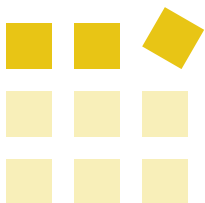


# Handbuch der Nanoanalytik Steiermark 2005

Werner Rom (Editor)





## Zum Geleit

Der weltweite Trend zur Miniaturisierung sowie die Entwicklung und Anwendung radikal neuer Konzepte durch Nanowissenschaften und Nanotechnologien in nahezu allen naturwissenschaftlich-technologischen Bereichen führen zu einem stetig steigenden Bedarf an entsprechenden Analysemöglichkeiten. Diese Methoden und Instrumente, die sich mit der Untersuchung und Charakterisierung von Materialien, Werkstoffen und Prozessen bis in die molekulare/atomare Ebene hinab beschäftigen, werden unter dem Begriff Nanoanalytik subsumiert. Sie bilden die Basis für das Verständnis, die gezielte Entwicklung und Verbesserung wesentlicher Materialeigenschaften und -funktionen auf der Mikro- und Makroebene, und sind das unentbehrliche Fundament für alle Bereiche der Nanotechnologie.

Die Steiermark hat auf dem Gebiet der Nanoanalytik eine hervorragende Expertise und eine Vielzahl national und international vernetzter Institutionen und Unternehmen vorzuweisen, Nanoanalytik kann daher mit Fug und Recht als „Stärkefeld“ der Steiermark bezeichnet werden. Das vorliegende Handbuch stellt eine Art „Leistungsschau“ der Steiermark auf dem Gebiet der Nanoanalytik dar und versammelt erstmalig die betreffenden, von steirischen Instituten, Institutionen und Firmen angebotenen „Dienst- oder Sachleistungen“. Es illustriert damit die Kompetenz und Vielfalt der aktuellen steirischen Nanoanalytik-Szene, wobei immer die konkrete Problemlösung und Anwendung sowie der konkrete Nutzen für Unternehmen im Vordergrund stehen<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Anmerkung: Dieses Handbuch erhebt keinen Anspruch darauf, eine taxative, d.h. erschöpfende, Aufzählung der in der Steiermark vorhandenen nanoanalytischen Methoden, geschweige denn der auf dem Gebiet der Nanoanalytik tätigen Institute, Institutionen und Firmen zu beinhalten. Im Wesentlichen sind diejenigen Institute, Institutionen und Firmen vertreten, die durch ihre Texte zu den diversen Methoden respektive Problemlösungen und Anwendungsbeispielen wesentlich zu diesem Handbuche beigetragen haben. Der weiterführende Auf- und Ausbau bis hin zur vollständigen Erfassung womöglich aller für den Themenbereich der Nanoanalytik relevanten Gruppierungen in der Steiermark ist angestrebtes Ziel, bleibt jedoch kommenden Auflagen dieses Handbuches vorbehalten.

Das Handbuch der Nanoanalytik Steiermark wurde im Zuge des Projektes „NANONET-Styria – die Steirische Nanotechnologieinitiative“, das durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Arbeit und den Zukunftsfonds des Landes Steiermark gefördert wird, erstellt. Es handelt sich hierbei um einen Auftrag des Projektwerbers JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH an das Institut für Elektronenmikroskopie der Technischen Universität Graz.

Im Rahmen der steirischen Nanotechnologieinitiative NANONET-Styria haben sich mittlerweile sechs thematische Subnetzwerke etabliert, von denen eines die Nanoanalytikaktivitäten in der Steiermark koordiniert und bündelt. Die übergeordneten, langfristigen Ziele des thematischen Subnetzwerkes Nanoanalytik sind:

1. *Aufbau eines Methodenverbundes* im Bereich der Nanoanalytik in der Steiermark und dessen Sichtbarmachung nach außen, Etablierung einer Kontaktstelle für Anfragen aus der Industrie.
2. *Methodenentwicklung* – Neueinführung bzw. Weiterentwicklung von speziellen Methoden der Nanoanalytik.
3. *Geräteentwicklung* in Zusammenarbeit mit primär steirischen Firmen, aber auch mit internationalen Unternehmen mit dem Ziel der späteren Erzeugung und Vermarktung durch den industriellen Partner; dadurch Schaffung zukunftsorientierter Arbeitsplätze und Stärkung der wissenschaftlichen Partner.



## Zum Geleit

4. *Ausbildung von Nachwuchskräften* in der Nanoanalytik (DiplomandInnen und DissertantInnen), Nanoanalytik-Seminare, spezielle Workshops und Lehrgänge.
5. *Kooperation* mit anderen Nanotechnologie-Schwerpunkten im NANONET-Styria, mit österreichischen und internationalen Netzwerken.

Das thematische Subnetzwerk Nanoanalytik Steiermark mit all seinen Proponenten und Partnern lieferte substantielle Beiträge zu den im vergangenen Jahr initiierten, großen nationalen Verbundprojekten der Österreichischen NANO Initiative (Programmlinie 1) und hatte wesentlichen Anteil an der enorm hohen Erfolgsquote insbesondere der unter der Leitung steirischer Institutionen stehenden Verbände.

Das vorliegende Handbuch der Nanoanalytik Steiermark bildet nun einen weiteren, wesentlichen Schritt in Aufbau und Weiterentwicklung dieser gesamtsteirischen Initiative und gliedert sich in nachfolgende Bereiche:

Die **Einführung in die Nanoanalytik** befasst sich mit den Grundzügen nanoanalytischer Fragestellungen und Verfahren und gibt einen kurzen Abriss über Streumethoden und ortsaufgelöste Methoden in der Nanoanalytik. Der Abschnitt **Methoden und Instrumentierung** präsentiert neben in der Steiermark verfügbaren nanoanalytischen Methoden und Techniken auch Nanoanalytikgeräte steirischer Herstellerfirmen sowie eine Auswahl an präparativen Methoden, die die Grundlage für zahlreiche nanoanalytische Untersuchungsmethoden bilden. Dabei sind derzeit erst in Entwicklung befindliche oder von den diversen Instituten, Institutionen und

Firmen nicht als Sach- und Dienstleistung angebotene Methoden, Techniken oder Geräte grundsätzlich nicht Bestandteil dieses Handbuches. Der Abschnitt **Lösungen und Anwendungsbeispiele** illustriert anhand einer Vielzahl von Beispielen konkrete Problemlösungen für Unternehmen, aber auch Anwendungsbeispiele aus hochaktuellen, international heiß umkämpften, jedoch noch nicht zur Marktreife gelangten Technologiebereichen werden vorgestellt. Daran schließt sich ein Abschnitt über sämtliche **Institute, Institutionen und Firmen** an, an denen die im Handbuch präsentierten Methoden und Techniken verfügbar sind oder die entsprechenden Nanoanalytikgeräte herstellen, wobei insbesondere die (organische) Einbettung von „Nano“ in die generellen Aktivitäten der jeweiligen **Institute, Institutionen und Firmen** illustriert werden. Der Abschnitt **Kontakte** mit sämtlichen, für Interessenten relevanten Koordinaten und ein ausführlicher **Schlagwörter- und Autorenindex** runden das Handbuch der Nanoanalytik Steiermark ab.

Als Ausgangspunkt für die Erstellung des Handbuches wurde die „Nanodefinition“ des erfolgreichen, interdisziplinär ausgerichteten Schweizer Technologieprogramms „TOP NANO 21“<sup>2</sup> herangezogen, da diese – im Vergleich zu US-amerikanischen, britischen oder deutschen Nanodefinitionen – die umfassendste, aber auch weitaus differenzierteste Definition des Begriffes „Nano“ repräsentiert.

Im Zuge der Schaffung eines Corporate Design für die Nanoanalytik Steiermark wurde ein Logo kreiert, dem sich das Layout des vorliegenden Handbuches sowie die im Aufbau begriffene Webpage gestalterisch anschließen.

<sup>2</sup> [www.temas.ch/nano/nano\\_homepage.nsf/vwAllByKey/Definition%20NANO|de](http://www.temas.ch/nano/nano_homepage.nsf/vwAllByKey/Definition%20NANO|de)





## Zum Geleit

Abschließend sei explizit allen Fördergebern und insbesondere allen Beitragenden gedankt, die als ausgewiesene Experten ihres Fachgebietes am Zustandekommen dieses Handbuches wesentlich mitgewirkt haben und ohne deren Wissen und Erfahrung dieses Handbuch nicht realisiert hätte werden können<sup>3</sup>.

Das Handbuch der Nanoanalytik Steiermark richtet sich nicht zuletzt an den interessierten Nicht-Fachmann, soll aber auch dem Spezialisten eine umfassende Zusammenschau bieten, und lädt beide zum Schmökern und Gustieren ein. Dies soll durch die Vielfalt und Individualität der zahlreichen Beiträge gefördert werden, die die enorme Vielfalt der steirischen Nanoanalytik-Szene, insbesondere der daran beteiligten Personen und Institutionen, widerspiegeln.

Möge dieses Buch das allgemeine Interesse für Nanoanalytik fördern, eine zahlreiche Leserschaft finden und diese dazu „verführen“, den Kontakt zu den steirischen Nanoanalytikern zu suchen und/oder zu intensivieren.

**Werner Rom**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

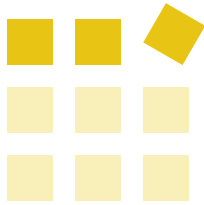
*Feinstrukturforschung,*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

*Graz, im Juli 2005*

<sup>3</sup> Die Inhalte dieses Handbuches oder Teile davon dürfen ohne die Einwilligung der jeweiligen Autoren nicht kommerziell genutzt werden. Die nicht-kommerziellen Nutzung ist nur unter entsprechender Quellenangabe gestattet, wobei der betreffende Inhalt nicht verändert werden darf.





## NANONET-Styria – Die steirische Nano- technologieinitiative

Weltweit werden intensive Anstrengungen unternommen, das Gebiet der Nanotechnologie zu besetzen und weiterzuentwickeln. Vor diesem Hintergrund wurde im Jahr 2001 NANONET-Styria als steirische Kooperations- und Kommunikationsplattform gegründet, die sich zum Ziel gesetzt hat, die Kompetenzen und Konzepte der Nanowissenschaften und Nanotechnologie in der Steiermark abzustimmen, zu bündeln und Projekte zu entwickeln und umzusetzen.

Die Steiermark hat sich aufgrund ihrer wissenschaftlichen und wirtschaftlichen Struktur in ausgewählten Themenbereichen der Nanotechnologie national und international ausgezeichnet positioniert. Voraussetzung dafür war die enge, langfristige Kooperation zwischen den wissenschaftlichen Einrichtungen und der Wirtschaft sowie die Unterstützung durch die Öffentliche Hand. Damit wurde die thematisch fokussierte, gezielte Weiterentwicklung des gesamten Wissenschafts- und Wirtschaftsgebietes nachhaltig ermöglicht.

Die steirischen Aktivitäten werden mit anderen nationalen und internationalen Initiativen abgestimmt. Besonders die vom Rat für Forschung und Technologieentwicklung unterstützte Österreichische NANO Initiative wurde und wird durch NANONET-Styria als aktivem regionalen Netzwerk mitgetragen.

Inhaltlich werden in der Steiermark schwerpunktmäßig sechs Bereiche bearbeitet:

- ◆ Nanocoating
- ◆ Nanopulver
- ◆ Organische Opto-Elektronik und Sensorik
- ◆ Bionanotechnologie
- ◆ Nanoanalytik und
- ◆ Nanocomposites.

Von besonderer Wichtigkeit für das Gelingen des Vorhabens ist die Unterstützung durch die Steirische Landesregierung, die sich in zwei Grundsatbschlüssen einstimmig zum Thema Nanotechnologie bekannt hat. Weiters wurde das Thema auch in der Forschungsstrategie Steiermark 2005 plus verankert. Die damit verbundene Unterstützung von F&E- und Infrastrukturprojekten sowie der begleitenden Maßnahmen durch das Land Steiermark ist für die weitere Entwicklung im Bereich der Nanotechnologie essentiell.

An dieser Stelle sei allen Mitgliedern des Netzwerkes, den Landesstellen, dem Bundesministerium für Wirtschaft und Arbeit sowie allen Partnern, die durch ihr Wohlwollen und ihren Einsatz zum Erreichen der Zielsetzungen beitragen, gedankt.

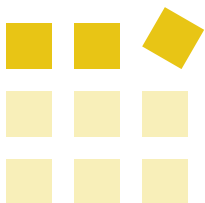
*Für das NANONET-Styria-Projektteam*

**Martha Mühlburger**

*Vizerektorin der Montanuniversität Leoben*

**Helmut Wiedenhofer**

*JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH*



## Einführung in die Nanoanalytik

### Einleitende Bemerkungen

In einer zunehmenden Zahl von Industriesparten ist die Kontrolle der strukturellen und funktionellen Eigenschaften von neuen Materialien auf der Nanometer-Skala der Schlüssel für technologischen Fortschritt und für die Öffnung neuer Märkte. Waren es zuerst Bereiche wie elektronische Bauelemente, Chemie und Photonik, erweitert sich das Feld nanostrukturierter Materialien immer stärker in Bereiche wie Verbundmaterialien, pharmazeutische Produkte (Drug Carrier und Pflegemittel) sowie Lebensmittel (Functional Food). Gemeinsames Merkmal aller dieser Anwendungen sind die besonderen Struktur-Funktionsbeziehungen solcher Nanomaterialien. Um diese verstehen zu können, sind vor allem Strukturuntersuchungsmethoden, aber auch Wechselwirkungsstudien zwischen kleinsten Teilchen von großer Bedeutung. Auf Grund der Kleinheit der Strukturen sind zum Teil aufwändige und komplexe Analyseverfahren erforderlich, die außerdem je nach Fragestellung sehr unterschiedliche Techniken zum Einsatz bringen müssen. Um sowohl in der Grundlagenforschung als auch in der industriellen Anwendung auf internationalem Niveau mithalten zu können, ist ein umfangreiches Know-how auf dem Gebiet der Nanoanalytik unerlässlich. Es sei hier betont, dass der Begriff Nanoanalytik ein vielschichtiger ist: er umfasst u. a. die Analyse räumlicher und flächenhafter Strukturen im Nanometerbereich, die Erfassung der Wechselwirkung und Dynamik von Nanopartikeln, Elementanalysen mit Nanometerauflösung sowie die Verwendung nanostrukturierter Systeme für spezielle Analyseaufgaben.

### Nanoanalytische Fragestellungen

Es gibt derzeit kaum ein Gebiet der Materialforschung, in dem Nanoanalytik nicht von zentraler Bedeutung wäre. Festkörper sind vermutlich das erste, was einem im Zusammenhang mit Materialien in den Sinn kommt. Bereits hier gibt es eine Vielzahl von Erscheinungsformen und Charakterisierungsverfahren. In kristallinen Proben gibt es sowohl im Inneren, der „Bulk-Phase“, als auch an der Oberfläche Nanostrukturen wie Versetzungen, Fehlstellen, Einschlüsse, Inselbildung etc. Vieles davon wird in zunehmendem Maße zur Veränderung bzw. Verbesserung der Materialeigenschaften gezielt eingesetzt. Diese erfordert die Kontrolle des Prozesses, sein Verstehen und die Charakterisierung des Endprodukts. Daraus ergibt sich eine Vielzahl benötigter Verfahren bzw. Methoden. Aber auch amorphe Festkörper und glasartige Materialien nehmen immer mehr an Bedeutung zu. Als Grundstoffe kommen dabei nicht nur anorganische Stoffe in Betracht, sondern in zunehmendem Maße auch Polymere, bio-organische Rohstoffe und Mischsysteme. Gele und komplexe fluide Systeme haben einen weiten Anwendungsbereich in der Keramikindustrie, der Erdölwirtschaft, in der pharmazeutischen Industrie und im Bereich funktioneller Lebensmittel. Aber auch im Gaszustand sind nanostrukturierte Systeme von Bedeutung: die Rußpartikel, die bei der Verbrennung entstehen – insbesondere im Kraftfahrzeug, wie z. B. Dieselruß –, sind Nanostrukturen und stellen durch ihre kleinen Dimensionen (Feinstaub!) auch ein besonderes Gesundheitsrisiko dar.



# Einführung in die Nanoanalytik

Eine besondere Herausforderung stellen hierarchisch strukturierte Systeme dar. Dies sind Systeme, die z. B. im Größenbereich bis zu 100 nm selbstassemblierte Strukturen aus kleinsten Einheiten bilden, und die dann durch entsprechende Manipulationen bzw. durch Hinzufügung größerer Aufbaustoffe in einem wesentlich größeren Maßstab stabilisiert werden. Typische Beispiele sind dafür Verbundwerkstoffe, aber auch Zellulosefasern und spezielle Wirkstoff-Transportsysteme (Liposomen, Vesikel). Wesentlich für diesen Zweig der Forschung und Entwicklung ist hier ein Methodenverbund, der es gestattet, die Systeme auf den entsprechenden Längenskalen zu untersuchen. So ist es z. B. in fluiden Systemen notwendig, die Röntgen- und Neutronenstreuung mit der Laserlichtstreuung zu kombinieren.

Eine weitere wichtige Unterscheidung betrifft auch die Frage, ob eine Substanz in ihrem ganzen Volumen („Bulk-Phase“) oder an einer dünnen Oberflächen- oder Grenzschicht charakterisiert werden muss. Beide Bereiche sind für sich wichtig, zusätzlich kommt aber auch noch der Aspekt ins Spiel, dass dünne Grenzschichten oder Oberflächenschichten aus einer fluiden Bulkphase abgegrenzt werden und die Qualität bzw. Eigenschaften dieser Schichten stark vom Lösungszustand in der Bulkphase abhängen. Als weiteres Beispiel sind Phasenübergänge und kritische Phänomene zu nennen, die oft bestimmt sind durch kurzreichweitige Wechselwirkungen zwischen den nanoskopischen Bausteinen. Diese verhalten sich im Volumen anders als in niedrig-dimensionalen Strukturen (z. B. Magnetismus an Oberflächen, in ultradünnen Filmen, in magnetischen Nanokompositen).

Die für die unterschiedlichen Aggregatzustände und Einsatzgebiete bestgeeigneten Analysemethoden sind klarerweise stark unterschiedlich. Dies ist auch mit ein Grund, warum sich diese (unterschiedlichen) Methoden an vielen verschiedenen Forschungseinheiten oft getrennt entwickelt haben.

## Nanoanalytische Verfahren

Analytische Verfahren können grundsätzlich in zwei Klassen eingeteilt werden: zum einen solche mit integraler Information, d. h. es werden Volumina bzw. Oberflächenbereiche untersucht, die wesentlich größer sind als die interessierenden Grundstrukturen, z. B. Nanoteilchen in einer Bulkphase oder auf der Oberfläche. Vorteil ist die rasche Informationsgewinnung mit hoher statistischer Genauigkeit, z. B. über die Anordnung, Struktur oder Größe von Nanoteilchen gemittelt über ein großes Ensemble, man erhält aber keine Information über die Einzelteilchen. Man weiß z. B. Bescheid über die Verunreinigung einer relativ großen Halbleiteroberfläche, welche Fremdmoleküle in welcher Konzentration vorhanden sind, kann jedoch keine Angaben über deren Ort machen.

Im Gegensatz zu den integralen Methoden können Verfahren mit Ortsauflösung eine Auskunft über die räumliche Verteilung bzw. Orientierung, Struktur und Zusammensetzung geben, sie haben aber den Nachteil, dass meist nur relative kleine Bereiche in akzeptabler Zeit untersucht werden können. Diese mikroskopischen Techniken ermöglichen dafür aber eine vollständige Charakterisierung mit Nanometerauflösung und oftmals sogar mit Zehntel Nanometerauflösung. Während Rastersondentechniken die obersten Atomlagen eines Festkörpers erfassen können, gelingt es mit modernsten elektronenmikroskopischen Verfahren Information über die lokale Morphologie, Kristallstruktur, chemische Zusammensetzung, chemisches Bindungsverhalten und physikalische Eigenschaften zu erhalten. Diese Methoden befinden sich derzeit in intensiver Entwicklung und erlauben die Erfassung lokaler Phänomene wie z. B. von inneren Grenzflächen, Defekten, Sekundärphasen in Festkörpern und deren Wechselwirkung mit der Festkörpermatrix, dem atomistischen Aufbau von einzelnen Nanoteilchen. Diese ortsaufgelöste Information kann mit



# Einführung in die Nanoanalytik

anderen nanoanalytischen Verfahren derzeit nicht in diesem breiten Umfang erbracht werden und in vielen Fällen werden die mikroskopischen Verfahren für die Kalibrierung der integralen nanoanalytischen Verfahren benötigt.

## Streumethoden

Nano-analytische Verfahren können grundsätzlich in zwei Klassen eingeteilt werden: solche mit integraler Information, d.h. es werden Volumina bzw. Oberflächenbereiche untersucht, die wesentlich größer sind als die interessierenden Grundstrukturen, z.B. Nanoteilchen in einer Bulkphase oder auf der Oberfläche. Streumethoden sind typische Vertreter dieser integralen Methoden

Im Gegensatz zu den intergalen Methoden können Verfahren mit Ortsauflösung eine Auskunft über die räumliche Verteilung bzw. Orientierung, Struktur und Zusammensetzung geben, sie haben aber den Nachteil, dass meist nur relative kleine Bereiche in akzeptabler Zeit untersucht werden können. Diese mikroskopischen Techniken ermöglichen dafür aber eine vollständige Charakterisierung mit Nanometerauflösung und oftmals sogar mit Zehntel Nanometerauflösung. Integrale und ortsaufgelöste Methoden ergänzen einander und ermöglichen gemeinsam eine gute Charakterisierung vieler komplexer Systeme.

Die Streumethoden umfassen im Wesentlichen die Röntgen- und die Neutronenstreuung sowie die statische und die dynamische Lichtstreuung. Bei letzterer werden praktisch immer Laser als Lichtquellen verwendet. Es gibt aber auch – mit geringerer praktischer Bedeutung – dynamische Neutronen-, sowie seit kurzem auch dynamische Röntgenstreuung.

Statische Streumethoden (Röntgen, Neutronen und Licht) dienen ausschließlich zur Struktur- bzw. Größenbestimmung, dies umfasst Bestimmung von Partikelgröße, Form und innerer Struktur sowie die Bestimmung von Überstrukturen in konzentrierten Systemen (Partikelwechselwirkung).

Dynamische Streumethoden messen verschiedene Formen der Dynamik in den untersuchten Systemen, so z.B. Diffusionsbewegungen (Translation und Rotation), Schwingungen etc. Besonders die dynamische Lichtstreuung dient jedoch oft zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung über die gemessene Diffusion in fluiden bzw. gelösten Systemen.

Während mit beiden Formen der Lichtstreuung nur mehr oder weniger optisch klare Systeme untersucht werden können, können mit der Röntgen- bzw. Neutronenstreuung auch undurchsichtige Materialien wie Beton, Metalle oder Kunststoffe untersucht werden.

In modernen, nanostrukturierten Materialien hängt die durch Self-Assembly geformte Struktur sehr oft von der Konzentration im System ab, d.h. die Systeme müssen unverdünnt gemessen werden. Dies ist eine große Herausforderung für die Messmethodik. Gerade hier wurden aber in den letzten Jahren – unter wesentlicher Mithilfe steirischer Forschungsgruppen – neuartige und richtungsweisende Entwicklungen eingeleitet

**Otto Glatter**

*Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Chemie*

# Einführung in die Nanoanalytik

## Ortsaufgelöste Methoden

Mikroskopische Untersuchungsmethoden nehmen seit vielen Jahren einen festen Platz in Materialwissenschaften, Biologie und Medizin ein. Verstärkt durch den rasch fortschreitenden Trend zur Miniaturisierung von Werkstoffen, Bauelementen und Biomaterialien erfolgte eine stürmische Weiterentwicklung der abbildenden mikroskopischen Untersuchungsmethoden. Nicht zu Unrecht wird dabei an erster Stelle die immense Steigerung der Auflösung gesehen. Ausgehend von einstmalig 100 Nanometern ist man jetzt bei Objekteinheiten von weniger als 0,1 Nanometer (1 Ångström) gelangt, die in mikroskopischen Bildern aufgelöst werden können. Damit ist man in den atomaren Bereich des Materieaufbaus vorgedrungen. Gleichzeitig wuchs aber auch die Schwierigkeit der Bilddeutung und -auswertung, die nur mittels sehr spezieller Kenntnisse der Wechselwirkung von Licht, Elektronen und Atomen mit der Probe sinnhaft durchgeführt werden kann.

Ortsauflösende Analysenmethoden sind dadurch gekennzeichnet, dass Atome, Elektronen oder elektromagnetische Strahlung in gebündelter Form auf die Probe gerichtet und die dabei entstehenden Sekundärsignale analysiert werden, oder dass ein Objekt durch „Abtasten“ mit einer extrem feinen Spitze abgebildet wird.

In der ersten Gruppe spielt die Elektronenmikroskopie eine zentrale Rolle, dies nicht nur aufgrund der Auflösung, die bis in atomare Dimensionen reichen kann, sondern auch weil die Bildinformation direkt mit der Kristallstruktur, physikalischen Eigenschaften und der chemischen Zusammensetzung verknüpft werden kann. Rasterelektronenmikroskopie und Transmissionselektronenmikroskopie sind bereits etablierte Methoden der Mikro- und Nanoanalytik, die durch einige wesentliche Innovationen an die Grenzen der lateralen Auflösung und der Energieauflösung vorangetrieben werden.

Oberflächenphysikalische Charakterisierungsmethoden wie Sekundärionenmassenspektrometrie, Auger- und Photoelektronen-Spektroskopie sowie Elektronenbeugung liefern exzellente Tiefenauflösung und werden z. B. für das Studium der Wechselwirkung von organischen und anorganischen Molekülen mit metallischen Strukturen eingesetzt. Für oberflächenphysikalische Untersuchungen mit lateraler Auflösung wird die analytische Feldionenmikroskopie für die Nachweis von Einzelatomen in Werkstoffen verwendet, und mit Hilfe der Raster-Helium-Atom-Mikroskopie können organische Oberflächen charakterisiert werden. Die relativ neuen Verfahren Infrarot- und Raman-Mikroskopie werden in steigendem Umfang für die Charakterisierung von organischen Materialien, Polymeren und Biomaterialien mit einer lateralen Auflösung von einigen Mikrometern genutzt.

# Einführung in die Nanoanalytik

In den letzten Jahren erreichten vor allem die Rastersondenmethoden wie Rasterkraftmikroskopie und Rastertunnelmikroskopie eine weite Verbreitung. Dies ist einerseits auf neue Entwicklungen in der Instrumentierung, andererseits auf die exzellente laterale Auflösung zurückzuführen. Die Rastersondenmethoden erlauben es in sehr aussagekräftiger Weise die Bildinformation mit den lokalen physikalischen Eigenschaften (Leitfähigkeit, Magnetismus, Wärmeleitung etc.) von Materialoberflächen zu verknüpfen.

Charakterisierungsmethoden, die auf Synchrotronstrahlung basieren, stellen eine wichtige Brücke zwischen der integralen und der orts aufgelösten Nanoanalytik dar, denn in letzter Zeit werden die bisher eher für integrale Analysen eingesetzten Synchrotronmethoden (z. B. Photoelektronenspektroskopie, Röntgenabsorptionsspektroskopie, Röntgenmikroskopie) verstärkt in Richtung verbesserter Ortsauflösung weiterentwickelt.

In jedem Fall ermöglicht erst die geeignete Kombination integraler und orts aufgelöster nanoanalytischer Methoden eine umfassende Charakterisierung von Werkstoffen, Bauelementen, biologischen und medizinischen Proben und damit die Entwicklung und Kontrolle der Eigenschaften von modernen Materialien.

**Ferdinand Hofer**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*





# Inhaltsverzeichnis

Methoden und Instrumentierung<sup>1</sup>

---

Lösungen und Anwendungsbeispiele

---

Institute, Institutionen und Firmen<sup>1</sup>

---

Kontakte

---

Schlagwörter- und Autorenindex

---

<sup>1</sup> siehe Beitrag „Zum Geleit“, Fußnote 1 (Anmerkung)

Methoden

Lösungen

Institutionen

Kontakte

Index



# Inhaltsverzeichnis

Methoden und Instrumentierung	1
M1: 3D-Atomsonde (Analytische Feldionenmikroskopie, 3D APFIM)	3
M2: Analytische Elektronenmikroskopie (AEM)	5
M3: Auger-Elektronenspektroskopie (AES), Raster-Auger-Mikroskopie (SAM), Auger-Tiefenprofilanalyse (DPA)	7
M4: Dynamische Lichtstreuung (DLS)	10
M5: Elektrochemische Methoden	12
M6: Elektrolytische Präparation für die Transmissionselektronenmikroskopie	14
M7: Elektronenbeugung an Oberflächen (LEED)	16
M8: Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS)	18
M9: Ellipsometrie	21
M10: Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS) im Transmissionselektronenmikroskop	25
M11: Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie (EFTEM)	28
M12: EPR-Spektroskopie (ESR-Spektroskopie)	31
M13: Focused Ion Beam (FIB)	34
M14: HECUS System-3 – Das Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelsystem	37
M15: Hoch-/Tieftemperatur-Pulverdiffraktion (HT-XRD, LT-XRD)	39
M16: Hochauflösende SQUID-Magnetometrie	42
M17: Hochauflösungs-TEM (HR-TEM) und Elektronenbeugung (SAED, CBED) – Strukturaufklärung im Transmissionselektronenmikroskop	44
M18: Hochverformung – Nanokristallisierung	47
M19: Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie (C-AFM)	50
M20: Nanoindentierung	53
M21: Negativkontrastierung	55
M22: NMR-CIDNP	57
M23: Oberflächenenergie von Beschichtungen	59
M24: Photoemissions-Elektronenmikroskopie (PEEM)	61
M25: Positronenannihilation	63

# Inhaltsverzeichnis

M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie (REM und TEM)	65
M27: Rasterelektronenmikroskopie (REM/SEM)	71
M28: Rasterkraftmikroskopie (AFM)	73
M29: Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Phase Imaging	75
M30: Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)	79
M31: Rastertunnelmikroskopie (RTM/STM)	82
M32: Röntgen- und Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie (XPS und UPS)	84
M33: Röntgenbeugung – Linienprofilanalyse (XRD LPA)	86
M34: Röntgenbeugung – Polfigurtechnik (XRD-PF)	88
M35: Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelstreuung (SAXS und WAXS)	90
M36: Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)	94
M37: Röntgenreflektivität (XRR)	97
M38: SAXSess – Das Instrument für Nanomaterialien	100
M39: Schwingungsspektroskopie (IR und Raman)	102
M40: Synchrotronstrahlung	104
M41: Thermische Desorptionsspektroskopie (TDS)	105
M42: Thermo-mechanische Charakterisierung dünner Schichten	107
M43: Tribologische Untersuchungen	109
M44: Ultramikrotomie	112
M45: Zeta-Potenzial-Messung	117
<b>Lösungen und Anwendungsbeispiele</b>	<b>121</b>
L1: AES-Querschnitts-Analyse von Ni-Nanodrähten	123
L2: AFM-Untersuchungen zum Schichtwachstum von polykristallinen Pentazen-Dünnschichten	125
L3: Anwendungen der Positronenannihilation – Grenzflächen, Leerstellen und freie Volumina	129
L4: Ausscheidungscharakterisierung von Stählen mittels EFTEM	132
L5: Bestimmung der Ge-Konzentration von SiGe-Legierungen mittels Ellipsometrie	135



# Inhaltsverzeichnis

L6:	Bewertung von magnetischen Pigmentschichten auf PET-Folien mittels SQUID-Magnetometrie	137
L7:	Charakterisierung von Ausscheidungen in Schnellarbeitsstählen mittels Röntgen-Kleinwinkelstreuung (SAXS)	138
L8:	Chemische Zusammensetzung einer ultradünnen Fulleren-Schicht (C <sub>60</sub> ) – XPS-Untersuchungen	141
L9:	Der Effekt aromatischer Quellungsagenzien auf innere Oberfläche und Porengröße in mesoporösen Silikaten – Untersuchungen mittels SAXS	142
L10:	Device Modification mittels Focused Ion Beam (FIB)	145
L11:	Eigenspannungs-Charakterisierungen mittels Röntgendiffraktometrie	147
L12:	Elektrokinetische Messungen (Zeta-Potenzial) zur Charakterisierung von Nanostrukturen	150
L13:	Epitaktisches Wachstum von organischen Schichten auf einer Goldeinkristalloberfläche – Untersuchungen mittels LEED	153
L14:	EPR: Wie kommunizieren Elektronenlücken in leitenden Polymeren?	155
L15:	EPR-Untersuchungen von Photoinitiatoren für die Härtung von Lacken	157
L16:	Fehleranalyse von Piezokeramiken mittels XPS	160
L17:	Fokussierte Ionenstrahl-Technik (FIB) in der Mikro- und Nanomechanik	162
L18:	Haftfestigkeitsprüfung von dünnen Schichten mittels Scratch-Test	164
L19:	Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie (HT-XRD) – Strukturelle Untersuchungen im Nanobereich	166
L20:	Identifizierung organischer Verbindungen mittels Schwingungsspektroskopie (FTIR und Raman)	169
L21:	Hochtemperatur-Röntgendiffraktion – Spannungen und Deformationen in dünnen Aluminium-Schichten auf Silizium	170
L22:	Li-Ionen-Batterien und alkalische Brennstoffzellen – Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop	173
L23:	Magnetische Eigenschaften nanokristalliner Werkstoffe hergestellt durch Hochverformung – Untersuchungen mittels SQUID-Magnetometrie	176
L24:	Mechanismus der Wirkstofffreisetzung aus einem nanopartikulären Drug-Carrier – Untersuchungen mittels SAXS und WAXS	178
L25:	Metallische Schichten auf Glaskeramiken – Untersuchungen mittels AES	180

# Inhaltsverzeichnis

L26:	Morphologie-Analyse selbstorganisierter Halbleiter-Nanostrukturen mittels AFM	182
L27:	Nanoindentierungsversuche an W/Cu-Mikro- und Nano-Verbundwerkstoffen	184
L28:	Ortsaufgelöste Röntgenstreuungsuntersuchung vor Rissspitzen in PE-Rohrwerkstoffen	186
L29:	Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie (REM und TEM) – Anwendungsbeispiele	188
L30:	Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB/REM	191
L31:	Raman-Spektroskopie in der Werkzeugbeschichtung – Charakterisierung von Nanoschichten und Überwachung von Vakuumbeschichtungsprozessen	194
L32:	Rastertunnelmikroskopie an modernen Werkzeugstählen	196
L33:	Röntgenkleinwinkelstreuung – Untersuchungen an Zellulose und Füllstoffen	197
L34:	Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) mittels FIB	199
L35:	Synchrotronstrahlung in der industriellen Forschung – Vom Zement bis zur Schokolade	201
L36:	Nanostruktur von nichtstöchiometrischen Perowskiten – Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie	205
L37:	Tiefenprofilanalyse eines Polymer-LED-Bauelementes mittels AES	208
L38:	Ultradünne organische Schicht auf Gold – Untersuchungen mittels TDS	210
L39:	Untersuchung eines Defektes in einem Halbleiterbauelement mit TEM, EFTEM und EELS	211
L40:	Untersuchung moderner Legierungswerkstoffe mittels 3D-Atomsonde	214
L41:	Untersuchung von Reaktionswellenfronten auf Oberflächen und des Wachstums von Filmen organischer Halbleiter mittels PEEM	215
L42:	Wasserstoffdesorption von Vanadiumoberflächen – Untersuchungen mittels TDS	217
L43:	XPS-Untersuchungen an Titanoxid-Schichten	218
Institute, Institutionen und Firmen		221
I1:	Anton Paar GmbH	223



# Inhaltsverzeichnis

I2:	Die österreichische SAXS-Station am Synchrotron ELETTRA in Triest, Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung (IBR), Österreichische Akademie der Wissenschaften	225
I3:	Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft (ESI), Österreichische Akademie der Wissenschaften	227
I4:	Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforschung, Technische Universität Graz und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz (FELMI-ZFE)	230
I5:	HECUS XRS GmbH	233
I6:	Institut für Chemie (IfC), Karl-Franzens-Universität Graz	235
I7:	Institut für Chemische Prozessentwicklung und -kontrolle, JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH	237
I8:	Institut für Festkörperphysik, Technische Universität Graz	240
I9:	Institut für Materialphysik, Technische Universität Graz	243
I10:	Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik, JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH	245
I11:	Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik, Karl-Franzens-Universität Graz	248
I12:	Institut für Physik, Montanuniversität Leoben	252
I13:	Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Technische Universität Graz	254
I14:	Laserzentrum Leoben (LZL), JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH	257
I15:	Materials Center Leoben Forschung GmbH (MCL)	260
	Kontakte	263
	Schlagwörter- und Autorenindex	277

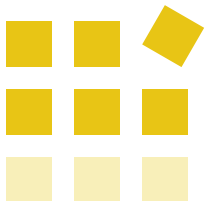






# Methoden und Instrumentierung





## Methoden

### M1: 3D-Atomsonde (3D APFIM)

## M1: 3D-Atomsonde (Analytische Feldionenmikroskopie, 3D APFIM)

### Funktionsprinzip

Das wichtigste Funktionselement einer 3D-Atomsonde (3D APFIM, 3D Atom Probe Field Ion Microscopy) ist die Probe selbst, die als feine nadelartige Spitze mit einem Endradius von 20–50 nm vorliegen muss. Die Probenspitze befindet sich auf tiefer Temperatur ( $< 100$  K) in einer Ultrahochvakuumkammer und ist vor einem ortsauflösenden Nachweissystem, welches auch noch einzelne Ionen erfassen kann, positioniert (s. Abb. 1). Durch Anlegen einer positiven Hochspannung und Überlagerung eines Hochspannungsimpulses von Nanosekunden-Dauer wird an der Spitze ein hohes elektrisches Feld erzeugt. Dadurch können gezielt einzelne Atome als Ionen von der Oberfläche abgelöst werden. Die Ionen werden nahezu radial von der Spitzenspitze emittiert, damit wirkt das Instrument als Projektionsmikroskop mit praktisch millionenfacher Vergrößerung. Der Auftreffpunkt eines Ions auf dem ortsauflösenden Detektor kann direkt der ursprünglichen Position des Atoms auf der Probenoberfläche zugeordnet werden, die Flugzeit als Funktion der Masse ergibt die chemische Natur des abgelösten Atoms. Löst man ein Atom nach dem anderen ab erhält man die Verteilung der chemischen Elemente an der Oberfläche mit nahezu atomarer Auflösung. Nach weiterer Ablösung von einer Atomlage nach der anderen erhält man die chemische Information in die Tiefe. Der gemessene Datensatz erlaubt eine volle räumliche Rekonstruktion der Elementverteilung des untersuchten Materials auf atomarem Maß-

stab. Die chemische Zusammensetzung kann hier quantitativ korrekt durch Zählen der gemessenen Ionen ermittelt werden. Befüllt man die evakuierte Mikroskopkammer mit Edelgas geringen Druckes, dann wird im elektrischen Feld an der Oberfläche das Gas ionisiert und man erhält als Projektion der Ionen ein atomar aufgelöstes Abbild der Oberfläche (Feldionenmikroskopische Abbildung) und damit eine zusätzliche topografische Information.

Der typische Analysenbereich umfasst zylindrische Volumina von 10–50 nm im Durchmesser und bis 200 nm in die Tiefe. Die laterale Auflösung beträgt etwa 0,3–0,5 nm. Die Tiefenauflösung resultiert aus dem Atomlagenabstand des Materials von 0,15–0,2 nm.

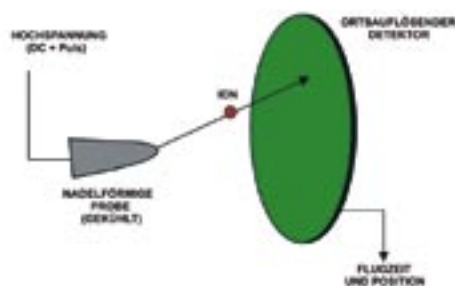


Abbildung 1: Funktionsprinzip der 3D-Atomsonde.

## M1: 3D-Atomsonde (3D APFIM)

### Notwendige Probenform

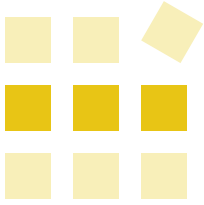
Für die 3D-Atomsonde müssen die zu untersuchenden Proben in Form feiner nadelförmiger Spitzen vorliegen, die jedoch relativ einfach durch Diamantsägen und Elektropolieren herzustellen sind. Es können dann alle elektrisch leitenden und halbleitenden Materialien untersucht werden.

**Manfred Leisch**

*Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik*

Methoden:	—
Lösungen:	L32   L40
Institute:	I8
Kontakte:	K27

3D APFIM | 3D-Atomsonde | Analytische Feldionenmikroskopie | Elementverteilung

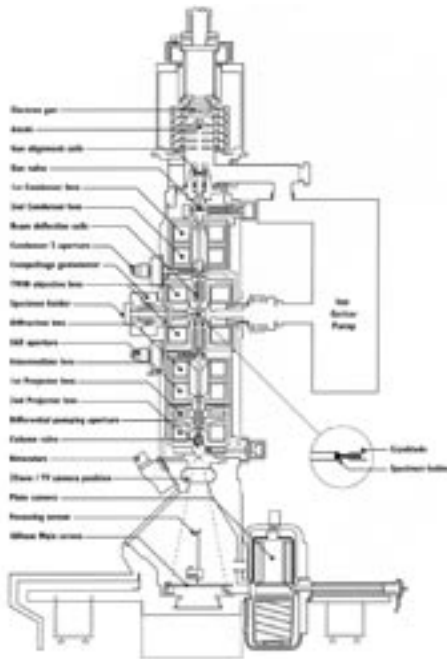


# Methoden

## M2: Analytische Elektronenmikroskopie (AEM)

### M2: Analytische Elektronenmikroskopie (AEM)

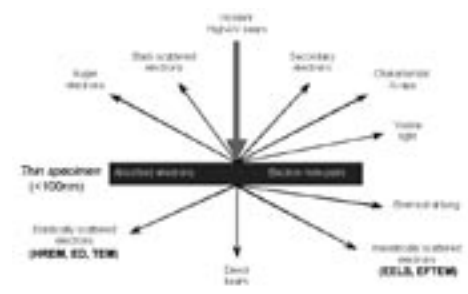
Die Analyse der Struktur und der chemischen Zusammensetzung nanometergroßer Bereiche von Festkörpern ist Aufgabe der analytischen Transmissionselektronenmikroskopie (TEM, AEM). Abb. 1 zeigt ein solches AEM im Querschnitt. Die von einer Kathode ausgehenden Elektronen (thermisch bzw. mittels Feldemission) werden auf bis zu 200 keV beschleunigt und durch ein Kondensorenliniensystem auf die Präparatenebene fokussiert, wobei Probedicken bis zu einigen 100 nm durchstrahlt werden können. In weiterer Folge erzeugt eine Objektiv-



**Abbildung 1:** Querschnitt durch ein analytisches Transmissionselektronenmikroskop (AEM).

linse ein geringfügig vergrößertes Zwischenbild, das von den nachfolgenden Linsen (Beugungs-, Zwischen- und Projektivlinsen) weitervergrößert wird und anschließend am Leuchtschirm betrachtet oder digital verarbeitet werden kann. Alternativ kann auch das in der hinteren Brennebene des Objektivs liegende Beugungsbild des Präparates abgebildet werden. Die als Hochauflösungselektronenmikroskopie (HR-TEM) bezeichnete Methode ermöglicht die atomare Abbildung von Probedetails (Gitterabbildung, Defekte) und mittels Elektronenbeugung (ED) kann die vorliegende Kristallstruktur mit hoher lateraler Auflösung ermittelt werden.

Während zur Bildentstehung im TEM hauptsächlich die elastisch gestreuten Elektronen beitragen, so sind für die analytischen Methoden im TEM die inelastischen Wechselwirkungsprozesse zwischen einfallenden Primärelektronen und der Probe wichtig (s. Abb. 2). Diese Wechselwirkungsprozesse können entweder direkt über die Messung des Energieverlustes des Primärelektrons (Elektronenenergieverlustspektroskopie, EELS), oder als Sekundärprozess durch den Übergang des ionisierten Atoms in seinen Grundzustand (energiedispersive



**Abbildung 2:** Wechselwirkungsschema hochenergetischer Primärelektronen eines AEMs mit einem elektronentransparenten Festkörper.

## M2: Analytische Elektronenmikroskopie (AEM)

Röntgenspektroskopie, EDXS) beobachtet und zum ortsaufgelösten qualitativen und quantitativen Nachweis von nahezu allen chemischen Elementen verwendet werden. Eine genaue Analyse des Elektronenspektrums ermöglicht überdies Aussagen zur elektronischen Struktur eines Festkörpers, aus denen Bindungsinformationen und optische Parameter abgeleitet werden können. Aufbauend auf EELS können durch Auswahl ganz bestimmter inelastischer Wechselwirkungen energiegefilterte Abbildungen mit Nanometerauflösung erhalten werden, eine Technik, die mit dem Kürzel EFTEM (Energiefilterungs-TEM) bezeichnet wird. Eine zusätzliche Möglichkeit bietet die Rastertransmissionselektronenmikroskopie (Scanning TEM, STEM) in Kombination mit EELS und EDXS, wo mit Hilfe eines feingebündelten Elektronenstrahles strukturelle und chemische Informationen aus bis zu ~0,2 nm kleinen Bereichen gewonnen werden können.

### Anwendungsmöglichkeiten

Die analytische Transmissions-Elektronenmikroskopie ist heute eine der für detaillierte Materialuntersuchungen am häufigsten eingesetzten Methoden zur Charakterisierung heterogener Festkörper in der modernen Werkstoffforschung und Strukturbioogie. Die Fragestellungen sind äußerst divers und reichen dabei von der Charakterisierung von Ausscheidungen in Stählen und Legierungen über die Defektanalytik von Halbleiterbauelementen und Keramiken bis hin zum Nachweis bzw. der Lokalisierung von Verbindungen und Fremdsbstanzen in biologischen Strukturen.

### Typische Spezifikationen

Tab. 1 zeigt typische Kenndaten im Bereich der analytischen Elektronenmikroskopie.

Punktauflösung (nm)	0,24
Linienauflösung (nm)	0,10
Informations Limit (nm)	0,15
HR STEM Auflösung (nm)	0,20
Elektronenbeugung (nm)	1–500
EFTEM Auflösung (nm)	<1
EELS-Energieauflösung (eV)	<0,3
EELS Elemente	ab Li
EDXS Elemente	ab B

**Tabelle 1:** Kenndaten im Bereich der analytischen Elektronenmikroskopie.

**Gerald Kothleitner**

Technische Universität Graz

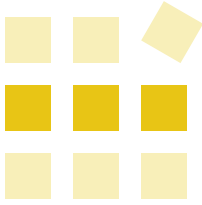
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

Feinstrukturforchung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Methoden:	M6   M8   M10   M11 M17   M21   M26 M30   M44
Lösungen:	L30   L39
Institute:	I4   I3
Kontakte:	K21

AEM | Analytische Transmissionselektronenmikroskopie | EDXS | EELS | Elektronenbeugung  
Elektronenenergieverlustspektroskopie | Hocharuflösungselektronenmikroskopie  
HR-TEM | Rastertransmissionselektronenmikroskopie | Röntgenspektroskopie | STEM



## Methoden

### M3: Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

#### M3: Auger-Elektronen- spektroskopie (AES), Raster- Auger-Mikroskopie (SAM), Auger-Tiefenprofilanalyse (DPA)

Die Grundlage der Auger-Elektronenspektroskopie (AES) ist der Auger-Prozess (Abb. 1): Wird ein Atom in einem tiefliegenden Energieniveau mit der Bindungsenergie  $E_1$  (z. B. K- oder L-Schale) ionisiert, so wird das erzeugte „Loch“ durch ein Elektron aus einem höheren Energieniveau (Bindungsenergie  $E_2$ ) wieder aufgefüllt. Die dabei freiwerdende Energie kann strahlungslos auf ein Elektron eines höheren Energieniveaus (z. B. Bindungsenergie  $E_3$ ) übertragen werden, das dann als sogenanntes Auger-Elektron das Atom verlässt. Die kinetische Energie des Auger-Elektrons beträgt also näherungsweise:

$$E_{Auger} = E_1 - E_2 - E_3$$

Weil die Energien  $E_1$ ,  $E_2$  und  $E_3$  charakteristisch für das angeregte Atom sind, kann durch Vermessen der kinetischen Energie  $E_{Auger}$  der Auger-Elektronen die Atomart ermittelt werden. Auf diese Weise erhält man Informationen über die chemische Zusammensetzung von Festkörperoberflächen.

Da die charakteristischen Auger-Elektronen nur aus einer sehr dünnen Oberflächenschicht ohne Energieverlust austreten können (wenige Atomlagen), ist die AES ein sehr oberflächensensitives Analyseverfahren. Für die Anregung der Auger-Elektronen werden hochenergetische (einige keV) Elektronen oder Röntgenstrahlen benutzt. Detektiert man die von einer Oberfläche durch Elektronen- oder Röntgenanregung emittierten Elektronen

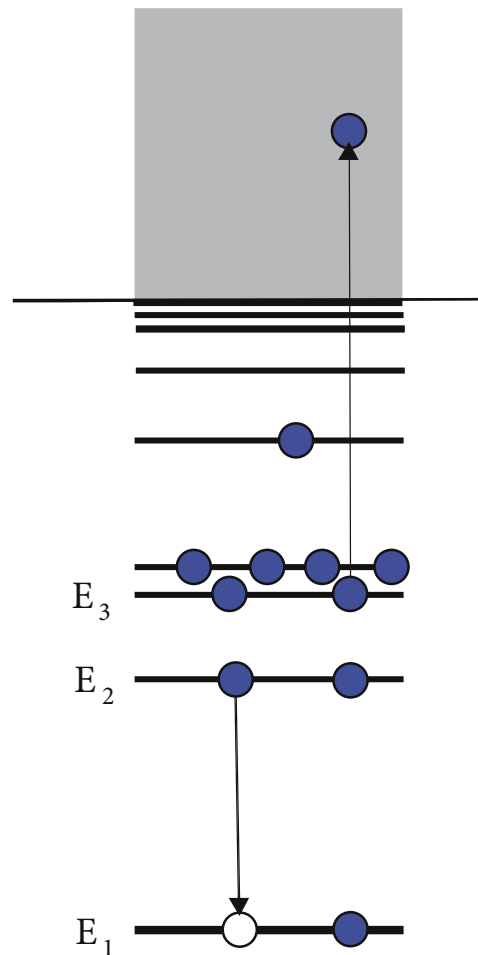


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Auger-Elektronen-Emission.

### M3: Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

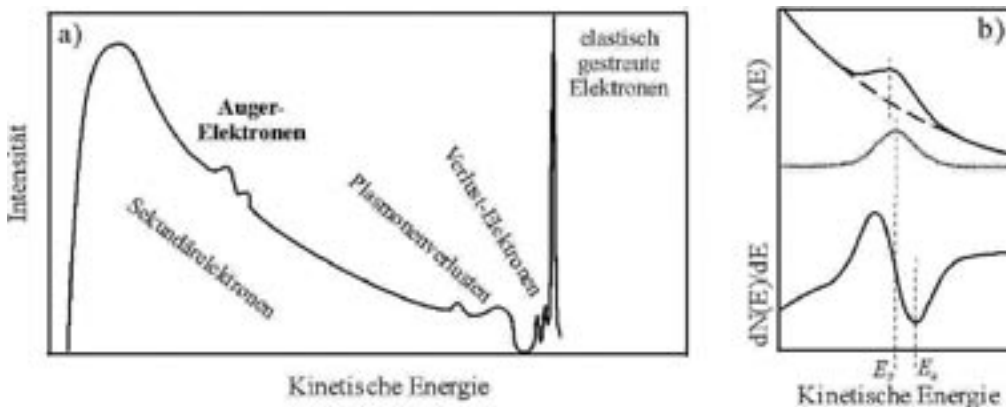
energieaufgelöst, beobachtet man ein Spektrum, das schematisch in Abb. 2a dargestellt ist. Die Auger-Elektronen werden dabei als kleine Peaks auf einem intensiven Untergrund beobachtet, der von den sogenannten „wahren“ Sekundärelektronen herrührt. Um die Detektierbarkeit der Auger-Elektronen zu verbessern, wird deshalb i. A. die differentielle Darstellungsweise gewählt, die in Abb. 2b veranschaulicht ist.

