

Neben der großen Bedeutung der NanoAnalytik für die Grundlagenforschung liefert sie auch wichtige Informationen für die Produkt- und Verfahrensoptimierung. Ihre wirtschaftliche Bedeutung lässt sich anhand aktueller Normungsschwerpunkte für Messmethoden zur Charakterisierung und Qualitätskontrolle von SWCNTs belegen, denen ein großes Anwendungspotenzial in der Mikroelektronik und Displaytechnik zugesprochen wird.

Mögliche Risiken der Nanotechnologien vor allem durch die Exposition von Mensch und Umwelt gegenüber Nanoobjekten werden aktuell intensiv diskutiert. Als Risiko-Ursache werden mögliche neue, z.T. unbekannte Eigenschaften von Nanoobjekten diskutiert. Die Diskussion fokussiert auf unlösliche

Nanoobjekte in Luft und Wasser. Diese müssen in gasförmiger oder flüssiger Matrix sowie in Zellen oder Gewebe nachgewiesen sowie ihre spezifischen Eigenschaften (chemische Reaktivität, spezifische Oberfläche, Löslichkeit, Agglomeration, ...), ihre Stabilität und ihr Verhalten (Transfer durch Barrieren, Toxizität, ...) bestimmt werden.

Hierzu zählt die Charakterisierung des komplexen Verhaltens bzw. der komplexen Wirkungen von Nanoobjekten, zu denen z.B. die chemische Reaktivität, Toxizität, Biokompatibilität, Mobilität (in Filtermaterialien, durch Zellwände, ...) sowie die Anreicherung im Körper und in der Umwelt (Wasser, Sediment, Boden, Klärschlamm, Biota) zählen.

Von besonderer Bedeutung ist die Bestimmung der Partikelkonzentration in Luft (insbesondere am Arbeitsplatz) und die Charakterisierung geeigneter Filter. Mehrere Messverfahren für Luftbelastung (z.B. Arbeitsplatz-Atmosphäre) sind verfügbar (Quelle: „Nanotechnologie: Gesundheits- und Umweltrisiken von Nanomaterialien“, baua/BfR/UBA, Dez. 2007). Das Zählen von Nanopartikeln und die Bestimmung von Größenverteilung in Luft ist mit einer unteren Messgrenze von 1 nm machbar (z.B. Fa. Grimm Aerosoltechnik). Es fehlt aber noch an der Validierung.

Die größten Hindernisse im Hinblick auf die Untersuchung der Risiken von Nanotechnologien liegen in der mangelnden Vergleichbarkeit aufgrund noch nicht vorhandener Standards und Referenzmaterialien. Als Beispiel sei die Durchführung von Inhalationstests genannt. Es existieren hier noch keine genormten Prüfverfahren zur Erzeugung von definierten stabilen Nanopartikelverteilungen in Luft.

Erst in zweiter Linie wirken sich Defizite bei der Verfügbarkeit von Messmethoden aus (z.B. die Messung von Partikelkonzentrationen vor einem „natürlichen“ Hintergrund). Die Wirtschaft wird bei der Entwicklung und Validierung von Mess- und Prüfverfahren von der BAM und der PTB unterstützt. Beide zum Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie gehörenden Ressortforschungsanstalten arbeiten auch im Bereich der Nanotechnologien eng zusammen, z.B. bei der Entwicklung von nanoskaligen Referenzmaterialien.