Es können alle Elemente von Li bis U nachgewiesen werden, des Weiteren ist die Unterscheidung von chemisch verschieden gebundenen Zuständen eines Elementes möglich. Mit Hilfe von Standardproben können der Elementgehalt oder auch der Gehalt von bestimmten Verbindungen an einer Oberfläche quantifiziert werden. Die Nachweisgrenzen liegen im Bereich  $\geq 0,1$  Atomprozent.

Bei Verwendung eines fein fokussierten Elektronenstrahls als Sonde (Durchmesser von 1  $\mu\text{m}$  bis 10 nm) kann durch Rastern über einen ausgewählten Probenbereich und Detektion der resultierenden Auger-Elektronen ein Elementverteilungsbild der Probenoberfläche mit einer Ortsauflösung von etwa 20 nm erstellt werden („chemische Landkarte“). Um ein Elementverteilungsbild zu erhalten, wird der

Elektronen-Analysator auf eine Energie eingestellt, die einer dem interessierenden Element spezifischen Auger-Elektronenenergie entspricht. Diese Methode wird Raster-Auger-Mikroskopie (Scanning Auger Microscopy, SAM) genannt. Es ist zweckmäßig, SAM mit der Rasterelektronenmikroskopie (Scanning Electron Microscopy, SEM) zu kombinieren, die auf der Detektion von Sekundär-Elektronen beruht: mittels SEM können die Topographie der Probe untersucht und interessante Probenbereiche selektiert werden, für die dann eine chemische Analyse mit SAM erstellt wird.

Wird die Probenoberfläche abwechselnd durch einen fein fokussierten Ionenstrahl schrittweise abgetragen („Ionenätzen“) und an derselben Stelle mit Auger-Elektronenspektroskopie untersucht, so kann man Tiefenprofile der Elementverteilung in einer Probe (z. B. einer dünnen Schicht) bekommen. Aus praktischen Gründen werden Tiefenprofile typischerweise bis maximal einige  $\mu\text{m}$  Tiefe erstellt. Dabei ist darauf zu achten, dass die vom Ionenstrahl abgetragene Fläche größer sein muss als die vom untersuchenden Elektronenstrahl (Abb. 3). Dieses Verfahren ist als Auger-Tiefenprofilanalyse (Depth Profile Analysis, DPA) bekannt.



**Abbildung 2:** (a) Energieverteilung der Elektronen, die von einer mit einem Elektronenstrahl bestrahlten Oberfläche emittiert werden. (b) Verdeutlichung der differentiellen Darstellungsweise.



## M3: Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

### Typische Anwendungsmöglichkeiten

- ◆ Dünnschichtstrukturen
- ◆ Diffusionsvorgänge
- ◆ Hartstoffschichten
- ◆ Optische Beschichtungen
- ◆ Oberflächenpassivierung
- ◆ Oberflächenverunreinigungen
- ◆ Oxidation
- ◆ Korrosion
- ◆ Katalyse
- ◆ Elektrische Kontakte
- ◆ Lötbarkeit
- ◆ Hafteigenschaften

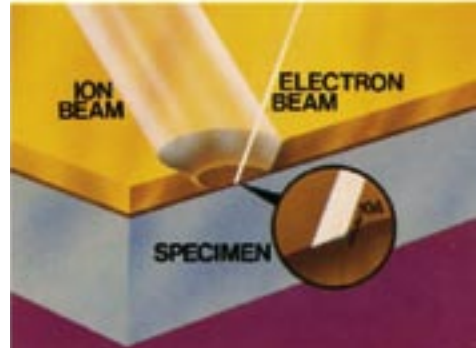
Die Probe sollte prinzipiell vakuumverträglich sein.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

*Karl-Franzens-Universität Graz*

*Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,*

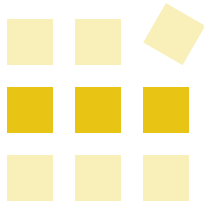
*Oberflächen- und Grenzflächenphysik*



**Abbildung 3:** Schematische Darstellung der Funktionsweise der Auger-Tiefenprofilanalyse.

Methoden:	—
Lösungen:	L1   L25   L37
Institute:	I11   I18
Kontakte:	K32

AES | Auger-Elektronenspektroskopie | Beschichtungen, optische | Bindungsenergie  
chemische Landkarte | Diffusionsvorgänge | DPA | Dünnschichtstrukturen  
Elektronenanalysator | Hartstoffschichten | Ionenätzen | Katalyse | Korrosion  
Oberflächenpassivierung | Oberflächenverunreinigungen | Oxidation  
Raster-Auger-Mikroskopie | SAM | Sekundärelektronen | Tiefenprofilanalyse



## Methoden

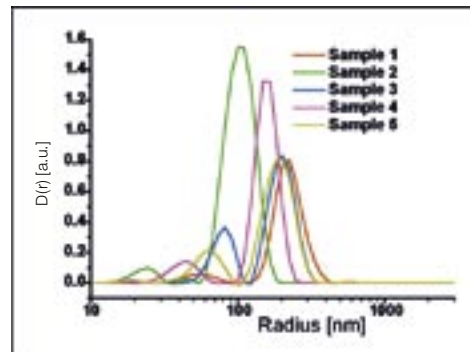
### M4: Dynamische Lichtstreuung (DLS)

#### M4: Dynamische Lichtstreuung (DLS)

Die dynamische Lichtstreuung (DLS) erlaubt die Bestimmung der Dynamik nanostrukturierter Systeme. Die wichtigste Messgröße in der Praxis ist die Diffusionskonstante, aus der die Teilchengröße als hydrodynamischer Radius berechnet werden kann. Eine Bestimmung der Form oder inneren Struktur ist mit dieser Methode jedoch nicht möglich.

Wichtig ist, dass die Messzeiten kurz sind – typischerweise einige Minuten – und dass man rasch eine mittlere Größe und den Grad der Polydispersität bestimmen kann. Mit aufwändigerer Methodik („Inverse Laplace Transformation“) kann dann auch die Größenverteilung berechnet werden, d.h. man erhält die Information, wie viel Masse oder Volumen in unterschiedlichen Größenbereichen der Probe vorhanden sind.

Der Einsatzbereich der DLS reicht von ca. 1 nm bis zu mehreren tausend Nanometern. Damit sieht man also nicht nur Nanopartikel im typischen Bereich bis zu 100 nm, sondern sieht auch allfällige Verunreinigungen durch große Teilchen. Andererseits kann dies auch beim Studium hierarchisch strukturierter Systeme wichtig sein, die in ihrem Inneren Strukturen im Bereich einiger Nanometer haben, deren Gesamtgröße jedoch weit darüber liegt.



**Abbildung 1:** Größenverteilung in Wolframkarbid-Pulvern in wässriger Lösung, bestimmt mit DLS.  
a.u. ... arbitrary units, d.h. beliebige Einheiten.

## M4: Dynamische Lichtstreuung (DLS)

### Partikelgrößenbestimmung in Nanopulvern

Dies ist ein wichtiges Beispiel für die industrielle Anwendung dieser Methode. Bei der Herstellung von Pulvern unterschiedlichster Materialien hängt die Größenverteilung von verschiedenen Produktionsparametern ab. Um diese zu optimieren, ist es erforderlich, die Pulver entsprechend zu charakterisieren. Dazu werden diese in kolloidale Lösung gebracht – üblicherweise in wässrige Lösung, es können aber auch organische Lösungsmittel verwendet werden – und dann mit DLS untersucht.

Man misst dabei die zeitlich fluktuierende Streuintensität. Daraus wird dann die Zeit-Korrelationsfunktion berechnet, die die Bestimmung der Diffusionskonstante und damit der Größe gestattet. Das Endresultat ist die Größenverteilung in der Probe (s. Abb. 1).

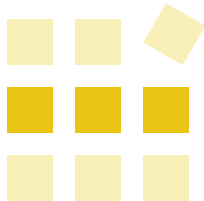
**Otto Glatter, Gerhard Fritz**

*Karl-Franzens-Universität Graz*

*Institut für Chemie*

Methoden:	M36
Lösungen:	—
Institute:	I6
Kontakte:	K9

Diffusionskonstante | DLS | Dynamische Lichtstreuung | Hydrodynamischer Radius  
Nanopulver | Particle Sizing | Photon Correlation Spectroscopy | Pulver | Teilchengrößenverteilung



## Methoden

### M5: Elektrochemische Methoden

## M5: Elektrochemische Methoden

Elektrochemische Methoden sind hervorragend zur Bestimmung der Eigenschaften organischer Moleküle in verschiedensten Lösungsmitteln geeignet. Dies inkludiert u.a. nachfolgende Techniken:

.....

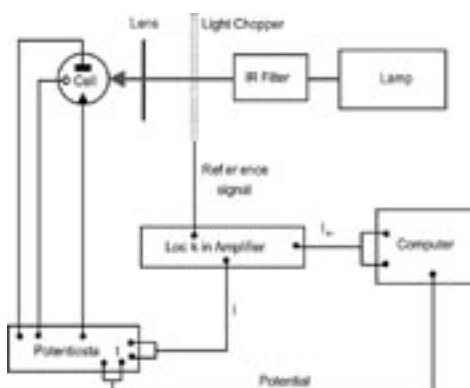


Abbildung 1: Apparateschema der photomodulierten Voltammetrie.

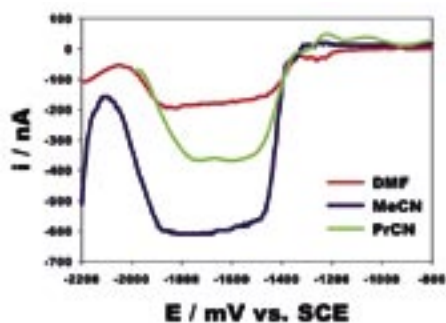


Abbildung 2: Photomoduliertes Voltammogramm von Azobenzol in DMF, Acetonitril (MeCN) und Propionitril (PrCN) bei einer Modulationsfrequenz von 120 Hz.

- Die zyklische Voltammetrie (CV) kommt zur Anwendung bei der Bestimmung der Redoxpotenziale verschiedenster Donor- und Akzeptorverbindungen, welche in weiterer Folge zu Untersuchungen der Kinetik elementarer Elektronentransferreaktionen an Elektroden herangezogen werden. Diese Methode stellt die vielleicht vielseitigste elektroanalytische Technik zur Charakterisierung elektroaktiver Spezies dar, deren Effizienz aus der Fähigkeit des Redoxverhaltens über einen großen Potenzialbereich erwächst. In einem klassischen CV-Experiment wird der zwischen Arbeits- und Gegenelektrode durch Applizierung einer Dreiecksspannung entstehende charakteristische Strom gemessen, welcher in weiterer Folge Aufschluss über das elektrochemische Verhalten der untersuchten Spezies gibt.

◆ Die rotierende Scheibe wird, neben Untersuchungen elementarer Elektrodenreaktionen, hauptsächlich zur Bestimmung translatorischer Diffusionskoeffizienten herangezogen. Der hierbei zur Anwendung kommende Apparat besteht, wie der Name bereits impliziert, aus einer aus Gold, Glaskohlenstoff oder Platin gefertigten und in einem isolierenden Material (Teflon) eingebetteten mittels Motors zum Rotieren gebrachten Scheibe. Die Rotationsbewegung sorgt für den Aufbau eines wohldefinierten Strömungsprofils und liefert, bei Applikation eines Spannungsscans, eine damit verbundene charakteristische, von Levich bestens beschriebene, Strom-Spannungsscharakteristik, welche die Bestimmung translatorischer Diffusionskoeffizienten ermöglicht.

◆ Die Redoxpotenziale in situ generierter Radikale mit durchschnittlichen Lebensdauern im ms-Bereich und Konzentrationen im nM-Bereich lassen sich mit Hilfe der photomodulierten Voltammetrie transient verfolgen. Diese Technik (Abb. 1) kombiniert die direkte Bildung der Radikale vermittels modulierter Photolyse mit der Detektion des bei der Oxidation bzw. Reduktion der so generierten Radikale entstehenden Wechselstroms (Abb. 2).

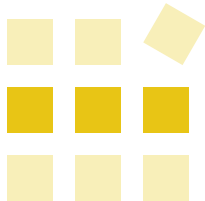
**Günter Grampp, Stefan Landgraf**

*Technische Universität Graz*

*Institut für Physikalische und Theoretische Chemie*

Methoden:	—
Lösungen:	—
Institute:	I13
Kontakte:	K11

Diffusionskoeffizient, translatorischer | Elektrochemie | Elektronentransferreaktionen  
Redoxpotenzial | Voltammetrie, photomodulierte | Voltammetrie, zyklische

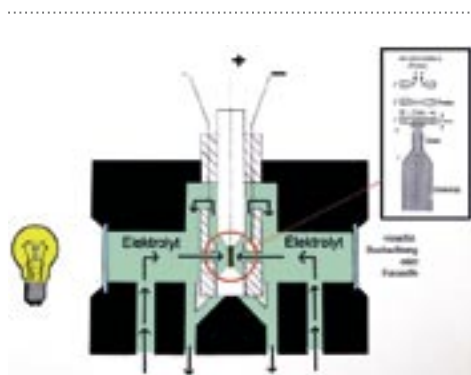


## Methoden

### M6: Elektrolytische Präparation

## M6: Elektrolytische Präparation für die Transmissionselektronenmikroskopie

Die Ansprüche an die Präparation von Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie sind über die Jahre stetig gestiegen, dies betrifft insbesondere die Analyse unterschiedlichster neu entwickelter Werkstoffe. Im Mittelpunkt stand dabei die Forderung nach großflächigen und einheitlich dünnen Proben. So wurde begonnen, die unterschiedliche Ätzwirkung diverser Säuren und anderer Chemikalien in Verbindung mit elektrischem Strom zu untersuchen. Durch die signifikanten Forschungsanstrengungen auf diesem Gebiet stehen heute Geräte und Methoden zur Verfügung, welche nicht nur sehr einfach und schnell handhabbar, sondern auch reproduzierbar sind.



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der Dünnungskammer einer elektrolytischen Präparationseinheit. Anstelle von weißem Licht wird in neueren Anlagen ein feiner Laserstrahl verwendet. Das Insert zeigt die Entstehung des Loches durch die Einwirkung des Elektrolyten.

Das Prinzip der elektrolytischen Präparation besteht darin, dass ein gebündelter Strahl des Elektrolyten durch eine Pumpe auf die positiv geladene Probe „gesprüht“ wird (s. Abb. 1). Dadurch bildet sich auf beiden Seiten der Probe eine Mulde aus. In einer gesonderten Kammer sitzt eine Lichtquelle, die auf die Probe gerichtet ist. Entsteht in der Mitte der Probe nun ein Loch, so wird das durchgelassene Licht von einer Fotozelle, welche sich in einer der Photozelle gegenüberliegenden Kammer befindet, detektiert und stoppt den Vorgang. Nun liegt es am Präparator, die Probe so schnell wie möglich aus der Poliereinheit zu entnehmen, um ein weiteres Ätzen und damit ein weiteres Dünnen der Probe zu vermeiden. Nach mehrmaligem Spülen mit einem Gemisch aus destilliertem Wasser und Ethanol ist die Probe zur Untersuchung im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) bereit.

Metalle wie Eisen, Aluminium und Kupfer, sowie deren Legierungen eignen sich besonders gut für die elektrolytische Dünnung, auch Hartmetalle auf Wolframkarbid-Basis u. ä. oder Edelmetalle, wie Silber oder Gold, sind für diese Präparationstechnik geeignet. Für jedes dieser Metalle bzw. jede dieser Legierungen gibt es mehrere Arten von Elektrolyten, deren Wahl von der Untersuchungsmethode abhängt. Während Säure/Wasser-Gemische besonders großflächige Ergebnisse liefern, sind Säure/Lösungsmittel-Gemische eher zur Hervorhebung der Korngrenzen geeignet.

## M6: Elektrolytische Präparation

Die elektrolytische Präparation bietet viele Vorteile im Vergleich zur herkömmlichen Präparation. Es ist nicht nötig, das Probenplättchen vorbereitend zu polieren oder zu bearbeiten, sondern es genügt bereits das Grobschleifen auf ca. 300–500 µm. Des Weiteren können mehrere Proben in kürzester Zeit (ca. 2 min/Probe) präpariert werden, die Qualität der Präparation ist bereits unter dem Lichtmikroskop sichtbar. Wie erwähnt ist die großflächige Durchstrahlbarkeit im TEM das wesentliche Plus für die Anwendung dieser Technik.

Natürlich gibt es auch Nachteile. Abhängig vom Probenmaterial kann eine falsche Wahl des Elektrolyten gerade bei mehrphasigen Proben zu unterschiedlichen Ätzraten und damit zu bevorzugter Dünnung bestimmter Stellen führen. Bei heterogenen polykristallinen Proben spielen auch die Kornorientierung und Änderungen in der Korngrenzchenchemie eine wesentliche Rolle. Da für derartige Präparationen stets neue, frische Elektrolytlösungen verwendet werden müssen, ist auch der Umweltaspekt nicht zu vernachlässigen. Alte Lösungen sind als Sondermüll einzustufen und bedürfen daher einer spezifischen Entsorgung. Für den Präparator ist diese Methode mit aufwändigeren Schutzvorkehrungen als bei der konventionel-

len Präparation verbunden, da oft mit gefährlichen Säuren wie Flußsäure gearbeitet werden muss. Zum anderen ist die Präparation spröder Materialien sowie nicht-leitender Stoffe (Oxide, ...) nicht möglich.

Zusammengefasst ist die elektrolytische Probenpräparation bei richtiger Verwendung eine ausgezeichnete, rasch durchzuführende und gut reproduzierbare Technik, um großflächige Proben herzustellen, die anschließend im TEM charakterisiert werden sollen.

**Manuel Paller**

*Technische Universität Graz*

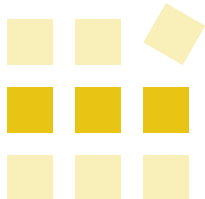
*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

Methoden:	M2
Lösungen:	—
Institute:	I4
Kontakte:	K21

AEM | Analytische Transmissionselektronenmikroskopie | Probenpräparation  
Probenpräparation, elektrolytische | TEM



## Methoden

### M7: Elektronenbeugung an Oberflächen (LEED)

## M7: Elektronenbeugung an Oberflächen (LEED)

Viele moderne Nanotechnologien beruhen auf den Eigenschaften von atomar geordneten Substraten und Schichten. Solche dünnen geordneten Schichten (im Bereich von 1 nm) können nicht mit Röntgenbeugung, aber mittels Beugung niederenergetischer Elektronen untersucht werden. Der Grund für die Oberflächenempfindlichkeit ist die starke Wechselwirkung der Elektronen mit den Festkörperatomen. Bei dieser Methode wird ein Elektronenstrahl mit Energien von etwa 20 eV–200 eV im Vakuum auf die Oberfläche geschossen und die rückgebeugten (elastisch reflektierten) Elektronen werden auf einem Leuchtschirm sichtbar gemacht. Damit nur die elastisch reflektierten Elektronen auf den Leuchtschirm gelangen können, werden durch ein geeignetes Gegenfeld alle unelastisch gestreuten Elektronen abgelenkt (Abb. 1). Die ohne Energieverlust durch das Gegenfeldgitter hindurchgetretenen Elektronen werden dann auf den Leuchtschirm beschleunigt, wo sie Lichtreflexe erzeugen. Aus dem Beugungsmuster, welches das reziproke Gitter des reellen Gitters darstellt, kann man auf die Anordnung der Atome oder Moleküle auf der Oberfläche, bzw. in der dünnen Schicht schließen. Solche Untersuchungen werden meist unter Ultrahochvakuumbedingungen durchgeführt ( $10^{-10}$  mbar), da schon geringste Adsorption aus dem Restgas die Oberfläche verändern kann. Die Informationen, die man mit der niederenergetischen Elektronenbeugung

(Low Energy Electron Diffraction, LEED) erhält, sind für viele Anwendungen von Bedeutung, z.B. für das geordnete Aufwachsen von Schichten in der Halbleitertechnologie (Si, GaAs-Epitaxie), für die Umordnung von Oberflächenatomen (Silizium-Rekonstruktion), für die Selbstordnung von großen organischen Molekülen (Self-assembly) oder für die gezielte Strukturierung von Oberflächen im Nanometermaßstab (Nanopatterning).

**Adolf Winkler**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

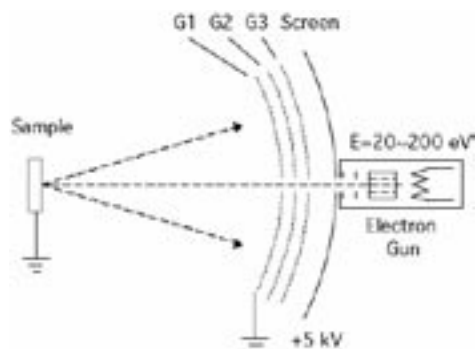


Abbildung 1: Schema einer LEED-Optik.



## M7: Elektronenbeugung an Oberflächen (LEED)

Methoden

Methoden: M41

Lösungen: L13

Institute: I8 | I11

Kontakte: K50

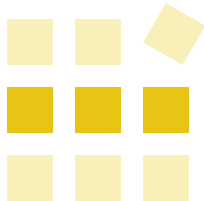
Lösungen

Elektronenbeugung | LEED | Oberflächenstruktur | Ultrahochvakuum

Institute

Kontakte

Index



## Methoden

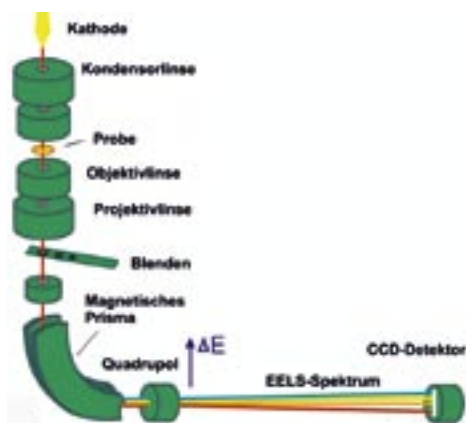
### M8: Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS)

#### M8: Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS)

Seit einigen Jahren werden Transmissions-elektronenmikroskope mit analytischen Zusatz-einrichtungen ausgerüstet, die es ermöglichen die lokale chemische Zusammensetzung der Probe zu bestimmen. Besonders gut ist dafür die Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS) geeignet, mit der chemische Elemente in sehr kleinen Probenbereichen bis zu einem Nanometer analysiert werden können [1]. Hochenergetische Elektronen mit einer Beschleunigungsspannung von 100.000 bis 300.000 Volt können sehr dünne Proben (<100 nm) durchstrahlen und verlieren aufgrund der inelastischen Streuung an den in der Probe enthaltenen Atomen Energie. Für die Messung dieser inelastisch gestreuten Elektronen muss das TEM mit einem Energieverlustspektrometer ausgerüstet werden. Im Magnetfeld des Spektrometers werden Elektronen in Bezug auf ihre Energieverluste aufgetrennt, das Spektrum wird mittels magnetischer Linsen vergrößert und auf einen CCD-Detektor projiziert (Abb. 1).

Die EELS-Spektroskopie ermöglicht die Analyse der Elemente von Li bis U, wobei anzumerken ist, dass vor allem die leichten Elemente, Übergangsmetallelemente und die Seltenerdelemente mit hoher Effizienz detektiert werden können. H, He und einige schwerere Elemente von Rh bis Bi sind dagegen nicht immer leicht nachzuweisen. Insbesondere bei schweren Elementen sollte für die Analytik dünner Schichten die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS) als ergänzende Methode herangezogen werden. Elemente können im EELS-Spektrum eindeutig identifiziert werden, da

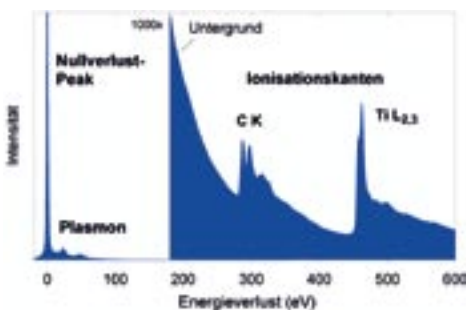
die hochenergetischen Elektronen beim Durchgang durch die Probe einzelne Atome ionisieren, indem sie Innerschalenelektronen herausschlagen und auf unbesetzte Energieniveaus anheben. Im Spektrum (s. Abb. 2) erscheint dann die für ein Element spezifische Ionisationskante, die auf einem teilweise sehr hohen Untergrund sitzen kann, weswegen die sorgfältige Optimierung des Signal-Untergrund-Verhältnisses durch die Auswahl geeigneter experimenteller Bedingungen eine wesentliche Voraussetzung für die Aufnahme aussagekräftiger EELS-Spektren darstellt. Die Intensitäten der Ionisationskanten ermöglichen die quantitative Analyse der Probe mit einer Genauigkeit von einigen Prozent. Die Nachweisempfindlichkeit hängt sehr stark von der chemischen Zusammensetzung der Matrix und der Probendicke ab. Typische Werte liegen im



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung eines Transmissionselektronenmikroskops mit EELS-Spektrometer.

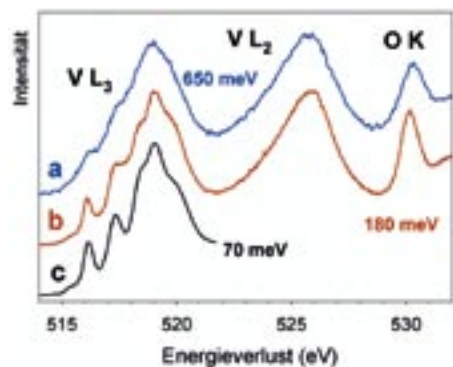
## M8: Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS)

Bereich von 0,1 bis 1 at%, in besonderen Fällen konnten sogar einige ppm (z.B. La in Glasmatrix) nachgewiesen werden. Zusätzlich besitzen die Ionisationskanten eine Feinstruktur, die Rückschlüsse auf den chemischen Bindungszustand des angeregten Atoms ermöglicht. Die Feinstrukturen werden willkürlich in zwei Teile unterteilt: Der Nahkantenbereich (ELNES = Energy-Loss Near Edge Fine Structure) und der kantenferne EXELFS-Bereich (Extended Energy-Loss Fine Structure) können für die Bestimmung elektronischer Zustände, Koordinationszahlen, Oxidationsstufen und der Bindungsabstände herangezogen werden. Durch den Einbau eines Monochromators in die elektronenoptische Säule des TEM kann die Energieauflösung auf unter 0,2 eV reduziert und damit auch der Informationsgehalt des EELS-Spektrums wesentlich erweitert werden (Abb. 3) [2].



**Abbildung 2:** EELS-Spektrum von Titankarbid (Probendicke 20 nm, aufgenommen mit 200 kV).

Der Niederverlustbereich des Spektrums (< 50 eV) rührt von inelastischen Wechselwirkungen mit Elektronen in äußeren Energieniveaus bzw. dem Valenzband- und Leitfähigkeitsband her und liefert damit Informationen über die elektronischen und physikalischen Eigenschaften der Probe. Neben der Anregung von kollektiven Schwingungen bei Metallen (Plasmonen) können auch Intra- und Interband-Übergänge sowie die Bandlücke bei Halbleitern gemessen werden. Das Niederverlustspektrum kann mit der dielektrischen Funktion beschrieben werden, deren Imaginärteil die „Absorption“ repräsentiert. Damit können Korrelationen zwischen EELS-Spektroskopie und optischen Materialkonstanten wie Brechungsindex und Absorptionskoeffizient hergestellt werden.



**Abbildung 3:** EELS-Spektren eines V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Einkristalls (100 nm Durchmesser); a. EELS mit konventionellem TEM-EELS-System; b. EELS mit Monochromator-TEM-EELS-System und mit unterschiedlicher Energieauflösung und c. Röntgenabsorptionsspektrum aufgenommen mit Synchrotronstrahlung.

## M8: Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS)

Zusammenfassend ist darauf hinzuweisen, dass der große Vorteil der EELS-Spektroskopie in der exzellenten Ortsauflösung liegt, die bei sehr dünnen Proben im Wesentlichen nur vom Durchmesser des Elektronenstrahls abhängt. Ist das TEM mit einer Feldemissionskathode ausgerüstet, können sogar Probenbereiche, die zwischen 1 und 2 nm liegen, mit EELS analysiert werden. Aus diesem Grund wurde die EELS-Spektroskopie bereits bei vielen materialwissenschaftlichen und biologischen Problemstellungen erfolgreich eingesetzt, z.B. Korngrenzen und Sekundärphasen in Stählen und Legierungen, Werkstoffbeschichtungen, Halbleiterbauelementen, Keramiken, Magnetwerkstoffen, Hartmetallen, Katalysatoren, Biomaterialien und biologischem Gewebe.

### Literatur:

- [1] **R. F. Egerton** (1996) „*Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope*“. 2. Auflage. Plenum Press, New York. 485 Seiten.
- [2] **C. Mitterbauer, G. Kothleitner, W. Grogger, H. Zandbergen, B. Freitag, P. Tiemeijer, F. Hofer** (2003) „*Electron Energy-Loss Near Edge Structures of 3d Transition Metal Oxides Recorded at High Energy Resolution*“. *Ultramicroscopy* 96, 469–80.

**Ferdinand Hofer, Gerald Kothleitner**

Technische Universität Graz

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

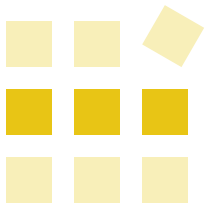
Methoden: M2 | M10 | M11 | M30

Lösungen: L39

Institute: I4

Kontakte: K14 | K21

dielektrische Funktion | EELS | Elektronenenergieverlustspektroskopie | optische Konstanten  
TEM | Transmissionselektronenmikroskopie



## Methoden

### M9: Ellipsometrie

## M9: Ellipsometrie

### Einsatzbereich und Genauigkeit des Verfahrens

Die Ellipsometrie ist ein optisches Messverfahren, das die berührungslose Bestimmung von optischen Konstanten (Brechungsindex und Absorptionskoeffizient) und Schichtdicken von Dünnschichten und Dünnschichtsystemen erlaubt. Das Verfahren bietet – abhängig von den zur Verfügung stehenden Wellenlängen und der Qualität der untersuchten Schichten – eine Dickenauflösung bis hinunter in den Nanometerbereich. Der Bereich untersuchbarer Schichten reicht von wenigen Nanometern bis zu einigen zehn Mikrometern (in speziellen Fällen auch darüber hinaus). Im Bereich von 100 nm aufwärts können Brechzahl und Dicke simultan bestimmt werden, darunter verhindert die zunehmende Parameterkorrelation zwischen den beiden Größen (verschiedene Wertepaare liefern „gleich gute“ Werte) eindeutige Lösungen. Zu großen Dicken hin besteht abermals die Möglichkeit der Mehrdeutigkeit nahe beieinander liegender Lösungen, hier kann allerdings durch bekannte Dispersionsrelationen von Materialien u. U. Abhilfe geschaffen werden. Die Genauigkeit der Brechungsindexbestimmung hängt wiederum von der Schichtgüte und anderen Einflussfaktoren ab, gute Instrumente erreichen etwa  $10^{-3}$ . Voraussetzung für die Möglichkeit der Dickenbestimmung ist die hinreichende Transparenz der untersuchten Schichten für die verwendeten Wellenlängen, zumindest der erste von der Unterseite reflektierte Teilstrahl muss mit dem an der Schichtoberseite reflektierten Teilstrahl zur Interferenz kommen können.

### Bauformen

Ellipsometer werden heute von einigen Firmen in verschiedenen Bauformen angeboten, wobei i. A. in Reflexionsgeometrie gearbeitet wird. Es existieren aber auch Geräte, die sowohl in Reflexion als auch in Transmission messen können, allerdings ist dabei eine vertikale Lage der Proben in Kauf zu nehmen. Der meistverwendete Spektralbereich ist der Bereich des sichtbaren Lichts (VIS) von etwa 400 bis 800 nm. Die in diesem Bereich arbeitenden Geräte (Lichtquelle i. A. Xenon-Hochdrucklampe) reichen zumeist in den ultravioletten Bereich (UV) bis zu etwa 300 oder 250 nm hinein. Für die Verwendung noch kleinerer Wellenlängen (bis zu etwa 140 nm) muss aufgrund von Wasserdampf- und Sauerstoff-Absorptionen der Luft mit trockenem Stickstoff gespült werden, als Lichtquellen werden Deuterium-Lampen verwendet. Bis in den Bereich des nahen Infrarot (etwa 2  $\mu\text{m}$ ) können dispersiv arbeitende Ellipsometer (mit entsprechend infrarot-empfindlichen Detektoren) eingesetzt werden, für größere Wellenlängen bis etwa 30  $\mu\text{m}$  werden Fourier-Transformations-Ellipsometer eingesetzt.

Grundsätzlich sind – auch abhängig vom verwendeten Wellenlängenbereich – Bauformen mit unterschiedlichem optischem Design im Einsatz: Ellipsometer mit rotierendem Analysator oder Polarisator (RAE oder RPE), Geräte mit rotierendem Kompensator (RCE) sowie Null-Ellipsometer.

## M9: Ellipsometrie

### Prinzip des Verfahrens

Die Probe wird mit einem parallelen Lichtstrahl mit definierter Polarisation beleuchtet und das von der Probe reflektierte (oder durch sie transmittierte) Licht auf einem Detektor aufgefangen (Abb. 1). Im Strahlengang befinden sich zumindest zwei Polarisatoren, einer vor der Probe, der zweite vor dem Detektor (Analytator).

Bei RAE-Geräten wird der Polarisator fix gehalten, während der Analytator mit konstanter Winkelgeschwindigkeit rotiert und so auf dem Detektor ein zeitperiodisches Signal erzeugt wird, dessen Fourier-Transformierte zur Generierung der Messwerte herangezogen wird (bei RPE rotiert der Polarisator während der Analytator feststeht, bei RCE stehen Polarisator und Analytator fest, ein im Strahlengang befindlicher Phasenkompensator (vgl. weiter unten) „rotiert“). Es sei die einfallende Strahlung linear polarisiert, mit einem bestimmten Winkel des elektrischen Feldvektors ( $\mathbf{E}$ ) zur aus dem Einfallslot und dem Strahlvektor gebildeten Einfallsebene (s. Abb. 1). Die Strahlung besitzt also eine in der Einfallsebene liegende ( $p$ )-Komponente und eine dazu senkrechte ( $s$ ). Bei der Reflexion an der Probe werden nun diese beiden Komponenten der Strahlung i. A. mit unterschiedlichen Amplituden und Phasen reflektiert, sodass die nach der Reflexion auf den Analytator auftreffende Strahlung i. A.

elliptisch polarisiert ist (Abb. 1). Achsenverhältnis und Lage der Achsen in Bezug auf ein Laborkoordinatensystem (Abb. 2) sind durch die Reflexion an der Probe eindeutig mit der Polarisation des einfallenden Strahles verknüpft, somit kann das komplexe Verhältnis der aus der Maxwell'schen Elektrodynamik folgenden Fresnel-Koeffizienten für  $p$ - und  $s$ -polarisierte Strahlung berechnet werden:

$$\begin{array}{ll} \text{einfallend} & \text{reflektiert} \\ E_p^e = E_{p0}^e \cos(\omega t) & E_p = E_{p0} \cos(\omega t + \Delta_p) \\ E_s^e = E_{s0}^e \cos(\omega t) & E_s = E_{s0} \cos(\omega t + \Delta_s) \end{array}$$

Die Form der Polarisationsellipse und die Neigung  $\phi$  ihrer Achsen ( $\phi, \pi$ ) der Ellipse gegen die des Laborkoordinatensystems ( $\mathbf{s}, \mathbf{p}$ ) sind durch die Amplituden der elektrischen Feldvektoren und deren Phasenverschiebung  $\phi$  bestimmt:

$$\left(\frac{E_s}{E_{s0}}\right)^2 + \left(\frac{E_p}{E_{p0}}\right)^2 - 2 \frac{E_s}{E_{s0}} \frac{E_p}{E_{p0}} \cos \Delta = \sin^2 \Delta$$

$$\phi = \frac{1}{2} \tan^{-1} \left( 2 \frac{E_{p0} / E_{s0}}{1 - (E_{p0} / E_{s0})^2} \cos \Delta \right)$$

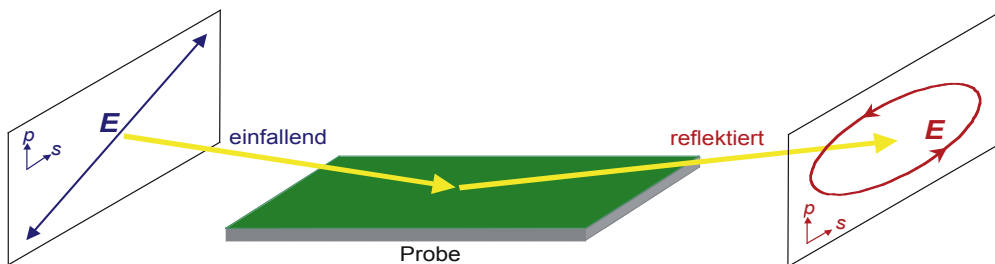


Abbildung 1: Prinzip der Ellipsometrie (in Reflexionsgeometrie).

## M9: Ellipsometrie

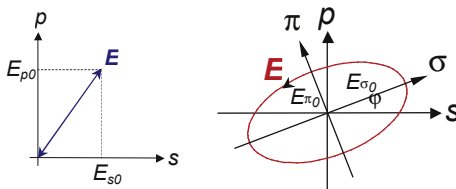
Für RAE folgen aus dem zeitperiodischen Signal  $I(t)$  am Detektor ( $\alpha$  ist der Azimutwinkel des Analysators)

$$I(t) = \text{const} \cdot (1 + a \cdot \cos[2\alpha_a(t)] + b \cdot \sin[2\alpha_a(t)])$$

nach der Fourier-Transformation die Koeffizienten  $a$  und  $b$  und aus diesen letztlich das gesuchte Verhältnis der Fresnel-Koeffizienten  $r_p$  und  $r_s$  für die  $p$ - und  $s$ -polarisierten Komponenten der Strahlung (wobei  $\alpha_p$  den bekannten Azimutwinkel des Polarisators,  $T_c$  die Transmission und  $\Delta_c$  die Phasenverschiebung eines ev. im Strahlengang befindlichen Kompensators [zur Erzeugung von einfallendem Licht mit beliebiger elliptischer Polarisation] bedeuten):

$$\frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{1 + a}{b \pm \sqrt{1 - a^2 - b^2}} \cdot \frac{T_c e^{i\Delta_c} \tan \alpha_p}{1 - T_c e^{i\Delta_c} \tan \alpha_p}$$

Für die Ellipsometer anderen Typs existieren ähnliche Zusammenhänge. In der Ellipsometrie ist es üblich, das komplexe Verhältnis der Fresnel-Koeffizienten in der Form  $\tan \psi \cdot \exp(i\Delta)$  zu schreiben. Um aus diesem Verhältnis optische Konstanten und Schichtdicken berechnen zu können, muss ein elektrodynamisches Modell des untersuchten Schichtsystems verfügbar sein, das den Zusammenhang zwischen einfallender und reflektierter Strahlung herstellt. Hier wird i. A. der auf Abelès



**Abbildung 2:** Linear polarisiertes Licht vor, elliptisch polarisiertes Licht nach der Reflexion an der Probe.

(1950) zurückgehende Matrixformalismus kombiniert mit dem Jones-Matrix-Formalismus verwendet. Heutige Ellipsometer bieten für die mit dem elektrodynamischen Modell durchzuführenden Rechnungen bzw. Anpassungen an die Messwerte zumeist sehr ausgereifte Software an.

Die Auswertung verläuft grundsätzlich so, dass Startwerte für die zu eruierten Größen vorgegeben werden und das Programm einen Least-Square-Fit mittels entsprechender Algorithmen (z.B. Levenberg-Marquardt) durchführt.

### Modellerweiterungen

Zunächst bietet die elektrodynamische Modellrechnung die grundsätzliche Möglichkeit, das reale Schichtsystem als System mit glatten Grenzflächen zu beschreiben, wobei die optischen Konstanten innerhalb der Schichten als homogen angenommen werden. Meist existieren im Realsystem mehr oder minder starke Abweichungen von diesem Idealzustand, die einen erheblichen Einfluss auf die Messresultate haben können. Als wichtigste seien Inhomogenitäten der Schichtdicke innerhalb des optischen Messspots, Wölbungen der Oberfläche, Gradienten der optischen Konstanten in Schichtnormalenrichtung, Oberflächen- bzw. Grenzflächenrauigkeiten sowie partielle Belegungen der Oberflächen mit anderem Material genannt. Weiters können inkohärente Reflexionen von der Substratrückseite (im Falle von dessen Transparenz) negativen Einfluss auf die Genauigkeit der Messung haben. Die eben genannten Faktoren lassen sich ebenso wie solche, die geräteseitige Abweichungen vom „optischen Idealzustand“ darstellen (z.B. endliche spektrale Breite der Strahlung), in das optische Modell der Probe mit aufnehmen. Es ist leicht einzusehen, dass unbekannte Nichtidealitäten zu Unsicherheiten der Interpretation der Messwerte

## M9: Ellipsometrie

führen können, sodass ergänzende Messungen mit anderen Methoden (z.B. Bestimmung der Oberflächenrauigkeit mittels Atomkraftmikroskopie) auf jeden Fall sinnvoll sind.

### Einsatzmöglichkeiten

Ellipsometrie wird überall dort zweckmäßig eingesetzt, wo die schnelle und berührungslose Untersuchung von Dünnschichtsystemen und Oberflächen notwendig ist. Natürlich können auch – sofern entsprechende quantitative Beziehungen bekannt sind – alle Materialeigenschaften, die den Brechungsindex bzw. die dielektrische Funktion bestimmen, wie z.B. Legierungszusammensetzungen, ellipsometrisch ermittelt werden. Grundsätzlich können alle Materialklassen, von Dielektrika über Halbleiter und Metalle bis hin zu organischen Systemen untersucht werden. Beispielhaft seien Untersuchungen

- ◆ an Halbleitern (Silizium und Siliziumoxide sowie Nitride und Oxinitride, Poly-Silizium, Verbindungshalbleiter, Dotierkonzentrationen und Dotierprofile, Schichtdicken von epitaktisch gewachsenen Layern, Gehalt von Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff und Wasser in Oxid- und Nitrid-Dünnschichten, Phononenabsorption)
- ◆ im Bereich der optischen Technologie (high-/low-n-Mehrschichtsysteme, Leuchtdioden, elektrochrome und photochrome Strukturen, Antireflexionsbeschichtungen, Schutzbeschichtungen, Phasenschiebestrukturen, Doppelbrechung, Absorptionen molekularer Bindungen in organischen Dünnschichten)

- ◆ im Bereich der Flachbildschirmtechnologie (leitende transparente Oxide [z.B. ITO], flüssigkristalline Systeme, Farbfilter, Alkalihalogenide, Polyimide, Lacke, Kristallinität von Poly-Silizium)
- ◆ im Bereich der Lithographie (Photolacke, Masken, Beschichtung von Stepper-Optiken, Immersionsflüssigkeiten, Abziehemulsions-schichten)
- ◆ in der Chemie (Langmuir-Blodgett-Filme, self-assembled monolayers, frei stehende Polymersubstrate [z.B. PET, Polyimide, Teflon, Polycarbonate, Polystyrol])
- ◆ im Bereich der Datenspeicherung (Aluminiumoxid, diamond-like carbon [DLC], Metallfilme, Tantaloxid, magneto-optische Materialien)
- ◆ sowie in-situ-Anwendungen verschiedenster Art (Molekularstrahlepitaxie, Sputtern, Elektronenstrahlverdampfen, CVD und PVD, reaktives Ionenätzen, Elektrochemie)

genannt.

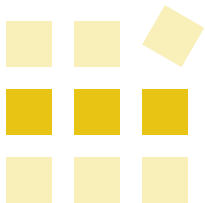
**Georg Jakopic**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik

Methoden:	—
Lösungen:	L5
Institute:	I10
Kontakte:	K16

Absorptionskoeffizient | Anisotropie | Brechungsindex | Dickenbestimmung  
dielektrische Funktion | Dünnschichten | Ellipsometrie | optische Konstanten  
Schichtwachstum | VASE





## Methoden

### M10: Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS)

#### M10: Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS) im Transmissionselektronenmikroskop

Zusätzlich zu seiner rein abbildenden Funktion kann ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) auch als analytisches Werkzeug zur Charakterisierung von Festkörpern eingesetzt werden (analytisches TEM, AEM). Hier sind vor allem die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS) und die Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS) wichtig. Mit Hilfe dieser Methoden werden die durch den Elektronenbeschuss der Probe entstehenden Signale zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung verwendet. Beide Methoden ergänzen sich in vielen Fällen, wobei der Hauptanwendungsbereich von EDXS im Bereich der Elemente mittlerer und hoher Ordnungszahlen liegt, und EELS die leichten Elemente abdeckt und zusätzliche Information zur chemischen Bindung der Atome in der Probe liefert.

Durch den Beschuss der Probe mit hochenergetischen Elektronen im TEM können beim Durchgang dieser Elektronen durch die Probe Atome ionisiert werden. Fällt ein in einer inneren Schale ionisiertes Atom in den Grundzustand zurück, wird die Leerstelle durch ein äußeres Elektron wieder gefüllt. Dabei wird die Energiedifferenz zwischen dem angeregten Zustand und dem Grundzustand des Atoms entweder an ein Hüllenelektron abgegeben, das als Auger-Elektron den Atomverband verlässt, oder als Photon freigesetzt (charakteristische Röntgenstrahlung, mit EDXS registrierbar). Während Auger-Elektronen im TEM i. A. nicht untersucht werden, bieten die Röntgenquanten eine leicht zugängliche Informationsquelle.

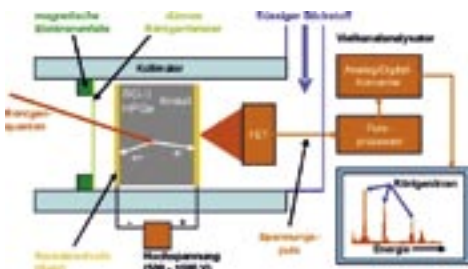
	Si(Li)	HPGe
mittlere Energie zur Erzeugung eines Ladungsträgerpaares	3,86 eV	2,98 eV
Energieauflösung (Mn-K <sub>α</sub> )	130–150 eV	115–135 eV
Detektorfenster (Beispiele)		
Beryllium	ab ${}_{11}\text{Na}$ ( $\geq 1$ keV)	ab ${}_{11}\text{Na}$ ( $\geq 1$ keV)
ultradünnes Polymerfenster	ab ${}_{5}\text{B}$ ( $\geq 0,2$ keV)	ab ${}_{5}\text{B}$ ( $\geq 0,2$ keV)
Detektionsbereich	$\leq 30$ keV	$\leq 120$ keV

**Tabelle 1:** Einige typische Kenndaten von EDX-Detektoren für TEM.

# M10: Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS)

## Detektion von Röntgenquanten

Als Röntgendetektoren für das TEM werden vorwiegend Halbleiterdetektoren aus Silizium (Si(Li)-Detektor) oder Germanium (HPGe-Detektor) eingesetzt (Abb. 1). Diese halbleitenden Materialien sind indirekte Halbleiter und besitzen ein voll besetztes Valenzband und ein weitgehend unbesetztes Leitungsband. Einfallende Röntgenstrahlung kann Elektronen aus dem Valenz- in das Leitungsband anheben und dadurch die Leitfähigkeit des Halbleiters erhöhen (innerer photoelektrischer Effekt, Photoleitung). Legt man eine Spannung an den Halbleiter, so werden die so entstandenen freien Ladungsträgerpaare getrennt und wandern zu den Elektroden (Stromimpuls). Dieses Signal wird verstärkt, digitalisiert und in einem Spektrum angezeigt. Tab.1 zeigt typische Kenndaten von EDX-Detektoren.

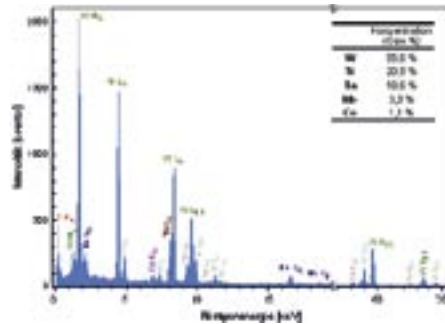


**Abbildung 1:** Aufbau eines Halbleiter-Röntgendetektors (schematisch).

## Informationsgehalt eines EDX-Spektrums

Im EDX-Spektrum sind die charakteristische Röntgenstrahlung (Röntgenlinien oder -peaks), sowie unspezifische Bremsstrahlung (Untergrund) sichtbar (Abb. 2). Mit Hilfe der Position der Röntgenlinien im Spektrum lassen sich eindeutig und rasch die in der Probe enthaltenen Elemente identifizieren (qualitative Analyse) und über die Anzahl der detektierten Röntgenquanten (= Intensität) Rückschlüsse auf die Konzentrationen der betreffenden Elemente ziehen (quantitative Analyse). Je nach Durchmesser des einfallenden Elektronenstrahls können Probenstellen im Bereich von 1 nm bis einige µm chemisch analysiert werden.

Abb. 2 zeigt ein Röntgenspektrum einer Hartmetallprobe, das mit einem HPGe-Röntgendetektor aufgenommen wurde. In diesem Spektrum sind die Röntgenlinien von Kohlenstoff (0,282 keV) bis Wolfram (69,09 keV) zu sehen.



**Abbildung 2:** Röntgenspektrum einer Hartmetallprobe (HPGe-Detektor mit ultradünnem Fenster); Inset: Quantifizierung der Elemente W, Ti, Ta, Nb und Co.

## M10: Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDXS)

Die Quantifizierung eines Röntgenspektrums (Abb.2, Insert) kann typischerweise mit einer Genauigkeit von wenigen Prozent durchgeführt werden, was wesentlich vom analysierten Element abhängt. Auch für die Nachweisempfindlichkeit lässt sich kein einzelner Wert angeben, da diese von unterschiedlichen Faktoren bestimmt wird (Messzeit, analysiertes Element, Probenzusammensetzung). In den meisten Fällen können Elemente bis in den Bereich von 0,1 bis 1 Gewichts-% nachgewiesen werden; unter besonderen Bedingungen kann die Nachweisempfindlichkeit bis in den 100 ppm-Bereich gedrückt werden.

**Werner Grogger, Ferdinand Hofer**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

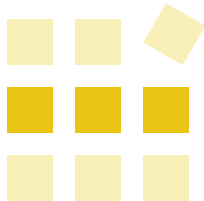
Methoden: M2 | M8 | M30

Lösungen: —

Institute: I4 | I3

Kontakte: K12

EDX | EDXS | Energiedispersive Röntgenspektroskopie | Röntgenspektroskopie  
Transmissionselektronenmikroskopie



## Methoden

### M11: Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie

#### M11: Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie (EFTEM)

Durch Kombination eines Transmissionselektronenmikroskops (TEM) mit einem abbildenden Energiefilter entsteht das Energiefilterungs-TEM, kurz EFTEM, mit dem die Verteilung der chemischen Elemente in einer Probe mit hoher lateraler Auflösung gemessen werden kann. Im EFTEM wird eine dünne Probe mit hochenergetischen Elektronen bestrahlt und das vergrößerte Bild in ein magnetisches Prisma gelenkt, das die Elektronen in Bezug auf ihre Energieverluste auf trennt (EELS-Spektrum). Mit Hilfe eines energiewählenden Spalts lässt sich ein bestimmter Bereich des Spektrums auswählen und mit einer elektronenoptischen Einheit auf den CCD-Detektor lenken. Dadurch entsteht ein energiegefiltertes TEM-Bild, das nur Elektronen des im EELS-Spektrum ausgewählten Bereiches beinhaltet

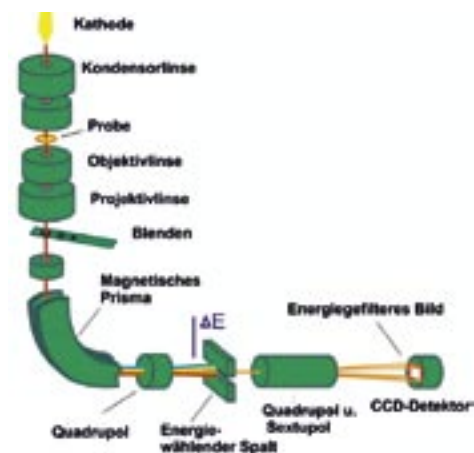


Abbildung 1: Aufbau des Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskops.

tet (Abb. 1). Das EFTEM-Bild liefert zusätzlich zur konventionellen TEM-Abbildung neue physikalische und chemische Informationen über den Aufbau von Festkörpern und biologischen Proben.