KONTAKT

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Prof. Dr. Georg Reiners
FG VI.4 Oberflächentechnologien
Unter den Eichen 44-46, 12205 Berlin
www.bam.de



6.3 NanoAnalytik und Sensorik

Die Frage, ob nanoanalytische Messinstrumente der Sensorik zuzuordnen sind oder nicht, ist eher semantischer Natur und kann schnell mit ja beantwortet werden. Wie sieht dieser Zusammenhang aus? Zunächst etwas Hintergrund: Das Herz jedes Sensors ist sein Sensorelement. Dessen Aufgabe es ist, die zu messende physikalische Größe, wie z. B. Beschleunigung, Druck, Magnetfeldstärke oder eine Strahlungsgröße, in ein sogenanntes primäres elektrisches Signal zu wandeln. Zur Herstellung fast aller leistungsfähigen modernen Sensorelemente bedient sich die Sensorik heute einer Mischung von Technologien, die zusammen Mikrosystemtechnik genannt wird. Darüber hinaus kommen auch immer häufiger Nanomaterialien und Oberflächen zum Einsatz, z. B. bei der Herstellung von hoch empfindlichen Gassensoren. Diesen Sensoren ist allen gemein, dass ihre Funktion aus Strukturen im Mikro- bis Nanometerbereich abgeleitet ist.

Hier kommt nun die NanoAnalytik ins Spiel. Denn sowohl die Entwicklung einer geeigneten Struktur, als auch die Entwicklung eines passenden Herstellungsprozesses und schließlich die Untersuchung fertiger Produkte zur Qualitätssicherung benötigen nanoanalytische Untersuchungen. Erst diese ermöglichen es, solche Sensorelemente genau zu inspizieren, ihre Oberflächen- und Grenzflächeneigenschaften zu untersuchen und zu charakterisieren oder sie exakt räumlich zu vermessen. Je nach Problemstellung kommt hierbei die ganze Spanne der Untersuchungsmethoden aus dem Arsenal der NanoAnalytik zum Einsatz, wie Röntgen-, Elektronen- bzw. andere Teilchenstrahltechniken oder Rastersonden. Nicht zuletzt sind hochpräzise Sensoren – wie beispielsweise Piezosensoren zur hochgenauen Positionsbestimmung – Schlüsselkomponenten für nanoanalytische Verfahren wie beispielsweise der Rastersondentechniken.

Somit wird anschaulich, dass die NanoAnalytik ein spezieller Zweig der Sensorik ist, der auch innerhalb der Sensorik eine wichtige Rolle spielt – für den Entwicklungsprozess, für die Produktcharakterisierung und für die Fehleranalyse bzw. Qualitätssicherung.

Der AMA Fachverband für Sensorik e.V. ist unabhängiger und nicht-kommerzieller Repräsentant der deutschen und europäischen Forschungsinstitute und Firmen, die sich mit technischen Messsystemen befassen. Sein zentrales Anliegen ist die Beförderung der Branche.

KONTAKT

AMA Fachverband für Sensorik e.V.

Dr. Thomas Simmons

Friedländer Weg 20

37085 Göttingen

Telefon 0551 21695

Telefax 0551 25155

simmons@ama-sensorik.de

www.ama-sensorik.de



6.4 Unsichtbares messbar machen – Metrologie für die Nanotechnologie

„If you can not measure it, you can not improve it.“ Dieser Ausspruch von William Thomson (Lord Kelvin), aus dem 19. Jahrhundert hat mit dem Aufkommen der Nanotechnologie eine neue Bedeutung gewonnen. Nanotechnologie ist die Nutzung neuartiger Eigenschaften von Strukturen und Materialien. Entscheidend dabei ist, dass allein aus der Strukturgröße (mindestens eine kritische Dimension kleiner 100 Nanometer) neue Funktionalitäten resultieren. Um diese physikalischen, chemischen und biologischen Effekte aufzuspüren, zu analysieren und zu quantifizieren, wird in den Forschungs- und Entwicklungslabors von Universitäten und Industrie eine Vielzahl von hoch auflösenden, äußerst sensitiven Messgeräten entwickelt und eingesetzt. Für die Qualitätssicherung in der Produktion gilt es, die geeigneten Parameter gezielt kontrollieren zu können. Hierfür sind genaue Messverfahren sowie aussagekräftige, vergleichbare und stabile Messgrößen auf der Nanometerskala erforderlich. Dies ist mittels Rückführung auf die international anerkannten Einheiten über eine Kalibrierung mit Normalen oder zertifizierte Referenzmaterialien möglich.

Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) als das nationale Metrologieinstitut Deutschlands betreibt Grundlagenforschung und Entwicklung im Bereich der Metrologie als Basis für alle ihre Aufgaben. Im Bereich der Messtechnik für die Nanotechnologie wird in Projekten auf nationaler, europäischer und internationaler Ebene gearbeitet. Diese Forschungs- und Entwicklungsprojekte konzentrieren sich auf neue Messverfahren und -geräte sowie Normale und Richtlinien zur Kalibrierung von Messgeräten. Für die dimensionelle Messtechnik an Nanostrukturen sind in der PTB metrologische Rasterkraftmikroskope (SFM) entwickelt worden, die zur Messung an Nanostrukturen und zur Kalibrierung von Normalen eingesetzt werden. Gemeinsam mit europäischen Instituten und Herstellern wurden Normale zur Kalibrierung von SFM entwickelt. Aktivitäten auf nationaler Ebene (VDI-GMA) führten zur weltweit ersten Richtlinie zur Kalibrierung von SFM. Diese wird nun auf internationaler Ebene (ISO) eingebracht. Zur notwendigen weiteren Erforschung der Nanowelt mit SFM ist dies eine ausgezeichnete Basis. SFM mit funktionalisierten Sonden und deren spezifischen Wechselwirkungen besitzen ein großes analytisches Potenzial, um weitere Details für die Nanotechnologie sichtbar und nutzbar zu machen.

Zur Kalibrierung von Geräten für die Oberflächenmesstechnik stehen ferner Normale mit Schichtdicken im Nanometerbereich zur Verfügung. In der Analytik von Oberflächen arbeitet das Laboratorium der PTB am Elektronenspeicherring BESSY II intensiv auf europäischer Ebene im Kooperationsprojekt ANNA mit. In der Metrologie für die Chemie ermöglichen metallische Nanomaterialien eine erhebliche Signalverstärkung in der optischen Spektroskopie. Diese oberflächenverstärkte Raman-Streuung wird zur genauen und höchst empfindlichen Messung von Stoffkonzentrationen benutzt. Dabei werden dem Analyten kolloidale Gold- oder Silber-Nanopartikel zugesetzt, was eine molekülspezifische Bestimmung äußerst geringer Konzentrationen diagnostischer Marker in komplexen biologischen Systemen, wie z.B. Blutserum, gestattet.

Nanotechnologie ist, da hier physikalische, chemische und biologische Eigenschaften verschmelzen, nur interdisziplinär erfolgreich umzusetzen. Die PTB versteht sich hierbei als Dienstleister und steht als kompetenter Ansprechpartner für alle metrologischen Fragestellungen zur Verfügung.

KONTAKT

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Dr. Ludger Koenders
FB 5.1 Oberflächenmesstechnik / Surface Metrology
Bundesallee 100
38116 Braunschweig
Telefon 0531 592-5100
Telefax 0531 592-5105
Ludger.Koenders@ptb.de
www.ptb.de



6.5 Deutlicher Trend zur NanoAnalytik erkennbar

Die Nanotechnologie boomt – und NanoAnalytik bildet die Grundlage dafür. Ob nanostrukturierte Computerchips, organische Solarzellen oder Nanoteilchen für neue Kontrastmittel in der medizinischen Diagnostik: Für die Entwicklung und Qualitätskontrolle von nanobasierten Produkten sind die Werkzeuge der NanoAnalytik unverzichtbar, denn sie sind das Auge, um in die Nanowelt zu blicken, und zugleich die Finger, um Nanostrukturen gezielt zu verändern.

Zu den Treibern der NanoAnalytik zählen auch die Biowissenschaftler, die zelluläre Strukturen und Vorgänge auf Nanoebene erforschen. Außerdem verfügen Bioanalytiker oft nur über geringe Mengen an äußerst komplex zusammengesetzten Proben. Für deren Untersuchung benötigen sie eine spezielle Ausrüstung, etwa miniaturisierte Analysensysteme im Chipformat.