In der Praxis werden hauptsächlich die folgenden EFTEM-Methoden eingesetzt:

- ◆ Der Kontrast von TEM- und von Elektronenbeugungs-Bildern kann durch Ausfiltern der inelastisch gestreuten Elektronen wesentlich erhöht werden.
- ◆ Energiegefilterte TEM-Bilder, die aus niederenergetischen Energieverlusten gebildet werden, können bei dünnen Proben dazu genutzt werden, die Verteilung elektronischer Zustände (Plasmonen, Intra- und Interbandübergänge) in der Probe lateral aufgelöst darzustellen.
- ◆ Die derzeit wichtigste Anwendung der Energiefilterungs-TEM liegt bei der Aufnahme von Elementverteilungsbildern. Wird der energiewählende Spalt auf eine elementspezifische Ionisationskante eingestellt, kann die laterale Verteilung des entsprechenden chemischen Elementes gemessen werden. Für die Erstellung eines Elementverteilungsbildes müssen im Bereich der Ionisationskante mehrere energiegefilterte Bilder aufgenommen, um anschließend daraus den Untergrund vom eigentlichen Signal abziehen. In dünnen Proben (< 100 nm) gelingt die Aufnahme von Elementverteilungsbildern der Elemente von

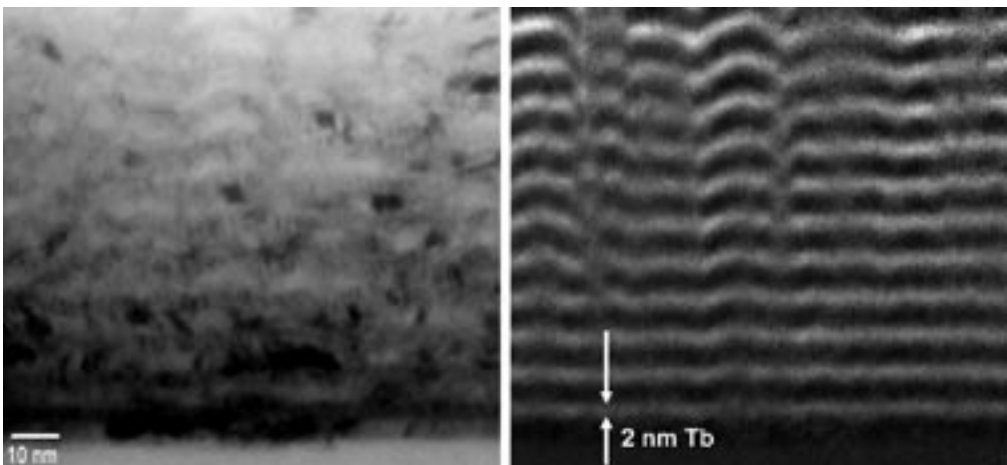
## M11: Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie

Li bis U mit einer lateralen Auflösung von etwa 1–3 Nanometern (s. Abb. 2). Mit geeigneten Auswertungsmethoden können die EFTEM-Elementverteilungsbilder auch quantitativ ausgewertet werden und damit die laterale Verteilung der Konzentration chemischer Elemente und die Verteilung chemischer Phasen abgebildet werden.

- Die Feinstrukturen der Ionisationskanten liefern auch wertvolle Information über das Bindungsverhalten des entsprechenden Elementes. Dazu muss der energiewählende Spalt auf die Feinstruktur an der Ionisationskante eingestellt werden, und damit können energiegefilterte Bilder zur Messung der lateralen Verteilung von chemischen Bindungen in dünnen Proben eingesetzt werden, z. B. für die Unterscheidung von  $sp^2$ - und  $sp^3$ -hybridisiertem Kohlenstoff in einer Diamantbeschichtung (Abb. 3).

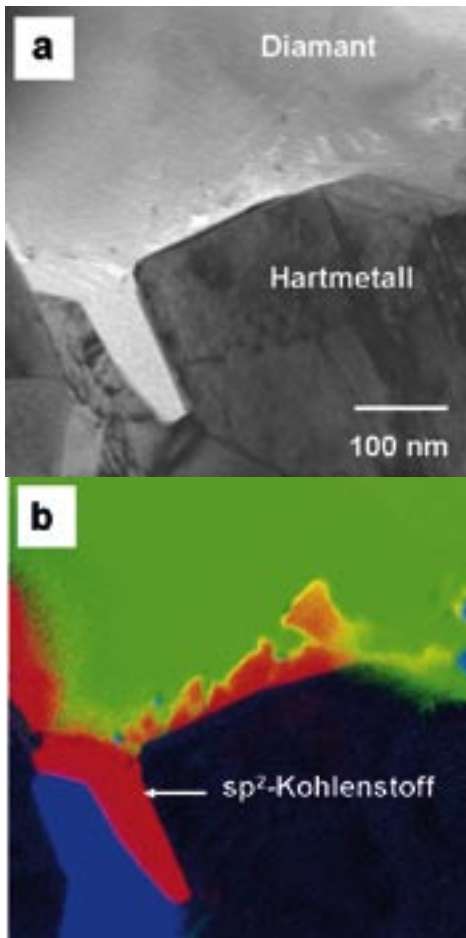
Um die Verteilung mehrerer Elemente in der Probe darzustellen, weist man einzelnen Elementverteilungsbildern die Farben Rot-Grün-Blau zu und überlagert die eingefärbten Aufnahmen in einem RGB-Bild. Neben dieser einfachen, auf 3 Elemente beschränkten Methode werden in steigendem Ausmaß moderne Methoden der Bildverarbeitung und Bildkorrelation eingesetzt, die es erlauben eine größere Anzahl von Elementverteilungen zu korrelieren. Neue am Institut entwickelte Methoden erlauben die Aufnahme von vollständigen EFTEM-Spektrenbildern (Spectrum Images) über weite Bereiche des EELS-Spektrums, wodurch die quantitative Auswertung in Bezug auf Element- und Phasenverteilungen wesentlich verbessert werden kann.

Die EFTEM-Methode wurde bisher für zahlreiche materialwissenschaftliche Problemstellungen erfolgreich angewendet, z. B. für die Untersuchung von Sekundärphasen, Korngrenzen in Werkstoffen, Stählen, Legierungen und Keramiken, für die Charakterisierung von Grenzflächen in Halbleitern, elektronischen Bauelementen und Katalysatoren.



**Abbildung 2:** Das Viellagensystem für magnetische Datenspeicherung besteht aus dünnen Terbium- (2 nm) und Eisenschichten (3 nm); Links: TEM-Bild im Querschnitt; Rechts: Terbium-Verteilungsbild (EFTEM) mit einer lateralen Auflösung von 1 nm.

## M11: Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie



**Abbildung 3:** Nachweis von  $sp^2$ -hybridisiertem Kohlenstoff an der Grenzfläche zwischen Diamantbeschichtung und Hartmetallsubstrat; a. TEM-Bild im Querschnitt; b. RGB-Bild von übereinandergelegten EFTEM-Verteilungsbildern; rot =  $sp^2$ -hybridisierter Kohlenstoff (graphitisierter Kohlenstoff); grün =  $sp^3$ -hybridisierter Kohlenstoff (Diamant); blau = Kobalt-Binderphase im Hartmetall.

Im Bereich der biologischen Wissenschaften konzentrierten sich die Arbeiten auf die Analytik von Elementen höherer Ordnungszahl ( $>Na$ ), z. B. Ca in biologischem Gewebe, Verteilung von P in DNA-Strängen, Drüsen in Spinnen, Feinstaub in Lungengewebe und krankhafte Veränderungen der Leber.

### Weiterführende Literatur

- [1] F. Hofer, P. Warbichler, W. Grogger (1998) „Nano-Analyse im Elektronenmikroskop“. In „Spektrum der Wissenschaften“, Oktober 1998. S. 48–54.
- [2] F. Hofer, P. Warbichler (2004) „EFTEM elemental mapping in materials science“. In „Transmission Electron Energy Loss Spectrometry in Materials Science and the EELS Atlas“. C.C. Ahn (Ed.). Wiley-VCH, Berlin. S. 181–233.

**Werner Grogger, Ferdinand Hofer**

Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

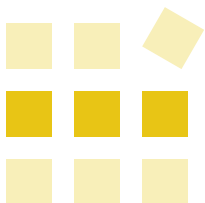
Methoden: M2 | M8 | M17

Lösungen: L4 | L39

Institute: I4

Kontakte: K12 | K21

EELS | EFTEM | Elektronenenergieverlustspektroskopie  
Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie | Mikrostrukturen  
Nanostrukturen | TEM | Transmissionselektronenmikroskopie



## Methoden

### M12: EPR-Spektroskopie (ESR-Spektroskopie)

#### M12: EPR-Spektroskopie (ESR-Spektroskopie)

Paramagnetische Spezies (Radikale, Übergangsmetallionen etc.) kommen im Zusammenhang mit zahlreichen chemischen, biochemischen und industriellen Prozessen vor. Dies können reaktive Zwischenstufen in chemischen Synthesen, aktive Spezies im Verlauf enzymatischer Prozesse oder Schlüsselverbindungen für die Funktionalität nanoskopischer Systeme wie OLEDs (Organic Light-Emitting Diodes, organische Leuchtdioden) oder leitender Polymere sein. Für die Optimierung und Nutzbarmachung solcher Reaktionen und Materialien ist es wesentlich, die Struktur der paramagnetischen Spezies zu kennen. Dies kann sehr vorteilhaft mittels der EPR (Electron Paramagnetic Resonance)-Spektroskopie (oder synonym ESR, Electron Spin Resonance) bewerkstelligt werden.

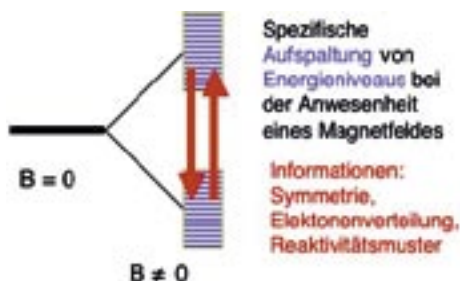


Abbildung 1: Messprinzip der EPR-Spektroskopie.

Die Methode selbst beruht darauf, dass paramagnetische Proben in der Anwesenheit eines Magnetfeldes elektromagnetische Strahlung absorbieren können (Abb. 1). Das entsprechende Analysegerät, ein EPR-Spektrometer (Abb. 2), besteht aus einem Magnet, in dem sich der Probenraum befindet (Hohlraumresonator), und der Quelle für elektromagnetische Strahlung, einer Mikrowellenbrücke.

Aus einem EPR-Spektrum (Abb. 3) und der zeitlichen Veränderung der Signale kann man die Struktur und die Reaktivität der paramagnetischen Spezies erforschen. (s. Abb. 4a, b).



Abbildung 2: EPR-Spektrometer mit Magnet, darüber die Mikrowellenbrücke und die Konsole. Im Vordergrund sieht man noch einen Nd-YAG-Laser, welcher zur Erzeugung von Radikalen benutzt werden kann.

## M12: EPR-Spektroskopie (ESR-Spektroskopie)

Für die EPR-Spektroskopie kann man die paramagnetischen Spezies mit einer breiten Vielfalt von Methoden herstellen. Hier kommen chemische Verfahren (z. B. Redox-Reaktionen, Atomabstraktion) genauso zum Einsatz wie photolytische Verfahren (Laser, Hochdrucklampen, Halogenlampen, ...) oder elektrochemische Zellen.

Die Messungen werden üblicherweise in Glas- oder Quarzröhrchen mit einem Durchmesser von 3–5 mm durchgeführt, wobei das Probenvolumen ca. 0,5 ml beträgt. Da die EPR-Spektroskopie eine sehr empfindliche Methode ist, sind in der Regel nur wenige mg der zu untersuchenden Substanz notwendig.

EPR kann auch zeitaufgelöst detektiert werden, wobei hier paramagnetische Spezies mit Lebensdauern in Nanosekundenbereich nachgewiesen werden können. Von der EPR leiten sich noch weitere Mehrfachresonanzverfahren ab, welche einen zusätzlichen Einblick in die Stoffeigenschaften erlauben (ENDOR – Electron Nuclear DOuble Resonance, TRIPLE), ferner gibt es noch gepulste Techniken und Hochfeldtechniken.

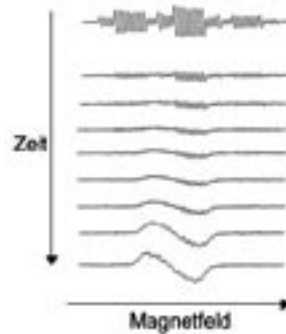


Abbildung 3: EPR-Spektrum.



## M12: EPR-Spektroskopie (ESR-Spektroskopie)

Das Einsatzgebiet der EPR-Methode reicht von der Untersuchung spezifisch generierter Radikale und Übergangsmetallkomplexe (Katalyse, Nanostrukturen) bis zur Evaluation von Antioxidantien, bestrahlter Lebensmittel, der Haltbarkeit von Polymeren, von Reaktionen an Oberflächen oder der Prüfung der Frische von Bier.

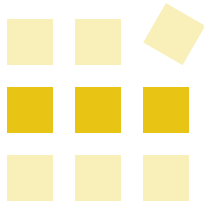
**Georg Gescheidt, Günter Grampp**

*Technische Universität Graz*

*Institut für Physikalische und Theoretische Chemie*

Methoden:	—
Lösungen:	L14   L15
Institute:	I13
Kontakte:	K8   K11

Elektronenübertragung | ENDOR | EPR | ESR | Katalyse | Paramagnetische Spezies | Radikale



## Methoden

### M13: Focused Ion Beam (FIB)

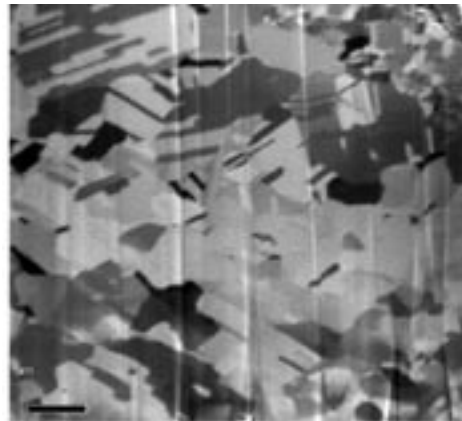
#### M13: Focused Ion Beam (FIB)

Die Verwendung fokussierter Ionen in einer Focused Ion Beam (FIB) genannten Anlage bietet weitreichende Möglichkeiten zur Materialbearbeitung und -beobachtung. Der generelle Aufbau eines FIB-Systems ähnelt dem eines Rasterelektronenmikroskops (REM), unterscheidet sich jedoch in einigen wesentlichen Punkten. Anstelle von Elektronen werden Ionen aus einer Flüssigmetallionenquelle auf die Probe fokussiert. Diese Quelle besteht zumeist aus einer mit flüssigem Gallium benetzten Wolframspitze, aus der durch Anlegen einer Hochspannung Gallium verdampft und ionisiert wird. Die Ionen werden anschließend auf typischerweise 5–30 keV beschleunigt und über ein elektrostatisches Linsensystem auf die Probe fokussiert. Mittels Ablenkspulen kann dieser Strahl dann bei einem Vakuum von  $\sim 10^{-6}$  mbar über die Probenoberfläche gerastert werden.

Die auf der Probenoberfläche einschlagenden Ionen wechselwirken in vielerlei Hinsicht mit dem Probenmaterial. Für die Bildgenerierung sind die entstehenden Sekundärteilchen (Sekundärelektronen und -ionen) wichtig, welche über verschiedene Detektoren zur Bildaufnahme genützt werden können. Vor allem bei Proben mit Gefügestruktur oder bei polykristallinen Proben kann hierbei der „Channeling“-Effekt der Ionen ausgenützt werden. Dieser liefert einen starken, von der Kristallorientierung abhängigen Bildkontrast (s. Abb. 1). Die schweren energiereichen Galliumionen übertragen beim Auftreffen auf die Probenoberfläche aber auch genügend Energie, um Probenmaterial (Neutralteilchen und Ionen) aus der Probe herauszuschlagen (Sputtern, engl. „sputtering“). Dieser Prozess bildet

die Grundlage für die Materialbearbeitung mit dem fokussierten Ionenstrahl. Grundsätzlich lässt sich beliebiges Material mit dem Ionenstrahl bearbeiten, allerdings gibt es probenabhängige Unterschiede hinsichtlich Schädigung, Abtragraten usw.

Mittels eines mechanischen Blendensystems kann der Strahldurchmesser bei einem modernen FIB-Gerät über weite Bereiche von typischerweise 500 nm–7 nm, und der Ionenstrahlstrom von 20 nA–1 pA variiert werden. Während kleine Strahlströme bis 1 nA zur Bildaufnahme und zur präzisen Nano-Materialbearbeitung genutzt werden, sind Strahlströme  $>1$  nA zum raschen Abtrag größerer Probenvolumina geeignet.



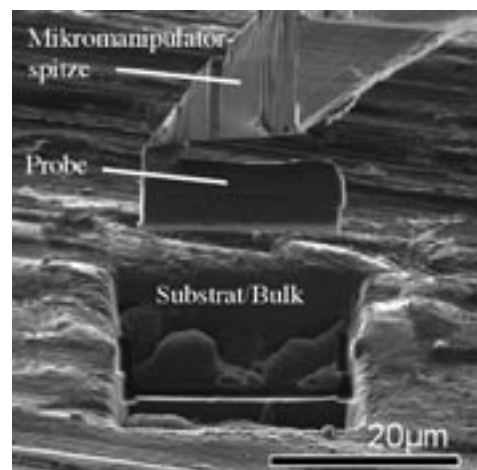
**Abbildung 1:** Channeling-Kontrast. Ioneninduziertes Sekundärelektronenbild (SE-Bild) eines Cu-Kristallgefüges. Das Channeling der  $\text{Ga}^+$ -Ionen verursacht einen starken Orientierungskontrast der individuellen Kristallite.

## M13: Focused Ion Beam (FIB)

Weiters bieten derartige Systeme die Möglichkeit zum gasunterstützten Ätzen sowie zur Materialabscheidung über die Einbringung entsprechender chemischer Verbindungen durch Gaseinlasssysteme. Beispielhaft seien hier Iod für das vorrangige Ätzen von Metallen, Xenondifluorid für selektives Ätzen von Isolatoren/Halbleitern (z. B. Si oder SiO<sub>2</sub>) sowie Cyclopentadienyltrimethylplatin zur Platin-Abscheidung genannt. Die chemische Reaktion des Gases mit der Probe findet dabei fast ausschließlich in dem vom Ionenstrahl abgerasterten Bereich statt und ist somit sehr ortsspezifisch, was die Methode von anderen Verfahren wie z. B. Ionen- oder Plasmaätzen unterscheidet. Ein typisches Anwendungsbeispiel ist die Kombination von selektivem Ätzen und anschließender Abscheidung von leitfähigem Platin für die Modifikation von Halbleiterbauelementen.

In den letzten Jahren ist die FIB-Technik auch immer stärker als Präparationsmethode für transmissionselektronenmikroskopische Proben (TEM) zum Einsatz gelangt (s. Abb. 2). Der Vorteil gegenüber herkömmlichen Präparationstechniken liegt vor allem in der Möglichkeit der zielgenauen Präparation zu untersuchender Probenbereiche und der vergleichsweise kurzen Präparationsdauer. So können z. B. einzelne Materialdefekte oder Einschlüsse in Proben für eine weiterführende Untersuchung mittels analytischer TEM zielgenau präpariert werden.

Die kommerzielle Einführung von Zweistrahlgeräten, welche die Funktionalitäten von Rasterelektronenmikroskop und fokussiertem Ionenstrahl in einem System vereinen, hat das Spektrum an Möglichkeiten für die Probenpräparation beträchtlich erweitert. Als Beispiele seien hier die nahezu zerstörungsfreie Beobachtung der Probe während der Bearbeitung mit dem Ionenstrahl oder der In-situ-Transfer von TEM-Proben vom Substrat an einen TEM-Probenträger mittels Mikromanipulator angeführt. Speziell die Möglichkeit in situ, also noch in der FIB-Anlage, Proben manipulieren zu können erweist sich hier als wesentlicher Vorteil, um Probenverluste zu vermeiden (Abb. 2).



**Abbildung 2:** TEM-Zielpräparation (SE-Bild). Herausheben eines Probenstücks für nachfolgenden Transfer auf einen TEM-Probenträger mittels In-situ-Mikromanipulator. TEM-Proben kleinster Strukturen können mittels FIB zielgenau präpariert werden.

## M13: Focused Ion Beam (FIB)

### Typische Anwendungsbeispiele:

- ◆ Präparation und Untersuchung von Querschnitten
- ◆ Zielgenaue Präparation von TEM-Proben
- ◆ Schaltkreismodifikation von Halbleiterbauelementen
- ◆ Nanostrukturierung, Mikrostrukturierung

### Anforderungen:

- ◆ Probe sollte elektrisch leitend und vakuumverträglich sein
- ◆ Größe des zu untersuchenden Bereichs vorzugsweise <20 µm

### Weiterführende Literatur

- [1] **J. Orloff, M. Utlaut, L. Swanson** (2003)  
„High Resolution Focused Ion Beams: FIB and Its Applications“. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York. 303 Seiten.

**Michael Rogers, Gerald Kothleitner**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

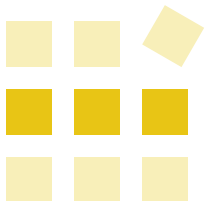
Methoden: M26 | M27

Lösungen: L10 | L17 | L30 | L34

Institute: I4 | I3

Kontakte: K47 | K21

FIB | Focused Ion Beam | Halbleitermodifikation | Mikrostrukturierung | Nanostrukturierung  
Probenpräparation | TEM-Probenpräparation



## Methoden

### M14: HECUS System-3

#### M14: HECUS System-3 – Das Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelsystem

Die neue Produktlinie HECUS System-3 ist das derzeit einzige automatisierte System für simultane Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelmessungen. Die Automatisierung erlaubt unbeaufsichtigte Messserien unter Temperaturkontrolle und Zeitauflösungen im Sekundenbereich, z.B. für die Verfolgung von Reaktionen in situ. Die Integration von Optik, Probenumgebung, Detektor und Messsteuerung garantieren dabei Verlässlichkeit und vielseitige Anwendbarkeit.



**Abbildung 1:** HECUS System-3 SWAXS – Klein- und Weitwinkelkamera mit zwei linearen ortsempfindlichen Detektoren: Datenerfassung in Echtzeit.

HECUS System-3 wird als komplettes SAXS- oder SWAXS-System angeboten:

- ◆ Kamerakörper, durchgehend evakuiert (schließt den Weitwinkelbereich ein)
- ◆ Optik (Kollimator)
- ◆ Thermostatisierte Probenhalterung, angesteuert durch MTC-„Time-temperature programmer“
- ◆ TPF-„Beam stop“ und Filter
- ◆ Linearer ortsempfindlicher Detektor (2 für SWAXS)
- ◆ Alternativ SAXeye für 2D-Messungen orientierter Proben (Punktkollimation und CCD-Flächendetektor)
- ◆ Integrierte Elektronik zur Ansteuerung sämtlicher Kamera- und Generatorfunktionen



**Abbildung 2:** Rotation des Präparats mittels SpinCap-Probenhalterung: Dadurch werden Artefakte aufgrund von Sedimentation bzw. Flotation oder aufgrund von bevorzugten Orientierungen in Pulvern vermieden.

## M14: HECUS System-3

### Charakteristika

- ◆ Höchste Primärintensität bei geringstem Signal/Rauschabstand (Kratky-Optik)
- ◆ Minimaler Untergrund durch durchgehendes Vakuum vom Kollimator bis zum Detektor
- ◆ Kontrolle des Primärstrahls während der Messung durch transparenten „Beam stop“
- ◆ Echtzeit-Datenerfassung und -„Readout“
- ◆ Automatisierung/PC-Steuerung und Software für unbeaufsichtigte Messserien, Steuerung von Generator, Detektor, Temperatur, Online-Auswertung
- ◆ Möglichkeit für „High-Throughput“-Messungen
- ◆ Flexible Probenumgebung (im Vakuum und thermostatisiert): Durchflusskapillare, rotierende Probenhalterung, Pasten -/Pulverküvetten

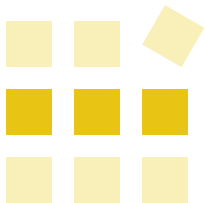
**Peter M. Abuja**  
HECUS XRS GmbH



**Abbildung 3:** Der lineare ortsempfindliche Detektor: Datenerfassung in Echtzeit, einfacher und zuverlässiger Betrieb.

Methoden:	M35   M36
Lösungen:	L9   L24
Institute:	I5
Kontakte:	K25   K26

Echtzeit-Datenerfassung | HECUS System-3 | Röntgenkleinwinkelstreuung  
Röntgenweitwinkelstreuung | SAXS | SWAXS | WAXS



## Methoden

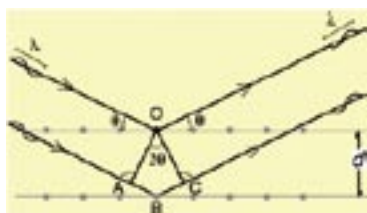
### M15: Hoch-/Tiefemperatur-Pulverdiffraktion (HT-/LT-XRD)

## M15: Hoch-/Tiefemperatur-Pulverdiffraktion (HT-XRD, LT-XRD)

### Grundlagen

Röntgendiffraktion (X-ray diffraction, XRD) ist eine seit langem etablierte Methode zur Charakterisierung der Struktur kristalliner Stoffe. Sie beruht auf der Streuung und Interferenz von Röntgenstrahlen durch periodisch angeordnete Atome und Moleküle (Kristallgitter) (s. Abb. 1).

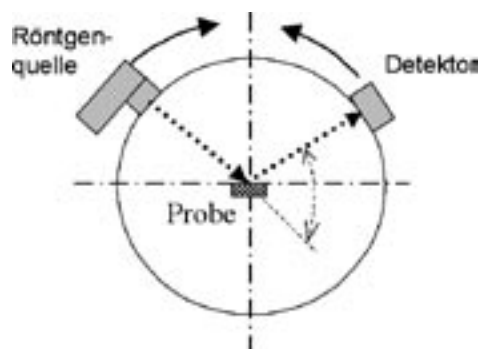
Misst man mit einem Detektor die Intensität der gestreuten Strahlung, so bekommt man Reflexe (Intensitätsmaxima) bei ganz bestimmten Winkeln ( $2\theta$ ) zwischen dem einfallenden Strahl und der Detektionsrichtung. Maßgeblich für den Winkel ist das Verhältnis zwischen Wellenlänge  $\lambda$  der Strahlung und dem Netzebenenabstand  $d$ . Kennt man Wellenlänge und Winkel, kann man daraus die Netzebenenabstände berechnen und damit die geometrische Struktur des Kristalls bestimmen.



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der Streuung an zwei Atomlagen (Netzebenen) eines 3-dimensionalen Gitters.

Betrachtet man ein einheitliches 3-dimensionales Gitter (einen Einkristall), so treten nur in ganz bestimmten Richtungen im Raum Intensitätsmaxima auf. Die Röntgendiffraktion an Einkristallen erfordert daher, dass Röntgenquelle und Detektor in allen 3 Dimensionen um die Probe bewegt werden müssen, was sehr aufwändige Messgeräte (Einkristall-Diffraktometer) erfordert.

Man kann die Messung wesentlich vereinfachen, indem man statt eines großen Einkristalls eine Probe aus vielen kleinen Kristallen verwendet. Durch die statistische Verteilung der Orientierung der einzelnen Kristallgitter werden die punktförmigen Einkristallreflexe zu kreisförmigen Intensitätsmaxima, sodass es genügt, Röntgenquelle und Detektor in einer Ebene um die Probe zu bewegen. Diese Methode wird als Pulverdiffraktion bezeichnet (s. Abb. 2).



**Abbildung 2:** Schema eines Pulverdiffraktometers.

## M15: Hoch-/Tiefemperatur-Pulverdiffraktion (HT-/LT-XRD)

Man erhält so die Intensität der gestreuten Röntgenstrahlung als Funktion des Streuwinkels  $2\theta$ , woraus man die kristalline Struktur der Probe sehr genau bestimmen kann. Da jede Substanz ein ganz charakteristisches Reflexmuster hat, kann man aus einem Pulverdiffraktogramm durch Vergleich mit archivierten Diffraktogrammen in einer Datenbank auch die chemische Zusammensetzung der Probe bestimmen (Abb. 3).

Neben Pulvern können auf diese Weise auch kompakte Proben untersucht werden, wenn sie aus sehr vielen kleinen Kristalliten aufgebaut sind wie z. B. Stähle, Sintermaterialien, etc. Über die klassische Strukturbestimmung hinaus gibt es spezielle Mess- und Auswerteverfahren, mit denen es möglich ist, Kristallitgrößen bis in den Nanometerbereich zu bestimmen, Kristalldefekte zu analysieren oder extrem dünne (Nano)Schichten zu charakterisieren (Schichtdicke, Schichtstruktur, Spannungen in der Schicht).

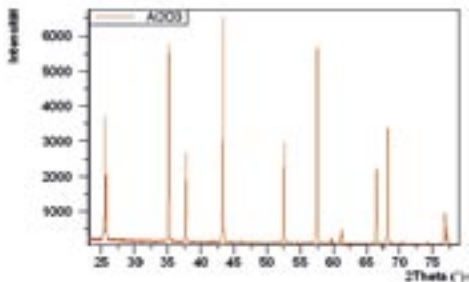


Abbildung 3: Pulver-Diffraktogramm von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### Hoch- /Tiefemperatur-Diffraktion

Im Allgemeinen besteht ein unmittelbarer Zusammenhang zwischen der Kristallstruktur einer Substanz und ihrem chemisch-physikalischen Verhalten. Viele chemische Verbindungen können je nach Umgebungsdruck, Temperatur, Feuchtegehalt etc. in verschiedenen Kristallformen vorliegen. Es ist daher von großem Interesse, die Kristallstruktur unter dem Einfluss definiert variierbarer Umgebungsbedingungen untersuchen zu können. Dazu benötigt man spezielle Probenkammern, die zwar einerseits die Probe gegen die Umgebung abkapseln, andererseits aber für den Röntgenstrahl möglichst durchlässig sind, um die Messung nicht zu behindern. Viele der interessierenden Prozesse laufen bei sehr hohen Temperaturen ab, was hohe Anforderungen an das Design und die Materialien der Probenkammer stellt.

Die Firma Anton Paar GmbH ist seit vielen Jahrzehnten führend beim Bau von Probenkammern, mit denen Proben bis -190°C gekühlt und bis 2300°C geheizt werden können.

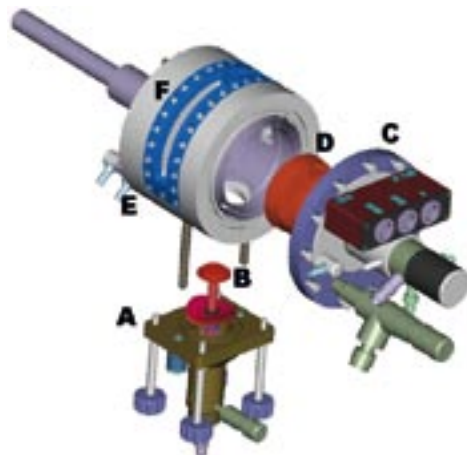


Abbildung 4: Hochtemperatur-Kammer bestehend aus Probenträger (A) mit Probenteller (B), Deckel (C) mit Heizung (D) und Gehäuse (E) mit Strahlfenster (F).



## M15: Hoch-/Tiefemperatur-Pulverdiffraktion (HT-/LT-XRD)

Neben den reinen Heiz-/Kühl-Kammern gibt es Probenkammern, in denen Proben bei hoher Temperatur während der Reaktion mit Gasen untersucht werden können, sowie Kammern zur Untersuchung von dünnen Schichten und von Texturphänomenen bei hohen/tiefen Temperaturen.

### Anwendungsbereiche

Wegen der vielfältigen Möglichkeiten, die die Röntgendiffraktion bietet, findet sie breite Anwendung in der Grundlagenforschung, in der angewandten Forschung und bei der Qualitätskontrolle in allen Bereichen der Materialforschung, in der Werkstoffindustrie und in der Pharmazie. Typische Anwendungsgebiete sind:

- ◆ Erforschung und Entwicklung neuer Werkstoffe
- ◆ Dünnschicht- und Nanostruktur-Forschung
- ◆ Untersuchung/Überwachung der Struktur und Zusammensetzung von Metallen während des Herstellungsprozesses
- ◆ Erforschung von Katalysatoren zur Verarbeitung von Erdöl und Chemikalien

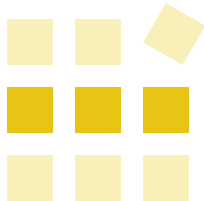
- ◆ Bestimmung der Zusammensetzung von Zementen und anderen Baustoffen
- ◆ Erforschung der Wirkung von Arznei-Substanzen in Abhängigkeit von ihrer Kristallstruktur sowie Überwachung des Herstellungs- und Alterungsprozesses
- ◆ Untersuchung dünner Schichten für Halbleiter-Bauelemente wie z.B. Leuchtdioden, schnelle Transistoren und Infrarot-Detektoren

**Christian Resch, Bernhard Winkler, Petra Kotnik**

*Anton Paar GmbH*

Methoden: ..... —  
Lösungen: ..... L11 | L19 | L21  
Institute: ..... I1 | I3 | I15  
Kontakte: ..... K37

Arzneimittel | Dünnschichten | Hochtemperatur-Kammer | Hochtemperatur-Pulverdiffraktion  
HT-XRD | Katalysatoren | Kristallstruktur | LT-XRD | Pulverdiffraktion  
Röntgenbeugung/diffraktion | Strukturbestimmung | Tieftemperatur-Kammer  
Tieftemperatur-Pulverdiffraktion | Werkstoffanalyse | XRD | Zement



## Methoden

### M16: Hochauflösende SQUID-Magnetometrie

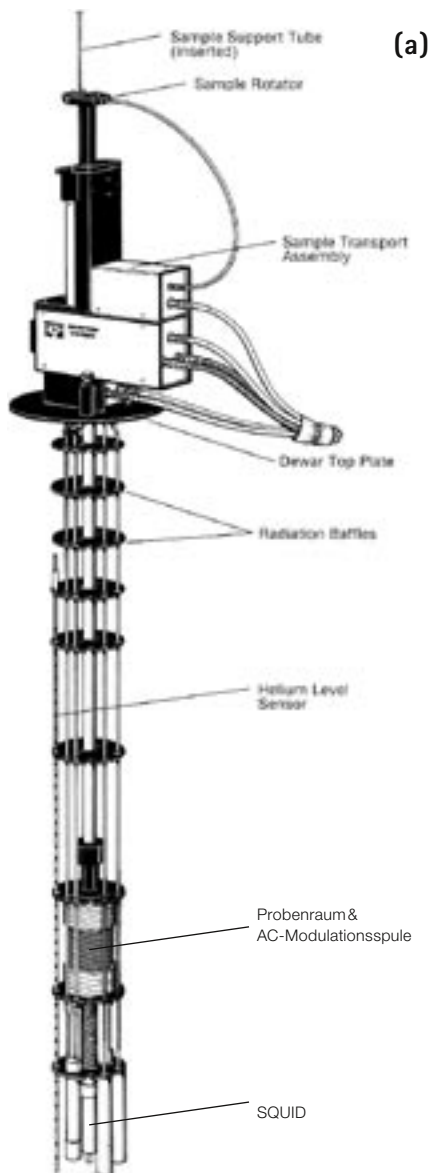
#### M16: Hochauflösende SQUID-Magnetometrie

„Superconducting Quantum Interference Device(SQUID)“-Magnetometrie ist die derzeit empfindlichste Methode, Spuren magnetischer Substanzen, z.B. ultradünne magnetische Schichten auf Trägermaterialien oder nanomagnetische Einschlüsse in nichtmagnetischer Matrix, mit Pikogramm-Empfindlichkeit nachzuweisen und zu quantifizieren. Diese Methode findet auch Anwendung in der biomedizinischen Diagnostik (MKG, MMG, MEG), wo biologische Magnetfelder von der Größenordnung  $10^{-14}$  T (1 Milliardstel des Erdmagnetfeldes!) nachgewiesen werden müssen. In der Materialforschung wird das integrale magnetische Moment einer kleinen Probe (typisch  $\sim 1/10$   $\text{cm}^3$ ) unter dem Einfluss eines variablen Magnet-



**Abbildung 1:** SQUID-Magnetometer-Anlage am Institut für Physik, Karl-Franzens-Universität Graz, Abteilung Magnetometrie und Photonik (gefördert durch den Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung FWF).

#### Probeneinsatz-Kryostat



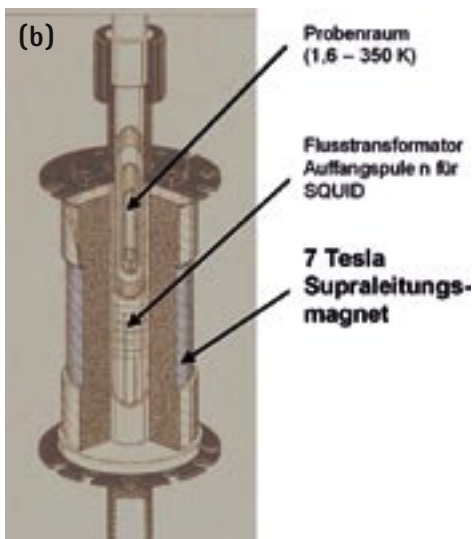
## M16: Hochauflösende SQUID-Magnetometrie

feldes (Hysteresograph) oder bei festem Magnetfeld unter dem Einfluss einer variablen Temperatur (temperaturabhängige Suszeptometrie) gemessen. Die Messempfindlichkeit beträgt  $10^{-12}$  Am<sup>2</sup>. Hauptanwendungsgebiet ist die Erforschung von magnetischen Phasenübergängen in geordneten oder ungeordneten metallischen, halbleitenden und keramischen Stoffen, von magnetischen Aus-

scheidungen (nanokristallinen Werkstoffen), von molekularen Magneten, magnetischen Polymeren und Funktionswerkstoffen.

Verwandte Apparaturen sind die Faradaywaage, das Fluxgate- und das Vibrating-Sample-Magnetometer (VSM). Ortsaufgelöste Magnetometrie wird mittels Mikro-Hallsonden, magnetooptischer Kerr-Mikroskopie und Magnetkraft-Rastersondenmikroskopie betrieben. Auch die Raster-Elektronen-Lorentz-Mikroskopie wird für ultra-hohe Ortsauflösung und für eine großflächige Abbildung magnetischer Domänenstrukturen eingesetzt.

Herzstück eines SQUID-Magnetometers ist ein SQUID-Sensor, welcher auf dem Josephson-Effekt, einem magnetfeldabhängigen Supraleitungstunneleffekt, beruht. Da Supraleitung nur bei tiefen Temperaturen erreicht wird, muss der Sensor auf die Temperatur des flüssigen Heliums abgekühlt werden. Entsprechend ist eine derartige Anlage (s. Abb. 1) mit einem mit flüssigem Helium gefüllten Kryo-Dewar ausgestattet. Das flüssige Helium versorgt gleichzeitig auch den Supraleitungsmagneten zur Erzeugung stabiler Magnetfelder bis zu mehreren Tesla.



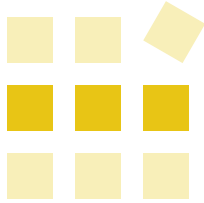
**Abbildung 2:** Funktionsprinzip des SQUID-Magnetometers (schematisch). Der Probeneinsatz-Kryostat (a) (s. links) mit SQUID wird in die Mitte des Supraleitungsmagneten (b) eingeführt, beide schwimmen in flüssigem Helium (Dewar nicht gezeigt). Die magnetisierte Probe wird mittels eines Proben-Transport-Mechanismus (Sample Transport Assembly) durch die supraleitenden Auffangspulen des Flusstransformators durchgezogen, die dabei auftretende Magnetflussänderung wird mit dem SQUID gemessen. Das Signal wird in ein magnetisches Moment umgerechnet.

**Heinz Krenn**

Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,  
Magnetometrie und Photonik

Methoden:	—
Lösungen:	L6   L23
Institute:	I11
Kontakte:	K22

AC-Permeabilität | DC-Permeabilität | Hysteresograph | Magnetisierung, temperaturabhängige Magnetometer | Magnetometrie | Permeabilität | SQUID-Magnetometrie | Suszeptometer



## Methoden

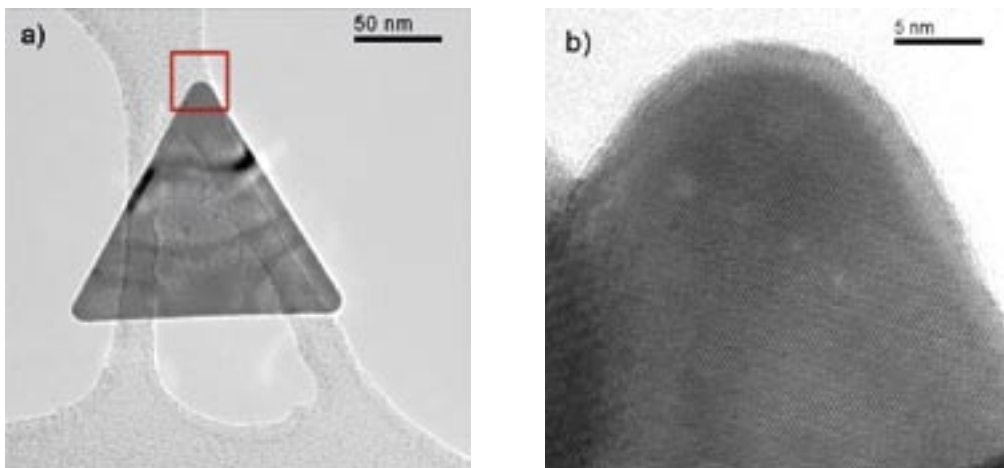
### M17: Hochauflösungs-TEM und Elektronenbeugung

#### M17: Hochauflösungs-TEM (HR-TEM) und Elektronenbeugung (SAED, CBED) – Strukturaufklärung im Transmissionselektronenmikroskop

Einer der deutlichsten Vorteile des Transmissionselektronenmikroskopes (TEM) im Vergleich zum Lichtmikroskop ist das wesentlich bessere Auflösungsvermögen. Während im Lichtmikroskop sichtbares Licht mit einer Wellenlänge von 380 bis 750 nm verwendet wird, haben die Elektronen, die im TEM zur Bildentstehung herangezogen werden, eine um einen Faktor 100.000 bis 1.000.000 kürzere Wellenlänge (0,001 bis 0,004 nm). Da die Wellenlänge der verwendeten „Lichtquelle“ maßgeblich das Auflösungsvermögen beeinflusst, können mit dem TEM kleine Strukturen aufgelöst werden, deren Dimensionen im Bereich von 0,1 nm liegen. Dieser „Nanobereich“ wird mittels Hoch-

auflösungs-TEM (High Resolution TEM, HR-TEM) zugänglich: In Abb. 1a ist ein kleines Nanodreieck aus Gold abgebildet (Seitenlänge etwa 165 nm). Ein kleines Detail dieses Dreiecks wurde bei höherer Vergrößerung aufgenommen, sodass die einzelnen Atomsäulen des Gold-Nanoteilchens sichtbar werden (Abb. 1b).

Diese atomar aufgelösten TEM-Bilder entstehen durch „Phasenkontrast“. Dabei sind nicht Materialunterschiede oder unterschiedlich dicke Probenbereiche für den Kontrast verantwortlich, sondern „Phasenunterschiede“ der in unterschiedliche Richtungen gebeugten Elektronen, die beim

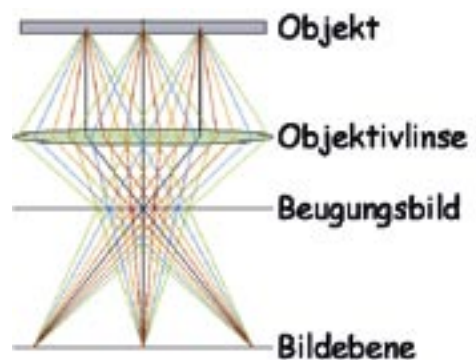


**Abbildung 1:** Nanodreieck aus Gold: (a) ganzes Dreieck bei mittlerer Vergrößerung; (b) HR-TEM-Bild [Ausschnitt aus (a)] bei höherer Vergrößerung.

Durchgang durch die kristalline Probe entstehen. Um möglichst aussagekräftige Bilder zu erhalten, muss die Probe extrem dünn sein (am besten nur wenige nm), was hohe Anforderungen an die Probenpräparation stellt.

Die Grundlage für die Entstehung von HR-TEM-Bildern ist die Beugung der Elektronen am Kristallgitter der Probe, wobei der Beugungswinkel von der Wellenlänge der Elektronen und den kristallografischen Parametern der Probe abhängt. Werden Beugungsbilder (Röntgen- oder Elektronenbeugungsbilder) aufgenommen, lässt sich so Information zur kristallografischen Struktur der Probe gewinnen (Abb. 2). Einkristalline Proben – wie das Gold-Nanoteilchen in Abb. 1 – erzeugen ein Beugungsmuster, das aus einzelnen Beugungspunkten (-reflexen) besteht, während polykristalline Proben Ringdiagramme zeigen. Im TEM kann das Beugungsbild auf Knopfdruck dargestellt werden, wobei hier hinsichtlich des beleuchtenden Elektronenstrahles zwischen zwei unterschiedlichen Betriebsarten unterschieden wird.

Wird für ein Beugungsbild ein paralleles Strahlenbündel zur Beleuchtung der Probe benützt, spricht man von Feinbereichsbeugung (selected area electron diffraction, SAED). Als Beispiel ist das SAED-Bild des Gold-Nanodreiecks in Abb. 3 dargestellt.



**Abbildung 2:** *Strahlengang bei der Objektivlinse: In der hinteren Brennebene der Objektivlinse treffen sich alle Elektronen, welche die Probe unter dem gleichen Winkel verlassen haben (Beugungsbild), während in der Bildebene alle Elektronen fokussiert werden, die vom gleichen Ort auf der Probe stammen.*

Wie angedeutet, kann jedem Punkt im Beugungsbild ein Miller-Index und damit eine bestimmte Netzebene des Kristalls zugeordnet werden, wobei der Abstand des Punktes vom Zentrum des Beugungsbildes umgekehrt proportional zum entsprechenden Netzebenenabstand ist. Aus einem Beugungsbild lassen sich also sehr einfach die Netzebenenabstände in der Probe bestimmen.

## M17: Hochauflösungs-TEM und Elektronenbeugung

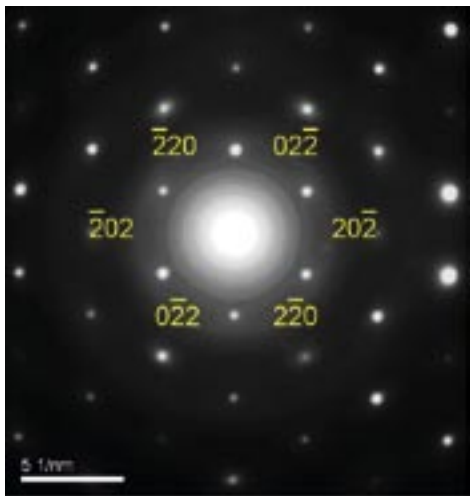


Abbildung 3: SAED-Bild eines Gold-Nanodreiecks.

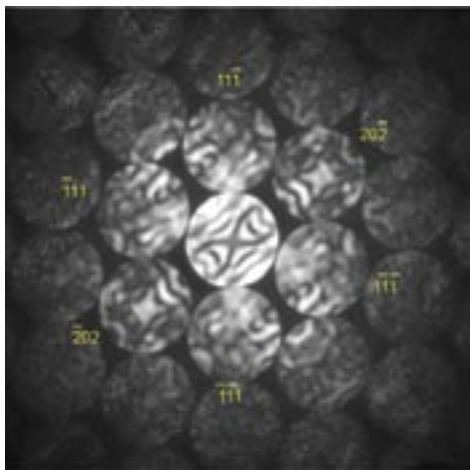


Abbildung 4: CBED-Bild eines Silizium-Einkristalls ([101]-Zonenachse, energiegefiltert).

Alternativ dazu kann der Elektronenstrahl auch auf die Probe fokussiert werden, was die Strukturanalyse sehr kleiner Probenbereiche erlaubt (10 nm). Man spricht hier von konvergenter Elektronenbeugung (convergent beam electron diffraction, CBED). In diesem Fall entsteht kein Punktmuster, sondern die Punkte weiten sich – entsprechend dem Konvergenzwinkel des Strahls – zu kreisförmigen Scheiben auf. CBED-Bilder beinhalten mehr Information als konventionelle SAED-Bilder (Abb. 4): Zusätzlich zu Netzebenenabständen können auch Aussagen über die Symmetrie des vorliegenden Kristallsystems (Punktgruppe, Raumgruppe), die exakte Wellenlänge der Elektronen, Gitterparameter und die Einheitszelle selbst getroffen werden. Durch die Kombination von CBED mit der energiefilternden TEM (EFTEM) können die meisten inelastisch gestreuten Elektronen ausgeblendet werden, was zu einer wesentlichen Verbesserung des Kontrastes in CBED-Bildern führt und somit eine genauere quantitative Auswertung ermöglicht.

**Werner Grogger, Michael Rogers, Christian Gspan,**

**Gerald Kothleitner, Ferdinand Hofer**

Technische Universität Graz

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

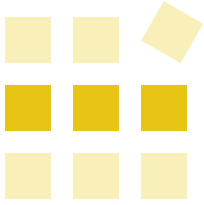
Methoden: M2 | M11 | M30

Lösungen: L36

Institute: I4 | I3

Kontakte: K12

CBED | Elektronenbeugung | Hochauflösungselektronenmikroskopie | HREM | HR-TEM  
Konvergente Elektronenbeugung | SAED | Transmissionselektronenmikroskopie



## Methoden

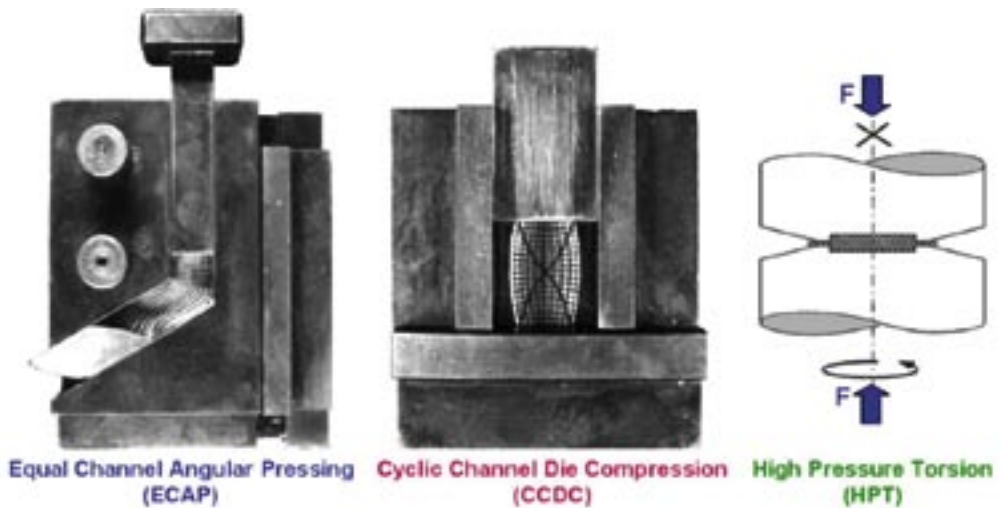
### M18: Hochverformung – Nanokristallisierung

#### M18: Nanokristallisierung durch Hochverformung

Metallische Werkstoffe mit Korngrößen deutlich kleiner als ein Mikrometer sind von besonderer Bedeutung, da mit derart feinen Mikrostrukturen u.a. besonders hohe Festigkeiten, superplastisches Verformungsverhalten bei relativ tiefen Temperaturen oder verbesserte magnetische Eigenschaften erreicht werden können. Basierend auf Untersuchungen vorwiegend russischer Materialforscher ist seit Beginn der 1990er Jahre bekannt, dass sich die Mikrostruktur eines ursprünglich grobkristallinen Ausgangsmaterials verfeinern lässt, wenn dieses bei niedrigen Temperaturen (in Relation zu dessen Schmelztemperatur) sehr hoch verformt wird. Die besonderen Vorteile der neuen Methoden der Hochverformung („Top-Down“-Verfahren) im Gegensatz zu den traditionellen Herstellverfahren

über die Nano-Pulvermetallurgie bzw. die Rascherstarrung („Bottom-Up“-Verfahren) beruhen auf der Möglichkeit der Herstellung feinsten Gefüge in großen Mengen ohne Porosität, Verunreinigungen und komplizierte Manipulation feinsten Metallpulver.

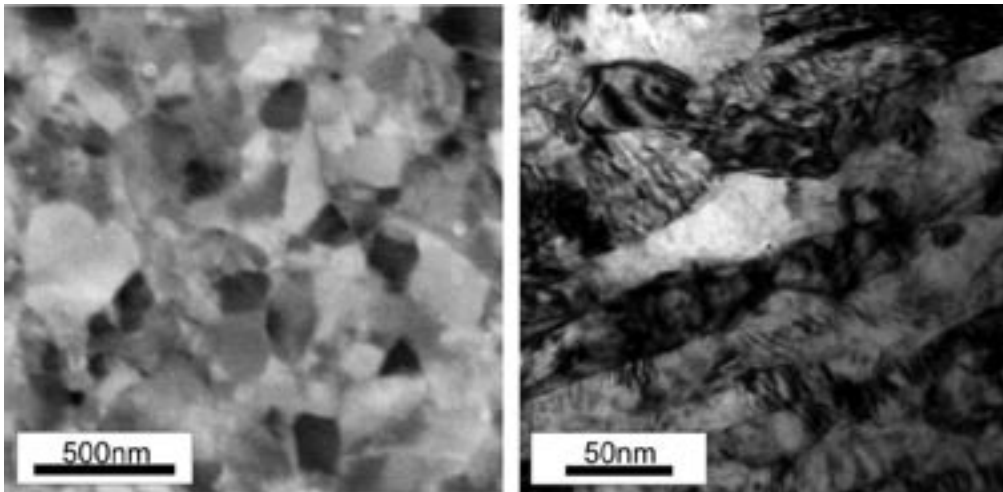
Typischerweise sind zur Herstellung nano-/submikrometer-gekornter Gefüge durch Hochverformung plastische Verformungen größer 800% bei Temperaturen kleiner als 30% der Schmelztemperatur notwendig. Derart große Verformungsgrade sind durch konventionelle Verfahren nicht mehr realisierbar. Bei jeder Umformung gibt es einen Wettbewerb zwischen Verformungs- und Bruchvorgängen. Wie weit sich ein Körper verformt, und wo es zum Bruch kommt, hängt neben dem Werkstoff selbst, der Verformungstemperatur und der Verformungsgeschwindigkeit, auch stark von der Verformungsart ab.



**Abbildung 1:** Am Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften installierte Hochverformungsvarianten.



## M18: Hochverformung – Nanokristallisierung



**Abbildung 2:** Gegenüberstellung der Mikrostruktur von reinem Eisen (linkes Bild, REM-Aufnahme) und einem austenitischen Stahl (rechtes Bild, TEM-Hellfeld-Aufnahme) nach Raumtemperaturverformung auf jeweils 3200%. Zu beachten ist die unterschiedliche Vergrößerung der Aufnahmen.

Bei den Verfahren der Hochverformung a) Equal Channel Angular Extrusion (ECAE), b) High Pressure Torsion (HPT), c) Cyclic Channel Die Compression (CCDC), d) Cyclic Extrusion Compression (CEC), e) Continuous Extrusion Forming (CONFORM) und f) Accumulative Roll Bonding (ARB) wird versucht, den Wettbewerb zwischen Verformung und Bruch möglichst weit zu Gunsten der Verformung zu verschieben. Wichtigster Punkt dabei ist, Zugspannungen zu vermeiden und die Verformung so weit wie möglich in den „Druckbereich“ zu verschieben. Bei allen Verfahren werden höchste Verformungsgrade erreicht, da prozessbedingt, oder durch spezielle Tricks, der Querschnitt des Materials bei der Verarbeitung unverändert bleibt und somit bruchauslösende geometrische Entfestigung verhindert wird. Weltweit gibt es derzeit nicht mehr als eine Handvoll Institutionen die Hochverformung selbst betreiben. Am Erich-Schmid-Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften sind seit 1999 die in Abb. 1 dargestellten Verfahren ECAE, HPT und CCDC zur wissenschaftlichen Untersuchung der Hochverformung installiert.

Alle diese drei Verfahren unterliegen einer stetigen Weiterentwicklung, wobei das CCDC eine institutseigene, patentierte Hochverformungsvariante darstellt. Die installierte HPT-Einrichtung, bei der das scheibenförmige Material zwischen zwei Pressstempeln durch reine Torsion verformt wird, stellt die weltweit einzige Einrichtung dar, bei der sowohl der hydrostatische Druck bei der Hochverformung, die Verformungsgeschwindigkeit und -temperatur frei gewählt werden können, womit dieses Werkzeug zu Recht als das „State of the Art“-Instrument zur wissenschaftlichen Untersuchung der Hochverformung angesehen werden kann.

Die Untersuchungen der letzten Jahre haben gezeigt, dass die Eigenschaftsänderungen mit steigender Hochverformung ganz wesentlich vom verarbeiteten Material selbst abhängen. Dabei spielen Parameter wie die Umformtemperatur relativ zur Schmelztemperatur des verarbeiteten Materials, dessen Stapelfehlerenergie und die Verformungsgeschwindigkeit eine wesentliche Rolle. Weiters hat sich für eine breite Spanne unterschiedlicher Metal-



## M18: Hochverformung – Nanokristallisierung

le und Legierungen gezeigt, dass die Mikrostruktur nicht beliebig fein und somit z. B. die Fließspannung nicht beliebig hoch wird, sondern dass sich eine Sättigung bei hohen Verformungsgraden einstellt. Wie Abb. 2 deutlich am Beispiel von reinem Eisen und einem hochlegierten austenitischen Stahl zeigt, sind die Mikrostrukturen, welche sich im Bereich der Sättigung einstellen (bei gleichen Hochverformungsparametern) im Reinmetall gröber als jene der Legierung. Da aber Reinmetalle i. A. geringe Festigkeiten im grobkristallinen Ausgangszustand aufweisen, sind die Festigkeitssteigerungen durch Hochverformung in Reinmetallen wesentlich größer als den bereits im Ausgangszustand meist sehr festen Legierungen. Dieses Verhalten ist in Abb. 3, wiederum für reines Eisen und austenitischen Stahl, illustriert.

Die Methoden der Hochverformung stellen eine viel versprechende Möglichkeit dar, feinstkörnige Werkstoffe ohne Porosität herzustellen. In weiten Bereichen ist das Verständnis der zu Grunde liegenden werkstoffkundlichen Phänomene bereits erarbeitet, es ist jedoch zukünftig noch eine große Zahl offener Fragen zu klären, bevor ein Durchbruch dieser neuartigen Werkstoffe im großtechnischen Rahmen denkbar ist.

**Reinhard Pippan, Andreas Vorhauer,**

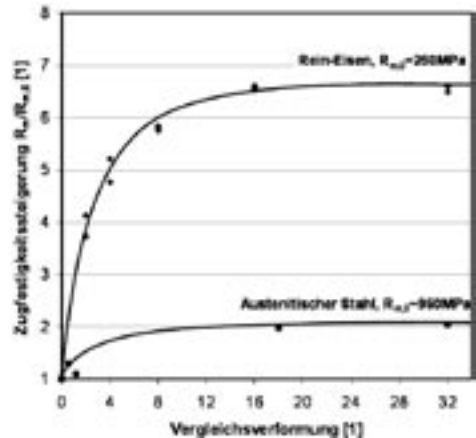
**Florian Wetscher, Gerhard Dehm**

Österreichische Akademie der Wissenschaften

Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

und Christian Doppler Laboratorium für Lokale Analyse

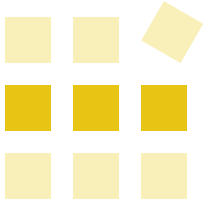
von Verformung und Bruch



**Abbildung 3:** Gegenüberstellung der Zugfestigkeitssteigerung als Funktion des Hochverformungsgrades in Rein-Eisen und einem kommerziellen austenitischen Stahl. Wie deutlich zu erkennen ist, sind die resultierenden Festigkeitssteigerungen in unlegiertem Eisen mit geringer Ausgangsfestigkeit wesentlich höher als für den hochlegierten Stahl hoher Ausgangsfestigkeit.

Methoden:	—
Lösungen:	L23   L27
Institute:	I3
Kontakte:	K33

CCDC | ECAE | Hochverformung | HPT | Metall | Severe Plastic Deformation (SPD)

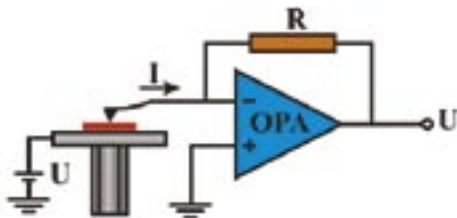


## Methoden

### M19: Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie (C-AFM)

#### M19: Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie (C-AFM)

Die ständig voranschreitende Miniaturisierung in der Mikroelektronik bringt die herkömmlichen Werkstoff- und Bauteiltestmethoden an ihre Grenzen und verlangt u.A. auch nach neuen Charakterisierungstechniken auf der Nanometerskala. Eine Methode zur elektrischen Charakterisierung ist die Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie (Conducting Atomic Force Microscopy, C-AFM), deren Messprinzip in Abb. 1 illustriert ist. Dabei wird eine leitfähige Sonde an einem ebenfalls leitfähigen Biegebalken wie bei der herkömmlichen AFM-Methode über die Probenoberfläche gerastert und simultan zur Höhendetektierung der bei angelegter Spannung  $U$  fließende Strom gemessen.



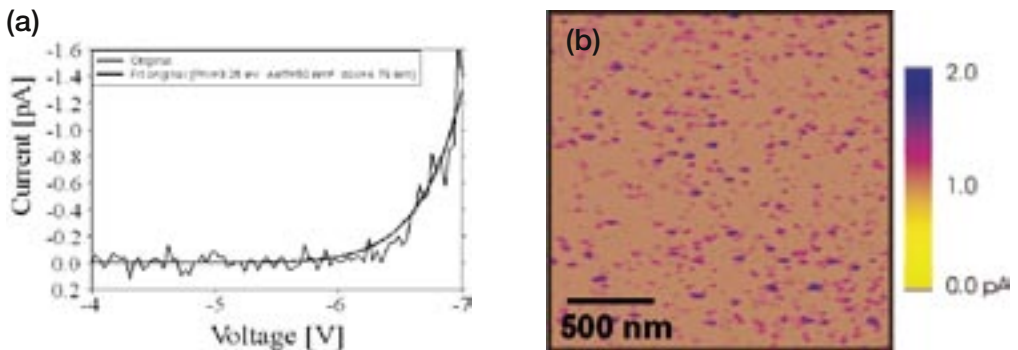
**Abbildung 1:** Messprinzip der Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie: Zwischen Probe und leitfähiger Spitze wird eine Spannung  $U$  angelegt und der resultierende Strom nach entsprechender Verstärkung detektiert.

Die Methode lässt sich insbesondere zur Beurteilung der Dickenhomogenität und der Erkundung eventueller struktureller Defekte in dünnen dielektrischen Schichten – wie sie z. B. in Transistoren als Gateoxide eingesetzt werden – verwenden. Dabei wird der Fowler-Nordheim-Tunnelstrom gemessen, der neben Materialeigenschaften von Schicht und Sonde sensitiv von der Schichtdicke abhängt. Um morphologische Veränderungen während der Messung zu vermeiden, werden bei Schichtdicken im Nanometerbereich üblicherweise Spannungen kleiner als 10 V angelegt. Die resultierenden Ströme im fA- und niedrigen pA-Bereich erfordern die Verstärkung mit einem hochempfindlichen Strom-Spannungs-Wandler.

Da die Methode im Kontakt-Modus durchgeführt wird, muss die Sonde nicht nur elektrisch leitend sondern auch verschleißfest sein, weshalb sich B-dotierte Diamantbeschichtungen auf konventionellen Si-Sonden besser als metallische Sonden oder Schichten eignen. Aufgrund der Beschichtung ist der Spitzenradius recht groß. Durch die polykristalline Struktur des Diamantfilms trägt aber immer nur ein Kristallit zum Stromfluss bei und die resultierende laterale Auflösung liegt bei etwa 30 nm. Um einen – die Strommessungen beeinflussenden – Wasserfilm auf der Probenoberfläche zu vermeiden, ist es weiterhin erforderlich, die Messungen im Ultrahochvakuum durchzuführen.

Für die Untersuchung von dünnen dielektrischen Schichten sind drei Messmodi entwickelt worden:

## M19: Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie (C-AFM)



**Abbildung 2:** (a) I-V Kurve einer 2,5 nm  $\text{SiO}_2$ -Schicht mit zugehörigem Fowler-Nordheim-Fit. (b) 2D-Strombild.

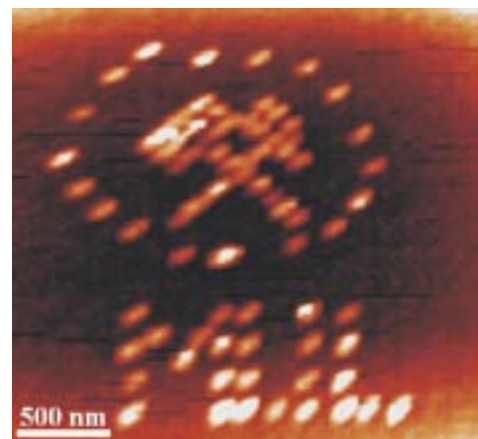
Bei der Aufnahme von lokalen Strom-Spannungs-Charakteristiken wird die Spannung zwischen Probe und Spitze schrittweise bis zu Erreichen eines vorher festgelegten Maximalstromes erhöht. Abb. 2a) zeigt eine resultierende I-V-Kurve auf einer 4,5 nm dicken  $\text{SiO}_2$ -Schicht. Diese Messungen werden an einer Vielzahl von Probenorten wiederholt. Man kann nun eine so genannte Pseudo-Durchbruchsspannung als jene Spannung definieren, bei der ein bestimmter Stromwert (z. B. 1 pA) erreicht wird. Aus der Häufigkeitsverteilung der Pseudo-Durchbruchsspannungen können Rückschlüsse über das Auftreten eventueller elektrischer Defekte gezogen werden.

Im zweiten Messmodus wird wiederum lokal eine feste Spannung über einen langen Zeitraum angelegt und ein eventueller Anstieg des Stromes als Anzeichen für elektrischen Stress im Dielektrikum detektiert.

Bei der dritten Methode werden zwei-dimensionale Strombilder bei konstanter Spannung U simultan zur Oberflächentopographie aufgenommen (Abb. 2b). Diese Strombilder zeigen die laterale Ausdehnung und Verteilung von elektrischen Schwachstellen im Film mit deutlich erhöhtem

Strom. Aus dem Vergleich mit der entsprechenden Oberflächentopographie lassen sich die Ursachen solcher Defekte ermitteln.

Bei Anlegen erhöhter Probenspannungen unter Umgebungsbedingungen, bei denen ein Wasserfilm auf der Probenoberfläche vorhanden ist, werden morphologische Veränderungen auf der Nanometerskala induziert. Auf thermisch gewach-



**Abbildung 3:** Nanostrukturierung des Symbols der Montanuniversität Leoben auf einer Fläche von  $2,5 \mu\text{m} \times 2,5 \mu\text{m}$  einer thermischen Siliziumschicht mittels C-AFM.

## M19: Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie (C-AFM)

senen Siliziumoxidschichten handelt es sich dabei um wenige nm hohe Erhebungen mit ca. 50 nm Durchmesser, die nach neuesten Erkenntnissen ebenfalls aus Silizium bestehen. Da diese Modifikationen reproduzierbar sind, lässt sich durch Anlegen der Spannungspulse an definierten Probenorten eine Nanostrukturierung auf der Siliziumoxidschicht durchführen (s. Abb. 3).

Abschließend sei noch erwähnt, dass neben der C-AFM-Methode auch die Kelvin Force Microscopy (KFM, Messung von Kontaktpotenzialdifferenzen) und die Rasterkapazitätsmikroskopie (Scanning Capacitance Microscopy – SCM, Bestimmung von Dotierprofilen) zur elektronischen Charakterisierung von Halbleiterschichten auf der Nanometerskala eingesetzt werden.

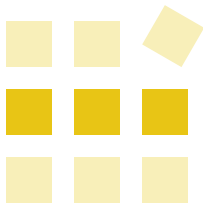
**Christian Teichert, Sascha Kremmer**

*Montanuniversität Leoben*

*Institut für Physik*

Methoden:	M28   M29
Lösungen:	—
Institute:	I12
Kontakte:	K46

C-AFM | Dünnschichten, dielektrische | Gateoxide | high-k dielectric  
Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie | Rasterkraftmikroskopie



## Methoden

### M20: Nanoindentierung

## M20: Nanoindentierung

Die Methode der Nanoindentierung ist von der klassischen Härteprüfung abgeleitet, bei der ein harter Prüfkörper (üblicherweise eine Diamantspitze) in das zu untersuchende Material gedrückt wird. Bei gegebener Eindruckkraft ist die Größe des bleibenden Eindrucks ein Maß für die Härte des untersuchten Materials. Als Härte wird der Quotient Kraft durch Kontaktfläche zwischen Indenter und Material definiert. Da es bei einer extremen Miniaturisierung eines solchen Versuchs schwierig bis unmöglich wird, die Fläche des verbleibenden Härteeindrucks zu messen, hat man eine andere Methodik entwickelt: Während des Versuchs werden aufgebrachte Kraft und Eindringweg der Spitze simultan gemessen. Dies ermöglicht bei bekannter Geometrie der Spitze die Ermittlung der Kontaktfläche bei einer bestimmten Last, woraus die Härte unmittelbar berechnet werden kann. Durch die Messung des Weges kann nun nicht nur die Härte als Maß für den Widerstand eines Materials gegen plastische (bleibende) Verformung bestimmt werden, sondern auch die (elastische) Steifheit des Materials.

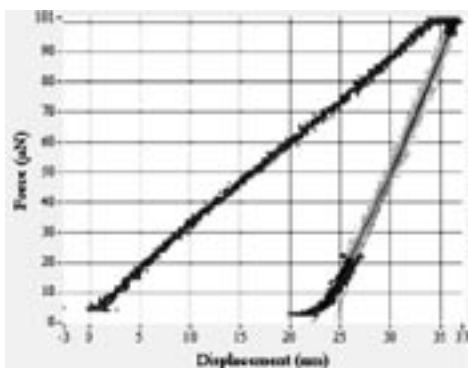


Abbildung 1: Kraft–Weg-Diagramm.

Als Ausgangspunkt für die Berechnung von Härte und elastischem Modul dienen sogenannte „load-displacement-curves“ (Kraft–Weg-Diagramme, s. Abb. 1). In der Praxis werden auswertbare Versuche bis zu Eindringtiefen von nur 10 nm durchgeführt, diese untere Grenze hängt allerdings stark von der Rauigkeit der Probenoberfläche ab. Es können lokale mechanische Eigenschaften von Probenvolumina im Submikrometer- und Nanometerbereich gemessen werden. Ein verbreitetes Anwendungsgebiet der Nanoindentierung ist die mechanische Charakterisierung von dünnen Schichten, da hier sehr kleine Eindringtiefen erforderlich sind, um den Einfluss des Grundmaterials (Substrats) auf die Messergebnisse zu vermeiden.

Seit etwa 10 Jahren wird ein Nanoindentiergerät kommerziell angeboten, das Nanoindentierung mit Rasterkraftmikroskopie kombiniert, indem ein Nanoindenteraufsatz (s. Abb. 2) auf dem Scannerkopf eines Rasterkraftmikroskops montiert wird. Die Messspitze dient dabei sowohl zur Indentierung als auch zur Abbildung der Oberflächentopographie

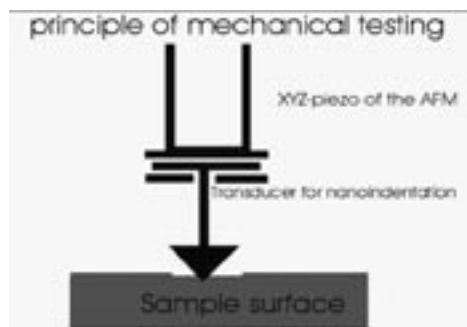


Abbildung 2: Nanoindenteraufsatz.

## M20: Nanoindentierung

einer Probe. Gelingt es, durch geeignete Probenpräparation eine Topographie zu erzeugen, die die Mikro- und Nanostruktur des Materialgefüges gut widerspiegelt, ermöglicht dies eine Positionierung und Durchführung des jeweiligen Indenterversuchs in einzelnen Gefügebestandteilen, Fasern, Phasen, Körnern, Ausscheidungen etc. mit einer Ausdehnung von nur wenigen hundert Nanometern. Die Positioniergenauigkeit beträgt dabei 20 nm.

Der Indentieraufsatz ist im Wesentlichen ein Dreiplattenkondensator (Abb. 2). Anlegen einer elektrischen Spannung an den zwei äußeren Platten bewirkt eine elektrostatische Kraft auf die mittlere Platte, auf der ein Stift mit der Indenterspitze montiert ist. Die Verschiebung der mittleren Platte hat eine Kapazitätsänderung zur Folge, die, entsprechend kalibriert, als Maß für den Eindringweg der Spitze genutzt wird. Die Messauflösung für die Kraft ist deutlich besser als  $1 \mu\text{N}$ , der Weg kann genauer als  $0,1 \text{ nm}$  erfasst werden. Unmittelbar nach erfolgtem Indentierexperiment kann die Probenoberfläche mit den produzierten Härteeindrücken abgebildet werden (s. Abb. 3).

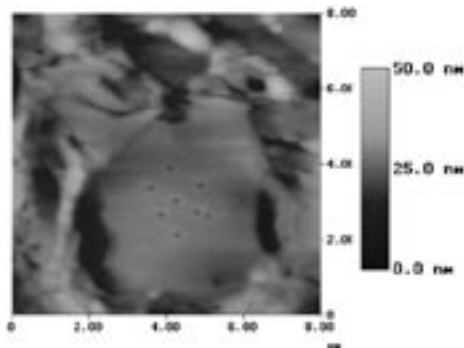
**Thomas Schöberl**

Montanuniversität Leoben

Department Materialphysik

und Österreichische Akademie der Wissenschaften

Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft



**Abbildung 3:** Nanoindents in einem Wolframkorn eines Wolfram-Kupfer-Nanocomposites.

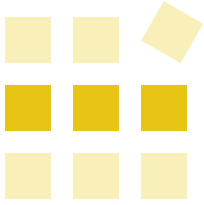
Methoden: M28

Lösungen: L17 | L27

Institute: I3 | I8

Kontakte: K43

AFM | Härte | Nanoindentierung | Rasterkraftmikroskopie



## Methoden

### M21: Negativkontrastierung als Diagnostik

#### M21: Negativkontrastierung als Diagnostik

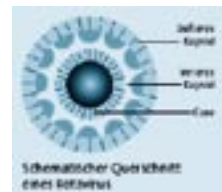
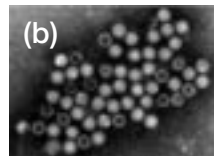
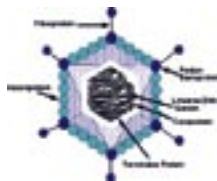
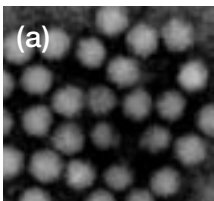
Die Wechselwirkung zwischen Elektronen und biologischem Material ist zu gering, um einen hinreichenden Kontrast in einer elektronenmikroskopischen Abbildung zu erzeugen. Der Kontrast kann jedoch durch eine Färbung mit Schwermetallen, einer sogenannten Negativfärbung, wesentlich verbessert werden. Im Elektronenmikroskop erscheint ein mit Schwermetall umlagertes biologisches Objekt überall dort hell, wo das biologische Material sitzt, da dort kein Schwermetall abgelagert werden kann. Die Umgebung, wo das Schwermetall abgelagert ist, erscheint dunkel, da dort die Elektronen stark gestreut werden. Weil nicht das biologische Material selbst durch eine chemische Reaktion gefärbt wurde, nennt man dies Negativfärbung. Dadurch ist das biologische Objekt selbst ausgezeichnet kontrastiert (s. Abb. 1a, b).

Zur Negativfärbung verwendet man 1–2%ige Lösungen von Schwermetallsalzen, wie das Natriumsalz der Phosphorwolframsäure oder Uranylacetat. Beim Eintrocknen der Schwermetallsalzlösung sammelt sich diese auf Grund der Kapillarwirkung um ein biologisches Objekt herum an. In Vertiefungen des Objekts selbst, auch in sehr kleinen, bleibt ebenfalls mehr Flüssigkeit liegen. Es ist deshalb möglich, dünne Objekte wie Viren, große Proteinmoleküle, filamentöse Strukturen und raue Membranoberflächen gut sichtbar zu machen (s. Abb. 2).

Für größere biologische Objekte wie ganze Zellen ist die Negativfärbung ungeeignet, da das Färbemittel nur sehr beschränkt eindringen kann, und diese Objekte bei der Durchstrahlung infolge ihrer Dicke zu viele Informationen überlagert haben.

#### Ausführung der Negativfärbung

Das Objekt wird zuerst auf einem Trägerfilm adsorbiert. Die am häufigsten verwendeten Kollodium-Kohle-Filme verändern ihre Ladungseigenschaften im Laufe der Zeit. Die Netzen (mit Trägerfilm) werden deshalb vor der Adsorption einer Glimmentladung ausgesetzt. Dabei wird in einer Vakuumkammer bei einem Partialdruck von 1 Pascal (0,01 mbar) zwischen zwei Elektroden in einem Abstand von



**Abbildung 1:** Adenoviren und Rotaviren, die häufigste Ursache für Magen-Darmerkrankungen (Gastroenteritis) im Kindesalter. (a) Adenoviren (60–90 nm), (b) Rotaviren (65–75 nm).

## M21: Negativkontrastierung als Diagnostik

zwei bis fünf Zentimetern eine Wechselspannung von 500 bis 1000 Volt angelegt. Dadurch werden die Restmoleküle in der Kammer ionisiert. Diese Radikale werden zur Anode hin beschleunigt, wo die Netzen (mit Trägerfilm) liegen. Dadurch wird auf die Filmoberfläche eine Ladung aufgebracht, die sie für kurze Zeit an der Luft hydrophil werden lässt. Derart behandelte Netzen sollten möglichst bald verwendet werden, da die aufgebrachte Ladung exponentiell wieder abnimmt.

Nun wird ein befilmtes Kupfernetzchen auf einen Tropfen Suspension gelegt (s. Abb.3). Nach einer Adsorptionszeit von etwa einer Minute wird die Suspension mit Filterpapier weggesaugt. Die Filmoberfläche wird mit Wasser gewaschen, um eventuell in der Suspension enthaltene Salze, die auskristallisieren könnten, zu entfernen. Es wird ein Tropfen Wasser auf die Oberfläche gebracht und mit Filterpapier wieder weggesaugt. Dies kann bei

Bedarf mehrmals gemacht werden. Danach wird ein Tropfen Schwermetallsalz-Lösung auf die Filmoberfläche gebracht und nach ca. 10 Sekunden mit Filterpapier wieder weggesaugt. Dies macht man ein bis zweimal. Dann lässt man den Rest des Schwermetallfilms auf dem Präparat an der Luft trocknen. Dies ist nun die eigentliche Färbung. Das Präparat ist jetzt bereit für das Elektronenmikroskop.

**Elisabeth Ingolic**

Technische Universität Graz

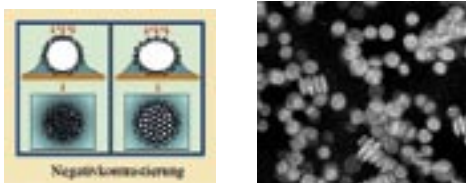
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz



**Abbildung 3:** Ausführung der Negativfärbung in schematischer Darstellung.

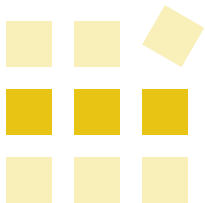


**Abbildung 2:** Links: Schematische Darstellung der Negativkontrastierung. Rechts: Negativkontrastierung eines abnormen Lipoproteins (25 nm).

Methoden:	M2   M26   M44
Lösungen:	—
Institute:	14
Kontakte:	K15

Adenoviren | Negativkontrastierung | Phosphorwolframsäure | Probenpräparation | Rotaviren  
Transmissionselektronenmikroskopie | Uranylacetat





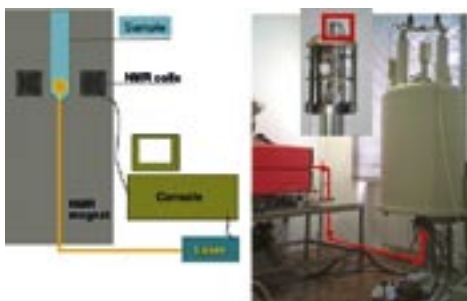
## Methoden

### M22: NMR-CIDNP

## M22: NMR-CIDNP

Die NMR-CIDNP (Nuclear Magnetic Resonance – Chemically Induced Dynamic Nuclear Polarization)-Methode ist eine von der Kernspinresonanz abgeleitete Methode und dient zur Untersuchung von reaktiven Systemen, welche als wesentliche Zwischenstufen Radikale aufweisen. Dies sind Spezies mit nicht gepaarten Elektronen. Sie treten in zahlreichen industriellen Anwendungen auf, wobei sich die Spannweite von Lacken über Photoresists bis zur Herstellung von Nanostrukturen erstreckt.

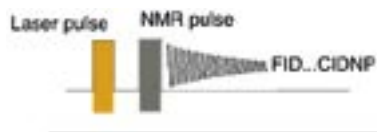
Das Messprinzip beruht darauf, dass bei Anwesenheit eines starken Magnetfeldes (supraleitender Magnet) bestimmte Energiezustände (des Kernspin) so aufgespalten werden, dass man mittels Radiowellen Übergänge zwischen diesen induzieren und detektieren kann. Die so erhaltenen NMR-Spektren liefern Informationen über die Bindungsverhältnisse und die räumliche Anordnung von Atomen im molekularen Verbund.



**Abbildung 1:** Schematischer Aufbau eines NMR-CIDNP-Spektrometers (links), Spektrometer (rechts, die roten Pfeile markieren den Lichtstrahl) und Probenkopf (Einsatz im Bild rechts).

Wird zusätzlich zu diesem Phänomen noch Licht in die Messprobe eingestrahlt, erhält man Auskunft über die Struktur der Produkte und den photophysikalischen Verlauf der photoinduzierten Reaktion (CIDNP). Abb. 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau und ein Bild eines NMR-CIDNP-Spektrometers. Die Probe befindet sich in einem Probenkopf im Inneren des Magneten. Der Probenkopf besteht aus einem Sende- und Detektionssystem für Radiowellen und erlaubt gleichzeitig die direkte Bestrahlung der Probe mit Hilfe eines Lichtleiters.

Für die Aufnahme eines CIDNP-Spektrums wird zunächst mit einem Lichtpuls die gewünschte chemische Reaktion induziert, anschließend wird ein Radiofrequenzpuls angewandt und das Spektrum detektiert (Abb. 2). Daraus ist es möglich, die Struktur der Reaktionsprodukte aufzuklären, reaktive Zwischenstufen nachzuweisen und den photochemischen Verlauf zu klären.



**Abbildung 2:** Zeitsequenz für ein CIDNP-Experiment.

## M22: NMR-CIDNP

Für die NMR- und CIDNP-Spektroskopie muss eine Lösung der Probe in einem Röhrchen von 5 oder 10 mm Durchmesser platziert werden. Die Wahl des Lösungsmittels ist grundsätzlich beliebig, allerdings muss dieses deuteriert sein (eine sehr große Palette solcher Lösungsmittel ist kommerziell erhältlich). Die Methode kann auch für feste Proben/Oberflächen adaptiert werden. Zeitaufgelöste Messungen (50 ns) sind möglich.

Die Attraktivität der beschriebenen Methode liegt darin, dass man nicht „starre Strukturen“ sondern „Systeme in Aktion“, sogar in Echtzeit, beobachten kann.

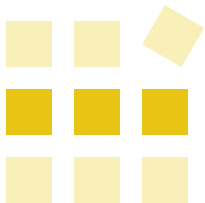
**Georg Gescheidt**

*Technische Universität Graz*

*Institut für Physikalische und Theoretische Chemie*

Methoden:	—
Lösungen:	L15
Institute:	I13
Kontakte:	K8

NMR | CIDNP | Kernspinresonanz | Radikale



## Methoden

### M23: Oberflächenenergie von Beschichtungen

#### M23: Oberflächenenergie von Beschichtungen als Kenngröße der Adhäsionsneigung in technischen Anwendungen

Unter Oberflächenenergie wird die an einer flüssigen oder festen Oberfläche definierter Größe wirkende Spannung verstanden, die bestrebt ist, die Oberfläche zu verkleinern, um die energetisch günstigste Form der Oberfläche (Kugel) einzunehmen. Diese wird bestimmt durch die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Oberfläche und des umgebenden Mediums. Während die Messung von Oberflächenenergien von Flüssigkeiten relativ einfach ist, ist diese an Feststoffen nicht direkt möglich, weshalb auf indirekte Methoden zurückgegriffen wird – meist auf die Randwinkelmessungen von benetzenden Flüssigkeiten. Grundsätzlich gilt, dass eine erfolgreiche Benetzung nur möglich ist, wenn die Oberflächenenergie der benetzenden Flüssigkeit geringer ist als die des Feststoffes.

Der Messung zugänglich ist nur die „kritische Oberflächenspannung“ nach Zismann, welche den Grenzwert für die Benetzungsfähigkeit der Oberfläche durch die Flüssigkeit definiert. Diese ist keine Materialkenngröße sondern nur eine Kenngröße für das jeweilige System Flüssigkeit–Basismaterial im gerade vorliegenden Oberflächenzustand (metallisch blank, Oxidschichten, Adsorbatschichten). Daher ist die Vorhersage der Benetzbarkeit einer Oberfläche damit nicht möglich – vielmehr erfordert die Ermittlung dieser „kritischen Oberflächenenergie“, z.B. nach der häufig verwendeten Methode nach Owens und Wendt, die Verwendung mehrerer Testflüssigkeiten.

Diese Methode wird zusammen mit einem Kaelble-Plot zur Trennung des dispersen und polaren Anteils an der Oberflächenenergie angewendet, um für Beschichtungen praxisrelevante Oberflächenparameter zur Verfügung stellen zu können. Dabei werden unterschiedliche Testflüssigkeiten auf die zu prüfende Oberfläche in genau definierter Menge aufgebracht und die Randwinkel der Tropfen zur Materialoberfläche ausgemessen. Der disperse Anteil in der Messung beschreibt dabei den Anteil der Wechselwirkung, welcher durch London'sche Kräfte, d.h. Moleküle mit Dipolmoment, bedingt ist. Im Gegensatz dazu beschreibt der polare Anteil die Wechselwirkung zwischen polaren Molekülen der Oberfläche mit der Umgebung.

## M23: Oberflächenenergie von Beschichtungen

Beschichtung	Oberflächenenergie [mN/m]	
	dispers	polar
SiO <sub>2</sub>	34,0	19,5
Graphit	48,2	0,5
CrN	29,1	0,4
Cr	26,7	2,0
Cr <sub>2</sub> N	26,8	0
TiN	20,0	0
ZrN	15,9	0,6

**Tabelle 1:** Oberflächenenergien verschiedener Beschichtungen und die Beiträge aus disperser und polarer Wechselwirkung.

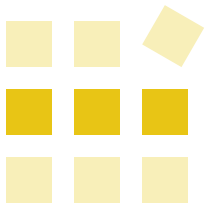
Als Anwendungsbeispiele dieses Verfahrens in der Beschichtungstechnik können neben der Quantifizierung von Plasmavorbehandlungen von Werkstoffen (überwiegend Kunststoffen) vor der Beschichtung auch die vergleichende Messung von beschichteten Oberflächen unterschiedlicher Rauheit oder unterschiedlicher Schichtzusammensetzung genannt werden. Letztere Charakterisierung ist entscheidend für Beschichtungen, welche z.B. in der Kunststoffumgebung (Spritzguss, Extrusion) Anwendung finden. Tab.1 zeigt anschaulich die Unterschiede zwischen verschiedenen Beschichtungen.

**Jürgen M. Lackner, Wolfgang Waldhauser**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Laserzentrum Leoben

Methoden:	—
Lösungen:	—
Institute:	I14
Kontakte:	K24

Adhäsionsneigung | Benetzbarkeit | Kontaktwinkelmessung | Oberflächenenergie

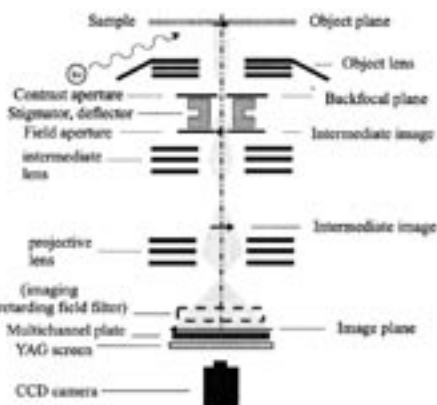


## Methoden

### M24: Photoemissions-Elektronenmikroskopie (PEEM)

## M24: Photoemissions-Elektronenmikroskopie (PEEM)

Die einzelnen Photoemissionsspektroskopie-Methoden sind besonders geeignete Techniken zur Untersuchung einer großen Bandbreite von Oberflächenphänomenen, die sich von der elektronischen Struktur über die Oberflächenchemie bis hin zum Magnetismus erstrecken. Die Entwicklung des Photoemissions-Elektronenmikroskopes ermöglicht die Untersuchung dieser Phänomene nicht nur mit nanometrischer Präzision, sondern auch in Echtzeit.



**Abbildung 1:** Schematischer Aufbau eines PEEM-Instruments

PEEM ist eine abbildende Technik, wobei der Kontrast, der von topographischer über chemische bis zu magnetischer Information reichen kann, von der Anregungsquelle zur Emission der Elektronen aus der Oberfläche abhängt. Das PEEM sammelt die emittierten Elektronen mittels eines starken elektrostatischen Feldes zwischen Probe und Abbildungssäule, wobei das Elektronenbild im Anschluss mit mehreren koaxialen Linsen vergrößert wird. In seiner einfachsten Form werden die Elektronen im Anschluss durch eine Vielkanalplatte vervielfacht und auf einen Fluoreszenzschirm abgebildet (Abb. 1). Dieses Bild kann dann entweder mit einem Videorecorder oder einem Computer aufgezeichnet werden. Das theoretische Limit der Ortsauflösung liegt bei 2 nm, in Praxis ist sie jedoch durch das beschleunigende elektrische Feld begrenzt, wobei neueste kommerzielle Instrumente eine Auflösung von 20 nm erreichen. Da die Probe effektiv ein Element der Elektronenoptik darstellt, ist die Untersuchung nichtleitender Proben nicht möglich und die bestmögliche Ortsauflösung kann bei topographisch flachen Proben erreicht werden.

## M24: Photoemissions-Elektronenmikroskopie (PEEM)

Die Beleuchtung einer Oberfläche mit Photonen, deren Energie größer als die mittlere Austrittsarbeit der Probenoberfläche (typisch ungefähr 5 eV) ist, bewirkt die Emission von Photoelektronen. Das PEEM-Bild spiegelt lokale Änderungen der Photoelektronenausbeute wider, und der Kontrast wird in erster Näherung durch Unterschiede in der lokalen Austrittsarbeit bestimmt. Diese ist stark von der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche abhängig und erlaubt beispielsweise die Detektion unterschiedlicher kristallographischer Orientierungen oder kleinster Adsorbatkonzentrationen. Für dieses „klassische“ PEEM werden, abhängig vom Bereich der Austrittsarbeit, Standardlaborlichtquellen wie Quecksilber- ( $h\nu_{max} = 4,9 \text{ eV}$ ) und Deuteriumlampen ( $h\nu_{max} = 6,4 \text{ eV}$ ) verwendet.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

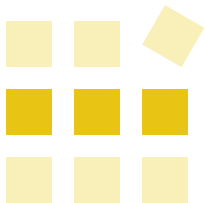
*Karl-Franzens-Universität Graz*

*Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,*

*Oberflächen- und Grenzflächenphysik*

Methoden:	—
Lösungen:	L41
Institute:	I11
Kontakte:	K36

Austrittsarbeit | Deuteriumlampe | Elektronenbild | PEEM  
Photoemissions-Elektronenmikroskopie | Quecksilberlampe



## Methoden

### M25: Positronenannihilation

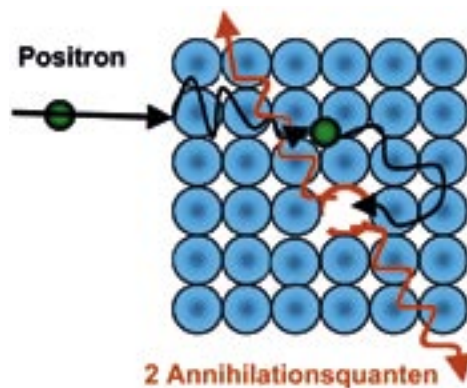
## M25: Positronenannihilation

Die Positronenannihilations-Spektroskopie ist eine der wenigen spezifischen Messmethoden zur zerstörungsfreien Untersuchung von Festkörpern auf atomarem Niveau. Das Positron kann als hochmobile Sonde in einen Festkörper eingebracht werden, und kann dort in Gebieten mit verringerter Elektronendichte (Leerstellen, Grenzflächen etc.) eingefangen werden. Schlussendlich zerstrahlt es mit Elektronen. Durch Messung und Analyse der Positronenlebensdauer und der Energie der Zerstrahlungsquanten können Informationen über die lokale Elektronendichte am Zerstrahlungsort und über die chemische Natur der umgebenden Atome gewonnen werden.

Das Positron ist das Antiteilchen des Elektrons, es wird bei einem radioaktiven  $\beta$ -Zerfall emittiert. Dringt das Positron in einen Festkörper ein, wird es innerhalb weniger Pikosekunden abgebremst (thermalisiert). Bei der anschließenden Diffusion im defektfreien Festkörper wird es nach einer gewissen Zeit mit einem Elektron zerstrahlen. Falls im Festkörper Defekte wie z.B. Leerstellen oder freie Volumina vorhanden sind, kann das Positron in diesen eingefangen werden und zerstrahlt dann dort mit einer für den Defekt spezifischen verlängerten Lebensdauer (s. Abb. 1). Aus der Größe der Lebensdauer kann also auf die Größe des Defektes oder auf die Größe des freien Volumens geschlossen werden.

Im Wesentlichen findet die Zerstrahlung mit den nur schwach gebundenen Valenzelektronen statt. Ein relativ kleiner Anteil von einigen Prozenten rührt von der Annihilation mit Rumpfelektronen

umgebender Atome her. Durch Messung der ko-incidenten Dopplerverbreiterung der Energie der bei der Annihilation auftretenden  $\gamma$ -Quanten sowie einer genauen Analyse der erhaltenen Spektren kann zwischen den beiden Annihilationsarten unterschieden werden. Es zeigt sich, dass der Bereich hoher Energien, der charakteristisch für die Annihilation mit Rumpfelektronen ist, sich von Element zu Element unterscheidet und die spezifische Analyse der chemischen Umgebung des Ortes der Zerstrahlung ermöglicht.



### Annihilation in Defekt

**Abbildung 1:** Einfang und Annihilation eines Positrons in einem Kristalldefekt (Leerstelle).

## M25: Positronenannihilation

Mit den genannten Methoden der Positronenannihilation können sehr spezifische Untersuchungen von Grenzflächen in nanokristallinen Metallen und Legierungen sowie des Weiteren zum chemisch empfindlichen Nachweis von Leerstellen in Legierungen und Verbindungshalbleitern sowie zur Untersuchung freier Volumen in Polymeren durchgeführt werden. Für die zerstörungsfreien Messungen sind standardmäßig je zwei plättchenförmige Proben mit einer Fläche von mindestens  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  sowie einer Flächendichte von mindestens  $100 \text{ mg/cm}^2$  notwendig.

### Weiterführende Literatur

- [1] **U. Brossmann, W. Puff, R. Würschum** (2003) „*Positron annihilation studies of materials; in Characterization of Materials*“. Kaufmann E (Ed.), Wiley Interscience, John Wiley & Sons.

**Online-Publikation:**

[www.mrw.interscience.wiley.com/com/articles/com110/frame.html](http://www.mrw.interscience.wiley.com/com/articles/com110/frame.html)

Werner Puff, Roland Würschum

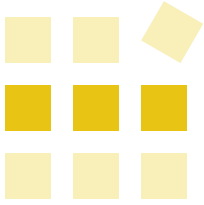
Technische Universität Graz

Institut für Materialphysik

Methoden:	—
Lösungen:	L3
Institute:	I9
Kontakte:	K35

chemische Umgebung freier Volumen | Doppler-Verbreiterung | Festkörperspektroskopie  
freie Volumina | Grenzflächen | Leerstellen | Positronenannihilation





## Methoden

### M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie

## M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie (REM und TEM)

### Allgemeines

Abb.1 bietet einen schematischen Überblick über die gebräuchlichsten, in der Raster- und Transmissions-Elektronenmikroskopie (REM und TEM) zum Einsatz kommenden Präparationstechniken. Das Gros der für die Elektronenmikroskopie zu präparierenden Proben muss entweder mit einer

leitfähigen Schicht versehen werden (REM), oder es wird von der Probenoberfläche ein durchstrahlbarer dünner Abdruck hergestellt (TEM) bzw. Feinstrukturen werden durch seitliche Anlagerung eines kontrastreichen Metalls sichtbar gemacht (TEM).

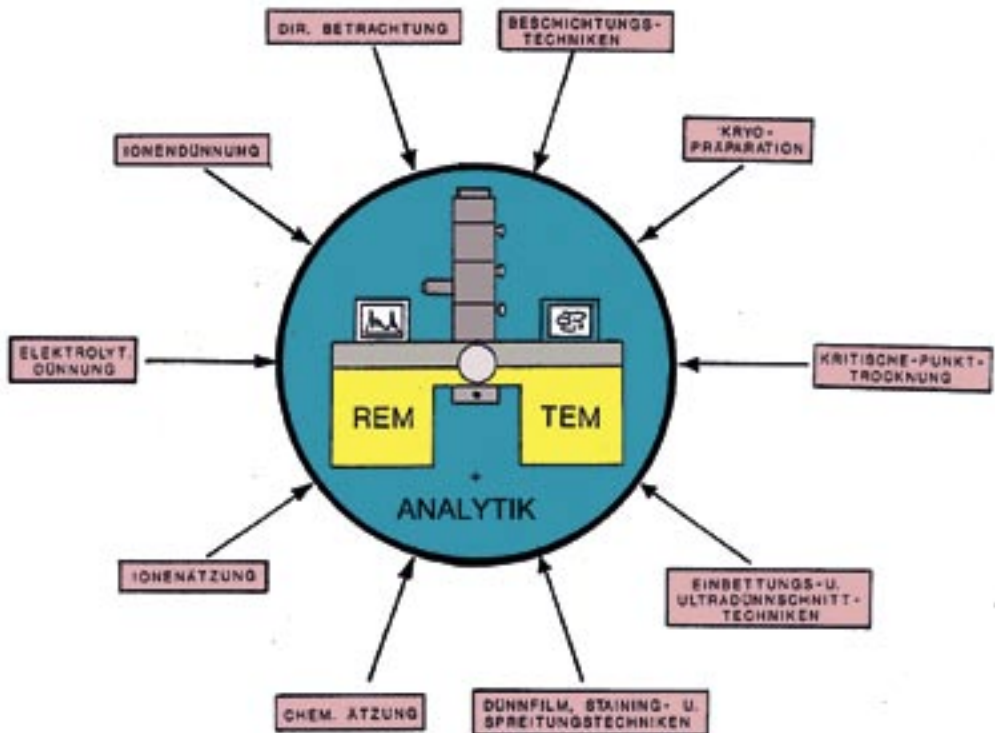


Abbildung 1: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie.

## M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie

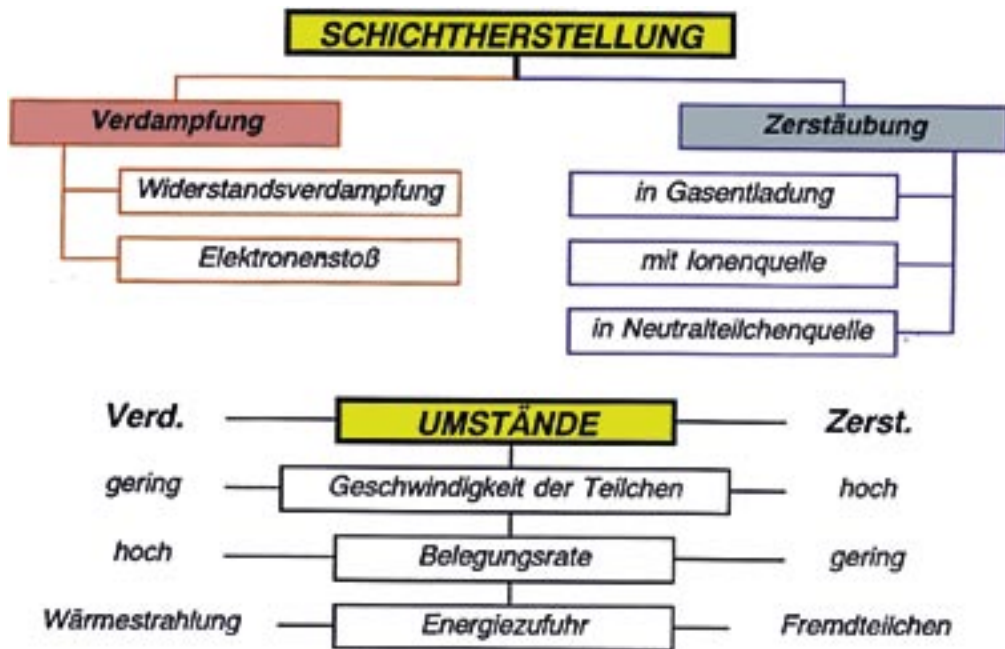


Abbildung 2: Beschichtungskriterien: Schichtherstellung und entsprechende Umstände.

Die Beschichtung der Präparate erfolgt in speziellen Hochvakuum-Präparationsanlagen. Temperatur- bzw. vakuumempfindliche Proben werden mit temperaturschonenden Verfahren beschichtet (z. B. „PSC Sputtering“) und/oder im tiefgekühlten Zustand präpariert (Kryopräparation). Abb. 2 zeigt die Möglichkeiten der Schichtherstellung mittels Verdampfung bzw. Zerstäubung und die damit verbundenen methodenspezifischen Umstände.