Die Beispiele zeigen: NanoAnalytik ist ein weites Feld, angefangen bei Geräten für die Bestimmung von Größe und Form der Nanoteilchen über hochauflösende Mikroskope bis zur Nano-Spektroskopie, welche die chemische Zusammensetzung einer Probe auf der Nanometer-Skala analysiert, also etwa einzelne Moleküle auf einer Oberfläche nachweist. Ein solches Verfahren, das als spitzenverstärkte Raman-Spektroskopie bezeichnet wird, könnte sogar die Untersuchung der Erbsubstanz revolutionieren. Der genetische Code ließe sich damit so einfach scannen wie der Strichcode an der Supermarktkasse. Noch ist das allerdings Zukunftsmusik aus den Hochschullaboratorien.

Den Sprung in die Routineanalytik werden solche Techniken nur schaffen, wenn Grundlagenforscher, Hersteller von Analysengeräten sowie Anwender aus Wissenschaft und Industrie eng zusammenarbeiten. Ihnen bietet die internationale Leitmesse analytica, die alle zwei Jahre in München stattfindet, ein Forum für den Austausch von aktuellen Forschungsergebnissen, Erfahrungen und Erwartungen an die Analysengeräte der nächsten Generation.

Im Programm der Analytica Conference, der wissenschaftlichen Begleitveranstaltung der Analytica, hat sich NanoAnalytik schon als einer der Schwerpunkte etabliert. Die Zahl der analytica-Aussteller, die Geräte für die NanoAnalytik anbieten, wächst ebenfalls, zur analytica 2008 zeigten bereits 25 Aussteller ihre neuesten Geräte und Lösungen im Bereich Nanotechnologie. Ganz so schnell lassen sich die Ideen und aufwendigen Verfahren aus den Forschungslaboratorien im Moment noch nicht in einfach zu bedienende, kommerzielle Lösungen überführen. Aber die Anstrengung lohnt sich, denn sowohl in der Wissenschaft als auch im Wachstumsmarkt Nanotechnologie steigt der Bedarf an Geräten für die NanoAnalytik. Man darf gespannt sein, welche Neuheiten die Aussteller der kommenden Analytica zum Erkunden der Nanowelt vorstellen werden.

KONTAKT
analytica
Messe München GmbH
Kontakt Pressereferat: Julia Haigis
Telefon 089 949-20650
www.analytica.de



analytica

7. Anhang

7.1 Unternehmen in Hessen im Bereich NanoAnalytik

Agilent Technologies Sales and Services GmbH

Campus Kronberg 7, 61476 Kronberg
Telefon 06173 999-319, Fax -220
www.agilent.com/find/AFM

Vertrieb und Service von Rastersondengeräten
und Partikelzählern der Firma Agilent

Ametek GmbH, Geschäftsbereich Taylor Hobson

Kreuzberger Ring 6, 65205 Wiesbaden
Telefon 0611 9730-412, Fax -4600
www.taylor-hobson.de

Vollautomatische 2D- und 3D-Prüfsysteme für
Rauheit, Kontur, Form und Lage, Akkreditiertes
DKD-Laboratorium

AQura GmbH

Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau-Wolfgang
Telefon 06181 59-4282, Fax -74282
info@aqura.de, www.aqura.de

Analytische Serviceleistungen u. a. im
Bereich NanoAnalytik

Befort Wetzlar OHG

Braunfelser Straße 26-30
Telefon 06441 9241-0, Fax -33
info@befort-optic.com, www.befort-optic.com

Anbieter präzisionsoptischer Produkte für
spezielle Anwendungen u. a. im Bereich Analytik

BS-Partikel GmbH

Bahnstraße 10, 65205 Wiesbaden
Telefon 0611 7888-99, Fax 9721844
support@bs-partikel.de, www.bs-partikel.de