### Leitfähigkeitsbeschichtung für REM

- ◆ Beschichtung durch thermisches Aufdampfen von Gold
- ◆ Beschichtung mit Gold oder Chrom (bei geforderter Hochofflösung) durch Zerstäubung in einer Gasentladung

- ◆ Beschichtung durch Bedampfen mit Kohlenstoff für die analytische Rasterelektronenmikroskopie

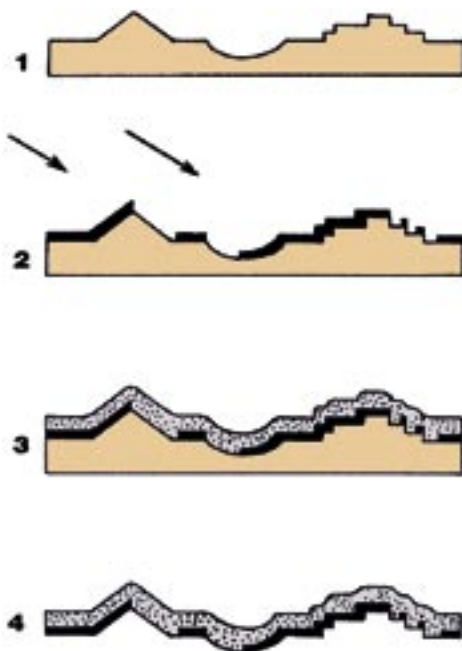
### Beschichtung für TEM

- ◆ Herstellung eines Abdruckes der Probenoberfläche durch Bedampfen mit Kohlenstoff und anschließendem Herauslösen der Probe
- ◆ Hervorhebung von Oberflächendetails durch Anlagerung eines kontrastreichen, strukturlösen Schwermetalls unter schrägem Winkel durch thermische Verdampfung oder Zerstäubung des Metalls mit Ionen („Sputtering“)
- ◆ Bedampfung von nichtleitenden ionengedünnten Präparaten mit einer dünnen Kohlenstoffschicht zur Vermeidung von Aufladungen im TEM

### TEM-Präparation

Nachfolgend sollen nun die wichtigsten Präparationstechniken, die in der Transmissionselektronenmikroskopie zum Einsatz kommen, kurz vorgestellt werden:

- ◆ Direkte Durchstrahlung
- ◆ Beschichtungs- und Abdrucktechniken
- ◆ Kryopräparation
- ◆ Ionendünnung
- ◆ Herstellung von planparallelen TEM-Lamellen mittels FIB-Dünnung
- ◆ Ultradünnschnitttechniken (Ultramikrotomie)



**Abbildung 3:** Schrägbeschildung und Abdrucktechnik. (1) Präparatoberfläche; (2) Schrägbeschichtung mit Pt/C, Ta, W, ...; (3) Kohlenstoff-Hüllabdruck; (4) Bedampfungsabdruck nach chemischem Lösen der Probe.

#### Direkte Durchstrahlung

In einigen wenigen Fällen ist es möglich, Proben ohne nennenswerten präparativen Aufwand (insbesondere Beschichtung) unmittelbar mittels direkter Durchstrahlung im TEM zu untersuchen.

#### Beschichtungs- und Abdrucktechniken

Im Falle der Bedampfung (u.a. Kohlenstoff-Widerstandverdampfung, Metall-Schiffchenverdampfung, Elektronenstossverdampfung) erfolgt die Beschichtung des Präparats durch Lichtbogenverdampfung oder durch Aufheizen des Beschichtungsmaterials über seinen Verdampfungspunkt im Hochvakuum (thermische Verdampfung). Als nachteilig erweisen sich hier die hohe thermische Belastung des Präparats, die oftmals schlechte Haftung der Schichten sowie die Tatsache, dass dieses Verfahren nicht mit allen Beschichtungsmaterialien durchführbar ist.

Bei der Zerstäubung (u.a. Gasentladungssputtern, Ionenkanonensputtern, PSC-Sputtern) geschieht die Beschichtung des Präparats durch Absputtern von Beschichtungsmaterial von einem geeigneten Target mittels hochenergetischer Argon-Ionen im Hochvakuum. Als Vorteile sind hier feinkörnige und gut haftende Schichten und die geringe bis nicht vorhandene thermische Belastung des Präparates anzuführen.

Die Schräg-(Kegel)-Beschichtung kommt bei Objekten mit geringer Massendichte zum Einsatz, bei denen der Elektronenstrahl fast ungehindert durch die Probe geht, und kein Bildkontrast entsteht. Strukturen können jedoch mittels Rotations-Schrägbeschichtung unter sehr flachem Winkel ( $\sim 5^\circ$ ) durch seitliche Anlagerung eines Schwermetalls (W, Ta, ...) sichtbar gemacht werden. Durch Aufbringen einer Kohlenstoffschicht und chemisches Lösen der Probe kann hier ein spezifischer Abdruck der Probe für die Untersuchung im TEM erstellt werden (Abb.3).

## M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie

### Kryopräparation

Bei der Kryopräparation wird die Probe bei  $-210^{\circ}\text{C}$  (dem Schmelzpunkt von Stickstoff) eingefroren, anschließend wird – wenn nötig – ein Anschnitt oder Bruch der Probe unter flüssigem Stickstoff vorgenommen. Nach einer kurzen oberflächlichen Sublimation im Hochvakuum bei ca.  $-80^{\circ}\text{C}$  erfolgt gegebenenfalls die oben beschriebene Schrägbeschattungs- und Abdrucktechnik. Danach wird der Probenabdruck mittels Trägernetzchen ins das TEM transferiert.

### Ionendünnung

Unter Ionendünnung versteht man den Beschuss von mechanisch vorgedünnten Proben mit Argon-Ionen. Die Ionen tragen dabei von der Präparatoberfläche Material ab („Sputtern“), der Rand des dabei entstehenden Loches ist – bedingt durch den flachen Beschusswinkel ( $4^{\circ}$ – $8^{\circ}$ ) – für TEM-Untersuchungen durchstrahlbar dünn. Diese Methode ist für eine große Bandbreite von Materialien wie Metalle, Halbleiter, Kunststoffe, Keramiken und eingebettete Pulver geeignet.

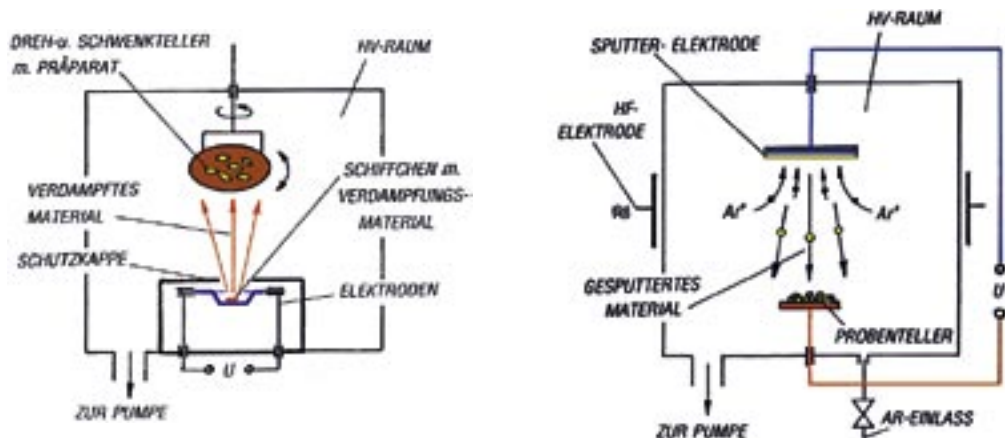
### Herstellung von planparallelen TEM-Lamellen mittels FIB-Dünnung

s. Beitrag „L30: Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB/REM“

### Ultradünnschnitttechniken (Ultramikrotomie)

(Ultra-)Mikrotomie bezeichnet das mechanische Herunterschneiden durchstrahlbar dünner Probestückchen mittels (Ultra-)Mikrotomen. Diese Technik ist sowohl für anorganische als auch organische Präparate geeignet. Die Proben werden häufig in ein entsprechendes Einbettmittel (z.B. Epoxydharze) eingebettet, bei empfindlichen Proben wird ein Kryo-Ultradünnschnitt unter flüssigem Stickstoff durchgeführt, wasserhaltige Proben müssen vorher mit entsprechenden Methoden (z.B. Kritische-Punkt-Trocknung) entwässert und fixiert werden.

s. Beitrag „M44: Ultramikrotomie in der Materialforschung“



**Abbildung 4:** (a) Schematische Darstellung einer Metall-Schiffchenverdampfungs-Anlage. Für die Bedampfung mit Kohlenstoff ist das Schiffchen im Schema durch Graphitelektroden zu ersetzen. (b) Schematische Darstellung einer HF-Sputter-Anlage.

### REM-Präparation

Nachfolgend sollen die wichtigsten Präparationstechniken, die in der Rasterelektronenmikroskopie zum Einsatz kommen, kurz vorgestellt werden:

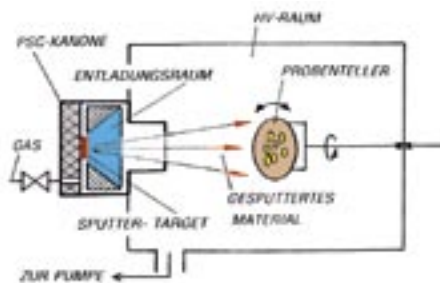
- ◆ Direkte Betrachtung
- ◆ Beschichtungen
- ◆ Kryopräparation/Kryotransfer
- ◆ Ionenätzung
- ◆ Herstellung von Anschnittflächen mittels FIB

#### Direkte Betrachtung

Im Falle von leitfähigen Proben ist es vielfach möglich, diese ohne nennenswerten präparativen Aufwand (insbesondere Beschichtung) direkt im REM zu untersuchen.

#### Beschichtungen

Die Beschichtung mit Kohlenstoff erfolgt über Lichtbogenverdampfung von Reinstgraphitelektroden.



**Abbildung 5:** PSC-Hochauflösungs-Sputtering (PSC ... Penning Sputter Coater). Diese Technik wurde am Zentrum für Elektronenmikroskopie, Technische Universität Graz, entwickelt.

Bei der Herstellung von Schichten mittels Schiffchenverdampfung (thermische Verdampfung) werden als Schiffchenmaterialien u.a. Tantal, Wolfram, Molybdän oder Keramiken verwendet (Abb. 4a). Der Vorteil dieser Technik liegt darin, dass er für manche Materialien einfach und nicht zeitaufwändig durchzuführen ist. Leider ist diese Technik für viele Materialien nicht geeignet, erzeugt oftmals schlecht haftende und grobkörnige Schichten, und hat eine relativ hohe Strahlenbelastung des Präparats sowie eine schlechte Reproduzierbarkeit zur Folge.

Bei der Beschichtung durch Gasentladungssputtern (u.a. DC-Plasma-Sputtern, HF-Plasma-Sputtern, Magnetron-Sputtern) werden mittels Gasentladung Argon-Ionen generiert und in einem elektrischen Feld auf ein sogenanntes Target beschleunigt. Die Ionen schlagen Teilchen aus dem Targetmaterials heraus („Sputtern“), die dann auf der entsprechenden Probe abgeschieden werden (Abb. 4b). Dieses Verfahren bietet i.A. gute Abscheidungsraten, eine hohe Reproduzierbarkeit, eine hohe Haftfestigkeit der Schichten, und eine geringe thermische Belastung der Probe. Es kann für zahlreiche Abscheidematerialien eingesetzt werden, nicht zuletzt für Isolatoren (HF-Plasma, Magnetron).

Das technisch aufwändige PSC-Hochauflösungs-Sputtering bietet Vorteile wie äußerst feinkörnige, bereits bei sehr geringer Schichtdicke zusammenhängende Schichten, sowie die Möglichkeit zum Sputtern von schwer verdampfenden Metallen (W, Mo, T, Cr), und sehr gut haftende Schichten (Abb. 5). Dem stehen relativ lange Sputterzeiten (und dadurch der Einbau von Fremdatomen in die Schichten) sowie ein aufwändiges Service und ein aufwändiger Targetwechsel entgegen.

## M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie

### Kryopräparation / Kryotransfer für REM

Die Kryopräparation im REM erfolgt – bis hin zur kurzen oberflächlichen Sublimation – analog zum weiter oben beschriebenen Prozedere für das TEM. Danach wird eine Leitfähigkeitsbeschichtung (v.a. mit Au und Cr) bei ca. -120°C vorgenommen. Die Probe wird anschließend in gefrorenem Zustand entweder zur Gänze durchgetrocknet oder mittels Transfersystem unter Hochvakuum auf einen mit flüssigem Stickstoff gekühlten Probenstisch im REM transferiert, die Probe wird im gefrorenen Zustand untersucht. Der Vorteil dieser Methode liegt in der Untersuchung von Systemen, die mit den herkömmlichen Methoden nicht präpariert werden können, da diese zu empfindlich sind. Das Verfahren ist jedoch zeitlich und methodisch sehr aufwändig.

### Ionenätzung

Die Ätzung mit Ionen in einer Gasentladung dient vor allem dem Sichtbarmachen von Gefügestrukturen. Bei der Strukturentwicklung durch Ätzung mit Argon-Ionen werden im Hochvakuum Argon-Ionen mit einer Energie zwischen 0,5 und 5 keV auf die meist metallische Probenoberfläche beschleunigt. Das dabei entstehende Ätzbild ist charakteristisch für die Probe und lässt Aussagen über Korngrenzen, Einzelkomponenten und deren

Struktur etc. treffen. Die Strukturentwicklung durch Ätzung mit Sauerstoff-Ionen erfolgt ebenfalls im Hochvakuum. Die durch Hochfrequenzionisation gebildeten Sauerstoff-Ionen sind chemisch reaktiv, somit können durch schonende Oxidation der organischen Probenanteile spezifische Strukturen entwickelt bzw. durch schichtweisen Abbau der organischen Komponenten nichtoxidierbare (anorganische) Anteile freigelegt werden. Dies ermöglicht eine Identifizierung und Klassifizierung.

### Herstellung von Anschnittflächen mittels FIB

s. Beitrag „L30: Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB/REM“

**Albert Brunegger, Werner Rom, Gerald Kothleitner**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

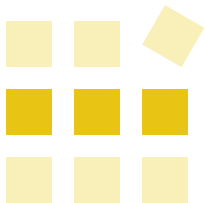
Methoden: M2 | M6 | M13 | M21  
M27 | M44

Lösungen: L29

Institute: I4

Kontakte: K4

Abdrucktechniken | Beschichtungstechniken | FIB-Dünnung | Ionenätzen | Ionendünnung  
Kryopräparation | Kryotransfer | Probenpräparation | Rasterelektronenmikroskopie  
REM | TEM | Transmissionselektronenmikroskopie | Ultradünnschnittstechniken | Ultramikrotomie



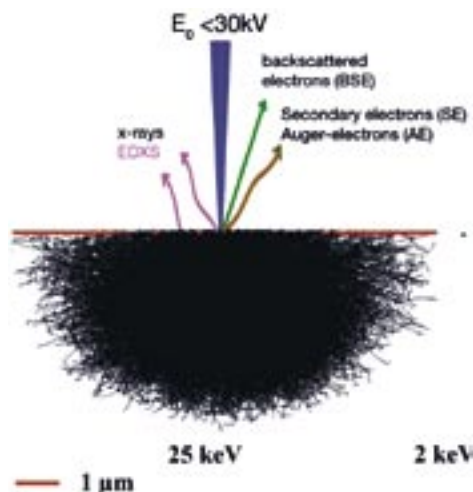
## Methoden

### M27: Rasterelektronenmikroskopie (REM)

#### M27: Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Im Rasterelektronenmikroskop (REM, engl. Scanning Electron Microscope, SEM) trifft ein fein fokussierter Elektronenstrahl auf eine Probe, wobei der Durchmesser im Auftreffpunkt etwa 1 nm beträgt. Die Elektronen dringen dann in die Probe ein, werden dort an den Atomen gestreut und erzeugen dabei, wie in Abb. 1 schematisch gezeigt, eine Vielzahl von Wechselwirkungsprodukten. Von diesen sind einige zur Abbildung der Probenoberfläche, andere wiederum zur chemischen Analyse der Oberfläche geeignet.

Durch die Wechselwirkung mit der Materie werden die Elektronen abgebremst und verlieren schließlich ihre Energie. Die Größe des Probenvolumens, in welchem diese Wechselwirkungen stattfinden, hängt sowohl von der Energie der Elektronen als auch von der Dichte des Materials ab. Der typische Energiebereich im REM beträgt 0,2–30 keV (1 keV = Energie, die ein Elektron beim Durchlaufen einer Potentialdifferenz von 1 kV erhält). Der mittlere Durchmesser des Wechselwirkungsvolumens kann also mehrere  $\mu\text{m}$  betragen (s. Text zu Abb. 1), aber bei sehr niedriger Elektronenenergie auch im Bereich von einigen 10 nm liegen. Die Informationstiefe liegt, da die Elektronen die Probe ja wieder verlassen müssen, um zum Detektor zu gelangen, bei etwa der halben Eindringtiefe der Elektronen in die Probe. Man kann also bis zu dieser Tiefe in die Probe „hineinsehen“ und Strukturen wie Hohlräume oder Einschlüsse, die innerhalb dieser Schicht liegen, auch erkennen.



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der Wechselwirkung von Elektronen, welche mit einer Energie  $E_0$  auf eine Probenoberfläche auftreffen, mit dem Probenmaterial. Die Eindringtiefe der Elektronen in die Probe ist von ihrer Energie ( $E_0$ ) und der Dichte des Materials abhängig. Man „sieht“ in die Probe „hinein“! Beispiel Al (Dichte:  $2,7 \text{ g/cm}^3$ ): Bei  $E_0 = 25 \text{ keV}$  beträgt die Eindringtiefe  $\sim 6,6 \mu\text{m}$ , bei  $E_0 = 2 \text{ keV}$  beträgt diese nur  $\sim 0,1 \mu\text{m}$ .

Zur Abbildung der Probenoberfläche mit Auflösung im nm-Bereich werden die Sekundärelektronen (SE) verwendet. Diese haben sehr niedrige Energie und entstehen dadurch, dass hochenergetische Elektronen ihrerseits aus den Atomen der Probe „sekundäre“ Elektronen herausschlagen. Wegen ihrer geringen Energie können diese maximal aus einer Tiefe von einigen nm die Probe verlassen. Da aber auch vom Probeninneren an die Oberfläche zurückgestreute Elektronen sekundäre Elektronen erzeugen können, erhält man trotzdem auch die Information aus dem Probeninneren.



## M27: Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Das eigentliche Bild entsteht nun dadurch, dass die Probenoberfläche über eine vorgegebene Fläche über ein ebenfalls vorgegebenes Raster (z. B. 1024 x 1024 Pixel) abgerastert wird. An jedem Punkt wird mit einem Detektor die Zahl der emittierten Elektronen gemessen, in einen Grauwert umgesetzt und dieser an der synchronen Stelle auf dem Bildschirm abgebildet. Die Vergrößerung ergibt sich einfach durch Division der Breite des Bildes auf dem Bildschirm oder im Ausdruck durch die Breite der abgerasterten Fläche.

Die Kontrastunterschiede im Bild werden dadurch hervorgerufen, dass z. B. an Spitzen oder Kanten Elektronen unter einem größeren Raumwinkel austreten können als an ebenen Flächen, der Detektor damit eine höhere Elektronenzahl detektiert und diese in eine größere Helligkeit im Bild umsetzt. Im SE-Bild sind daher ebene glatte Flächen dunkel, Stufen, Spitzen, aber auch bestimmte Bereiche sphärischer Teilchen hell.

Es ist eine Auflösung von einigen nm erreichbar, wobei die tatsächlich erreichbare Auflösung im Wesentlichen etwas vom Material, vom Gerätetyp und von der Elektronenenergie abhängt. Von den Herstellern werden Grenzwerte zwischen etwa 1–5 nm angegeben.

Eine Abbildung der Oberfläche ist auch mit den elastisch rückgestreuten Elektronen (backscattered electrons, BSE) möglich, jedoch mit etwas schlechterer Auflösung als mit den SE. Da die Zahl der BSE stark von der chemischen Zusammensetzung des betreffenden Probenbereiches abhängt, erhält man im Bild Materialkontrast, das heißt, chemisch unterschiedliche Phasen sind im Bild als Bereiche unterschiedlicher Helligkeit sichtbar.

**Peter Pölt**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

Methoden: M13 | M26

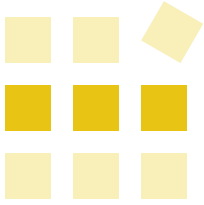
Lösungen: L22 | L29 | L30

Institute: I4 | I3 | I10

Kontakte: K34

chemische Zusammensetzung | Materialkontrast | Oberflächen | Rasterelektronenmikroskopie  
REM | Sekundärelektronen



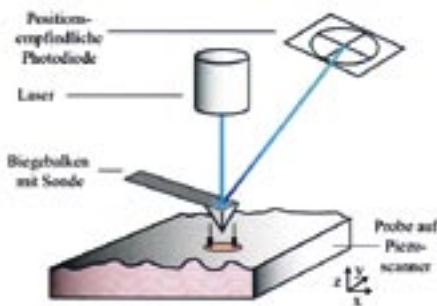


## Methoden

### M28: Rasterkraftmikroskopie (AFM)

#### M28: Rasterkraftmikroskopie (AFM)

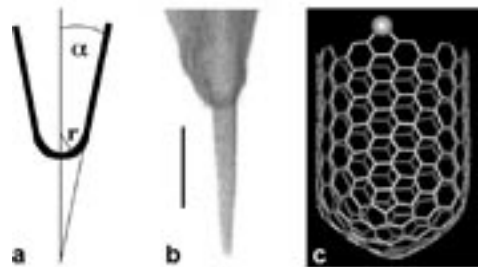
Die Rasterkraftmikroskopie gehört zur Familie der Rastersondenmikroskopien, bei denen – wie es die beiden ersten Teile des Namens verdeutlichen – eine feine Sonde in sehr kleinen Schritten über eine Oberfläche gerastert wird. Im Gegensatz zu der zunächst entwickelten Rastertunnelmikroskopie, deren Einsatz auf leitende bzw. halbleitende Oberflächen beschränkt ist, kann die 1986 entwickelte Rasterkraftmikroskopie (englisch: Atomic Force Microscopy, AFM) auch auf isolierende Oberflächen angewendet werden. In Abb. 1 ist das Messprinzip illustriert. Die Sonde, z. B. eine Pyramidenspitze, befindet sich an einem filigranen Biegebalken, der im einfachsten Falle die Sonde auf die Oberfläche drückt. Die Änderung der Balkenverbiegung, die mittels Lichtzeigermethode detektiert werden kann, gibt Auskunft über Höhenunterschiede zwischen benachbarten Punkten auf der Oberfläche. Das



**Abbildung 1:** Messprinzip der Rasterkraftmikroskopie: Der Laserstrahl wird von dem Biegebalken auf eine positionsempfindliche Photodiode reflektiert. Der Piezo-scanner rastert die Probe lateral ( $x, y$ ) und verschiebt die Probe in  $z$ -Richtung so, dass immer die gleiche Durchbiegung des Biegebalkens gewährleistet

Herzstück eines jeden Rastersondenmikroskops ist der piezoelektrische Scanner, der durch Anlegen einer elektrischen Spannung eine Längenänderung erfährt. Damit wird eine definierte Relativbewegung Sonde – Probenoberfläche bis hin zu Abständen unterhalb eines Nanometers möglich.

Die laterale Auflösung der Methode wird wesentlich durch die Geometrie der Sonde bestimmt. Die entscheidenden Parameter sind der Radius der Spitze und der halbe Öffnungswinkel (Abb. 2a). Je kleiner beide Größen sind, desto weniger verfälscht die endliche Ausdehnung der Sonde die gemessene Oberflächentopographie. Zur Verbesserung der Auflösung wird auf herkömmlichen Si-Sonden ( $r \approx 10 - 20 \text{ nm}$ ,  $\alpha = 10^\circ$ ) eine Kohlenstoffnadel mit  $r \leq 5 \text{ nm}$  und  $\alpha \leq 5^\circ$  gewachsen (Abb. 2b). Wie man leicht sieht, wäre eine lineare Kette von Atomen die ideale Sonde. Mit den 1992 entdeckten einwandigen Kohlenstoff-Nanoröhrchen lässt sich der Idealzustand zumindest hinsichtlich des Öffnungswinkels bereits erzielen (Abb. 2c).



**Abbildung 2:** (a) Geometrie-Parameter einer AFM-Sonde: Spitzenradius  $r$  und halber Öffnungswinkel  $\alpha$ . (b) Konventionelle Si-Spitze ( $r \approx 10 - 20 \text{ nm}$ ,  $\alpha = 10^\circ$ ), auf der eine Kohlenstoffnadel mit  $r = 5 \text{ nm}$  und  $\alpha = 5^\circ$  gewachsen wurde. (c) Modell eines Kohlenstoff-Nanoröhrchens,  $r = 2 \text{ nm}$ ,  $\alpha = 0^\circ$ .

## M28: Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Durch das Abtasten der Oberfläche wird eine dreidimensionale Topographieinformation  $z(x,y)$  gewonnen. Daraus lässt sich zum einen die Rauigkeit der vermessenen Oberfläche quantitativ charakterisieren, und zwar bis zu vertikalen Rauigkeiten auf der Zehntel-Nanometer-Skala. Andererseits erlauben die digitalen Daten mittels der Analyse der Fouriertransformation der Oberflächentopographie  $z(x,y)$  die Bestimmung der Größen- und Formverteilung der vermessenen Nanostrukturen in Analogie zu Beugungs- und Streu-Messmethoden.

Ursprünglich wurde die Abtastung unter ständigem Kontakt von Sonde und Probe (Contact Mode) durchgeführt, wobei allerdings die auftretenden Lateralkräfte zwischen Sonde und Probe zu einer Beschädigung der untersuchten Oberfläche oder einer schnellen Abnutzung der verwendeten Sonde führen kann. Beim so genannten Tapping Mode wird der Biegebalken mittels eines Piezokristalls nahe seiner Resonanzfrequenz ( $\approx 100$  kHz) zu Oszillationen angeregt. Die Dämpfung des Biegebalkens in Probennähe wird wiederum mittels Lichtzeigermethode zur Höhendetektierung eingesetzt. Diese Methode ist wesentlich probenschonender und verlängert die Lebensdauer der eingesetzten Sonde, was speziell bei den superscharfen Kohlenstoff-Sonden einen nicht unerheblichen Kostenfaktor darstellt. Durch Messung der Phasenverschiebung zwischen Anregungsschwingung und Oszillation des Biegebalkens lassen sich die visko-elastischen Eigenschaften der Probe zumindest qualitativ ermitteln, wodurch eine Unterscheidung harter und weicher Oberflächenbereiche möglich wird.

Das Prinzip der Rasterkraftmikroskopie ist universell einsetzbar, es funktioniert unter Umgebungsbedingungen gleichermaßen wie in Flüssigkeiten oder im Ultrahochvakuum. Funktionalisiert man die Sonden entsprechend, kann man mit ihnen z.B. auch magnetische, elektrische und mechanische Eigenschaften auf der Nanometerskala detektieren, was dann zu Methoden wie der Magnetkraftmikroskopie, der Leitfähigkeitsrasterkraftmikroskopie und der Nanoindentierung führt. Die Rasterkraftmikroskopie lässt sich auch als Werkzeug einsetzen, um Nanostrukturen gezielt zu erzeugen. Gegenwärtig werden zwei-dimensionale Anordnungen mit mehr als 1000 Sonden entwickelt, um die Rastersondenmikroskopie-gestützte Nanostrukturierung parallel und damit effizient durchführen zu können.

**Christian Teichert**

Montanuniversität Leoben

Institut für Physik

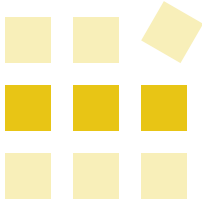
Methoden: M19 | M20 | M29 | M31

Lösungen: L2 | L26

Institute: I12 | I3 | I10 | I11

Kontakte: K46

AFM | Contact Mode | Oberflächenmorphologie | Oberflächenrauigkeit  
Rasterkraftmikroskopie | Tapping Mode



## Methoden

### M29: Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Phase Imaging

## M29: Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Phase Imaging

Das Phasensignal – die Phasenverschiebung zwischen Anregung und angeregter Cantilever-Schwingung im Tappingmode des Rasterkraftmikroskops (synonym Atomkraftmikroskops) – bietet verglichen mit der Topographie (Höhensignal) oftmals zusätzliche Informationen über die Probenbeschaffenheit. Die Datenerhebung beim Tappingmode, bei dem der Cantilever zusätzlich zur Rasterbewegung durch ein Piezoelement zu einer kHz-Schwingung angeregt wird, erfolgt wie in Abb. 1 dargestellt.

Der Tappingmode wurde in erster Linie zur Vermeidung von Oberflächen-Beschädigungen entwickelt, die im Kontaktmodus vor allem bei der Messung von weichen Proben immer wieder auftreten. Zusätzlich zur Höheninformation erhält man auch ein Phasensignal, das sich aus der Phasenverschiebung zwischen der Anregungsschwingung und dem Feedbacksignal des Photodetektors ergibt. Im Phasenbild sind auch Änderungen verschiedener physikalischer Oberflächen-Parameter wie Elastizität/Viskoelastizität, Oberflächenspannung und Haftung darstellbar.

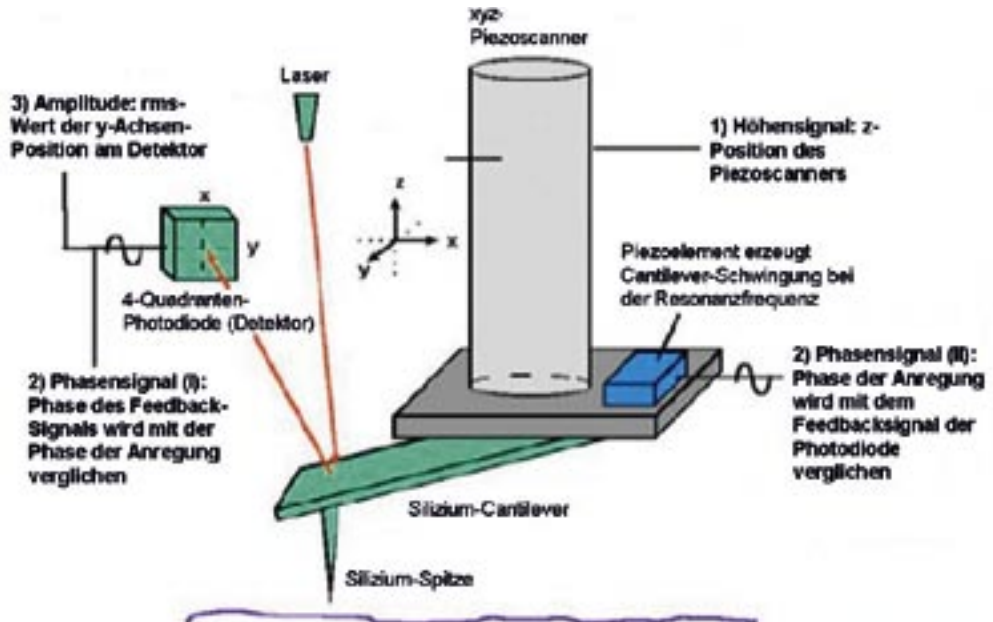


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Phase Imaging am Rasterkraftmikroskop.

## M29: Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Phase Imaging

Wird ein oszillierender Cantilever in die Nähe der Probenoberfläche gebracht, ändern sich seine Schwingungsparameter durch die Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe (tip-sample interaction). Ein frei schwingender Cantilever ist durch seine Elastizitätskonstante  $k$ , die Masse  $m$  und einen Qualitätsfaktor  $Q$  charakterisiert. Seine Resonanzfrequenz  $\omega_0$  ist von  $k$  und  $m$  folgendermaßen abhängig:

$$k = m\omega_0^2$$

Abhängig von der Schwingungsfrequenz  $\omega$  ergibt sich für den Phasenwinkel  $\phi$  (im Bogenmaß) für die freie Schwingung:

$$\phi = \tan^{-1} \left( \frac{m\omega\omega_0}{Q(k - m\omega^2)} \right)$$

Als eine Funktion von  $\omega$  variiert dieser Phasenwinkel stark in der Nähe der Resonanzfrequenz. Er ist  $\pi/2$  bei  $\omega = \omega_0$ ,  $< \pi/2$  bei Frequenzen kleiner als die Resonanzfrequenz und  $> \pi/2$  darüber.

Die Änderung der Schwingungsparameter in der Nähe der Probenoberfläche kann in erster Näherung durch eine Änderung der Elastizitätskonstante des Cantilevers beschrieben werden. Es ergibt sich eine effektive Elastizitätskonstante  $k_{eff} = (k + \sigma)$ , wobei  $\sigma$  für die Summe aller Kraftänderungen ( $\partial F_i / \partial z$ ) steht, die in der Nähe der Probe auf den Cantilever wirken.  $z$  repräsentiert den relativen Abstand zwischen Spitze und Probenoberfläche.

Für  $\sigma \ll k$  kann die Phasenänderung bei der Resonanzfrequenz  $\Delta\phi_0$  folgendermaßen angegeben werden:

$$\Delta\phi_0 = \frac{\pi}{2} - \tan^{-1} \left( \frac{k}{Q\sigma} \right) \approx \frac{Q\sigma}{k}$$

Das Vorzeichen der Phasenänderung korrespondiert mit dem der Summe aller Kraftänderungen  $\sigma$ , die Phasenänderung ist also beispielsweise dann positiv, wenn die Summe der Kraftänderungen auf den Cantilever repulsiv (abstoßend) ist und negativ im Fall einer attraktiven (anziehenden) Kraftwirkung.

In einigen Arbeiten konnte gezeigt werden, dass das Signal der Phasenänderung u.a. auch Informationen über die Elastizität oder die Härte der Probe enthält. Bei einem Kontakt zwischen Spitze und Probe ist die Summe der Kraftänderungen auch von den Young's Moduli  $E_1$  und  $E_2$  der beiden beteiligten Materialien (d.h. der Spitze und der Probe) abhängig und kann für einen permanenten Kontakt durch

$$S = \frac{\partial F}{\partial d} = \epsilon a E^*$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1 - \nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1 - \nu_2^2)}{E_2}$$

$S$  = Oberflächensteifigkeit

$a$  = Radius einer angenommenen zirkularen Berührungsfläche zwischen Spitze und Probe

$\epsilon$  = Zahl zwischen 1,9 und 2,4 [3]

$\nu$  = Querkontraktionszahl (Poisson's ratio)

beschrieben werden.

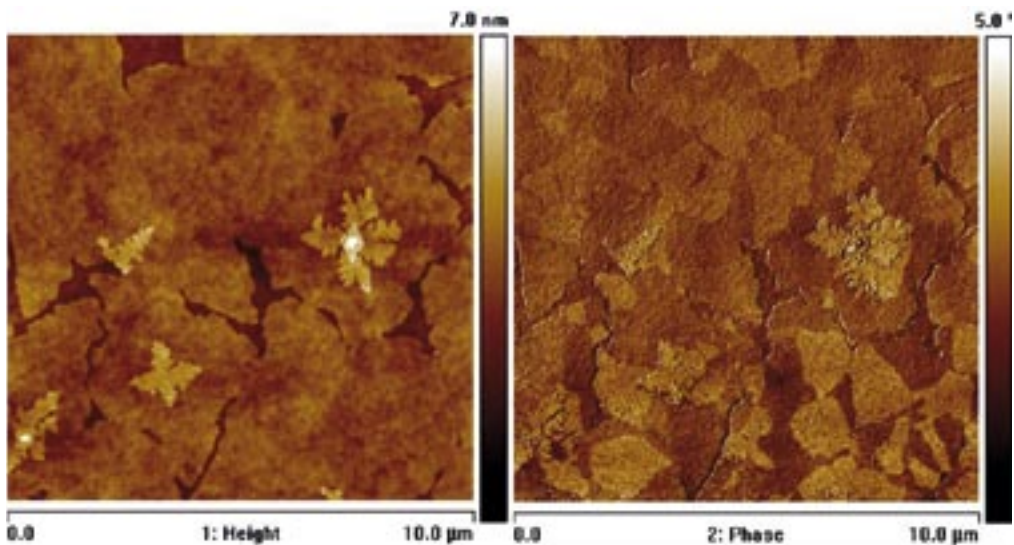
## M29: Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Phase Imaging

Im Tappingmode ist jedoch die Spitze nicht im permanenten Kontakt mit der Probenoberfläche und die Kontaktfläche variiert mit der Dauer des Kontakts und vor allem mit der Steifigkeit der Oberfläche. Im Allgemeinen führt ein weiches Material zu einer größeren Kontaktfläche und die Dauer des Kontakts zwischen Spitze und Probe ist für ein weiches Material länger als für eine harte Probenoberfläche. Dieser Effekt, der bei großen Anregungsamplituden noch verstärkt wird, beeinflusst die Phasenänderung und wird so messbar.

$$\Delta\varphi_0 \approx S \frac{Q}{k} = \epsilon\alpha E^* \frac{Q}{k}$$

Auf diese Weise hängt das Signal der Phasenänderung mit einigen physikalischen Oberflächeneigenschaften von Proben zusammen und bietet damit zusätzlich zum topographischen Bild ein großes Informationsspektrum.

Ein besonderer Vorteil des Tapping Mode ist die Eigenschaft, dass Topographie- und Phasenbild stets simultan aufgezeichnet werden, zur Auswertung werden dann unterschiedliche Parameter des messenden Systems herangezogen (s. Abb. 2).



**Abbildung 2:** Beispiel: Pentazen-Kristallite auf einem organischen Dielektrikum. Im Höhenbild (links) ist die typische dendritische Form von Pentazen-Kristalliten zu sehen. Im Phasenbild (rechts) sind dunkle und helle Flächen erkennbar, die im Höhenbild nicht voneinander unterschieden werden. Es kann davon ausgegangen werden, dass sich hier verschiedene Kristallphasen ausgebildet haben.

## M29: Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Phase Imaging

### Weiterführende Literatur

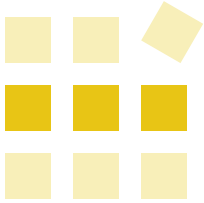
- [1] **S. N. Magonov, V. Elings, M. H. Whangbo** (1997) „Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy“. *Surface Science* 375, L385–91.
- [2] **M. J. D’Amato, M. S. Marcus, M. A. Eriksson, R. W. Carpick** (2004) „Phase imaging and the lever-sample tilt angle in dynamic atomic force microscopy“. *APL* Vol. 85(20), 4738–40.
- [3] **Kendall K, Tabor D** (1971) „An ultrasonic study of the area of contact between stationary and sliding surfaces“. *Proc. R. Soc.* A323, 321–40.
- [4] **S. Morita, R. Wiesendanger, E. Meyer** (Eds.) (2002) „Noncontact atomic force microscopy“. Springer-Verlag, Heidelberg, 439 Seiten.
- [5] **E. Meyer, H. J. Hug, R. Bennewitz** (2004) „Scanning probe microscopy – The lab on a tip“. Springer-Verlag, 210 Seiten.

**Ursula Haas**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik

Methoden:	M28   M19
Lösungen:	L2
Institute:	I10
Kontakte:	K13

AFM | Oberflächenelastizität | Phase Imaging | Phasensignal | Rasterkraftmikroskopie | Tapping Mode



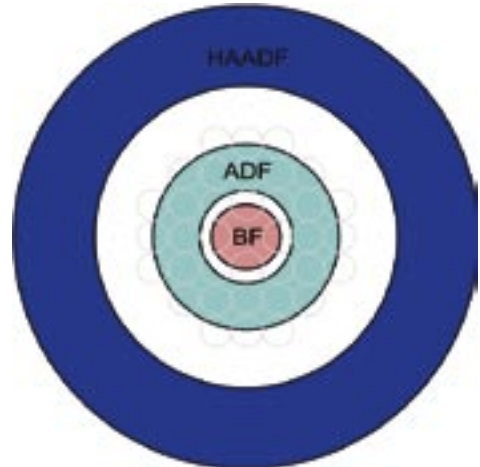
## Methoden

### M30: Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

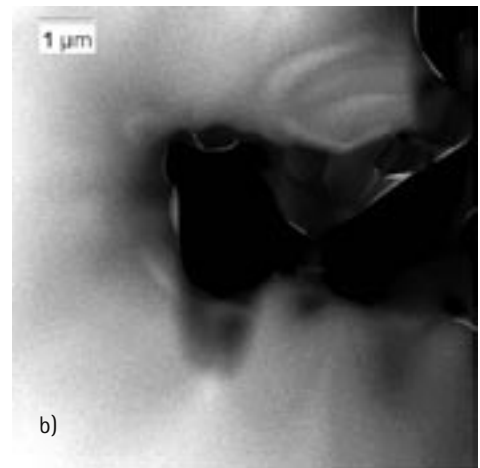
#### M30: Rastertransmissions- elektronenmikroskopie (STEM)

Die Rastertransmissionselektronenmikroskopie (Scanning Transmission Electron Microscopy, STEM) ermöglicht die Charakterisierung von Werkstoffen im Hinblick auf ihre Morphologie, Kristallstruktur und chemische Zusammensetzung. Ergänzend zur Bildentstehung im TEM bietet das STEM zusätzliche Möglichkeiten für die Kontrastentstehung.

Ähnlich wie im Rasterelektronenmikroskop (SEM) wird ein sehr feiner, auf die Probenebene fokussierter Elektronenstrahl von Ablenkspulen zeilenförmig über eine durchstrahlbar dünne Probe geführt und die von jeder Position gestreuten Elektronen für die Bilderzeugung verwendet. Im STEM-Betrieb wird das in der hinteren Brennebene der Objektivlinse liegende Beugungsbild auf die



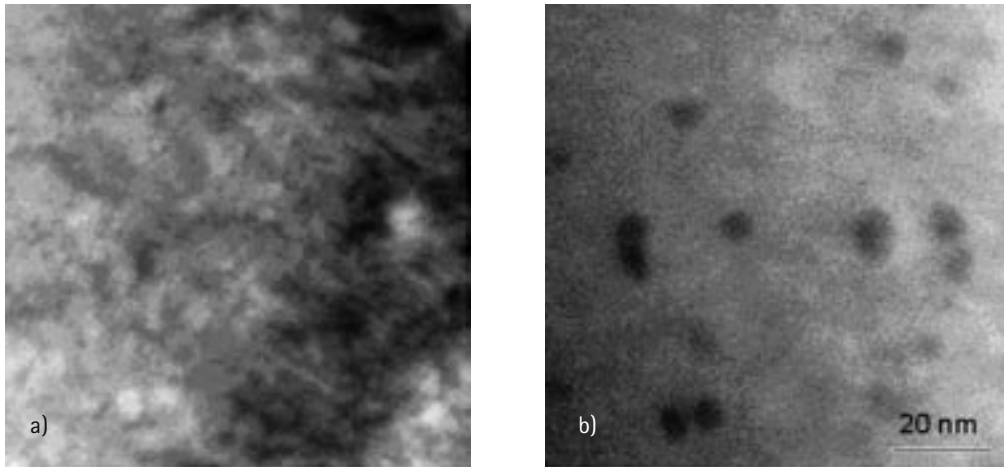
**Abbildung 1:** STEM-Detektoren und deren Anordnung relativ zum Beugungsbild.



**Abbildung 2:** STEM-Bilder eines Silizium-Einkristalls: a) BF, b) HAADF.



## M30: Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

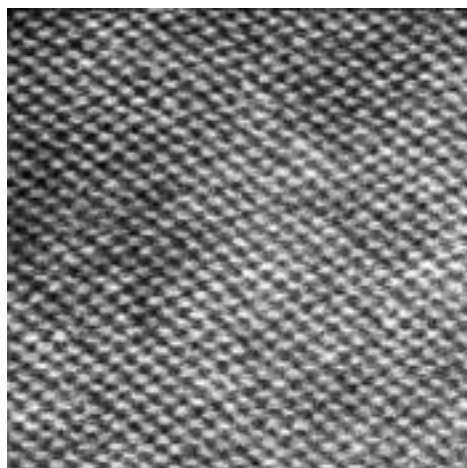


**Abbildung 3:** STEM-Bilder von Titanoxid-Partikeln in einer Niob-Matrix. Während in Hellfeldbetrachtung (a) Beugungskontraste dominieren, kann die örtliche Variation der mittleren Ordnungszahl im HAADF-Bild (b) eindeutig sichtbar gemacht werden.

STEM-Detektoren abgebildet, wobei durch den auf die Probe fokussierten Strahl ein konvergentes Beugungsbild (CBED) zu beobachten ist (Abb. 1). Die Größe des abgerasterten Bereiches definiert die Vergrößerung, die umso höher ist, je kleiner dieser Bereich wird. Die räumliche Auflösung wird durch den Strahldurchmesser bestimmt, der im Bereich 0,2 nm und kleiner liegen kann.

Grundsätzlich kann zwischen verschiedenen Detektoranordnungen und Detektortypen unterschieden werden, die sich in der winkelabhängigen Selektion der gestreuten Elektronen unterscheiden (Abb. 1). Als wichtigste finden der On-axis-Hellfeld (bright-field, BF)- und der Weitwinkel-Dunkelfeld (high-angle annular dark-field, HAADF)-Detektor Verwendung. Am kreisförmigen Hellfeld-Detektor werden überwiegend in kleine Winkel gestreute (elastische) Elektronen detektiert, wodurch Beugungskontraste wie Biege- und Dickenkonturen erhalten und Kristallstrukturparameter abgeleitet werden können (Abb. 2a, 3a). Elektronen, die hingegen als Folge inkohärenter

elastischer Streuung am Atomkern in größere Winkel gestreut werden, können mit einem ringförmigen HAADF-Detektor registriert werden (Abb. 2b). Da die Streuwinkel u. a. mit der Kernladungszahl (Z-Abhängigkeit) zunehmen, besteht mit diesem



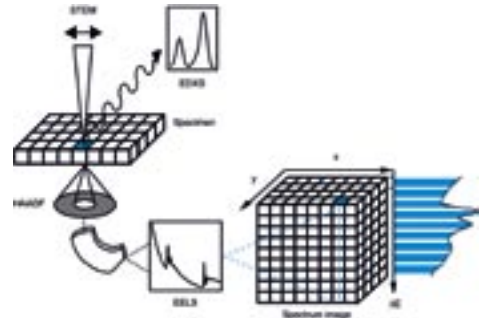
**Abbildung 4:** Hochaufgelöstes HAADF-STEM-Bild einer Siliziumeinkristalprobe in [110]-Orientierung.



## M30: Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

Verfahren die Möglichkeit, Kontraständerungen fokusunabhängig direkt als Funktion des streuenden Elementes bei gleichzeitig hoher Ortsauflösung aufzuzeichnen (Z-Kontrastabbildungen, Abb. 3b, 4).

Ein weiterer wesentlicher Vorteil von HAADF-STEM liegt in der Kompatibilität mit den beiden analytischen Verfahren EELS (Elektronenenergieverlustspektroskopie) und EDXS (Energiedispersive Röntgenspektroskopie). Da der ungebeugte bzw. nur in sehr kleine Winkel gebeugte Elektronenstrahl nicht für die Bildgebung verwendet wird und somit direkt in das unter dem Detektor liegende Energieverlustspektrometer gelenkt werden kann, ergibt sich die Möglichkeit zur simultanen Aufnahme von EELS-Spektren. Nach der Bildgenerierung kann der Strahl auf einem beliebigen Strukturdetail im Bildausschnitt positioniert werden, und anschließend können komplette Energieverlust- aber auch Röntgen-Spektren von bestimmten Punkten, entlang von Linien oder innerhalb rechteckiger Bereiche aufgezeichnet werden (Spectrum Imaging, Abb. 5).



**Abbildung 5:** Analytische Techniken EDXS und EELS in Kombination mit HAADF-STEM.

**Gerald Kothleitner, Werner Rechberger, Werner Grogger**

Technische Universität Graz

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

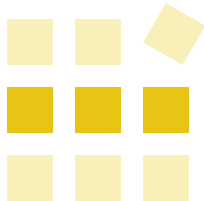
Methoden: M2 | M8 | M10 | M17

Lösungen: —

Institute: I4

Kontakte: K21

EDXS | EELS | Elektronenenergieverlustspektroskopie | Energiedispersive Röntgenspektroskopie  
Hochauflösung | Rastertransmissionselektronenmikroskopie | Spectrum Imaging | STEM



## Methoden

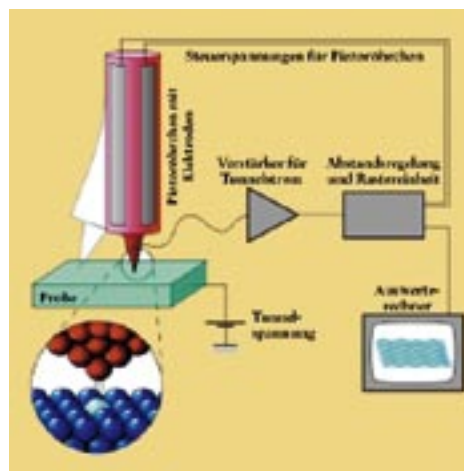
### M31: Rastertunnelmikroskopie (RTM/STM)

#### M31: Rastertunnel- mikroskopie (RTM/STM)

Im Rastertunnelmikroskop (RTM, oder engl. Scanning Tunneling Microscope, STM) wird das abzubildende Objekt auf einer Oberfläche mit einer feinen Metallspitze abgetastet (Abb. 1). Wird die Spitze nahe, d.h. in den Abstand  $\leq 1$  nm, an die Probe gebracht und wird eine kleine Spannung (einige Millivolt bis Volt) zwischen der Spitze und der Probe angelegt, so fließt ein kleiner Strom. Dieser Strom (typisch einige Nanoampère) wird Tunnelstrom genannt, da er auf Grund des quantenmechanischen Tunneleffekts entsteht. Die enorme vertikale (und auch laterale) Auflösung des RTMs ist dadurch erklärbar, dass der Tunnelstrom exponentiell vom Abstand zwischen Probe und Spitze abhängt: Wenn der Abstand um 0,1 nm verändert wird, verändert sich der Tunnelstrom um das 10-fache. Der Tunnelstrom kann als Regelgröße im RTM verwendet werden, wobei er in einem Rückkopplungskreis von der Steuerelektronik durch Veränderung des Abstandes zwischen Spitze und Probe konstant gehalten wird. Auf diese Weise werden Höhenänderungen an der Oberfläche in Höhenänderungen der Abtastspitze über der Probe umgesetzt. Wird die Spitze mit Hilfe eines Piezoelementes rasterförmig über die Oberfläche bewegt und der Abstand Spitze-Probe als Funktion der Position aufgezeichnet, so entsteht ein Abbild der Oberflächentopographie, die mit atomarer Auflösung dargestellt werden kann.

Bei Rastertunnelmikroskopen können drei verschiedene Messmodi unterschieden werden: Beim „Konstant-Höhen-Modus“ rastert die Spitze in konstanter Höhe über eine Probe, während

die Änderung des Tunnelstromes gemessen wird. In der Regel findet der „Konstant-Strom-Modus“ Anwendung. Hier wird die Spitze an jeder lateralen Position auf einen konstanten Tunnelstrom eingestellt. Als Messwert dient der Abstand, um den sich die Spitze an die Probe annähern oder von ihr entfernen muss, um den Tunnelstrom konstant zu halten. Eine weitere Meßmethode ist der „Spektroskopie-Modus“. Bei dieser Betriebsart wird an jedem lateralen Messpunkt die Variation des Tunnelstroms mit der angelegten Spannung aufgezeichnet (Strom-Spannungs-Kennlinie). Der Spektroskopie-Modus ermöglicht die Messung der lokalen elektronischen Eigenschaften einer Probe, d.h. die Bestimmung der elektronischen Struktur bis auf atomares Niveau.

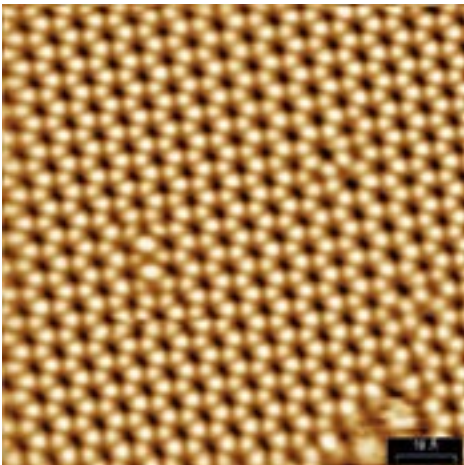


**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops.

## M31: Rastertunnelmikroskopie (RTM / STM)

Rastertunnelmikroskope können in Vakuum, an Luft und sogar in Flüssigkeiten betrieben werden. Um höchste atomare Auflösungen zu erreichen und ungewollte Einflüsse von Fremdstoffen zu vermeiden, werden RTM-Messungen zumeist im Ultrahoch-Vakuum durchgeführt. Die heute erzielbare Auflösung in Rastertunnelmikroskopen liegt in lateraler Richtung bei 10 pm, in vertikaler Richtung bei bis zu 1 pm. Limitierende Faktoren sind die Stabilität der Rastereinheit gegenüber akustischen Schwingungen, die Stellgenauigkeit der Piezoelemente, die Beschaffenheit der Spitze sowie die Genauigkeit bei der Messung des Tunnelstroms.

Die Rastertunnelmikroskopie hat sich in den letzten Jahren zur wichtigsten Methode für die Charakterisierung von Nanostrukturen entwickelt. Das RTM bietet die Möglichkeit periodische und



**Abbildung 2:** Atomar aufgelöstes RTM-Bild einer neuartigen  $V_2O_3$ -Oxidphase auf einer Pd(111)-Oberfläche.

aperiodische elektronische, topographische, optische oder magnetische Strukturen mit bis zu atomarer Auflösung zu untersuchen. Von besonderem Interesse im Hinblick auf praktische Anwendungen, beispielsweise in der heterogenen Katalyse oder in einer zukünftigen Nanoelektronik, ist die Untersuchung der Oberflächen von ultra-dünnen Oxidschichten (nur wenige Nanometer dick) mit atomarer Auflösung. Abb. 2 zeigt als Beispiel eine RTM-Aufnahme einer dünnen Vanadiumoxidschicht mit der formalen Stöchiometrie  $V_2O_3$  auf einer Pd(111) Oberfläche, die eine neuartige Struktur aufweist [1].

### Literatur

- [1] **S. Surnev, L. Vitali, M. G. Ramsey, F. P. Netzer, G. Kresse, J. Hafner** (2000) „*Growth and structure of ultrathin vanadium oxide layers on Pd(111)*“. Phys. Rev. B 61, 13945–54.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,  
Oberflächen- und Grenzflächenphysik

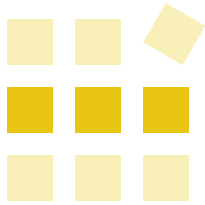
Methoden: M28

Lösungen: L32

Institute: I11 | I8 | I10 | I12

Kontakte: K45

Nanoelektronik | Oberflächentopographie | Piezoelement | Rastertunnelmikroskopie | STM  
Tunneleffekt | Tunnelstrom | Vanadiumoxid



## Methoden

### M32: Röntgen- und Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie

#### M32: Röntgen- und Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie (XPS und UPS)

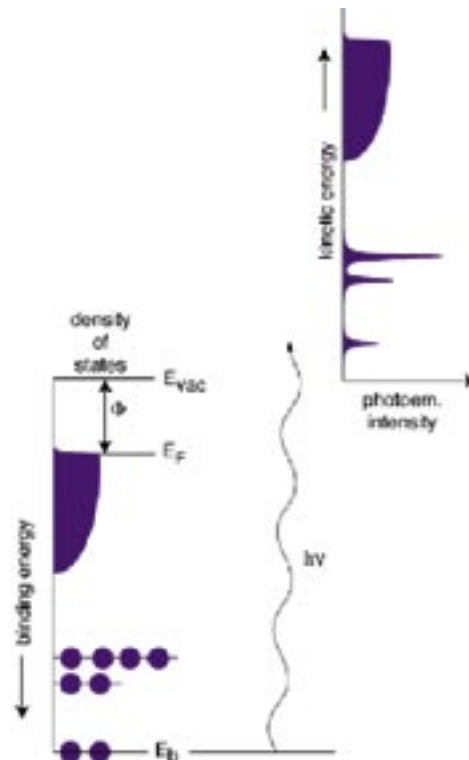
Die Photoelektronenspektroskopie beruht auf dem photoelektrischen Effekt: durch Absorption von Photonen (mit Energie  $h\nu$ ) werden aus Atomen, Molekülen oder Festkörpern Elektronen herausgelöst, deren kinetische Energie bestimmt wird:

$$E_{kin} = h\nu - E_{bind}$$

Die Energie  $E_{kin}$  der emittierten Photoelektronen hängt also von der zugehörigen Bindungsenergie  $E_{bind}$  der betroffenen Elektronenschale ab und ist daher für jedes Element charakteristisch (Abb. 1, 2a). Je nach Anregungsquelle unterscheidet man zwischen XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy, Anregung mit Röntgenstrahlung,  $h\nu > 100$  eV) und UPS (Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy, Anregung mit UV Strahlung,  $h\nu < 100$  eV). Ein hemisphärischer Elektronenenergieanalysator misst die kinetische Energie der emittierten Elektronen (Abb. 2b) und erzeugt somit ein Energiespektrum dieser Elektronen (Abb. 1). Eine genaue Analyse dieses Energiespektrums ermöglicht Aussagen über die atomare Konzentration der an der Oberfläche vorliegenden Elemente. Man bezeichnet dieses Verfahren auch oft mit dem Kürzel ESCA („Electron Spectroscopy for Chemical Analysis“).

Ferner hängen die Bindungsenergien auch vom Bindungspartner eines Elements ab („chemische Verschiebung“), so dass durch die energetische Verschiebung häufig der Bindungszustand eines Elements bestimmt werden kann.

Die inelastische mittlere freie Weglänge von Photoelektronen im Festkörper ist eine Funktion ihrer kinetischen Energie und liegt zwischen 0,5 und 5 nm. Hieraus resultiert die hohe Oberflächenempfindlichkeit der Photoelektronenspektroskopie.



**Abbildung 1:** Energiediagramm des XPS/UPS-Prozesses; links unten: Energieniveau-Diagramm; rechts oben: entsprechendes Photoemissionsspektrum.

## Anwendungsmöglichkeiten

Das Verfahren wird in verschiedensten Bereichen der Industrie und Forschung zur Analyse von Festkörperoberflächen eingesetzt. Die folgenden Beispiele sind eine Auswahl aus dem breiten Anwendungsspektrum:

- ◆ Oberflächenveredelung
- ◆ Haftprobleme
- ◆ Korrosion
- ◆ Katalysator-Vergiftungen
- ◆ Medizinische Implantate

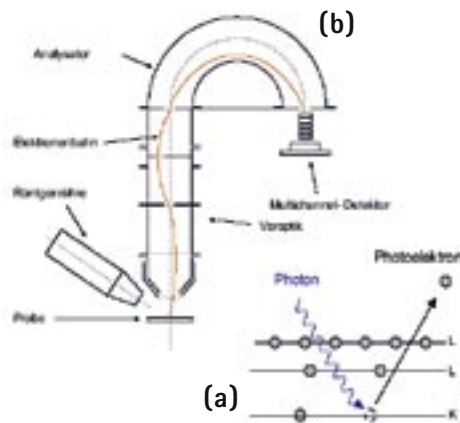
Die Probe sollte prinzipiell vakuumverträglich sein.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

Karl-Franzens-Universität Graz

Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,

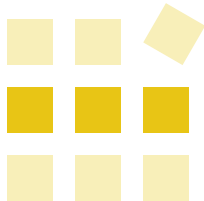
Oberflächen- und Grenzflächenphysik



**Abbildung 2:** (a) Photoemissionsprozess. (b) Schematischer Aufbau eines XPS/UPS-Instruments.

Methoden:	M41
Lösungen:	L8   L16   L43
Institute:	I11   I8
Kontakte:	K32

Bindungsenergie | chemische Verschiebung | Elektronenanalysator | ESCA  
 Oberflächenempfindlichkeit | Photoelektronenspektroskopie | Röntgenstrahlung | UPS  
 UV-Strahlung | XPS



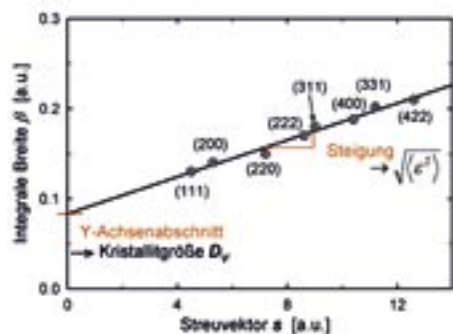
## Methoden

### M33: Röntgenbeugung – Linienprofilanalyse (XRD LPA)

## M33: Röntgenbeugung – Linienprofilanalyse (XRD LPA)

Zur die Bestimmung der Kristallgrößen und Mikroverzerrungen von nanoskaligen Materialien dient die Methode der Weitwinkel-Röntgenbeugung (WAXS). Als sehr vielseitige Untersuchungsmethode liefert diese sowohl Information über die Zusammensetzung und Kristallstruktur der Probe – aus der Lage der Röntgenreflexe – als auch über die Verzerrungen und die Korngröße aus der Verbreiterung der Röntgenlinien.

.....



**Abbildung 1:** Bestimmung von Kristallitgröße  $D_v$  und Mikroverzerrungen  $\langle \epsilon^2 \rangle$  in kubisch-flächenzentrierten (fcc) Metallen aus der Variation der integralen Linienbreite mit dem Streuvektor  $s$  nach Williamson-Hall (schematisch). a.u. ... arbitrary units, d.h. beliebige Einheiten.

In nanokristallinen Materialien trägt auf Grund der geringen Korngröße nur eine begrenzte Anzahl von Netzebenen (ca. 10 bis 100) zur Beugung der Röntgenstrahlen bei. Hierdurch kommt es – in Analogie zur Beugung am Gitter – zu einer Verbreiterung der Röntgenlinien. Neben der begrenzten Kristallitgröße führen Verzerrungen zu einer Verbreiterung der Braggreflexe. Aus der Variation der integralen Linienbreite  $\beta$  mit dem Betrag des Streuvektors  $s = 2 \sin\theta/\lambda$  ( $\theta$  ... Wellenlänge;  $\lambda$  ... Beugungswinkel) können gemäß Williamson-Hall die Anteile der volumengemittelten Korngröße  $D_v$  und der Mikroverzerrungen  $\langle \epsilon^2 \rangle$  an der Linienverbreiterung ermittelt werden (s. Abb. 1). Darüber hinaus können weitere verbreiterungswirksame Mechanismen wie Stapelfehler in Metallen berücksichtigt werden. Die Messungen werden in Bragg-Brentano-Geometrie an ebenen oder pulverförmigen Proben durchgeführt.

## Weiterführende Literatur

allgemein

- [1] **H. P. Klug, L. E. Alexander** (1974) „*X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials*“. John Wiley and Sons, New York. 992 Seiten.

Messbeispiel an nanokristallinem Material

- [2] **K. Reimann, R. Würschum** (1997) „*Distribution of internal strains in nanocrystalline Pd studied by x-ray diffraction*“. J. Appl. Phys. 81, 7186–92.

Ulrich Brossmann, Roland Würschum

Technische Universität Graz  
Institut für Materialphysik

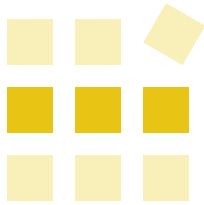
Methoden: M34 | M35 | M36

Lösungen: —

Institute: I9 | I3 | I15

Kontakte: K3

Kristallitgröße | Kristallstruktur | Linienverbreiterung | Mikroverzerrungen | nanokristalline Materialien  
Phasenanalyse | Röntgenbeugung/diffraktion | WAXS | XRD-LPA



## Methoden

### M34: Röntgenbeugung – Polfigurtechnik (XRD-PF)

#### M34: Röntgenbeugung – Polfigurtechnik (XRD-PF) – eine Methodik zur Charakterisierung der kristallinen Orientierung von ein- und zweidimensionalen Nanostrukturen

Aus dem großen Gebiet der Röntgendiffraktometrie (X-ray diffraction, XRD) ist die Methodik der Polfigurtechnik zwischen der klassischen Pulverdiffraktometrie und der Einkristalldiffraktometrie angesiedelt. Mit dieser Methode bestimmt man Kristallit-Orientierungen in einem Festkörper. Als klassische Technik in der Materialforschung kann diese Methodik auch auf ein- und zweidimensionale Nanostrukturen angewendet werden.

Das Entstehen eines Interferenzmaximums bei der Beugung von Röntgenstrahlung an einem dreidimensionalen periodischen Gitter (dem Kristallgitter des Festkörpers) ist durch die Laue-Gleichung gegeben:

$$\mathbf{s} = \mathbf{R}_{hkl} \quad \text{mit} \quad \mathbf{s} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0$$

wobei  $\mathbf{s}$  den Streuvektor,  $\mathbf{k}$  und  $\mathbf{k}_0$  den Wellenvektor des gestreuten bzw. des primären Strahles und  $\mathbf{R}_{hkl}$  einen reziproken Gittervektor darstellt. In der Anwendung der Polfigurtechnik wird die Laue-Gleichung in zwei separate (notwendig zu erfüllende) Gleichungen zerlegt: Der Absolutwert der Vektorgleichung

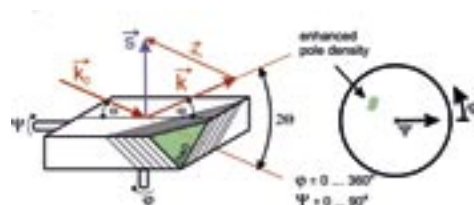
$$|\mathbf{s}| = |\mathbf{R}_{hkl}|$$

ergibt die Bragg-Bedingung

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin\Theta$$

mit  $\lambda$  als Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung,  $d_{hkl}$  als Abstand zwischen den Netzebenen  $hkl$  und  $2\Theta$  als Streuwinkel (Winkel zwischen den Richtungen des Primärstrahles und des gestreuten Strahles). Der Vektorcharakter der Laue-Gleichung bedingt, dass der Streuvektor normal auf die streuende Netzebene sein muss.

Eine einzelne Polfigur basiert auf dem Festsetzen der Bragg-Bedingung (fixierter Streuwinkel  $2\Theta$ ) und der Variation der Richtung des Streuvektors im gesamten Orientierungsraum und der Messung der gestreuten Intensität (s. Abb. 1, links). Durch das Festsetzen des Streuwinkels wird die Untersuchung



**Abbildung 1:** Messgeometrie für eine Röntgendiffraktometrie-Polfigur (links). Das Ergebnis einer einzelnen Polfiguruntersuchung wird mittels Konturlinien als Funktion der Goniometerwinkel  $\psi$  und  $\varphi$  dargestellt (rechts).



## M34: Röntgenbeugung – Polfigurtechnik (XRD-PF)

auf einen einzigen Netzebenenabstand  $d_{hkl}$  reduziert. Die Variation des Streuwinkels wird durch eine systematische Änderung der Goniometerwinkel  $\psi$  und  $\varphi$  zu jeder möglichen Kombination von  $\psi$  und  $\varphi$  im Bereich  $\psi = 0 \dots 90^\circ$  und  $\varphi = 0 \dots 360^\circ$  erreicht. Für jedes  $\psi/\varphi$ -Paar wird die gestreute Intensität gemessen. Ein Messergebnis wird in einem kreisförmigen Diagramm unter der Angabe der Intensität in Konturlinien dargestellt. Richtungen mit hoher Intensität werden mit „erhöhter Poldichte“ (enhanced pole densities) bezeichnet (s. Abb. 1, rechts).

Mehrere Polfiguren können durch die Variation der Bragg-Bedingung gemessen werden (s. Abb. 2, links). Die Zusammensetzung der Informationen aus den einzelnen Polfiguren führt zu Orientierungsfunktionen wie „inversen Polfiguren“ oder der „Orientation Distribution Function“.

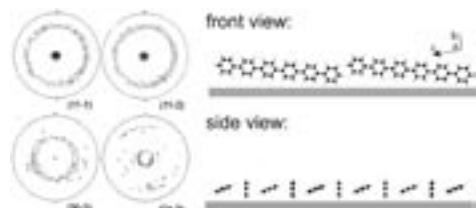
In der Nanoanalytik wird die Polfigurtechnik zur eindeutigen Bestimmung der Kristallorientierung in dünnen Filmen verwendet. Die Orientierung von kleinsten Kristalliten in dünnen Filmen gibt Auskunft über Wachstumsmechanismen der Kristallite auf Oberflächen. Die Röntgendiffraktometrie-Polfigurtechnik ist keinesfalls als Konkurrenz zu Methoden der Elektronendiffraktometrie zu sehen, vielmehr bietet die Polfigurtechnik durch die hohe Winkelauflösung, die gleichzeitigen Möglichkeit der Untersuchung von Substrat und Film, die Zerstörungsfreiheit der Methodik und durch den integralen Charakter einen anderen Zugang zur Charakterisierung von Nanokristalliten auf Oberflächen.

### Weiterführende Literatur

- [1] **L. Alexander** (1979) „X-Ray Diffraction Methods in Polymer Science“. Krieger Publishing, New York. 582 Seiten.
- [2] **I. Salzmann, R. Resel** (2004) „STEREOPOLE: software for the analysis of x-ray diffraction pole figures with IDL“. Journal of Applied Crystallography 37, 1029–33.

**Thomas Haber, Roland Resel**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik



**Abbildung 2:** Ein Satz von vier Polfiguren von einer 100 nm dicken Schicht des organischen Halbleiters Sexiphenyl ( $C_{36}H_{26}$ ), gewachsen auf einem Glassubstrat (links). Die aus den Polfiguren abgeleitete Orientierung der Moleküle relativ zu dem Glassubstrat, dargestellt in einer Frontal- und einer Seitenansicht (rechts).

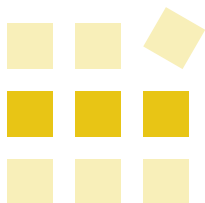
Methoden: M33 | M35 | M36

Lösungen: —

Institute: I8 | I3 | I15

Kontakte: K38

Kristallorientierung | Polfigur | Röntgenbeugung/diffraktion | Röntgendiffraktometrie | WAXS | XRD-PF



## Methoden

### M35: Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelstreuung

## M35: Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelstreuung (SAXS und WAXS)

### Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)

Röntgenkleinwinkelstreuung (Small-Angle X-ray Scattering, SAXS) tritt immer dann auf, wenn ein Bündel von Röntgenstrahlen mit etwa 0,1 nm Wellenlänge auf ein Material (flüssig, fest) trifft, das Inhomogenitäten aufweist, die größer als die verwendete Wellenlänge sind. Die Intensitätsverteilung dieser Streustrahlung als Funktion des Streuwinkels, kann mittels eines geeigneten Detektors gemessen werden und enthält Information über die Struktur dieser Inhomogenitäten.

Der typische, durch SAXS erfassbare, Größenbereich für diese Inhomogenitäten liegt zwischen 1 nm und 100 nm – damit ist SAXS für die Untersuchung von Nanostrukturen bestens geeignet. Dieser Bereich deckt nämlich den Größenbereich vieler biologisch und technologisch relevanter Nanostrukturen ab – (Bio-)Polymere, Flüssigkristalle, nanoporöse Materialien, Mikroemulsionen, Nanokomposite sind einige Beispiele.

Die physikalische Grundlage der Strukturbestimmung durch SAXS bildet das Bragg'sche Gesetz

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin(\theta)$$

wobei  $n$  eine ganze Zahl (die Ordnung des Reflexes) ist,  $\lambda$  die Wellenlänge und  $\theta$  der halbe Streuwinkel (Abb. 1). Es besagt, dass die Größe eines streuenden Objektes umgekehrt proportional zum Winkel ist, bei welchem die Streustrahlung auftritt (Reziprozitätsprinzip).

Die Anwendbarkeit der Methode auf viele verschiedene Fragestellungen bedingt ein breites Spektrum an Formalismen, die diesen Fragestellungen angepasst sind. Die Fachliteratur bietet eine Unzahl solcher Formalismen, in der Praxis reduziert sich der Aufwand allerdings auf einen überschaubaren, automatisierbaren Satz an Berechnungen, die zur Beschreibung der entsprechenden Parameter und Funktionen benötigt werden.

### Röntgenweitwinkelstreuung (WAXS)

Simultan zu SAXS kann WAXS (Wide-Angle X-Ray Scattering) ( $\rightarrow$  SWAXS) eingesetzt werden, um neben der nanostrukturellen Information auch die kristalline Struktur zu untersuchen, die bei vielen nanostrukturierten Materialien von Bedeutung ist. Strukturelle Änderungen wirken sich oft simultan in beiden Größenbereichen aus, und es ist daher wünschenswert, auch beide simultan zu studieren.

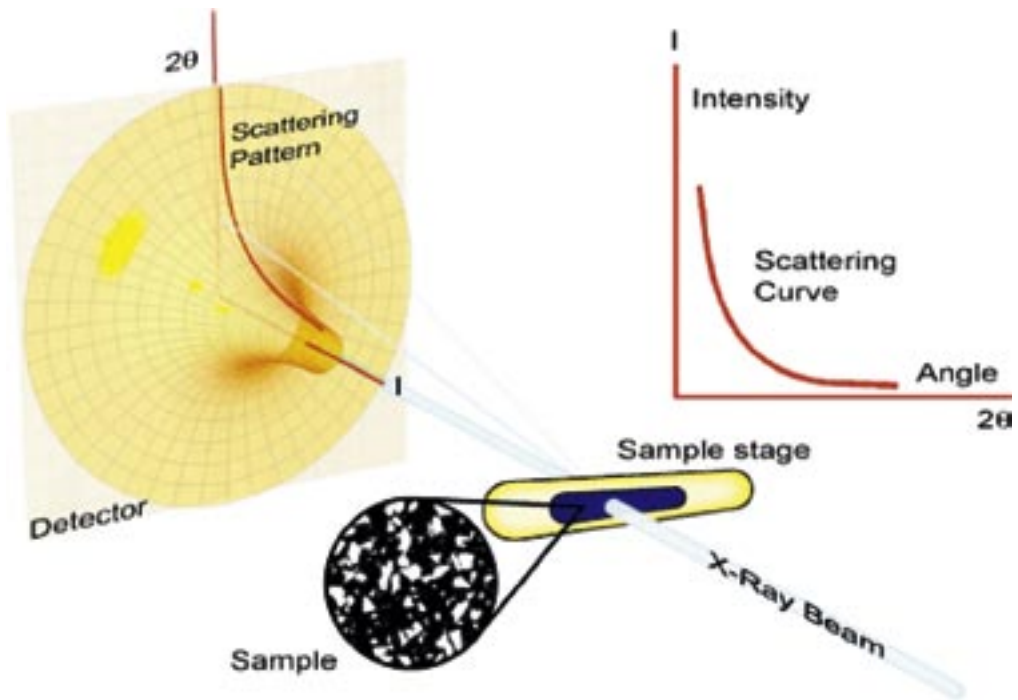


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Methode der Röntgenkleinwinkelstreuung.

## Typologie der Information aus SAXS

### Monodisperse Partikelsysteme

- ◆ Streumassenradius des Partikels – genereller Größenparameter
- ◆ Partikelform in Lösung (flüssig, fest) aus Vergleich modellierter/experimenteller Streukurve
- ◆ Radiale Elektronendichteverteilung (Mizellen)
- ◆ Molekulargewicht des Partikels, pro Längen-/Flächeneinheit

### Konzentrierte Lösungen

- ◆ Strukturfaktor der Lösung, interpartikuläre räumliche Korrelation

### Polymere

- ◆ in Lösung: Persistenzlänge, Verknäuelungsgrad
- ◆ fest: Domänenstruktur (kristallin/amorph), Gitterstruktur

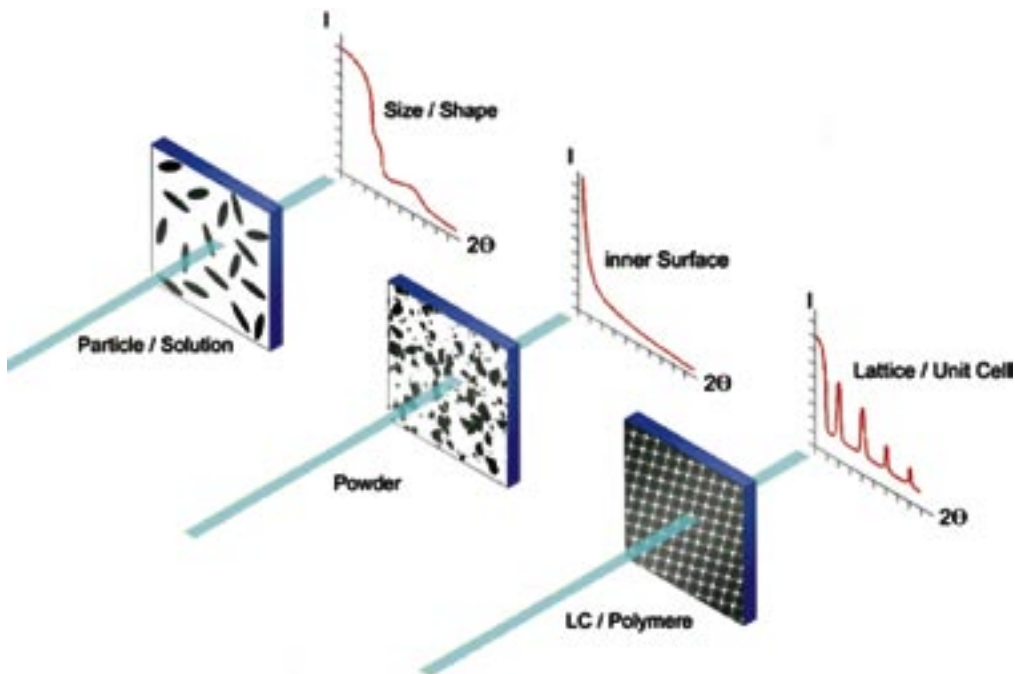
### Flüssigkristalle

- ◆ Gittersymmetrie und – dimensionen
- ◆ Ausmaß und Art der Ungeordnetheit über längere Distanzen

### Pulver

- ◆ Spezifische innere Oberfläche (Oberfläche/ Volumen) der Inhomogenitäten
- ◆ Fraktaler Exponent bei fraktalen Systemen

## M35: Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelstreuung



**Abbildung 2:** Drei charakteristische Streubilder: Für verschiedenartige, isotrope (d.h. nicht makroskopisch orientierte) Systeme treten charakteristisch unterschiedliche Streubilder auf. LC ... Liquid Crystals, Flüssigkristalle.

### Anwendungen

#### Forschung

Hier wird SAXS als Werkzeug zur Untersuchung von makro- und supermolekularen Strukturen genutzt. Die Methode ist nicht-invasiv, was bedeutet, dass Proben in ihrer ‚natürlichen‘ Umgebung bzw. unter funktionsrelevanten chemischen und physikalischen Bedingungen studiert werden können.

#### Produktentwicklung

SAXS kann zur Beurteilung der strukturellen Qualität von Nanostrukturen herangezogen werden. Die Methode hat bei Vergleichen großen Wert, da sie sensitiv auf geringe Änderungen in der Nanostruktur reagiert. So können chemische Prozesse, wie frühe Stadien der Kristallisation oder

strukturelle Veränderungen als Folge von Änderungen der Umgebungsbedingungen, in situ studiert werden, wobei die zeitliche Auflösung mit geeigneten Laborinstrumenten (z. B. HECUS System-3) im Sekunden- bis Minutenbereich liegt, ohne dass dafür Synchrotronstrahlungsquellen unabdingbar wären. In solchen Fällen ist auch ein hohes Maß an Automatisierbarkeit der Messfolge essentiell.

#### Qualitätskontrolle

Auch hier ist ein hohes Maß an Automatisierung und Standardisierung die Voraussetzung dafür, dass SAXS in der Qualitätskontrolle – insbesondere bei qualitätsrelevanten Nanostrukturen – außerordentlich wertvolle Dienste leistet.

## M35: Röntgenkleinwinkel- und -weitwinkelstreuung

Online-Prozessüberwachung und  
-steuerung in Echtzeit

Hier ist ebenfalls ein hohes Maß an Automatisierung und einfachste Konfiguration der Messinstrumente Voraussetzung für die Steuerung von Produktionsprozessen, in denen nanostrukturelle Parameter von Bedeutung sind

**Peter M. Abuja**  
HECUS XRS GmbH

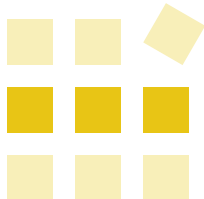
Methoden: M14 | M33 | M34  
M36 | M38 | M40

Lösungen: L7 | L9 | L24  
L28 | L33 | L35

Institute: I5 | I1 | I3 | I6 | I8 | I15

Kontakte: K25 | K26

Automatisierung | Biopolymer | Bragg'sches Gesetz | Domänenstruktur  
Elektronendichteverteilung | Flüssigkristalle | Formfaktor | Fraktaler Exponent  
Gitterstruktur | Mikroemulsion | Molekulargewicht | Nanokomposit | nanoporös  
Nanostrukturen | Oberfläche, innere | Partikelform | Persistenzlänge | Polymere  
Röntgenkleinwinkelstreuung | Röntgenweitwinkelstreuung | SAXS | Streumassenradius  
Strukturen, kristalline | Strukturfaktor | SWAXS | Verknäuelungsgrad | WAXS



## Methoden

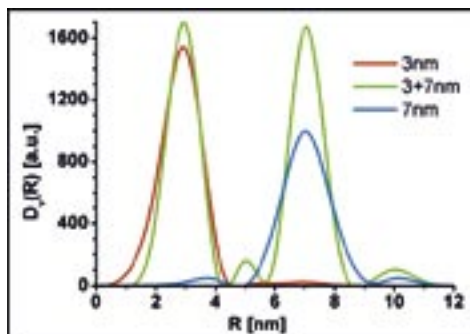
### M36: Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)

## M36: Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)

Die Röntgenkleinwinkelstreuung (Small Angle X-Ray Scattering, SAXS) ermöglicht die Bestimmung von Strukturen im Bereich von unter 1 nm bis zu etwa 100 nm. Diese Methode wurde Mitte des letzten Jahrhunderts an der Universität Graz in den weltweit wegweisenden Arbeiten von Otto Kratky und Günther Porod entwickelt. Sie erlebt durch die Nanotechnologie eine neue Blüte, da sie hervorragend geeignet ist, den Prozess des Self-Assembly zu studieren. Dabei konzentrieren sich zahlreiche Arbeiten u. a. auf den Bereich Soft-Matter, d. h. fluide Systeme, Biomoleküle, Polymere in Lösung oder im Bulk, Fasern, Gele etc.

### Nanopartikel – Größenverteilung

In verdünnten kolloidalen Systemen können Partikelgrößenverteilungen bestimmt werden (s. Abb. 1)



**Abbildung 1:** Größenverteilungen von Gold-Kolloiden aus SAXS-Experimenten.  
a. u. ... arbitrary units, d. h. beliebige Einheiten.

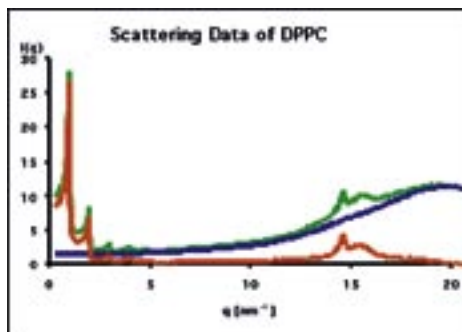
### Form und innere Struktur

Beim Prozess des Self-Assembly erhält man oft identische, d. h. monodisperse Nanoteilchen. In diesem Fall ist es möglich folgende Größen zu bestimmen:

- ◆ Maximale Dimension
- ◆ Form und Symmetrie
- ◆ Innere Struktur
- ◆ Molekulargewicht

Diese Informationen werden als Formfaktor bezeichnet.

Die Kombination von Klein- und Weitwinkelstreuung (Wide Angle X-Ray Scattering, WAXS) ermöglicht weiters die Erkennung molekularer Ordnung, z. B. die Kristallisation der Alkylketten in einem Membranstapel (s. Abb. 2).



**Abbildung 2:** SAXS/WAXS-Daten von Phospholipid-Doppelschichten (DPPC, 2°C).

## M36: Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)

### Konzentrierte Systeme

In konzentrierten Systemen treten diese Teilchen in Wechselwirkung. Dies führt zu einer mehr oder weniger ausgeprägten Ordnung in der räumlichen Anordnung. Diese wiederum ist in der interpartikulären Streuung – dem so genannten Strukturfaktor – manifestiert. Dieser gibt u. a. Auskunft über den Volumbedarf der Teilchen und deren Wechselwirkung, z. B. die effektive Oberflächenladung.

### Porosität

Eine weitere Anwendung der Röntgenkleinwinkelstreuung ist die Bestimmung der Porosität, genauer gesagt der (inneren) Oberfläche pro Volumen. Dies ist offensichtlich ein essentieller Parameter für Katalysatormaterialien, ist aber auch wichtig in der Celluloseforschung und -produktion (s. Abb. 3).

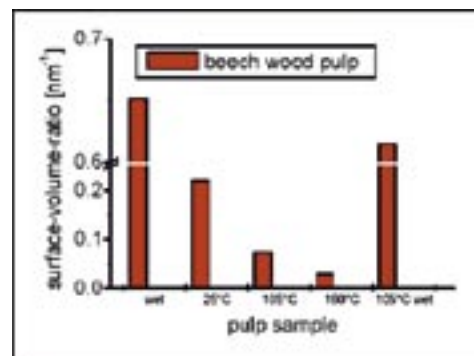
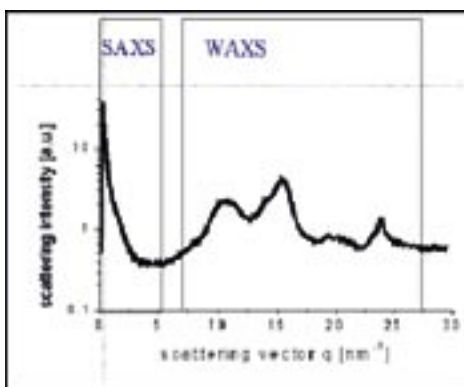
### Hierarchische Strukturen

Neuere Forschungen gehen zunehmend in Richtung hierarchisch strukturierte Systeme. Hier wird auf molekularer Ebene der Effekt des Self-Assembly hin zu Gleichgewichtsstrukturen verwendet, um eine nanostrukturierte innere Phase zu generieren. Diese wird dann im Submikrometerbereich mit einer stabilisierenden „Schutzschicht“ überzogen, um die innere Phase in einer anderen, äußeren Phase zu stabilisieren. Dies ähnelt z. B. dem Aufbau einer Zelle. Einfachstes Beispiel ist eine Öl-Wasser-Emulsion, bei der das Öl durch einen Flüssigkristall oder eine Wasser-in-Öl-Mikroemulsion ersetzt wird (Abb. 4). Die Größe der Tröpfchen wird mittels dynamischer Lichtstreuung (DLS) bestimmt.

**Otto Glatter, Gerhard Fritz**

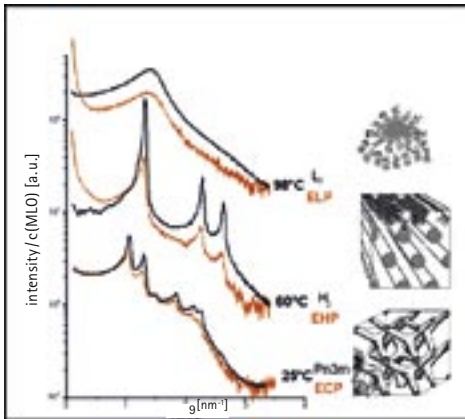
Karl-Franzens-Universität Graz

Institut für Chemie



**Abbildung 3:** Oberflächen-zu-Volumbestimmung bei Cellulose: 2D-Streu-Muster, SAXS/WAXS-Streukurve und Temperaturbehandlung. Die WAXS-Daten ermöglichen die Bestimmung des Kristallinitätsgrades. a. u. ... arbitrary units, d. h. beliebige Einheiten.

## M36: Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)



**Abbildung 4:** Kubische, hexagonale und Mikro-Emulsionssysteme: im Bulk (schwarz) und emulgiert (rot).

Methoden: M4 | M14 | M35 | M33  
M34 | M38 | M40

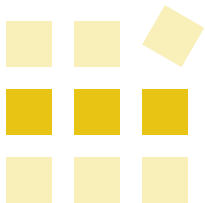
Lösungen: L7 | L9 | L24  
L28 | L33 | L35

Institute: I6 | I1 | I3 | I5 | I6 | I15

Kontakte: K9

Fasern | Flüssigkristalle | Gele | Größenverteilung | Hierarchische Strukturen | Katalysatoren  
Mikroemulsion | Nanostrukturen | Oberfläche, spezifische | Oberflächenladung | Polymere  
Poren | Porosität | Röntgenkleinwinkelstreuung | Röntgenweitwinkelstreuung | SAXS  
Self-Assembly | Soft Matter | WAXS





## Methoden

### M37: Röntgenreflektivität (XRR)

## M37: Röntgenreflektivität (XRR) – Methodik zur Bestimmung der Schichtdicke von zweidimensionalen Nanostrukturen

Die Methodik der Röntgenreflektivität (X-ray reflectivity, XRR) beruht auf den optischen Eigenschaften von Röntgenstrahlung. Beim Durchgang von Röntgenstrahlen von einem Medium 1 in ein Medium 2, wobei sich diese Medien nur durch ihre Elektronendichte unterscheiden müssen, wird ein Teil des Strahles reflektiert und der andere Teil dringt in das Medium 2 ein. Dieser Zusammenhang wird durch die Fresnelschen Koeffizienten beschrieben, welche im Wesentlichen vom Einfallswinkel und den Elektronendichten abhängen. Die Durchführung einer Reflektivitätsmessung beruht auf der Variation des Einfallswinkels des Primärstrahles und der gleichzeitigen Detektion des reflektierten Strahles in einer spiegelnden Geometrie. Die verwendete experimentelle Anordnung ist ein konventionelles Röntgen-Pulverdiffraktometer mit spekulärer Messgeometrie unter besonderer Wahl der Divergenzschlitze (s. Abb. 1, links).

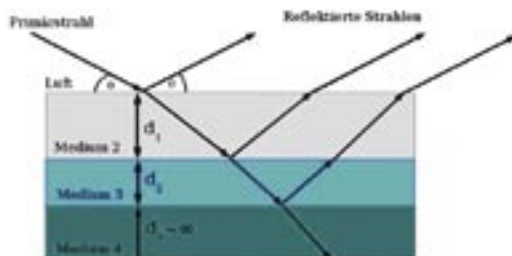
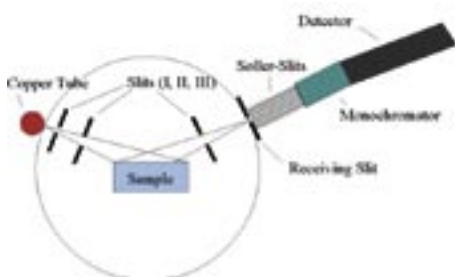
Bei einem Übergang von einem optisch dichteren Medium (z.B. Luft oder Vakuum) in ein optisch dünneres Medium (z.B. ein Festkörper) ist der Brechungsindex  $n$  für Röntgenstrahlen kleiner als Eins, und damit tritt unterhalb eines kritischen Winkels  $\Theta_c$  eine externe Totalreflexion von Röntgenstrahlung an der Oberfläche eines Festkörpers auf.

$$n = 1 - \delta,$$

$$\text{mit } \delta = 4.485 \cdot 10^{-6} \lambda^2 \rho_e \text{ (typische Werte: } \delta = 10^{-5} \dots 10^{-6} \text{)}$$

$$\text{und } \cos \Theta_c = \sqrt{2\delta}$$

mit  $n$  als Brechungsindex für Röntgenstrahlung der Wellenlänge  $\lambda$  (in den Einheiten Angström,  $1\text{\AA} = 10^{-10}\text{m}$ ) und  $\rho_e$  als die Elektronendichte des 2. Mediums (in den Einheiten Elektronen/ $\text{\AA}^3$ ). Bei größeren Einfallswinkeln  $\Theta$  des Primärstrahles ( $\Theta > \Theta_c$ ) wird die Reflexion von Röntgenstrahlen an der Oberfläche, wie oben erwähnt, mittels der Fresnelschen Koeffizienten beschrieben.



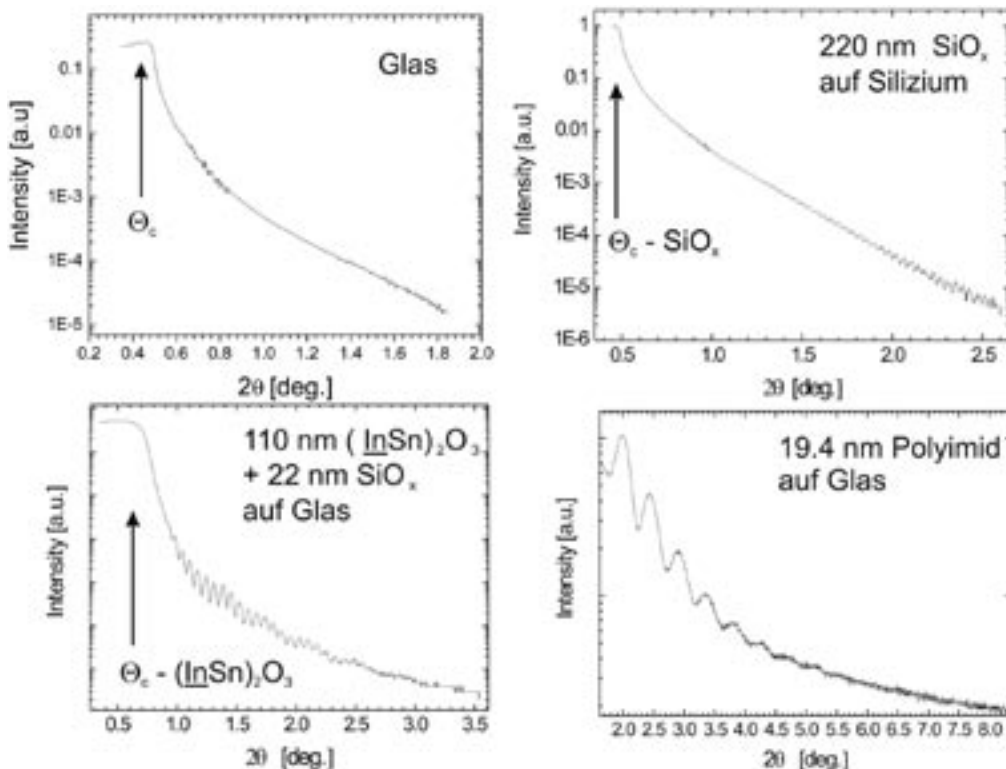
**Abbildung 1:** Links: Messgeometrie zur Röntgenreflektivität an Schichtsystemen unter Verwendung von Cu-K $\alpha$ -Strahlung, mit einem System von Divergenzschlitzen zur Kollimation des einfallenden und des reflektierten Strahles, einem Sekundärmonochromator und der Detektoreinheit. Rechts: Prinzipskizze zur Entstehung von „Kiessig Fringes“.

## M37: Röntgenreflektivität (XRR)

Im Jahre 1931 veröffentlichte H. Kiessig eine Arbeit, in der er über seine Untersuchungen an dünnen Filmen auf Glasoberflächen berichtet. Er beobachtete – zusätzlich zum Fresnelschen Verlauf – Oszillationen der Intensität. In dieser Arbeit konnte er zeigen, dass die Abstände der Oszillationen rein von der Schichtdicke der verwendeten Filme abhängen. Diese Oszillationen wurden nach ihrem Entdecker „Kiessig Fringes“ genannt (s. Abb. 1, rechts). Fringes kommen durch den Gangunterschied der von den einzelnen Grenzschichten reflektierten Strahlen zustande. Am Ort des Detektors kommt es – je nach Phasenunterschied – zur konstruktiven oder destruktiven Interferenz. Die Bestimmung der Schichtdicke und des kriti-

schen Winkels der externen Totalreflexion können bei einem Einzschichtsystem (z. B. Siliziumoxid auf Silizium, s. Abb. 2) auf einfache Weise erfolgen.

Bei Mehrschichtsystemen (z. B.  $(\text{InSn})_2\text{O}_3$  auf  $\text{SiO}_x$  auf Glas, s. Abb. 2) kann die Lage der Maxima bzw. Minima nicht genau bestimmt werden. Zur Auswertung der experimentellen Daten gibt es mehrere Ansätze. Meist wird eine Fouriertransformation und die Simulation der Daten mit einem kinematischen bzw. dynamischen Ansatz verwendet. Bei der Fouriertransformation erhält man Informationen zur Schichtdicke und die Abfolge der Schichten. Mit den Simulationen erhält man neben den Informationen des Schichtaufbaues und



**Abbildung 2:** Oben links: Eine Reflektivitätsmessung an einer Glasoberfläche mit der Beobachtung des Winkels  $\Theta_c$  der Totalreflexion. Oben rechts und unten: Beispiele zur Schichtdickenbestimmung mittels Röntgenreflektivität an Ein- und Mehrschichtsystemen. Die Schichtdicke wurde aus den regelmäßigen Winkelabständen der „Kiessig Fringes“ mittels Fourieranalyse bestimmt. a. u. ... arbitrary units, d. h. beliebige Einheiten.

## M37: Röntgenreflektivität (XRR)

der Schichtdicke, weiters noch Informationen über den Elektronendichteverlauf in der Probe und die Rauigkeit der einzelnen Grenzschichten.

Die Methodik der Röntgenreflektivität kann auf jegliche Schichtsysteme angewendet werden. Schichtdicken im Bereich von einigen wenigen nm bis zu einigen hundert nm können mit hoher Genauigkeit bestimmt werden. Limitierend für die Messung sind die Winkelauflösung des verwendeten Röntgendiffraktometers (Fringes zu nahe zusammen) und die Empfindlichkeit des Detektors (Intensitätsänderung um bis zu 8 Größenordnungen).

### Weiterführende Literatur

- [1] **H. Kiessig** (1931) „*Interferenz von Röntgenstrahlen an dünnen Schichten*“. Annalen der Physik 10, 769-87.
- [2] **E. Chason** (2000) „*X-ray Reflectivity for Studies of Surface and Interface Structure*“, in: „*In-Situ Real-Time Characterisation of Thin Films*“. O. Auciello, A. R. Krauss (Eds.), John Wiley & Sons. 264 Seiten.
- [3] **U. Pietsch, V. Holy, T. Baumbach** (2004) „*High-Resolution X-Ray Scattering – From Thin Films to Lateral Nanostructures*“. Springer Verlag. 408 Seiten.

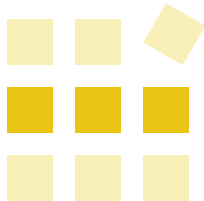
**Oliver Werzer, Roland Resel**

*Technische Universität Graz*

*Institut für Festkörperphysik*

Methoden:	—
Lösungen:	—
Institute:	18
Kontakte:	K38

Röntgenreflektivität | Schichtdicke | Schichtrauigkeiten | XRR



## Methoden

### M38: SAXSess – Das Instrument für Nanomaterialien

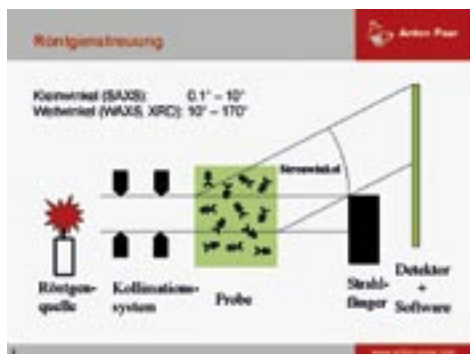
#### M38: SAXSess – Das Instrument für Nanomaterialien

Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) ist eine Untersuchungsmethode für die Struktur von Materialien, die aus mindestens zwei Komponenten (Phasen) bestehen. Ist eine der Komponenten in der anderen so fein verteilt, dass ihre Partikelgrößen in den Nanometerbereich fallen (typischerweise zwischen 0,5 und 50 nm), dann kann eine Anwendung von SAXS folgende Strukturparameter liefern:

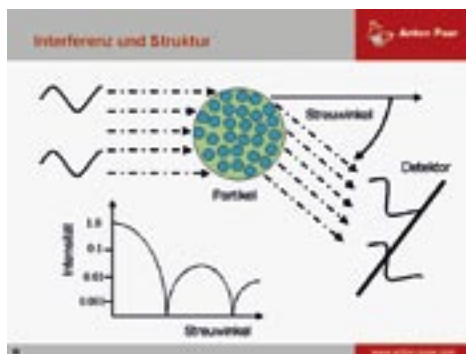
- ◆ Partikelgrößen und deren Verteilung
- ◆ Partikelsymmetrie (Kugel, Zylinder, Lamelle) und innerer Aufbau
- ◆ Porosität (Oberfläche pro Volumen)
- ◆ Anordnung (Kristallinität) und Orientierung der Partikel
- ◆ Molekulargewicht

Substanzklassen, die sich für eine SAXS-Untersuchung eignen, sind Kunststoffe und Mischungen, Suspensionen, Farben, Papier, Aerogele, Emulsionen, Cremes, Membranen, Katalysatoren, Ultraschall-Kontrastmittel, Viren, Proteine u.v.a.m.

Bei der Untersuchung wird die Probe mit einem Röntgenstrahl durchleuchtet (s. Abb. 1). Die Struktur der Partikel wird in einem SAXS-Experiment über ein Streubild indirekt sichtbar, das sich ergibt, wenn die gestreuten Röntgenstrahlen am Detektor zur Interferenz kommen (s. Abb. 2). Das Interferenzbild ergibt sich aus der Summe aller Wellen, die aus dem Partikel kommen, es ist daher charakteristisch für die Größe und Symmetrie des Partikels. Da immer viele Partikel gleichzeitig bestrahlt werden,



**Abbildung 1:** Eine Probe, bestehend aus Partikeln, wird mit Röntgenlicht durchstrahlt. Ein Teil des Lichtes wird von den Partikeln gestreut und ergibt ein Streubild am Detektor.



**Abbildung 2:** Ein Partikel wird mit Röntgenwellen beleuchtet. Alle Volumenelemente innerhalb des Partikels streuen Licht zum Detektor, wo die jeweilige Wegdifferenz zu einem charakteristischen Interferenzbild führt.

## M38: SAXSess – Das Instrument für Nanomaterialien

erhält man immer einen statistischen Mittelwert von allen bestrahlten Partikeln. Die eigentliche Struktur-Information muss mit geeigneter Software aus dem Streubild berechnet werden.

Im Jahr 2001 brachte Anton Paar die neue Generation des Röntgenkleinwinkelstreugerätes mit dem Namen SAXSess (s. Abb. 3) auf den Markt. Es löste damit die frühere Generation der sogenannten Kratky-Kamera ab. Dies wurde durch das Aufkommen von neuen Röntgenoptiken und Detektoren ermöglicht. Inzwischen sind schon viele SAXSess-Geräte weltweit im Einsatz und bestechen durch die erzielte gute Datenqualität.

Die Spezifikationen erlauben die Messung bei sehr kleinen Winkeln (ca.  $0,1^\circ$ ) bis in den Weitwinkelbereich (ca.  $40^\circ$  Streuwinkel), und das ohne Auflösungsverluste. Aufgrund der hohen Intensität des monochromatischen Primärstrahles sind nun Messungen circa 10-mal schneller als bei der früheren Kratky-Kamera. Ebenso kann mit wenigen Handgriffen das Gerät dazu gebracht werden, die Größe des bestrahlten Probenvolumens zu verändern, was bei lokal orientierten Proben von Vorteil ist. Die 2D-Detektion des Streubildes mit hoher Auflösung und großem Intensitätsbereich ist gegeben.

Heimo Schnablegger, Peter Worsch, Petra Kotnik

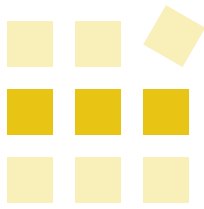
Anton Paar GmbH



**Abbildung 3:** Das SAXSess-Röntgenkleinwinkelstreugerät.

Methoden:	M35   M36
Lösungen:	L21   L33
Institute:	I1
Kontakte:	K42

Aerogel | Creme | Emulsion | Farben | Katalysatoren | Kunststoffe | Membranen | Papier | Partikel  
Protein | Röntgenkleinwinkelstreuung | SAXESS | SAXS | Strukturbestimmung  
Suspensionen | Virus



# Methoden

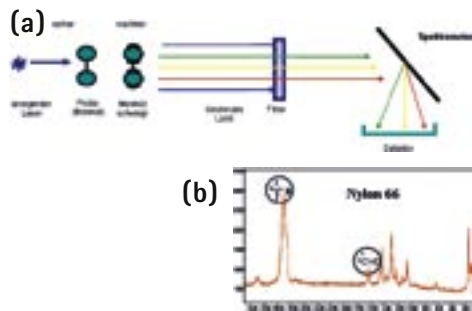
## M39: Schwingungsspektroskopie (IR und Raman)

### M39: Schwingungsspektroskopie (IR und Raman)

In der Infrarot (IR)- und Raman-Spektroskopie wird die Probe mit infrarotem oder sichtbarem Licht bestrahlt, wobei Atombindungen zu Schwingungen angeregt werden. Im Falle der IR-Spektroskopie werden dabei bestimmte, für die jeweilige Bindung charakteristische Wellenlängen absorbiert. Bei der Raman-Spektroskopie kommt es zu Wellenlängenverschiebungen (inelastische Streuung) einer monochromatischen Anregungsstrahlung (Laser) (s. Abb. 1). Beide Methoden ergänzen sich wechselseitig (komplementäre spektrale Information). Die technische Entwicklung der letzten Jahrzehnte hat die Apparate auf höchstes Niveau gebracht und die Software ist benutzerfreundlich mit umfassenden Funktionen. Damit ist die Schwingungsspektroskopie heute ein in der Materialcharakterisierung unverzichtbares analytisches Werkzeug.