Kalibrierstandards für Nanopartikel

Eumex Instrumentebau GmbH

Haidering 7, 65321 Heidenrod
Telefon 06124 8707
orren.fiedler@eumex.com, www.eumex.com

Hersteller von EDX-Detektorsystemen

FEI Deutschland GmbH

Miramstraße 87, 34123 Kassel
Telefon 0561 99836-12, Fax -21
www.fei.com

Vertrieb, Service und Beratung im Bereich
Elektronenmikroskopie

FOCUS GmbH

Neukirchner Straße 2, 65510 Hünstetten-Kesselbach
Telefon 06126 4014-0, Fax -10
www.focus-gmbh.com

Herstellung von Zubehör und Geräten im
Bereich NanoAnalytik

KEYENCE DEUTSCHLAND GmbH Zentrale

Siemensstraße 1, 63263 Neu-Isenburg
Telefon 06102 3689-0, Fax -100
info@keyence.de, www.keyence.de

Optische Profilometrie

Leica Microsystems GmbH

Ernst-Leitz-Straße 17-37, 35578 Wetzlar
Telefon 06441 29-0, Fax -2590
www.leica-microsystems.de

Entwickler und Hersteller von optischen
High-Tech-Präzisionssystemen für die Analyse
von Nano- / Mikrostrukturen

LOT-Oriel GmbH & Co. KG

Im Tiefen See 58, 64293 Darmstadt
Telefon 06151 88060, Fax 896667
www.lot-oriel.de

Vertrieb und Beratung u. a. im Bereich
NanoAnalytik

NanoScale Systems GmbH

Robert-Bosch-Straße 7, 64239 Darmstadt
Telefon 06151 667-4037, Fax -4039
www.nanoss.de

Werkzeuge für die Manipulation, Visualisierung
und Messung von Nano-Objekten

Omicron NanoTechnology GmbH

Limburger Straße 75, 65232 Taunusstein
Telefon 06128 987-361, Fax -33361
www.omicron.de

Rastersondenmikroskope für
Ultrahochvakuumanwendungen

Oxford Instruments GmbH

Otto-von-Guericke-Ring 10, 65205 Wiesbaden
Telefon 06122 937-0, Fax -100
www.oxford.de

Vertriebs- und Servicerepräsentanz von
Oxford Instruments plc, Hersteller von
NanoAnalytikgeräten

POROTEC GmbH

Niederhofheimer Straße 55a, 65719 Hofheim/Ts.
Telefon 06192 206-9030, Fax -9035
www.porotec.de

Herstellung von Geräten zur Charakterisierung
von porösen Materialien

Precitec Optronik GmbH

Raiffeisenstraße 5, 63110 Rodgau
Telefon 06106 8290-0, Fax -26
www.precitec.de

Optische Messtechnik, Profilometrie

Schaefer Technologie GmbH

Mörfelder Landstraße 33, 63225 Langen
Telefon 06103 79085, Fax 71799
www.schaefer-tec.com

Vertrieb von Rastersondenmikroskopen

SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH

Im Maisel 14, 65232 Taunusstein
Telefon 06128 744-0
www.institut-fresenius.de

Analytische Labordienstleistungen und Beratung
auch im NanoAnalytikbereich

tectra GmbH

Reuterweg 65, 60323 Frankfurt am Main
Telefon 069 720-040, Fax -400
info@tectra.de, www.tectra.de

Vertrieb von Geräten im Bereich Vakuumtechnik,
Oberflächenanalytik und Dünnschichttechnik

Vistec Semiconductor Systems GmbH

Kubacher Weg 4, 35781 Weilburg
Telefon 06471 910-0, Fax -2339
www.vistec-semi.com

Herstellung von Wafer-Inspektionstools
auf Basis DUV-Mikroskopie

Werth Messtechnik GmbH

Siemensstraße 19, 35394 Gießen
Telefon 0641 7938-0, Fax 75101
www.werthmesstechnik.de