Beide Methoden lassen sich mit einem Lichtmikroskop koppeln (FTIR- und Raman-Mikroskopie). Es können auch polarisationsbedingte Effekte erfasst werden (z. B. Vorzugsorientierung in Polymeren). Die Anwendung eines Software-gesteuerten Probenbereiches ermöglicht die automatisierte Messung eines Probenbereiches (Mapping) und damit die Erfassung der Verteilung einzelner Stoffe. Die Anwendungsgebiete für die beiden Methoden sind vielfältig, von der Qualitätskontrolle über die forensische Analytik bis hin zu Anwendungen in Medizin und Biologie.

Die so genannte abgeschwächte Totalreflexion („Attenuated Total Reflection“, ATR) ist eine IR-Messtechnik, bei der die Messung durch Kontaktierung der Probe mit einem Kristall mit hohem Brechungsindex (Diamant, Germanium) erfolgt. Die spektrale Information stammt in diesem Fall aus einem sehr oberflächennahen Bereich bis ca. 0,4–1 µm Tiefe. Noch dünnere Schichten (ca. 10–50 nm, manchmal auch Monolagen) können auf einer reflektierenden Oberfläche mit einem GIR-Objektiv („Grazing Incidence Reflectance“, Reflexionsmessung mit streifendem Einfall) charakterisiert werden.



**Abbildung 1:** Prinzip der Raman-Spektroskopie. (a) Die Probe wird mit Laser-Licht angeregt, welches zum größten Teil elastisch (mit gleicher Frequenz) gestreut wird. Ein kleiner Anteil des Streulichtes ist jedoch frequenzverschoben (Raman-Streuung). Nach Eliminierung des elastischen Anteils durch ein Filter wird der restliche Strahl zerlegt und spektroskopisch ausgewertet (Information über Bindungen im Molekül; s. (b): Beispiel Nylon 66).

## M39: Schwingungsspektroskopie (IR und Raman)

Die jüngste und faszinierendste Technik ist das so genannte spektrale Imaging (Bildgebung). Beim FTIR-Imaging benutzt man einen speziellen Detektor („Focal Plane Array“, FPA) welcher aus vielen sehr kleinen Detektorelementen (typischerweise  $64 \times 64 = 4096$ ) besteht. Dieses Imaging lässt sich sehr gut mit dem ATR-Objektiv durchführen, wobei die laterale Auflösung der Methode bei wenigen Mikrometern liegt (je nach interessierendem Spektralbereich). Beim Raman-Imaging dagegen wird mit Hilfe eines Filters eine einzige Raman-Linie aus dem Spektrum auf einem 2D-Detektor (CCD-Kamera) abgebildet. Die laterale Auflösung der Raman-Mikroskopie ist etwas besser als die der FTIR-Mikroskopie auf Grund der anregenden Wellenlänge (meist im sichtbaren Bereich) und liegt typischerweise um einen Mikrometer.

**Peter Wilhelm**

*Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

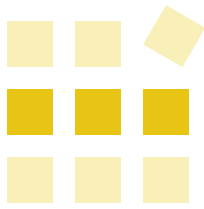
Methoden: M2

Lösungen: L20 | L31

Institute: I4 | I14

Kontakte: K49

FTIR-Mikroskopie | Imaging | Infrarot-Mikroskopie | Infrarot-Spektroskopie | Polymere  
Raman-Mikroskopie | Raman-Spektroskopie | spektrale Bildgebung



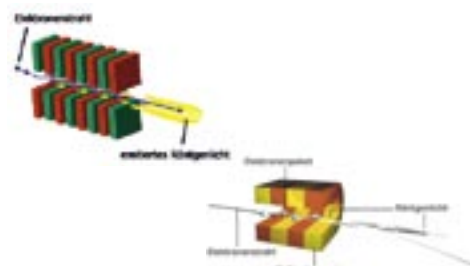
## Methoden

### M40: Synchrotronstrahlung

## M40: Synchrotronstrahlung

Seit Faradays Zeiten wissen wir, dass Ströme und Felder eng miteinander gekoppelt sind. Genau wie sich ändernde elektromagnetische Felder (Licht) elektrische Ströme induzieren, so kann man aus elektrischem Strom Licht erzeugen. Besonders intensive and stark fokussierte Strahlung entsteht, wenn energiereiche Elektronenströme beschleunigt werden. In den Synchrotron-Großanlagen geschieht genau das: Elektronen werden bei nahezu Lichtgeschwindigkeit auf Hunderte von Metern langen Kreisbahnen bewegt und durch den Einsatz von einfachen Ablenkmagneten auf der Bahn gehalten. Hierbei erfährt der Elektronenstrom eine Beschleunigung und Synchrotronlicht wird emittiert (s. Abb. 1). Spezielle Magnetstrukturen wie „Wiggler“ und „Undulatoren“ können diesen Effekt noch um ein Vielfaches verstärken.

.....



**Abbildung 1:** Multipolmagnete zwingen Elektronen in periodisch gekrümmte Bahnen. Dadurch entsteht hochbrillantes, nach vorne abgestrahltes Röntgenlicht.

Das gewonnene Synchrotronlicht besitzt viele Eigenschaften, wie z.B. eine besondere Pulsstruktur und hohe Brillanz, die bei herkömmlichen Laborquellen (Röntgenröhren) nicht gegeben sind. Kurz, Synchrotronlicht bietet daher eine Fülle neuer Forschungsmöglichkeiten. Ob auf der Suche nach der nächsten Generation von Medikamenten oder beim Design von neuen Speichermedien, überall steht das Verständnis neuer Nanomaterialien im Vordergrund, und somit die Notwendigkeit sich diese „Nanoskope“ zu Nutze zu machen. Wie einst das Lichtmikroskop der klassischen Medizin, Biologie und Technik große Dienste geleistet hat, so haben sich über die letzten 50 Jahre weltweit die Synchrotron-Lichtquellen zu wahren Alleskönner-Maschinen gewandelt. Mit ihrer Hilfe kann man nicht nur komplexe Nanostrukturen von neuen und innovativen Verbundmaterialien erforschen, sondern kann ganze Prozesse im Mikrosekundentakt erfassen.

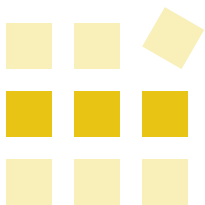
**Peter Laggner**

Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung

Methoden:	—
Lösungen:	L35
Institute:	I2   I3   I5   I6
Kontakte:	K25

Brillanz | Nanostrukturen | Pulsstruktur | Synchrotron | Synchrotronstrahlung | Undulatoren  
Verbundmaterialien | Wiggler





## Methoden

### M41: Thermische Desorptionsspektroskopie (TDS)

#### M41: Thermische Desorptionsspektroskopie (TDS)

Bei dieser Untersuchungsmethode werden Atome oder Moleküle, die auf eine Oberfläche adsorbiert oder aufgedampft worden sind, durch Temperaturerhöhung der Probe wieder von deren Oberfläche desorbiert. Mit dieser im Prinzip einfachen Methode kann man eine Reihe von kinetischen und energetischen Parametern bestimmen, die die Wechselwirkung zwischen Gasen und Oberflächen charakterisieren. Diese Untersuchungen werden vorzugsweise unter Ultrahochvakuumbedingungen durchgeführt ( $10^{-10}$  mbar), da geringste Einflüsse aus dem Restgas eine entscheidende Rolle spielen.

Ein TDS-Experiment läuft folgendermaßen ab: Zuerst wird die Probenoberfläche gereinigt (meist durch Ionenbeschuss oder durch Heizen) und dann wird die Probe bei geeigneter Temperatur (Raumtemperatur, aber oft auch bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs,  $-196^\circ\text{C}$ ) einem Gas ausgesetzt (z.B. Wasserstoff, CO,  $\text{H}_2\text{O}$  etc.) oder auch mit kondensierbaren Atomen oder Molekülen bedampft (organische Moleküle, Metalle etc.). Nachdem eine bestimmte Menge adsorbiert oder aufgedampft worden ist, wird die Probe linear aufgeheizt (typische Heizraten  $1-5$  K/s). Bei entsprechenden Temperaturen desorbieren (verdampfen) dann die Teilchen von der Oberfläche, diese werden mit Hilfe eines Massenspektrometers detektiert. Das führt zuerst zu einem Ansteigen des Signals (wegen der zunehmenden Desorptionsrate) und dann wieder zu einem Abfall (da immer weniger Teilchen vorhanden sind). Aus dem speziellen Verlauf des Teilchensignals (Desorptionsspektrum) kann man

folgende Informationen gewinnen: Das Integral unter dem Desorptionsspektrum ist zur Menge des adsorbierten Materials proportional. Bei geeigneter Kalibrierung kann man somit quantitativ die Oberflächenbedeckung bestimmen. Die Temperatur, bei der das Desorptionsmaximum auftritt, ermöglicht die Bestimmung der Adsorptionsenergie (Adsorptionswärme, Verdampfungswärme). Aus der Form des Desorptionsspektrums kann man weiterhin die Anzahl der Adsorptionszustände und die Ordnung der Desorptionsreaktion bestimmen, d.h. man kann z.B. herausfinden, ob das Adsorbat auf der Oberfläche dissoziiert vorliegt, ob laterale Wechselwirkungen im Adsorbat vorliegen, ob die erste adsorbierte Schicht stärker gebunden ist als die darauffolgenden usw. In Verbindung mit der Bestimmung der Gasexposition kann die Desorptionsspektroskopie weiters Aussagen über die Adsorptionskinetik, sprich den Haftkoeffizienten und dessen Bedeckungsbhängigkeit, machen.

Wenn auch die Thermischen Desorptionsspektroskopie hauptsächlich in der Grundlagenforschung eingesetzt wird, sollen im Folgenden einige anwendungsorientierte Beispiele genannt werden: Die TDS eignet sich besonders zur Charakterisierung der Wechselwirkung von Wasserstoffmolekülen oder Wasserstoffatomen mit Oberflächen. Dies ist z.B. relevant für die Wasserstoffspeicherung in Metallen, für die Fusionstechnologie, für Reaktionen im interstellaren Raum, für die heterogene Katalyse etc. Ein weiteres wichtiges Anwendungsgebiet für TDS ist die organische Elektronik. Sie kann, vor allem in Verbindung mit anderen Methoden (LEED,

## M41: Thermische Desorptionsspektroskopie (TDS)

XPS), wichtige Informationen über die Energetik der ersten Moleküllagen liefern. Dies ist von besonderer Bedeutung, da die elektrischen und optischen Eigenschaften organischer Bauelemente entscheidend von den entsprechenden Grenzflächen abhängen (Bindungsenergie, Elektronentransfer, Kontaktpotenzial).

**Adolf Winkler**

*Technische Universität Graz*

*Institut für Festkörperphysik*

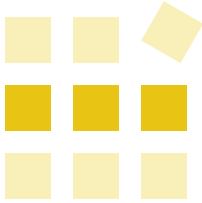
Methoden: M7 | M32

Lösungen: L38 | L42

Institute: 18

Kontakte: K50

Adsorption | Desorption | Massenspektrometer | TDS | Thermische Desorptionsspektroskopie  
Ultrahochvakuum



## Methoden

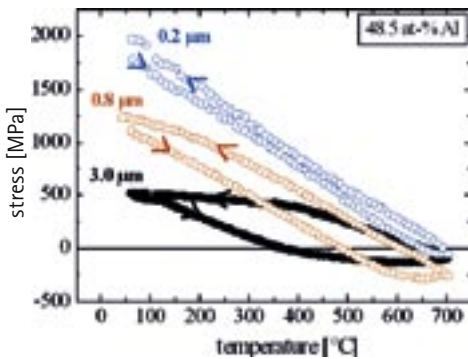
### M42: Thermo-mechanische Charakterisierung

## M42: Thermo-mechanische Charakterisierung dünner Schichten

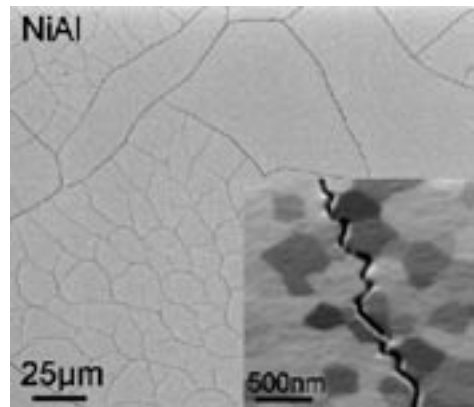
### Mechanische Größeneffekte in dünnen Schichten

Dünne Schichten mit Schichtdicken im Bereich weniger Nanometer bis hin zu einigen Mikrometern zeigen gegenüber dem entsprechenden Massivmaterial veränderte und zumeist größenabhängige mechanische Eigenschaften („size effects“). So wird mit abnehmenden geometrischen bzw. mikrostrukturellen Dimensionen meist ein starker Anstieg der Fließspannung beobachtet (Abb. 1). Dies kann bei einem Einsatz der Schichten z.B. als Leiterbahn

in der Mikroelektronik oder als Schutzschicht gegenüber thermischer oder abrasiver Belastung zur Ermüdung bzw. Rissbildung führen und somit zu einem Versagen des Schicht/Substrat-Verbundes aufgrund hoher innerer Spannungen (Abb. 2). Ursache für die inneren Spannungen sind zumeist die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der einzelnen Werkstoffe.



**Abbildung 1:** Spannungs-Temperaturverlauf von Ni-reichen NiAl-Schichten auf einem Si-Substrat. Mit abnehmender Schichtdicke nehmen die Spannungswerte bei Raumtemperatur zu. (nach [1])



**Abbildung 2:** Rissbildung in einer dünnen, thermisch belasteten Al-reichen NiAl-Schicht. (nach [2])

## M42: Thermo-mechanische Charakterisierung

### Messmethode

Mit Hilfe der Substrat-Krümmungsmessung kann aus der Änderung der Krümmung des Schicht-Substratverbundes die Spannung der Schicht in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt werden. Die Krümmung der Probe (Abb. 3) wird entweder mit Hilfe eines laseroptischen Systems oder mit Röntgenstrahlung ermittelt. Von der Schicht muss lediglich die Dicke zur Bestimmung der Spannung bekannt sein.

### Literatur

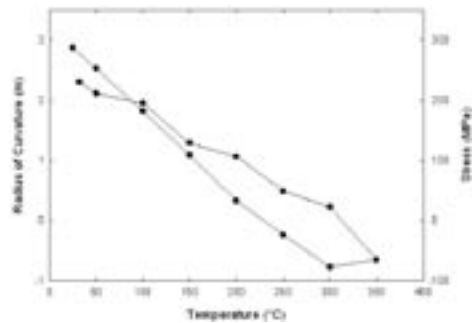
- [1] **P. Wellner, G. Dehm, O. Kraft, E. Arzt** (2004) „Size effects in the plastic deformation of NiAl thin films“. Zeitschrift für Metallkunde 95(9), 769–78.
- [2] **P. Wellner, O. Kraft, G. Dehm, J. Andersons, E. Arzt** (2004) „Channel cracking of  $\beta$ -NiAl thin films on Si substrates“. Acta Mater. 52, 2325–36.

#### Gerhard Dehm

Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft,  
Materials Center Leoben Forschung GmbH  
und Montanuniversität Leoben  
Department Materialkunde und Werkstoffprüfung



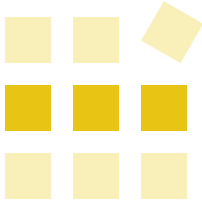
**Abbildung 3:** Schematische Zeichnung einer Schicht unter Druckspannung. Misst man die Verbiegung des Schicht/Substratverbundes, so lässt sich daraus die Spannung der Schicht bestimmen.



**Abbildung 4:** Aus der Verbiegung des Substrates bestimmter Spannungsverlauf in einer Al-Schicht. Beim Aufheizen entstehen Druckspannungen in der Al-Schicht aufgrund des im Vergleich zum Substrat größeren Ausdehnungskoeffizienten. Beim Abkühlen entstehen Zugspannungen.

Methoden:	—
Lösungen:	L11   L21
Institute:	I3   I15
Kontakte:	K5

Defekt | Ermüdung | Leiterbahn | Riss | Schicht | Spannungen, innere  
Spannungen, thermische | thermomechanische Charakterisierung



## Methoden

### M43: Tribologische Untersuchungen

## M43: Tribologische Untersuchungen – Grundlagen und Einsatzmöglichkeiten

Die tribologische Charakterisierung von Werkstoffkontakten beschäftigt sich mit der Darstellung des auftretenden Reibungs- und Verschleißverhaltens.

Als Reibung wird jener Widerstand bezeichnet, welcher der Relativbewegung sich berührender Körper entgegenwirkt. Damit sind Reibvorgänge Energieumsetzungsprozesse, bei welchen die eingebrachte Energie in Wärme, Verschleiß, elastische und plastische Verformung der stofflichen Struktur in der Grenzschicht umgewandelt wird. Als Verschleiß wird der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines Grundkörpers durch die Wirkung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers definiert.

Allgemein können die vier Verschleißgrundmechanismen Adhäsion, Abrasion, Oberflächenzerrüttung und tribochemische Reaktion unterschieden werden: Adhäsiver Verschleiß ist gekennzeichnet durch eine örtliche Festkörper-Festkörper-Adhäsion. Auftretende Kaltverschweißungen können höhere Festigkeiten als der Grundwerkstoff besitzen, so dass eine Materialabtrennung im Grundwerkstoff und nicht nur an den Schweißstellen möglich ist. Beim abrasiven Verschleiß erfolgt ein intensiver Materialabtrag durch Ritzen oder Furchen des Reibpartners durch die Oberflächenspitzen des härteren Körpers oder durch abrasive Zwischenstoffe. Die Oberflächenzerrüttung (Ermüdungverschleiß) wird durch eine Festigkeitsminderung von Oberflächenschichten infolge tribologischer Schwell- und

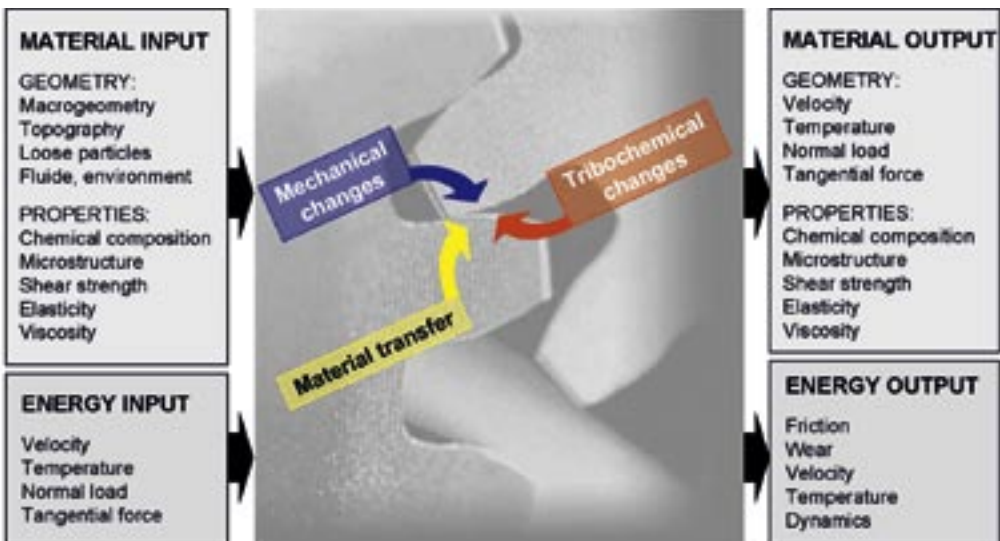


Abbildung 1: Ein- und Ausgangsgrößen eines tribologischen Systems.

## M43: Tribologische Untersuchungen

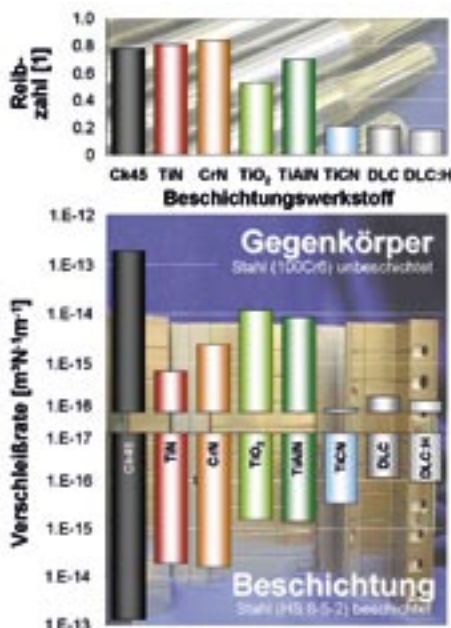
Wechselbeanspruchungen charakterisiert. Der tribochemische Verschleiß wird durch schädliche chemische Reaktionen in den Kontaktstellen unter dem Einfluss des Umgebungsmediums und der mechanischen Kontaktmechanismen verursacht (z.B. Tribooxidation).

Die Methodik tribologischer Untersuchungen erfordert eine exakte Analyse der im Anwendungsfall (z.B. Getriebe) auf die Werkstoffpaarung einwirkenden Umgebungsbedingungen (material/energy input) sowie der auftretenden Phänomene (material/energy output), welche im Anschluss den

Aufbau eines tribologischen Modellsystems zulassen (s. Abb. 1). Basierend auf diesem Modellsystem kann in der Folge eine Optimierung von Reibung und Verschleiß erfolgen. Derartige Optimierungen erfolgen in verschiedensten Versuchsanordnungen, von welchen lineare oder kreisförmige Bewegungen von Prüfkörpern auf der zu prüfenden Oberfläche (sog. „Pin-on-Plate“- oder „Pin-on-Disc“-Tests) am häufigsten zu finden sind. Durch Auswahl der Belastungskraft, der Relativgeschwindigkeit, der Kontaktfläche bzw. Kontaktgeometrie sowie der Prüftemperatur und der Prüfatmosphäre lassen sich durch diese Versuche unterschiedliche Werkstoffpaarungen sowie der Einfluss von Zwischenmedien (z.B. Schmiermitteln) vergleichend charakterisieren.

Während das Reibverhalten (Reibzahlen) relativ einfach durch die auftretende Reibkraft messbar ist, erfordert die Ermittlung des Verschleißes (Verschleißvolumens) und der Verschleißvorgänge die mikroskopische und topographische Analyse der Oberfläche durch z.B. Lichtmikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie oder Profilometrie. Zur besseren Vergleichbarkeit wird das Verschleißvolumen i. A. bezogen auf die Belastungskraft und den Prüfweg als Verschleißrate dargestellt.

Als Beispiel für tribologische Untersuchungen kann der Vergleich von verschiedenen Verschleißschutzbeschichtungen, welche mittels der Pulsed Laser Deposition (PLD) bei Raumtemperatur abgeschiedenen wurden, in Abb.2 gezeigt werden: Die Übersicht zeigt, dass mittels industrieller PLD-Großflächenbeschichtung bei Raumtemperatur die Standardschichtwerkstoffe wie Titanitrid (TiN), Titanoxid (TiO<sub>2</sub>), Titanaluminiumnitrid (TiAlN) und Chromnitrid (CrN) durch relativ hohe Reibzahlen charakterisiert sind. Diese sind etwa gleich jenen von unbeschichteten Stahl-Stahl-Paarungen, jedoch wird durch die Beschichtungen um mehrere



**Abbildung 2:** Ergebnis tribologischer Vergleichsuntersuchungen – Reibzahlen und Verschleißraten – an verschiedenen Verschleißschutzbeschichtungen, welche mittels des Pulsed-Laser-Deposition-Beschichtungsverfahrens hergestellt wurden (25 °C, 50–55% relative Luftfeuchtigkeit, 10 N Belastungskraft, ~2 GPa Hertz'sche Flächenpressung, 10 m/s Geschwindigkeit) [1].

## M43: Tribologische Untersuchungen

Größenordnungen geringerer Verschleiß erreicht. Eine weitere Verschleißreduzierung, verbunden mit zusätzlicher Abnahme des Reibkoeffizienten, ist mit diamantähnlichen Kohlenstoff- (a-C, a-C:H) oder auch mit Titankarbonitrid- (TiCN) und Titanaluminium-Karbonitrid-Beschichtungen (TiAlCN) möglich.

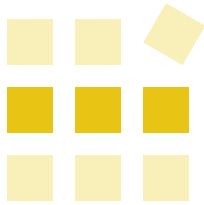
### Literatur

- [1] **J. M. Lackner, W. Waldhauser** (2005)  
„HybridPLD – Puls laser-Hybridbeschichtung im industriellen Maßstab“, in: Jahrbuch der Oberflächentechnik. 2005. Leuze Verlag, Saalgau. Im Druck.

**Jürgen M. Lackner, Wolfgang Waldhauser**  
JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Lasierzentrum Leoben

Methoden:	—
Lösungen:	L18
Institute:	I14   I1   I15
Kontakte:	K24

Pin-on-Plate-Test | Reibung | Tribologie | Verschleiß



## Methoden

### M44: Ultramikrotomie in der Materialforschung

#### M44: Ultramikrotomie in der Materialforschung

Mikroskopische Untersuchungsmethoden werden neben der reinen Forschungsarbeit in der Qualitätssicherung und der Schadensanalyse eingesetzt. Sie können Zusammenhänge zwischen dem strukturellen Aufbau eines Werkstoffs und seinen mechanischen Eigenschaften erklären, den Einfluss von Verarbeitungsparametern auf den Werkstoff oder Schädigungen, die zum Versagen führten, aufzeigen. Bei Untersuchungen an Rezyklaten (rezyklierten Kunststoffen) sind beispielsweise der Nachweis und die Identifikation von polymeren und anderen Verunreinigungen von besonderem Interesse. Lichtmikroskopische Methoden im Durch- und Aufsicht werden dabei durch Oberflächenuntersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop und Strukturuntersuchungen mit dem Transmissions-elektronenmikroskop ergänzt.

#### 1. Probenvorbereitung

- ◆ Einbettung von kleinen oder nicht stabilen Proben (wie z. B. Papierproben, Folien [Aluminium, Kunststoff], Granulate [Kunststoff], Pulver, Faserproben usw.) in Epoxydharze (z. B. Epon, Epofix, Spurr)
- ◆ Aushärten der Proben nach Vorschrift der Harzhersteller
- ◆ „Trimmen“ der Blöcke als Vorbereitung für die nachfolgende Ultramikrotomie

Das Zuspitzen und Zurechtschneiden der Kunststoffblöcke bezeichnet man als „Trimmen“ (Erstellen einer Block-Pyramide; s. Abb. 1). Trimmen ist prinzipiell von Hand möglich, präziser geht dies jedoch mittels Trimmgerät. Die Kunststoffblöcke werden üblicherweise zu Pyramiden mit trapezförmiger Grundfläche getrimmt. Saubere, parallele Kanten und feine Oberflächen sind Grundvoraussetzung für ein gleichmäßiges Ablösen der Ultradünnschnitte während des späteren Schneidevorgangs.

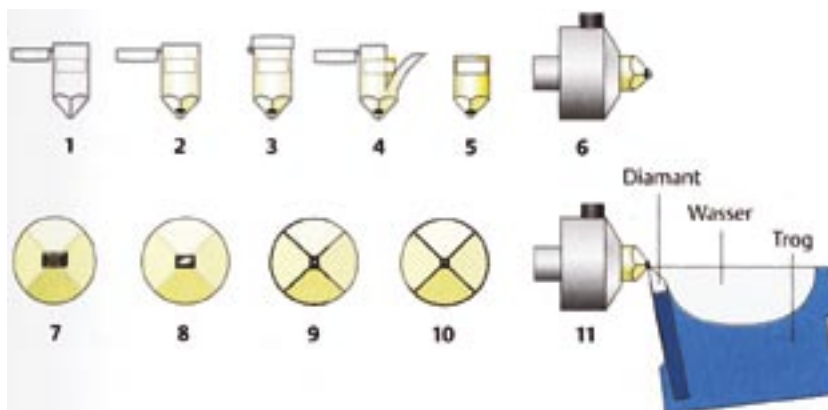
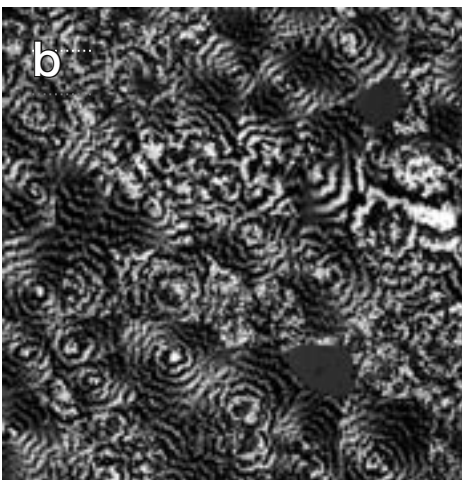


Abbildung 1: Schematische Darstellung des „Trimmens“.



### 2. Härtung der Proben

- ◆ Physikalische Härtung mittels Stickstoff (z.B. von Gummi) → Kryo-Ultramikrotomie
- ◆ Chemische Härtung unter gleichzeitiger Kontrastierung (z.B. teilkristalline Kunststoffe wie ABS, PMMA, PP, PE u. a.) mittels Osmiumtetroxid ( $\text{OsO}_4$ ) oder Rutheniumtetroxid ( $\text{RuO}_4$ ) → Ultramikrotomie



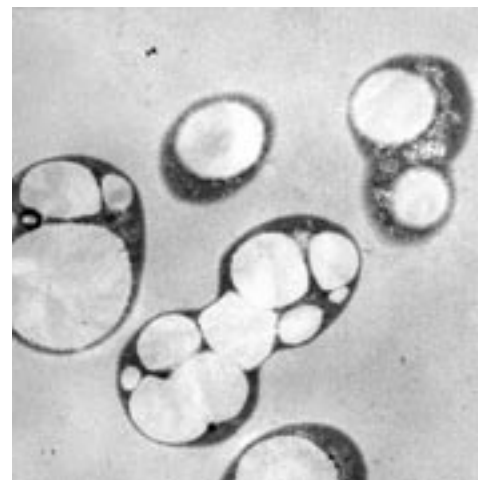
### 3. Herstellung von Semidünnschnitten

Semidünnschnitte nennt man Schnitte mit einer Dicke  $> 100$  nm. In der Elektronenmikroskopie verwendet man sie zur zielgerichteten Trimmung, indem man sich mit gefärbten Semidünnschnitten, die im Lichtmikroskop untersucht werden, an die im TEM zu untersuchende Stelle „herantastet“.

### 4. Mikroskopieren der Semidünnschnitte mit dem Lichtmikroskop

im Hellfeld-, Dunkelfeld-, Differentiellen Interferenzkontrast-, Polarisations-, Auflicht- oder Durchlichtmodus. Dokumentation der Bilder mit einer CCD-Camera.

Zur Illustration sei hier die Untersuchung des Strukturaufbaues von teilkristallinen Kunststoffen mittels Lichtmikroskopie angeführt (Abb. 2a, b).



**Abbildung 2:** Teilkristalline Kunststoffe im Lichtmikroskop. (a) Polypropylen. (b) Links: Biopolymer PHB, aus dem Bakterium *Alcaligenes latus* isoliert. Rechts: Das Bakterium *Alcaligenes latus*.

# M44: Ultramikrotomie in der Materialforschung

## 5. Herstellen von Glasmessern

Für die Ultramikrotomie können Messer aus Glas oder Diamant verwendet werden. Um Glasmesser herzustellen, bricht man zunächst Quadrate von einem Glasstreifen ab, die nach einer Diagonalritzung in die eigentlichen Messer („Dreiecksklinge“) halbiert werden. Die Herstellung der Glasmesser erfolgt an einem Messerbrechgerät („Knife-maker“).

Da Ultradünnschnitte nicht mit trockener Messerkante hergestellt werden können, werden die Messer mit einem Trog versehen, der dazu dient, Wasser aufzunehmen. Der Flüssigkeitsspiegel im Messertrog gestattet es, den Schnitten faltenfrei von der Messerkante wegzutreiben (s. Abb. 3). Diamantmesser sind i. A. bereits mit einem Wassertrog ausgestattet.

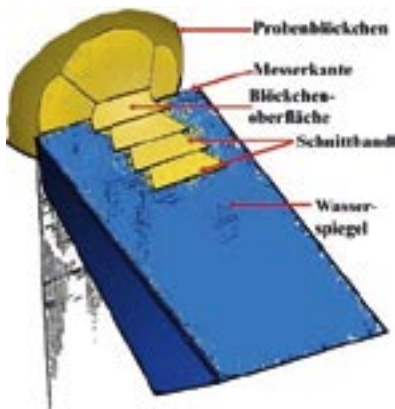


Abbildung 3: Schematische Darstellung des Dünnschnittes an einem Ultramikrotom.

## 6. Schneiden mit dem Ultramikrotom bzw. Kryoultramikrotom

Apparaturen, die eine Schnittdicke  $<100$  nm erlauben, werden als Ultramikrotome bezeichnet (s. Abb. 4). Das zugrundeliegende Prinzip für derart kleine, definierte Vorschubraten beruht entweder auf thermisch kontrollierter Ausdehnung des Präparatarms oder einer rein mechanischen Präparatverschiebung (untersetzendes Hebelsystem).

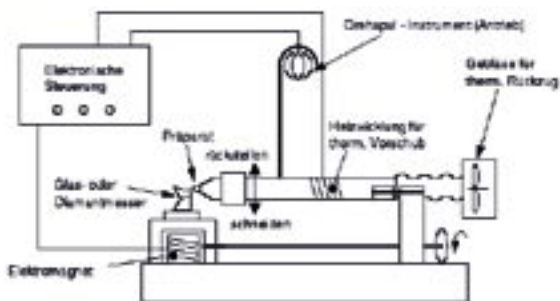
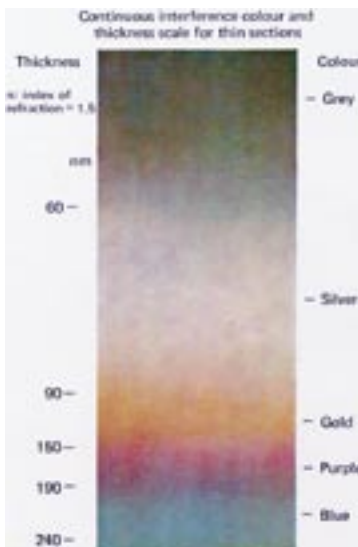


Abbildung 4: Ultramikrotom.

## M44: Ultramikrotomie in der Materialforschung

Die Schnittdicke kann aufgrund der Interferenzfarben der Schnitte beurteilt werden. Ideale Schnittdicken liegen im Bereich von grau bis silbern, die optimale Schnittdicke hängt in der Materialkunde jedoch immer vom jeweils vorliegenden Material ab, welches geschnitten werden muss (s. Abb. 5).

Als Objektträger verwendet man normalerweise mit dünnen Trägerfilmen beschichtete Kupfernetzchen. Das Übertragen der Schnitte auf befilmte Netzchen kann durch Auftupfen von oben (Gefahr der Faltenbildung!) oder durch Aufnahme von unten vorgenommen werden. Das Übertragen der Kryoultradünnschnitte erfolgt mit einem Tropfen einer Sukroselösung in einer Öse auf ein Kupfernetzchen. Die Sukroselösung wird anschließend gegen Wasser ausgetauscht. Epoxidschnitte können jedoch auch ohne Trägerfilme auf engmaschigen Kupfernetzchen beobachtet werden. Ihnen wird zur mechanischen Stabilisierung eine dünne Kohleschicht aufgedampft (s. Abb. 6).



**Abbildung 5:** Farbskala zur Beurteilung der Schnittdicke.

Alternativ zum Kontrastieren am Block bzw. Nachkontrastierung können auch direkt Dünnschnitte mit Schwermetallen (Uranylacetat, Bleicitrat, Osmiumtetroxid, Rutheniumtetroxid) behandelt werden.

### 7. Untersuchung der ultradünnen Schnitte im Transmissionselektronenmikroskop

Abschließend werden die ultradünnen Schnitte im TEM mit anschließender digitaler Dokumentation (CCD-Camera) und Bildbearbeitung untersucht (s. Abb. 7 a–d).

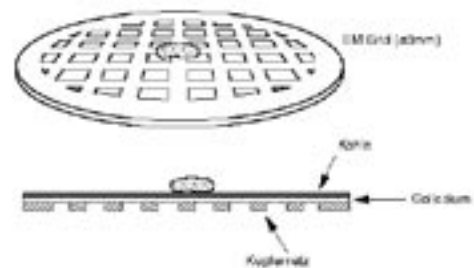
**Elisabeth Ingolic**

Technische Universität Graz

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

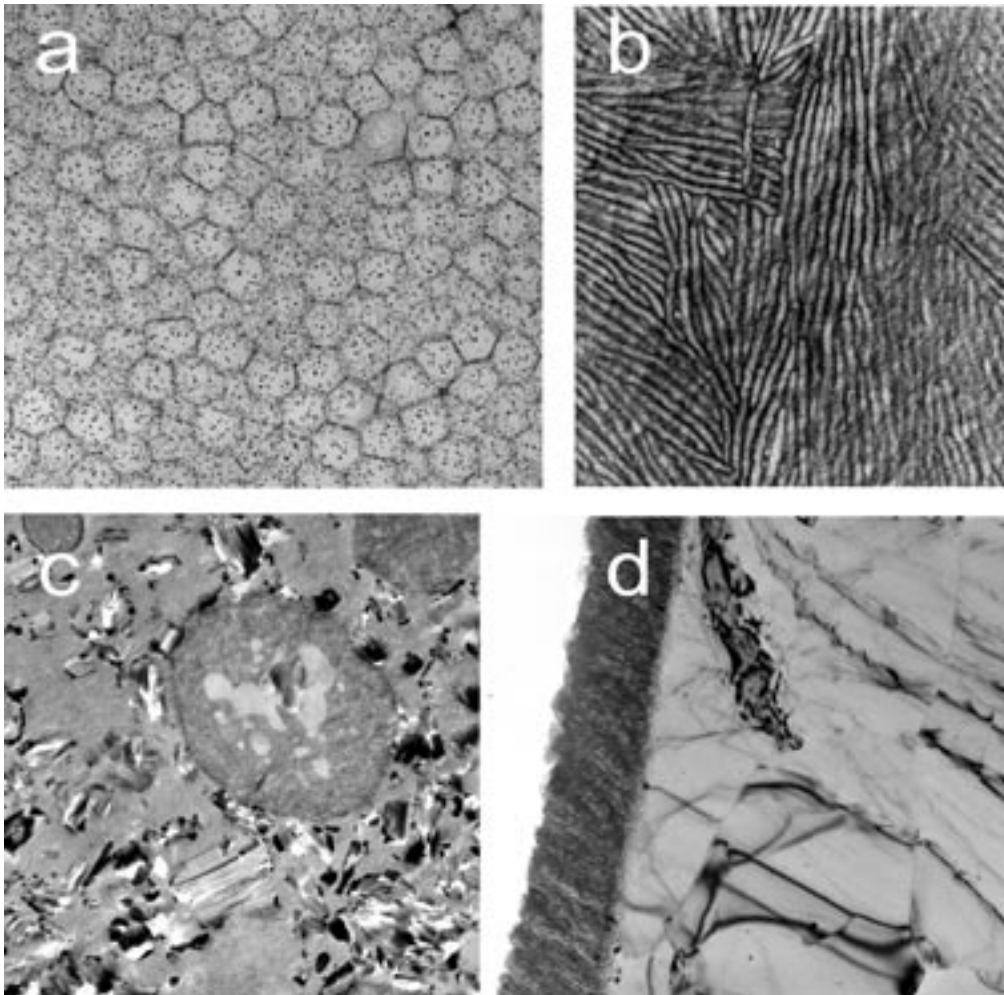
Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz



**Abbildung 6:** Kupfernetzchen mit Kohlebedampfung zur mechanischen Stabilisierung.

## M44: Ultramikrotomie in der Materialforschung



**Abbildung 7:** Ultradünnschnitte im TEM. (a) Latex-Dispersion ( $\text{OsO}_4$ -Kontrastierung). (b) Polymethylpenten-1 ( $\text{RuO}_4$ -Kontrastierung). (c) Flammschutzhemmender Kunststoff. (d) Aluminium mit Oxid.

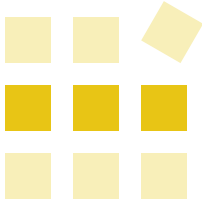
Methoden: M2 | M21 | M26

Lösungen: —

Institute: 14

Kontakte: K15

Kontrastierung | Lichtmikroskopie | Polymere | Probenpräparation | TEM  
Transmissionselektronenmikroskopie | Ultramikrotomie



## Methoden

### M45: Zeta-Potenzial-Messung

## M45: Zeta-Potenzial-Messung

### Überblick

Bei der Zeta-Potenzial-Messung bestimmt man das elektrische Potenzial an der Grenzfläche einer (meist) festen Phase und einer Flüssigkeit. Zeta-Potenzial-Messungen sind an der Oberfläche praktisch aller Arten von Feststoffen, d.h. Platten, Folien, Fasern, Membranen und (Nano)partikeln, durchführbar. Das Zeta-Potenzial bestimmt ganz wesentlich die Wechselwirkungen mit der flüssigen Phase und ist daher in allen technologischen Prozessen, an denen Fest-/Flüssig-Grenzflächen beteiligt sind, von Bedeutung.

### Elektrische Doppelschicht und Zeta-Potenzial

In einer Elektrolytlösung sind die elektrischen Ladungen der Ionen, die Richtung der Wasserdipole und auch die Bewegungsrichtung der Moleküle statistisch verteilt. An Phasengrenzen gilt das nicht mehr. Die meisten Substanzen erwerben an den Phasengrenzen elektrische Ladungen (dies tritt besonders in Kontakt mit einem polaren Medium wie Wasser auf), beide Seiten der Grenzschicht laden sich mit Ladungen entgegengesetzten Vorzeichens auf. Dies gilt prinzipiell für alle Phasengrenzen, jedoch sind aufgrund der großen Bedeutung für biologische und technische Vorgänge die an der Phasengrenze fest/flüssig auftretenden elektrischen Erscheinungen von vorrangigem Interesse.

Die in der Grenzregion angereicherten Ladungen können auf verschiedene Art und Weise entstehen:

- ◆ Oberflächenladungen können durch die Ionisation dissozierbarer Gruppen entstehen (z.B.  $-\text{COO}^-$ ,  $-\text{NH}_3^+$ ).
- ◆ An der Oberfläche können Ionen spezifisch adsorbiert werden. Dies wird als die häufigste Quelle von Oberflächenladungserscheinungen betrachtet.

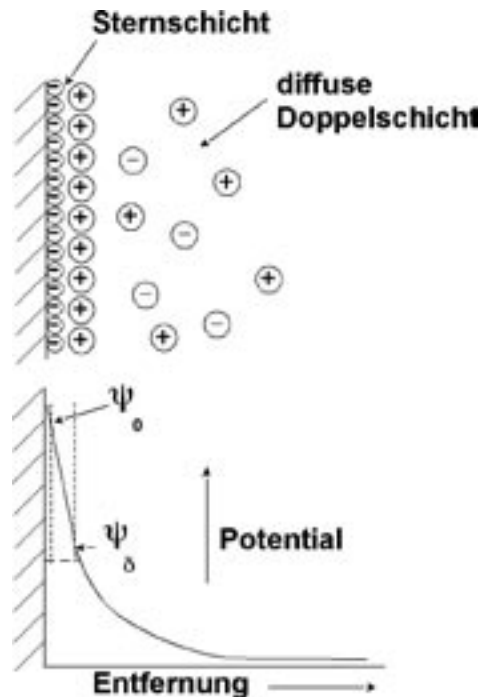


Abbildung 1: Elektrische Doppelschicht nach dem Stern-Modell.

## M45: Zeta-Potenzial-Messung

- ◆ Aus Metallen können Elektronen in die Lösung übertreten.
- ◆ Bei Mineralien tritt häufig isomorphe Substitution (= Einbau anderswertiger Ionen in Gitterleerstellen) auf.

Die Anreicherung von Ladungen an der Phasengrenze führt zur Ausbildung einer elektrochemischen Doppelschicht. Das ist jener Bereich, in dem das elektrische Potenzial ausgehend vom Oberflächenpotential  $\psi_0$  bis zum Gleichgewichtswert in der flüssigen Phase abfällt.

Die elektrische Doppelschicht besteht nach dem Modell von Stern aus fest adsorbierten Ionen (Stern- oder Helmholtz-Schicht) und einer diffusen Schicht (Gouy-Chapman-Schicht) von beweglichen Gegenionen (Abb. 1). Innerhalb der starren Schicht ist der Potenzialverlauf linear während das Potenzial in der diffusen Schicht exponentiell abfällt. Das Potenzial an der Grenze zwischen dem starren und dem diffusen Teil der elektrischen Doppelschicht bezeichnet man als Stern-Potenzial.

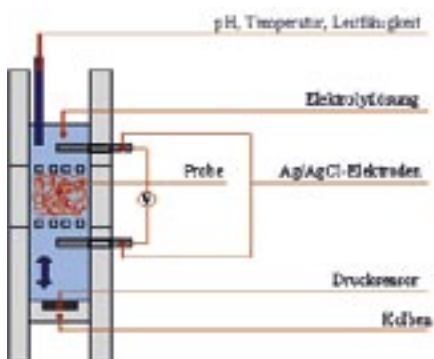


Abbildung 2: Schema einer oszillierenden Strömungspotenzialmessung.

Bei jeder Relativbewegung zwischen der festen und flüssigen Phase wird die diffuse Schicht ganz oder teilweise abgeschert. Das Potenzial an dieser Scherebene ist das sogenannte elektrokinetische oder Zeta-Potenzial ( $\zeta$ ).

### Methoden der Zeta-Potenzial-Messung

Das durch das Abschneiden der diffusen Schicht entstandene Ladungsungleichgewicht führt zu einer Reihe von elektrokinetischen Effekten. Die beiden wichtigsten, die auch zur Bestimmung des Zeta-Potenzials ausgenutzt werden, sind die Elektrophorese und das Strömungspotenzial. Während die Elektrophorese zur Messung des Zeta-Potenzials kleiner Teilchen (z. B. Nanopartikel) verwendet wird, dient das Strömungspotenzial in erster Linie zur Messung an makroskopischen Oberflächen wie Platten, Filmen, Fasern, Membranen und Granulaten [1].

Als Elektrophorese bezeichnet man die Wanderung von geladenen Teilchen (meist kolloidalen Partikeln oder Makromolekülen) im elektrischen Feld. Die elektrophoretische Beweglichkeit  $\mu$  der Teilchen steht in direktem Zusammenhang mit dem Zeta-Potenzial. Meist wird die Helmholtz-Smoluchowski-Näherung zur Berechnung des Zeta-Potenzials verwendet:

$$\zeta = \mu \cdot \frac{4\pi \cdot \eta}{\epsilon \cdot \epsilon_0}$$

$\zeta$  ... dynamische Viskosität  $\epsilon \cdot \epsilon_0$  ... Dielektrizitätskonstante



## M45: Zeta-Potenzial-Messung

Die Messung der elektrophoretische Beweglichkeit  $\mu$  von Teilchen erfolgt heute meist mittels elektrophoretischer Lichtstreuung (ELS). Das von den im elektrischen Feld bewegten Partikeln gestreute Licht erfährt aufgrund des Doppler-Effektes eine Frequenzänderung, welche zur Bestimmung der Wanderungsgeschwindigkeit herangezogen wird. Zur Messung sehr kleiner Potentiale oder für Messungen in unpolaren Medien oder bei hohen Salzkonzentrationen wird auch die sogenannte „Phase analysis light scattering (PALS)“-Technik angewandt.

Als Strömungspotenzial bezeichnet man jenes Potenzial, das entsteht, wenn eine Flüssigkeit (z.B. durch eine Druckdifferenz) an einer ruhenden Festkörperoberfläche vorbeiströmt. Das Strömungspotenzial kann mittels zweier in einem Strömungskanal positionierter Elektroden abgegriffen werden. Das Zeta-Potenzial kann daraus mithilfe der Gleichung von Helmholtz und Smoluchowski bestimmt werden:

$$\zeta = \frac{\Delta U}{\Delta p} \cdot \frac{L}{Q} \cdot \frac{\eta}{\epsilon \cdot \epsilon_0} \cdot \frac{1}{R}$$

$\Delta U$  ... Strömungspotenzial,

$\Delta p$  ... Druckdifferenz,

$L, Q$  ... Länge und Querschnitt des Strömungskanals,

$R$  ... elektrischer Widerstand

Für die Messung wird eine Elektrolytlösung durch einen von der Probe gebildeten Strömungskanal, einen Faserpfropfen oder eine Membran gepumpt und die Druckdifferenz sowie das sich

aufbauende Strömungspotenzial gleichzeitig gemessen. In einem weiterentwickelten Aufbau wird durch einen oszillierenden Kolben eine periodische sinusförmige Druckänderung erzeugt und das dann ebenfalls sinusförmige Strömungspotenzial gemessen (siehe Schema in Abb. 2). Durch diese Anordnung verringert sich das Elektrolytvolumen und die nötigen Messzeiten werden drastisch verkürzt. Dies erlaubt auch zeitaufgelöste Messungen sowie Messungen bei höheren Ionenstärken [2].

### Literatur

- [1] **V. Ribitsch, C. Jorde, J. Schurz, H. J. Jakobasch** (1988) „Zeta-potential measurement of films, fibres, and granules“. Progr. Colloid & Polymer Sci. 77, 49-54.
- [2] **M. Reischl, K. Stana-Kleinschek, V. Ribitsch** (2005) „Adsorption of surfactants on polymer surfaces investigated with a novel zeta-potential measurement system“. Mater. Sci. Forum, eingereicht.



**Stefan Köstler, Martin Reischl, Volker Ribitsch**  
 JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
 Institut für Chemische Prozessentwicklung und -kontrolle

Methoden:	—
Lösungen:	L12
Institute:	I7   I1   I6
Kontakte:	K20

Elektrokinetik | Elektrophorese | Fasern | Kolloide | Membranen | Nanopartikel | Oberflächen  
 Oberflächenladung | Polymere | Tenside | Zeta-Potenzial



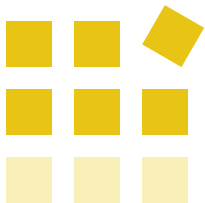




# Lösungen und Anwendungsbeispiele







## Lösungen

### L1: AES-Querschnitts-Analyse von Ni-Nanodrähten

#### L1: AES-Querschnitts-Analyse von Ni-Nanodrähten

Eine poröse Siliziumschicht mit einer Dicke von  $\sim 25 \mu\text{m}$  wurde in einem elektrochemischen Ätzprozess auf der Oberfläche von kristallinem Si hergestellt. Durch Verwendung von geeigneten Ätzparametern wurden zur Oberfläche senkrecht orientierte Poren mit einem mittleren Durchmesser von  $\sim 10 \text{ nm}$  gebildet (Abb. 1a). Diese Poren wurden in einem zweiten elektrochemischen Prozess mit Ni gefüllt, wobei als Resultat eine unregelmäßige Anordnung von ferromagnetischen Nanodrähten mit einer Flächendichte von  $\sim 2 \times 10^9 \text{ mm}^{-2}$  entstand.