Herstellung von Multisensor-
Koordinatenmessgeräten

7.2 Forschungseinrichtungen in Hessen im Bereich NanoAnalytik

Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt

Technische Universität Darmstadt
Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde
Grafenstraße 2, 64283 Darmstadt
Telefon 06151 16-4430, Fax -6132
www.tu-darmstadt.de/mpa-ifw.html

Materialforschung und -prüfung im Bereich
neuer Werkstoffe und Nanomaterialien

Hochschule Darmstadt

Institut für Kunststofftechnik
Haardring 100, 64295 Darmstadt
Prof. Dr. R. Stengler
Telefon 06151 16-8523, Fax -8977
www.fbm.k.h-da.de

Charakterisierung von Nano-Verbundwerkstoffen

TU Darmstadt

Fachbereich Material- u. Geowissenschaften
Fachgebiet Chemische Analytik
Petersenstraße 23, 64287 Darmstadt
Telefon 06151 16-6379, Fax -6378
www1.tu-darmstadt.de/fb/ms/fg/ca/

NanoAnalytik zur Optimierung technologischer
Prozesse der Materialherstellung

Universität Kassel

Institut für Nanostrukturtechnologie und Analytik
Fachgebiet Technische Elektronik
Prof. Dr. H. Hillmer
Heinrich-Plett-Straße 40, 34132 Kassel
<http://te.ina-kassel.de>

Forschung und Entwicklung von optischen und
optoelektronischen Bauelementen mittels
Mikro- und Nanostrukturtechnologien

Universität Kassel

CINSaT - Center for Interdisciplinary
Nanostructure Science and Technology
Heinrich-Plett-Straße 40, 34132 Kassel
Telefon 0561 804-4591, Fax -4202
www.cinsat.uni-kassel.de

Herstellung von Nanostrukturen und Entwicklung
von Methoden zu deren Charakterisierung mit
höchster Zeit- und Ortsauflösung

Abkürzungsverzeichnis

A

AES	Auger-Elektronen-Spektroskopie
AFFF	Asymmetrische Fluss-Feld-Fluss-Fraktionierung
AFM	Atomic Force Microscopy (Rasterkraftmikroskopie)
AUZ	Analytische Ultrazentrifuge

C

CNT	Carbon Nanotubes (Kohlenstoffnanoröhren)
CPC	Kondensationspartikelzähler

D

DLS	Dynamische Lichtstreuung
DMA	Differential Mobility Analyzer

E

EBID	Electron Beam Induced Deposition
EBSD	Electron Back-Scatter Diffraction (Rückstreu-Elektronenbeugung)
EELS	Elektronen-Energie-Verlust-Spektroskopie
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EFM	Electric Force Microscopy
EFTM	Energiegefilterte Transmissionselektronenmikroskopie
EGA-GCMS	Gaschromatographie mit nachgeschalteter Massenspektrometrie
ESCA	Elektronenspektroskopie zur chemischen Analyse
ESEM	Environmental SEM

F

FFF	Feldflussfraktionierung
FIB	Focussed Ion Beam
FIM	Feld-Ionen-Mikroskopie

G

GDOES	Optische Glimmentladungsspektroskopie
--------------	---------------------------------------

H

HRTEM	Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie
--------------	---

M

MEMS	Micro Electro Mechanical Systems
MFM	Magnetic Force Microscopy
MWCNT	Multi Wall Carbon Nanotube (Mehrwandige Kohlenstoffnanoröhre)

N

NEMS	Nano Electro Mechanical Systems
NIR-PL	Photolumineszenzmessung im nahen Infrarot

P

PCCS	Photonen Crosscorrelation Spectroscopy
PEEM	Photo Emission Electron Microscopy
PIDS	Polarized Intensity Differential Scattering
PKS	Photonen-Korrelations-Spektroskopie

R

REM	Rasterelektronenmikroskopie
RTEM	Rastertransmissionselektronenmikroskopie

S

SAM	Scanning Augerelectron Microscopy (Raster-Augerelektronen-Mikroskopie)
SAXS	Small Angle X-ray Scattering
SEM	Scanning Electron Microscopy (Raster-Elektronenmikroskopie)
SFM	Scanning Force Microscopy (Rasterkraftmikroskopie)
SIMS	Sekundär-Ionen-Massenspektrometrie
SMPS	Scanning Mobility Particle Sizing
SNOM	Scanning Near Field Microscopy
STED	Stimulated Emission Depletion Microscopy
STM	Scanning Tunneling Microscopy (Rastertunnelmikroskopie)
SThM	Scanning Thermal Microscopy
SWCNT	Single Wall Carbon Nanotube
SXM	Rastersondentechniken

T

TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TGA	Thermogravimetrie
ToF-SIMS	Time-of-Flight-Sekundärionenspektrometrie
TXRF	Totalreflektionsröntgenfluoreszenz

U

UHPC	Ultrahochleistungsbeton
UHV	Ultrahochvakuum

X

XPS	Photo-Elektronen-Spektroskopie
------------	--------------------------------



Band 1 Einsatz von Nanotechnologie in der hessischen Umwelttechnologie

Innovationspotenziale für Unternehmen

Uses of Nanotechnology in Environmental Technology in Hessen

Innovation potentials for companies

Band 2 Nanomedizin

Innovationspotenziale in Hessen für Medizintechnik und Pharmazeutische Industrie

Band 3 Nanotechnologie im Auto

Innovationspotenziale in Hessen für die Automobil- und Zuliefer-Industrie

Nanotechnologies in Automobiles

Innovation Potentials in Hesse for the Automotive Industry and its Subcontractors

Band 4 NanoKommunikation

Leitfaden zur Kommunikation von Chancen und Risiken der Nanotechnologien für kleine und mittelständische Unternehmen in Hessen

Supplement zum Leitfaden NanoKommunikation

Innovationsfördernde Good-Practice-Ansätze zum verantwortlichen Umgang mit Nanomaterialien

Band 5 Nanotechnologien für die optische Industrie

Grundlage für zukünftige Innovationen in Hessen

Band 6 NanoProduktion

Innovationspotenziale für hessische Unternehmen durch Nanotechnologien im Produktionsprozess

Band 7 Einsatz von Nanotechnologien in Architektur und Bauwesen

Band 8 NanoNormung

Normung im Bereich der Nanotechnologien als Chance für hessische Unternehmen

Band 9 Einsatz von Nanotechnologien im Energiesektor

Nanotechnology Applications in the Energy Sector

Band 10 Werkstoffinnovationen aus Hessen

Potenziale für Unternehmen

Band 11 Sichere Verwendung von Nanomaterialien in der Lack- und Farbenbranche

Ein Betriebsleitfaden

Band 12 Nanotech-Kooperationen

Erfolgreiche Kooperationen für kleine und mittlere Nanotechnologie-Unternehmen

Band 13 Mikro-Nano-Integration

Einsatz von Nanotechnologie in der Mikrosystemtechnik

Band 14 Materialeffizienz

durch den Einsatz von Nanotechnologien und neuen Materialien

Band 15 Nanotechnologie in Kunststoff

Innovationsmotor für Kunststoffe, ihre Verarbeitung und Anwendung

Band 16 NanoAnalytik

Anwendung in Forschung und Praxis

Atlas Kompetenz- und Infrastrukturatlas Nanotechnologien in Hessen

Atlas Kompetenzatlas Photonik in Hessen

Informationen / Download / Bestellungen:
www.hessen-nanotech.de/veroeffentlichungen

Hessen

Nanotech

www.hessen-nanotech.de

VDI

Technologiezentrum

www.zt-consulting.de

Projekträger der Aktionslinie **Hessen-Nanotech**
des Hessischen Ministeriums für Wirtschaft,
Verkehr und Landesentwicklung



HessenAgentur

HA Hessen Agentur GmbH