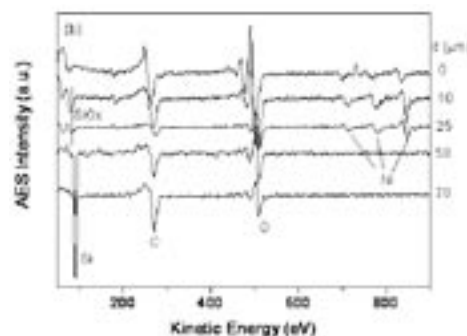
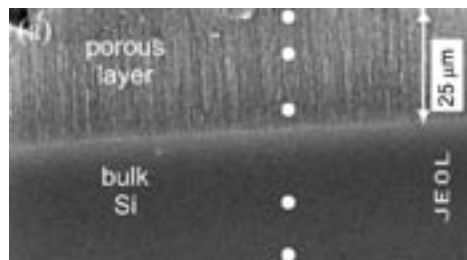
Um die Gegenwart und Homogenität der Ni-Beladung in den Mesoporen nachzuweisen, wurde Auger-Elektronenspektroskopie (AES) verwendet. Auf Grund der beträchtlichen Dicke der porösen Si-Schicht ( $25 \mu\text{m}$ ) konnte eine AES-Tiefenprofilanalyse mit Ionenätzen nicht angewandt werden. Anstelle dessen wurde der AES-Elektronenstrahl auf verschieden tiefe Positionen unter der Probenoberfläche in einem gespaltenen Probenquerschnitt fokussiert, wie in Abb. 1a skizziert. Die AES-Spektren (Abb. 1b) zeigen deutlich die homogene Ni-Beladung für Tiefen zwischen 10 und 25  $\mu\text{m}$ . Auf der Probenoberfläche ist Ni in oxidierter Form vorhanden, innerhalb der porösen Schicht ist nachweislich oxidiertes Si vorhanden. Unter der Annahme eines mittleren Durchmessers der Mesoporen von  $\sim 10 \text{ nm}$  kann ein Seitenverhältnis von  $\sim 1000:1$  für die Ni-Nanodrähte abgeschätzt werden.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

Karl-Franzens-Universität Graz

Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik

Oberflächen- und Grenzflächenphysik

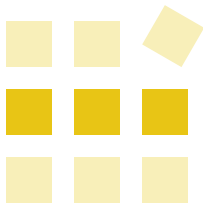


**Abbildung 1:** (a) Rasterelektronenmikroskopie (SEM)-Aufnahme einer gespaltenen Si-Plattenkante. Schematische Darstellung der Auger-Elektronen-Emission. (b) Auger-Elektronenspektren aus verschiedenen Probentiefen (siehe weiße Punkte in Abb. 1a). a. u. ... arbitrary units, d. h. beliebige Einheiten.

## L1: AES-Querschnitts-Analyse von Ni-Nanodrähten

Methoden:	M3
Lösungen:	—
Institute:	I11
Kontakte:	K32

AES | Auger-Elektronenspektroskopie | Nanodrähte | Nickel | poröses Silizium



### L2: AFM-Untersuchungen zum Schichtwachstum von polykristallinen Pentazen-Dünnschichten

#### Grundsätzliches

Zunehmend gewinnt Elektronik, die auf organischen Werkstoffen basiert („plastic electronics“), an Bedeutung, da die Miniaturisierung von Strukturen in Polymermaterialien mit alternativen, vergleichsweise einfachen und kostengünstigen Techniken durchgeführt werden kann. Diese Miniaturisierung ist im Polymerelektronikbereich aber nicht die einzige Marktstrategie, da mit organischen Dünnschichttransistoren die Leistungsfähigkeit von Siliziumtransistoren nicht erreichbar ist. So ist die Ladungsträgermobilität im besten organischen Halbleiter um drei Größenordnungen geringer als in einkristallinem Silizium. Im Hinblick auf den trotz dieser prinzipiellen physikalischen Grenzen rasanten Fortschritt der Funktionstüchtigkeit organischer Bauelemente wird es immer wahrscheinlicher, dass organische Elektronik in einer Reihe von Anwendungen eingesetzt wird, in denen niedrige Herstellungskosten, großflächige

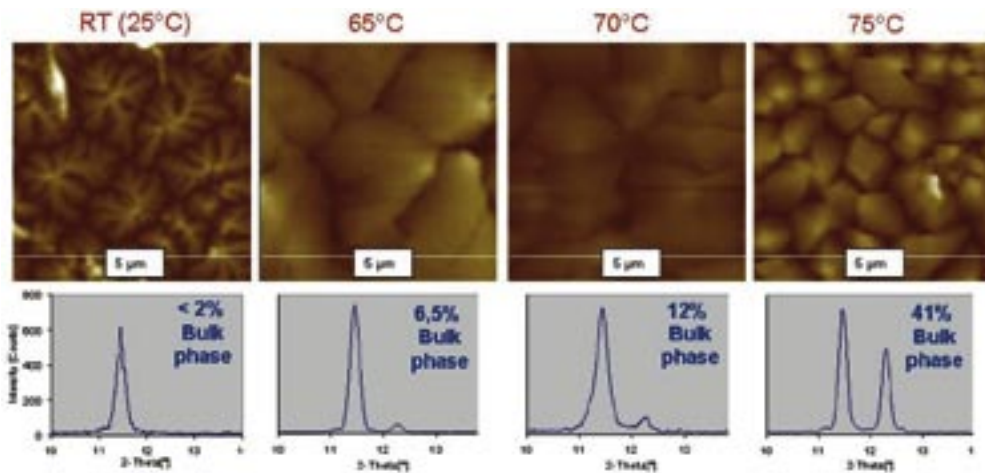
Aufbringung oder parallele, analoge Datenverarbeitung eine Rolle spielen, wie z. B. in aktiv geregelten Flachbildschirmen, Smart Cards, elektronischem Papier, Identifikationsausweisen und großflächigen Sensorarrays. Polymerelektronik hat gegenüber der herkömmlichen Siliziumtechnologie zwei entscheidende Vorteile: Einerseits kann bei wesentlich geringeren Temperaturen ( $\leq 200^\circ\text{C}$ ) prozessiert werden; erst dadurch wird die direkte Integration der elektronischen Schaltkreise auf großflächigen, flexiblen, haltbaren, billigen, leichten und sogar biologischen Substraten möglich, woraus sich ein sehr breites Anwendungsfeld erschließt. Andererseits können durch die Verwendung von organischen Substanzen neue, unkonventionelle und auch billige Strukturierungstechniken wie beispielsweise Nanoimprint-Lithographie eingesetzt werden, die eine Verringerung der kritischen Strukturgrößen in den Nanometerbereich ermöglichen und auch neue Funktionalitäten erschließen.



**Abbildung 1:** Pentazen-Molekül: Strukturformel und Pentazen-Anordnung in Fischgrätenstruktur.

Pentazen (Abb. 1) ist ein organischer p-Halbleiter, dessen Molekül aus fünf linear kondensierten aromatischen Ringen besteht. Pentazen-Dünnschichten werden im Hochvakuum ( $10^{-5}$ – $10^{-6}$  mbar) durch thermische Verdampfung und Sublimation aus dem Pulver hergestellt.

## L2: AFM-Untersuchungen an Pentazen-Dünnschichten



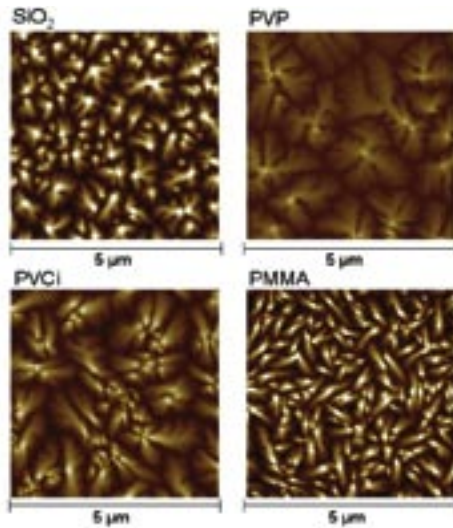
**Abbildung 2:** Pentazen-Dünnschichten ( $d = 50$  nm) auf  $\text{SiO}_2$  abgeschieden bei verschiedenen Substrattemperaturen; Aufdampftrate  $\sim 1$  nm/min; die Kurven zeigen die (002)-Reflexe von entsprechenden Röntgendiffraktogrammen.

Ähnlich wie andere organische Materialien bildet Pentazen schwach gebundene van-der-Waals-Molekülkristalle bzw. – unter geeigneten Bedingungen – hoch geordnete polykristalline Dünnschichten. Während des Kristallwachstumsprozesses ordnen sich die Moleküle innerhalb der Elementarzellen in Form einer Fischgrätenstruktur an. Im Bereich des thermodynamischen Gleichgewichts ist die Schichtmorphologie durch die energetischen Verhältnisse an der Grenzfläche bestimmt, weit außerhalb dieses Gleichgewichts dominieren kinetische Effekte. Wenn der Transport an der Wachstumsgrenzfläche so schnell verläuft, dass Moleküle, die auf bereits bestehende 2D-Inseln auftreffen, diese sofort wieder verlassen, resultiert daraus ein Layer-by-Layer-Wachstum mit glatten Oberflächen. Wenn jedoch der molekulare Transport durch hinreichend große Diffusionsbarrieren an den Kanten der Inseln behindert ist, startet das Kristallwachstum der nächsten Monolage, bevor die aktuelle vollständig ist. Es ergeben sich ausgeprägte dreidimensionale Strukturen.

### Substrat-Temperaturen und Pentazen-Polymorphismen

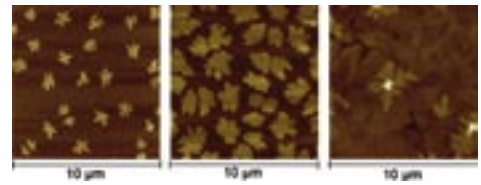
Eine erhöhte Substrattemperatur während des Aufdampfprozesses führt gewöhnlich zu einer Steigerung der durchschnittlichen und der maximalen Korngröße. Dies rührt von einer erhöhten Beweglichkeit der Moleküle auf der Oberfläche her, die zu einer besseren Ausrichtung der Moleküle, einer höheren Kantendiffusion und einer geringeren Keimbildungsrate führt. Die Korrelation zwischen Substrattemperatur und Korngröße ist jedoch komplex, da auch andere Prozesse durch die Temperatur beeinflusst werden. Thermische Desorption spielt ebenso eine Rolle wie temperaturinduzierte Phasenübergänge und temperaturabhängige Volumenanteile verschiedener Pentazen-Phasen. Diese Effekte sind für die beobachteten Unterschiede in Kristallgröße und -form für Schichten, die bei Substrattemperaturen von 65°–70°C abgeschieden wurden, verglichen zu denen bei 25°C (Abb. 2), verantwortlich. Bei höheren Temperaturen, und

## L2: AFM-Untersuchungen an Pentazen-Dünnschichten



**Abbildung 3:** Pentazen-Dünnschichten ( $d = 50$  nm,  $T_{\text{Substrat}} = RT$ ) auf verschiedenen Dielektrika: thermisch gewachsenes  $\text{SiO}_2$ , Polyvinylphenol (PVP), Polyvinylzinnamat (PVCi) und Polymethylmethacrylat (PMMA).

daher stärkerer Kantendiffusion, erhält man eher große Körner mit eckiger Berandung, während bei Zimmertemperatur bevorzugt verzweigte Ränder auftreten. Die bei 75 °C Abscheidetemperatur beobachtete Verringerung der Korngröße kann entweder auf einen erhöhten Volumenanteil der Bulk-Phase von Pentazen oder eine stärkere thermische Desorption (bzw. auf eine Kombination beider Effekte) zurückgeführt werden. Aus Wachstumsversuchen auf PVP (Polyvinylphenol), wo Pentazen einphasige Dünnschichten auch bei erhöhten Substrattemperaturen bildet, kann gefolgert werden, dass maximale Korngrößen bei Temperaturen zwischen 62 °C und 68 °C erreicht werden. Der Anstieg der Korndichte bei höheren Substrattemperaturen kann auch auf ein erhöhtes Verhältnis von desorbierenden zu diffundierenden Molekülen zurückgeführt werden. Ein weiterer erwähnenswerter Punkt ist die Schichtdi-



**Abbildung 4:** Erste Monolagen von Pentazen auf  $\text{SiO}_2$ -Oberflächen. Aufdampfrate  $< 0,1$  nm/min, Substrattemperatur 65 °C.

cke als kritischer Parameter für den Volumenanteil der Bulk-Phase. Mit zunehmender Schichtdicke nimmt der Anteil der thermodynamisch stabileren Bulk-Phase im Vergleich zur Dünnschichtphase zu.

### Abscheiderate

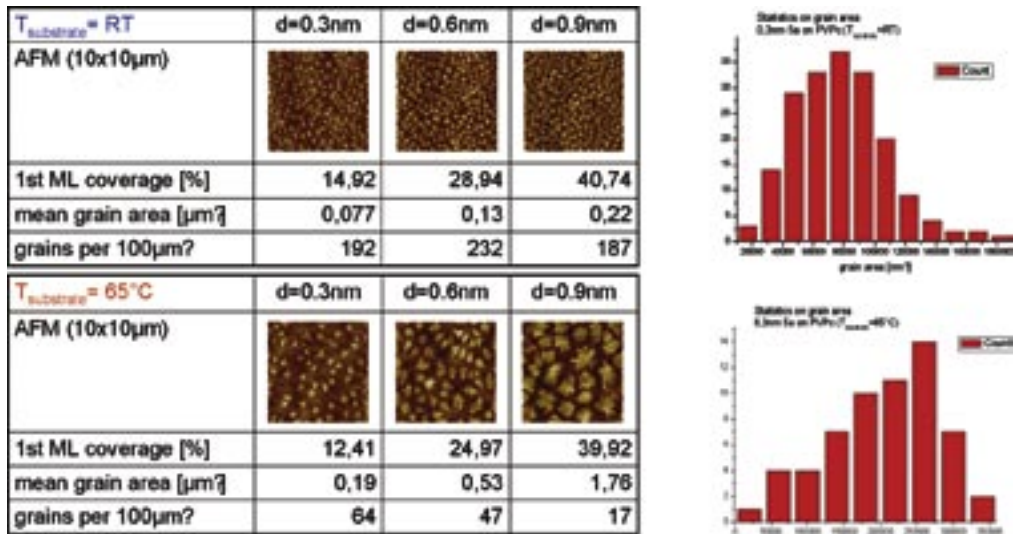
Bei gegebener Substratoberfläche und -temperatur bestimmt die Aufdampfgeschwindigkeit zu Beginn des Aufdampf- bzw. des Keimbildungsvorganges hauptsächlich die Nukleationsdichte (Abb. 4, 5). Für einen kontrollierten Abscheidungsprozess muss die Abscheiderate daher sehr genau eingestellt und kontrolliert werden. Die Korndichte und die maximale Korngröße zeigen eine eindeutige Abhängigkeit von der anfänglichen Abscheiderate in Form eines Potenzgesetzes

**Ursula Haas**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik



## L2: AFM-Untersuchungen an Pentazen-Dünnschichten

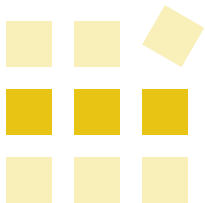


**Abbildung 5:** Analyse des Wachstums von Pentazen-Schichten auf PVP. Links: AFM-Aufnahmen, Bedeckungsanteil der ersten Monolage, mittlere Korngröße und Körner pro 100  $\mu\text{m}^2$ . Rechts: Korngrößenverteilung.

Methoden: M28 | M29  
 Lösungen: —  
 Institute: I10  
 Kontakte: K13

AFM | Halbleiter, organische | Morphologie | Pentazen | Rasterkraftmikroskopie | Schichtwachstum





### L3: Anwendungen der Positronenannihilation – Grenzflächen, Leerstellen und freie Volumina

#### Untersuchung von Grenzflächen in nanokristallinen Metallen und Legierungen

In nanokristallinen Systemen können Positronen durch Diffusion an die Grenzflächen zwischen den Kristalliten gelangen, an denen sie eingefangen werden und zerstrahlen. Aus den unterschiedlichen Lebensdauern und ihren Intensitäten können Rückschlüsse auf die Topologie der Grenzflächen (Größe struktureller freier Volumen etc.) gezogen werden. Mit der Methode der koinzidenten Dopplerverbreiterung können freie Volumen in Grenzschichten darüber hinaus hinsichtlich ihrer atomarer chemischen Umgebung untersucht werden (s. Abb. 1). Hiermit eröffnet sich ein neuartiger Zugang zur chemischen Grenzflächenanalytik auf atomarer Skala. Es lassen sich damit u. a. Fragestellungen der Grenzflächen-segregation beispielsweise im Zusammenhang mit Prozessen der Nanokristallisation und des Kristallitwachstums untersuchen.

#### Chemisch empfindlicher Nachweis von Leerstellen in Legierungen und Verbindungshalbleitern

In binären Systemen können aus den gemessenen koinzidenten Doppler-verbreiterten Spektren Verhältniskurven berechnet werden. Aus diesen Kurven können in Verbindung mit den Ergebnissen aus Positronen-Lebensdauer-Messungen Rückschlüsse gezogen werden über die Umgebung des Ortes der Annihilation. Damit lassen sich Fragen wie z.B. nach dem Untergitter, in dem Leerstellen auftreten, beantworten (s. Abb. 2).

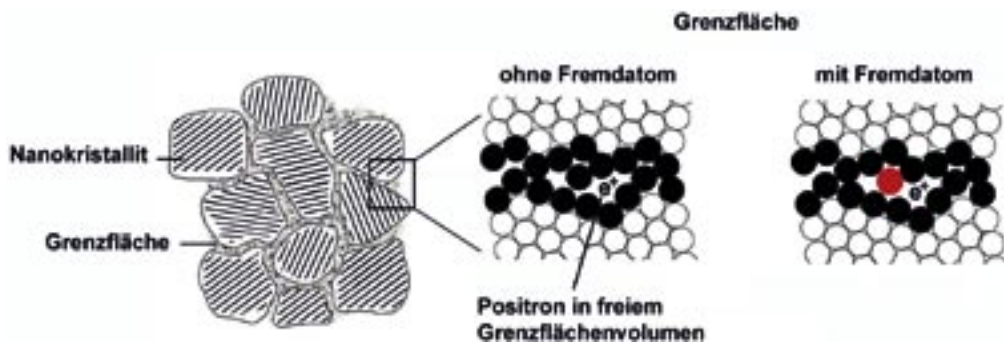
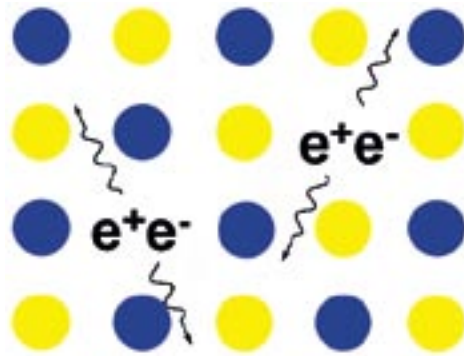


Abbildung 1: (Chemische) Charakterisierung von freien Volumen in Grenzflächen nanokristalliner Materialien mit Positronen.

## L3: Anwendungen der Positronenannihilation

### Freie Volumina in Polymeren

In bestimmten Festkörpern, wie z.B. Polymeren, kann es zur Bildung eines gebundenen Zustandes zwischen dem Positron und einem Elektron kommen (sog. Positronium-Atom, s. Abb. 3). Dieses Positronium-Atom annihiliert mit Lebensdauern, die sich von den Lebensdauern in anderen atomaren Defekten unterscheiden. Aus der Analyse des gemessenen Lebensdauerspektrums kann die Größe des freien Volumens bestimmt werden. Mit Hilfe der Zahl und der Größe der freien Volumen können z.B. Alterungsprozesse in Polymeren untersucht werden (s. Abb. 3).



**Abbildung 2:** Chemische Identifikation von Gitterleerstellen in intermetallischen Verbindungen oder Verbindungshalbleitern.



**Abbildung 3:** Bestimmung der Größe freier Volumen in einem Polymer durch Bildung und Annihilation von Positronium-Atomen (links). Rechts: Typische Abhängigkeit des freien Volumens von der Alterungszeit in Polymeren.

### Weiterführende Literatur

#### Nanokristalline Materialien

- [1] **E. Shapiro, R. Würschum, H. E. Schaefer, H. Ehrhardt, C. E. Krill, R. Birringer** (2000) „Structural stability and high-temperature positron lifetime study of mechanically alloyed nanocrystalline Pd-Zr“. J. of Metastable & Nanocryst. Mater. 8, 726–31.

- [2] **S. Herth, H. Rösner, A. A. Rempel, H. E. Schaefer, R. Würschum** (2003) „Positrons as chemically sensitive probes in interfaces of multicomponent complex materials: Nanocrystalline  $Fe_{90}Zr_7B_3$ “. Z. Metallkde. 94, 1073–8.

#### Dopplerverbreiterung

- [3] **K. Sato, F. Baier, W. Sprengel, R. Würschum, H. E. Schaefer** (2004) „Study of an order-disorder phase transition on an atomic scale: Decagonal Al-Ni-Co quasi-crystals, a case study“. Phys. Rev. Lett. 92, 127403-1–4.

#### Positronlebensdauerspektroskopie

- [4] **W. Puff, S. Brunner, A. G. Balogh, P. Mascher** (2002) „Induced Defects in ZnSe and ZnTe by Electron and Proton Irradiation and Defect-Annealing Behaviour“. Phys. Stat. Sol. B 229, 329–32.

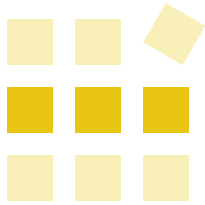
**Werner Puff, Roland Würschum**

Technische Universität Graz

Institut für Materialphysik

Methoden:	M25
Lösungen:	—
Institute:	I9
Kontakte:	K35

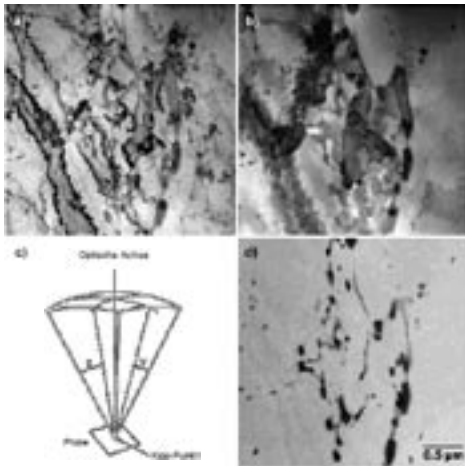
chemische Umgebung freier Volumen | Doppler-Verbreiterung | Festkörperspektroskopie  
freie Volumina | Grenzflächen | Leerstellen | Legierungen | nanokristalline Materialien  
Polymere | Positronenannihilation | Verbindungshalbleiter



### L4: Ausscheidungscharakterisierung von Stählen mittels EFTEM

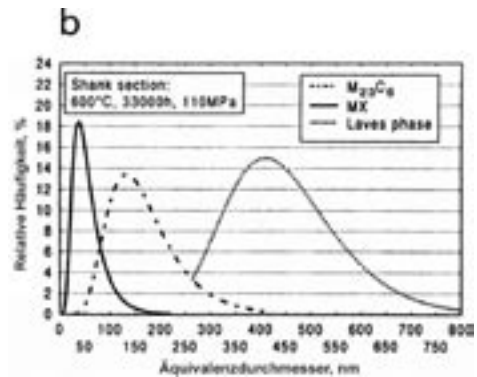
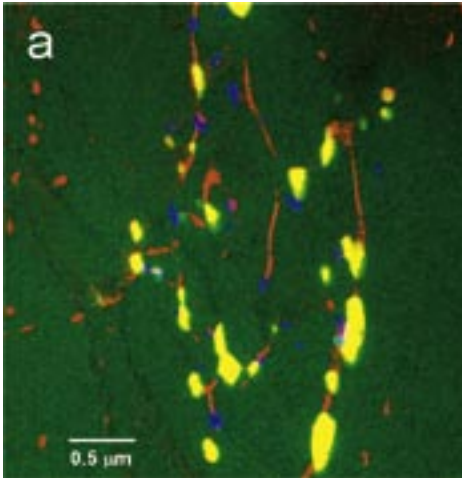
Stähle und Legierungen zählen nach wie vor zu den am häufigsten verwendeten Werkstoffen unserer Zeit. Für eine Vielzahl von Einsatzbereichen werden Stähle unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung und Wärmebehandlung hergestellt. Die charakteristischen Eigenschaften dieses Werkstoffes hängen von vielen Faktoren ab, u. a. spielen Teilchen (Ausscheidungen), die sich durch den Herstellungsprozess und durch verschiedene Wärmebehandlungen aus übersättigten festen Lösungen ausgeschieden haben, eine wichtige eigenschaftsbestimmende Rolle. Diese Teilchen

bestehen meist aus Karbiden, Nitriden oder Karbonitriden in verschiedenen Zusammensetzungen und kristallografischer Struktur. Die Größe dieser Ausscheidungen liegt zwischen einem Nanometer und mehreren Mikrometern. Die Kenntnis über Ausscheidungstyp, Größe, Morphologie und auch über die Verteilung und Dichte (Teilchen pro Volumeneinheit) der Präzipitate ist für den Stahlhersteller und den Stahlanwender von essentieller Bedeutung. Ähnliches gilt für eine Vielzahl technischer Legierungen, die in den unterschiedlichsten Bereichen zur Anwendung gelangen. Die Möglichkeit, Ausscheidungen oder Segregationen an Korngrenzen beobachten und gleichzeitig chemische Information ableiten zu können, macht EFTEM zu einer wertvollen Charakterisierungsmethode für diese Klasse von Materialien.



**Abbildung 1:** TEM-Bild eines 10%-Chrom-Stahles ohne (a) und mit dynamischer Beleuchtung (b). Durch dynamische Strahlverkipfung (c) in Kombination mit EFTEM (Abbildung des Elementes Eisen (d)) können nanometergroße Ausscheidungen sichtbar gemacht werden.

## L4: Ausscheidungscharakterisierung von Stählen



**Abbildung 2:** (a) EFTEM-Elementverteilungsbilder der Elemente Molybdän (rot), Chrom (grün) und Vanadium (blau) überlagert in einer Falschfarbendarstellung (gleicher Probenbereich wie Abb. 1). (b) Relative Häufigkeitsverteilungen der  $M_{23}C_6$ , MX und Laves-Phasen.

Das vorliegende Anwendungsbeispiel beschreibt die Charakterisierung von Ausscheidungen in einem 10%-Chrom-Stahl, für die erstmals eine spezielle TEM-Technik und die energiefilternde Elektronenmikroskopie (EFTEM) kombiniert wurden. Die Untersuchungen wurden an einer 33000 h gelaufenen Kriechprobe aus einem martensitischen Stahlguss des Typs G-X12CrMoWVNbN durchgeführt, wobei die Größenverteilung der Ausscheidungen im unbelasteten Schaftbereich der Probe ermittelt wurde. Abb. 1a zeigt ein typisches TEM-Bild der Stahlprobe, aus dem unschwer zu erkennen ist, dass Teilchen mittels konventioneller TEM nicht ohne weiteres darstellbar sind. Die Hell/Dunkelmodulationen im Bild sind dabei hauptsächlich auf elementunspezifischen Beugungscontrast zurückzuführen, der die nanometergroßen Präzipitate völlig maskiert und das Erkennen selbst größerer Ausscheidungen deutlich erschwert. Durch dynamisches Verkappen

des auf die Probe einfallenden Elektronenstrahles entlang einer invertierten Pyramide („rocking beam“, Abb. 1c), gelingt es, Helligkeitsunterschiede abzuschwächen (Abb. 1b), und durch Aufnahme eines EFTEM-Bildes des Matrixelements Eisen (Abb. 1d) können dann Ausscheidungen überblicksmäßig, rasch und ohne störende Intensitätsunterschiede sichtbar gemacht werden. Der Durchmesser der darin auftretenden kleinsten Sekundärausscheidungen beträgt ca. 10 nm, wobei die verschiedenen Ausscheidungstypen auf Basis ihres Erscheinungsbildes nicht ohne weiteres genauer klassifiziert werden können. Eine zuverlässige Phasenzuordnung mittels Elektronenbeugungstechniken wäre zwar prinzipiell möglich, allerdings müssten dazu in der Praxis von jedem Partikel individuelle Beugungsbilder aufgenommen und kristallografisch ausgewertet werden, was den experimentellen Aufwand enorm erhöht.

## L4: Ausscheidungscharakterisierung von Stählen

Für die chemische Charakterisierung der verschiedenen Ausscheidungspopulationen stellt die EFTEM-Methode geradezu eine ideale Möglichkeit dar, um unterschiedliche Phasen näher zu untersuchen.

Im zugehörigen RGB-Bild (Abb. 2a) wurden eine Molybdän-Verteilung, eine Chrom-Verteilung und eine Vanadium-Verteilung übereinandergelegt. Durch zusätzliche Messung der Kohlenstoff- und Stickstoff-Verteilungen konnten alle im Bild vorkommenden Phasen eindeutig identifiziert werden: Die gelb eingefärbten Teilchen sind Chrom-(Eisen, Wolfram, Molybdän)-Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$ , die blauen Ausscheidungen sind Vanadiumnitride (Typ MX) und die rot eingefärbten sind intermetallische

Phasen bestehend aus Molybdän, Eisen und Wolfram (Laves-Phase). Da die Bildkontraste (Farben) in den entsprechenden Elementverteilungsbildern ausschließlich chemo-selektiv sind, können kohärente und inkohärente Teilchen gleich gut detektiert und anschließend einer Teilchengrößenauswertung zugeführt werden, um die relative Häufigkeiten der jeweiligen chemischen Phasen zu ermitteln (Abb. 2b).

**Gerald Kothleitner, Ferdinand Hofer**

*Technische Universität Graz*

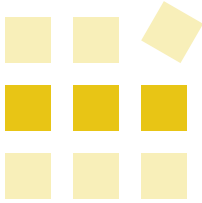
*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

Methoden:	M11
Lösungen:	—
Institute:	I4
Kontakte:	K21

EFTEM | Ausscheidungen | Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie  
Legierungen | Stähle | TEM | Transmissionselektronenmikroskopie

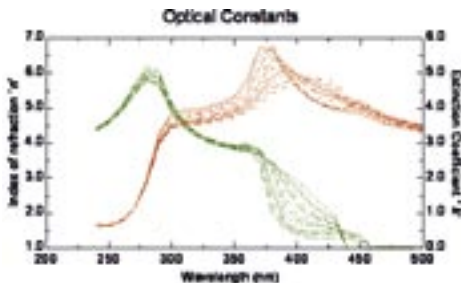


## Lösungen

### L5: Bestimmung der Ge-Konzentration von SiGe-Legierungen

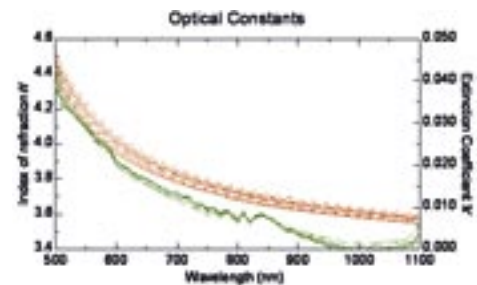
#### L5: Bestimmung der Ge-Konzentration von SiGe-Legierungen mittels Ellipsometrie

Silizium-Germanium-Legierungen (SiGe) finden in der Halbleiterindustrie vor allem im Hoch- und Höchstfrequenzbereich zunehmenden Einsatz. Zur Optimierung der Bauteil-Performance ist die möglichst genaue Kenntnis der Germanium-Konzentration von großer Bedeutung. Der Einbau von Germanium in das Silizium-Gitter verändert die Eigenschaften des Materials vor allem im Hinblick auf die elektronische Bandstruktur (Valenz- und Leitungsband, Bandabstand). Da die dielektrische Funktion (letztlich die Reaktion des Materials auf eine Beaufschlagung mit einem elektrischen Feld) durch die Bandstruktur (Zustandsdichte der elektronischen Niveaus im Festkörperkristall) bestimmt wird und die dielektrische Funktion den wellenlängenabhängigen komplexen Brechungsindex des Materials bestimmt, kann bei hinreichend genauer Messung des letzteren der Germanium-Gehalt der Legierung bestimmt werden.



**Abbildung 1:** Komplexer Brechungsindex einer epitaktisch gewachsenen SiGe-Schicht auf Si-Einkristall, Energiebereich von 2,48 bis 5,17 eV.

Im Auftrag von und in Zusammenarbeit mit der Firma austriamicrosystems wurde ellipsometrisch der Germanium-Gehalt dünner SiGe-Schichten bestimmt, wobei als zusätzliche Schwierigkeit mechanische Spannungen innerhalb der Schicht als Folge des epitaktischen Aufwachsens auf einem Silizium-Einkristall auftraten. Abb. 1 zeigt die optischen Konstanten Brechungsindex und Absorptionskoeffizient als Funktion der Wellenlänge im Bereich des Interbandüberganges und für verschiedene Ge-Konzentrationen (0 bis 20 Atomprozent), Abb. 2 zeigt deren Verhalten im bereits vergleichsweise transparenten Spektralbereich.



**Abbildung 2:** Komplexer Brechungsindex einer epitaktisch gewachsenen SiGe-Schicht auf Si-Einkristall, Energiebereich von 1,13 bis 2,48 eV.

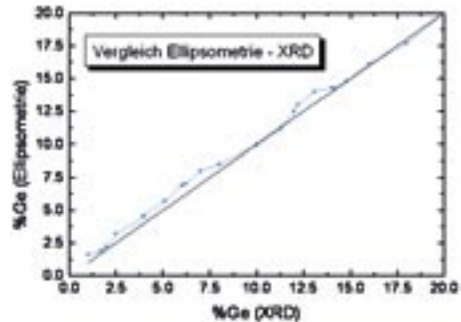
## L5: Bestimmung der Ge-Konzentration von SiGe-Legierungen

In Abb. 3 ist der Vergleich zwischen ellipsometrisch erhaltenen Konzentrationswerten und der „Eichgeraden“, die aus röntgendiffraktometrischen Messungen (die Kantenlänge der Elementarzellen senkrecht zur Schichtebene ist eine Funktion der Ge-Konzentration) erhalten wird, gezeigt. Es konnte eine sehr gute Übereinstimmung erzielt werden.

Für die freundliche Genehmigung zur Veröffentlichung der gezeigten Ergebnisse danken wir der Fa. austriamicrosystems.

**Georg Jakopic**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik

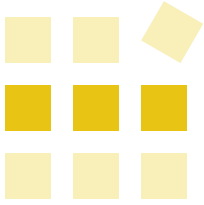


**Abbildung 3:** Vergleich der Methoden Röntgendiffraktometrie und Spektrellellipsometrie zur Bestimmung des Ge-Gehaltes von SiGe-Legierungen (s. blaue Kurve; schwarze Linie = „Idealkurve“).

Methoden:	M9
Lösungen:	—
Institute:	I10
Kontakte:	K16

Bandabstand | dielektrische Funktion | Ellipsometrie | Röntgendiffraktometrie  
Silizium-Germanium-Legierung





# Lösungen

## L6: Bewertung von magnetischen Pigmentschichten

### L6: Bewertung von magnetischen Pigmentschichten auf PET-Folien mittels SQUID-Magnetometrie

Um die Beständigkeit von auf Magnetkarten und magnetischen Folien codierten Informationen sicherzustellen, müssen bestimmte Anforderungen an die magnetischen Eigenschaften des auf die Folie aufgeprägten magnetischen Pigments (etwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) eingehalten werden: etwa die Stärke der Restmagnetisierung nach dem Einschreiben einer magnetischen Codierung. Im einfachsten Falle kann die „Stärke“ der remanenten Magnetisierung durch Einhalten einer bestimmten Schichtdicke oder eines bestimmten Füllgrades der magnetischen Schicht garantiert werden.

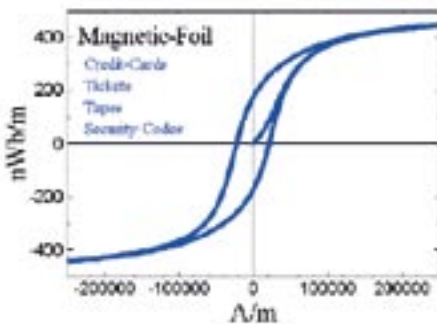


Abbildung 1: Magnetische, mit einem SQUID-Magnetometer aufgenommene Pigmentschicht auf einer PET-Folie.

Die wichtigsten magnetischen Eigenschaften dünner Filme sind:

- ◆ die Gestalt der Hysteresekurve („Loop Squareness“)
- ◆ die Remanenz und Sättigungsmagnetisierung, für Schichtproben in Weber/Meter (Wb/m) ausgedrückt
- ◆ die Koerzitivfeldstärke in Ampere/Meter (A/m)

Die Aufgabe des Herstellers war die Fabrikation einer 10  $\mu\text{m}$  dicken magnetischen Pigmentschicht auf einer PET-Folie mit einer geforderten minimalen Restmagnetisierung  $>400$  nWb/m. Die Messungen wurden an kleinen Folienstücken ( $2 \times 5$  mm<sup>2</sup>) mit dem SQUID-Magnetometer durchgeführt (s. Abb. 1).

Diese Arbeit erfolgte in Kooperation mit der Fa. HUECK FOLIEN GmbH, Baumgartenberg.

**Heinz Krenn**

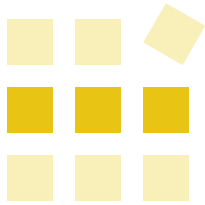
Karl-Franzens-Universität Graz

Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,

Magnetometrie und Photonik

Methoden:	M16
Lösungen:	—
Institute:	I11
Kontakte:	K2

magnetische Funktionswerkstoffe und -polymere | magnetische Pigmente | Magnetometrie  
Polymere | Remanenzmagnetisierung | SQUID-Magnetometrie



## Lösungen

### L7: Charakterisierung von Ausscheidungen

#### L7: Charakterisierung von Ausscheidungen in Schnellarbeitsstählen mittels Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)

Bei Schnellarbeitsstählen handelt es sich um hochlegierte Fe-Basislegierungen von hoher Härte und Festigkeit bei adäquater Zähigkeit. Die Eigenschaften, insbesondere die hohe Festigkeit, ergeben sich aus nanometergroßen Karbidausscheidungen der Legierungselemente Molybdän, Vanadium und Chrom.

Durch SAXS-Messungen (Abb. 1) an Serien von Schnellarbeitsstählen mit unterschiedlichen Anlasstemperaturen und/oder unterschiedlichen Anlasszeiten können aus den Streukurven (Abb. 2) beispielsweise Aussagen über Größe und Verteilung der bei der Wärmebehandlung entstehenden Ausscheidungen ( $M_6C$ -,  $M_2C$ - und  $M_6C$ -Karbide) getroffen werden.

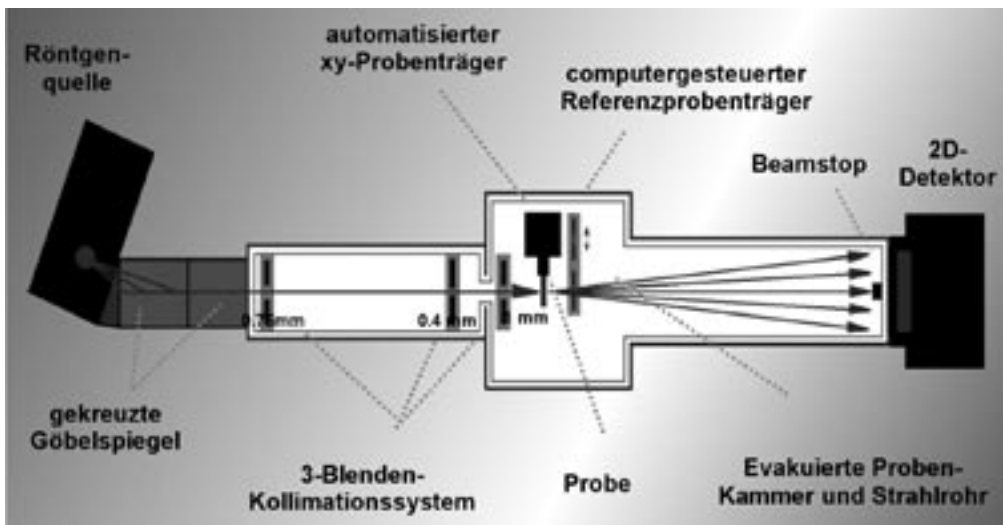


Abbildung 1: Schematischer Aufbau der SAXS-Anlage des MCL am Standort Erich-Schmid-Institut in Leoben.

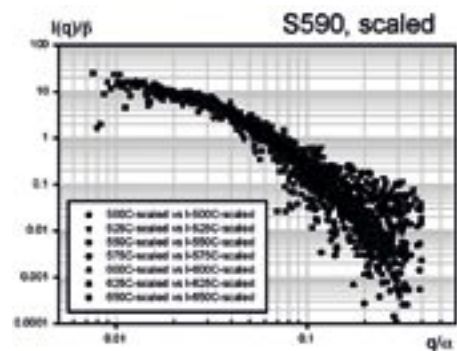
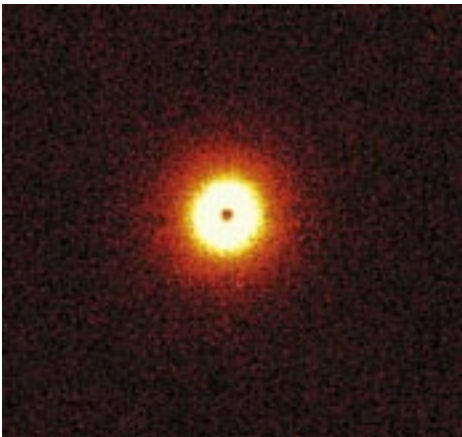
Da in derartigen Systemen die Ausscheidungen nach einer selbstähnlichen Entwicklung vergrößern [1], erhält man nach einer Skalierung der Streufunktionen mittels einfacher Näherungsverfahren [2,3] typische Parameter wie die mittlere Größe und den mittleren Abstand der Ausscheidungen [4] (Abb. 3).

### Literatur:

- [1] **P. Fratzl, J. L. Lebowitz** (1989) „*Universality of scaled structure functions in quenched systems undergoing phase separation*“. Acta Metall. 37, 3245–8.
- [2] **A. Guinier, G. Fournet** (1955) „*Small-Angle Scattering of X-rays*“. John Wiley, New York. 268 Seiten.
- [3] **G. Porod** (1951) „*Die Röntgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloiden Systemen*“. Kolloid Z. 124, 83–114.
- [4] **K. Erlacher** (2003) „*Optimization of a Laboratory SAXS System for Materials Science Applications*“. Dissertation (2003), Montanuniversität Leoben. 136 Seiten.

**Richard Görgl**

Materials Center Leoben Forschung GmbH,  
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft  
und Montanuniversität Leoben, Department Materialphysik



**Abbildung 2:** Streusignal einer Schnellarbeitsstahlprobe sowie die skalierten Streukurven.

## L7: Charakterisierung von Ausscheidungen

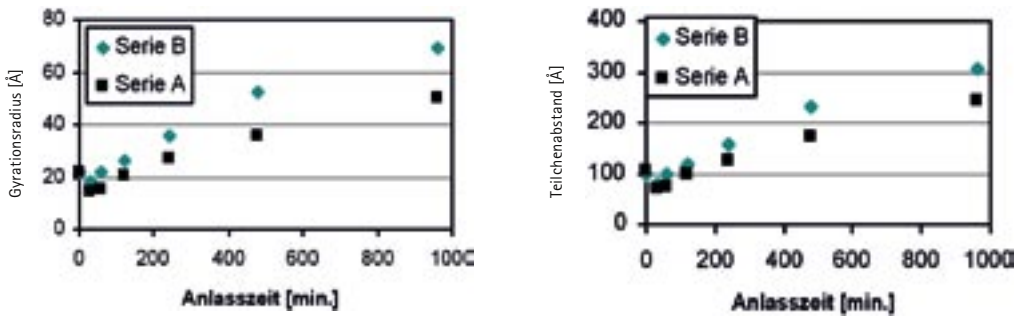


Abbildung 3: Typische untersuchte Parameter von Ausscheidungen in Legierungen.

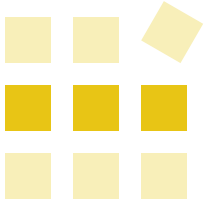
Methoden: M35 | M36

Lösungen: —

Institute: I15 | I3

Kontakte: K10

Ausscheidungen | Metalllegierungen | Röntgenkleinwinkelstreuung | SAXS | Stähle



## Lösungen

### L8: Chemische Zusammensetzung einer ultradünnen Schicht

#### L8: Chemische Zusammensetzung einer ultradünnen Fulleren-Schicht ( $C_{60}$ ) – XPS-Untersuchungen

Im Zusammenhang mit der Herstellung von organischen Halbleiterbauelementen werden unter anderem ultra-dünne  $C_{60}$ -Schichten ( $C_{60}$  = „Kohlenstoff-Fußbälle“) verwendet. Die elektrischen Eigenschaften hängen entscheidend von der Qualität (Struktur und Reinheit) dieser Schicht ab. Das vorliegende Beispiel (s. Abb. 1) zeigt die chemische Zusammensetzung der  $C_{60}$ -Schicht, die bei drei unterschiedlichen Präparationsbedingungen auf einer anderen organischen Schicht, die auf Glas aufgebracht war, abgeschieden worden ist. Man sieht deutlich, dass im Fall c) die Schichten am homogensten sind, da praktisch kein Signal vom Glassubstrat mehr zu sehen ist. Auch der Sauerstoffgehalt, offensichtlich durch Adsorption aus der Luft, ist bei den drei Proben unterschiedlich. Die Kombination dieser Daten mit den zugehörigen elektrischen Eigenschaften ermöglicht die Optimierung der Präparationsbedingungen.

**Adolf Winkler**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

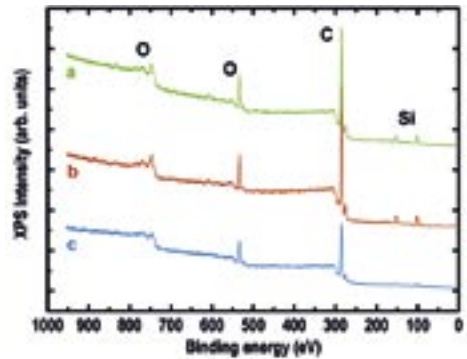
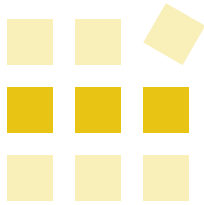


Abbildung 1: XPS-Spektren einer ultradünnen Fulleren-Schicht ( $C_{60}$ ).

Methoden:	M32
Lösungen:	–
Institute:	I8
Kontakte:	K50

Dünnschichten | Fullerene | Photoelektronenspektroskopie | XPS



## Lösungen

### L9: Der Effekt aromatischer Quellungsagenzien

#### L9: Der Effekt aromatischer Quellungsagenzien auf innere Oberfläche und Porengröße in mesoporösen Silikaten – Untersuchungen mittels SAXS

Mesoporöse Silikate dienen immer häufiger als Wirtsstruktur in verschiedensten Bereichen wie z. B. der heterogenen Katalyse, in elektronischen oder optischen Anwendungen, als Adsorptionsmedium oder in Membrantrennverfahren.

Die als M41S bezeichnete Substanzklasse besitzt eine enorme spezifische Oberfläche von  $> 1000 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  sowie eine – im Gegensatz zu zahlreichen anderen mesoporösen Materialien – durch die Synthesebedingungen definiert einstellbare Poren.

Im gegenständlichen Fall wurden mesoporöse M41S-Silikate aus Silikatgelen mittels wässriger, mizellarer Template-Lösungen aus HTMA-Bromid und DTMA-Bromid hergestellt. Die Größe und Form dieser Mizellen kann durch Einlagerung bestimmter Quellungsagenzien (Benzol, Mesitylen, TiBP), in Abhängigkeit von deren Größe und Polarität, beeinflusst werden. Das fertige Gel wurde dann bei  $540^\circ\text{C}$  kalziniert, um die organische Phase zu entfernen und ein mesoporöses Material mit definierter Porengröße im Nanometerbereich zu erzeugen (s. Abb. 1).

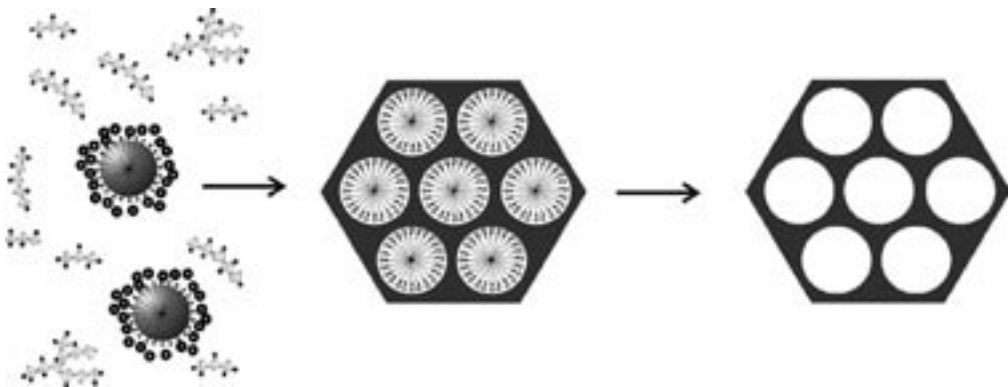


Abbildung 1: Herstellung mesoporöser Silikate.

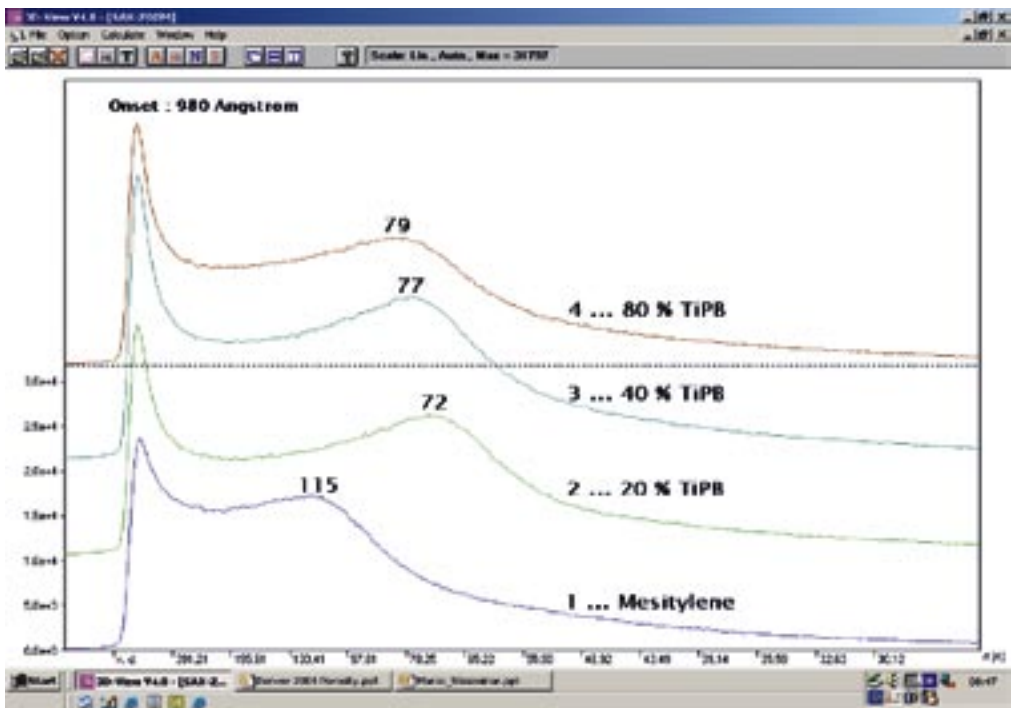
## L9: Der Effekt aromatischer Quellungsagenzien

Um die Effekte dieser Substanzen zu studieren, wurden zwei Methoden eingesetzt: die BET (Brunauer-Emmet-Teller)-Gassorption, und Röntgenkleinwinkelstreuung (Small-Angle X-ray Scattering, SAXS). Mittels SAXS konnte der Korrelationsabstand der Poren in Abhängigkeit vom Quellungsagens (Mesitylen und TiBP, s. Abb. 2) bestimmt werden, und sogar eine gewisse Konzentrationsabhängigkeit von der Menge des eingesetzten Agens (TiBP) festgestellt werden.

BET und SAXS lieferten beim fertig kalzinierten Produkt hervorragende Übereinstimmung bei den Werten für die innere Oberfläche (s. Abb. 3) und die Porengröße. Die Unterschiede betragen weniger als 3%.

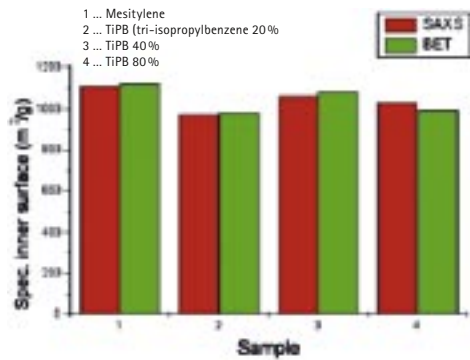
Da BET vollständig trockene Proben benötigt, war SAXS die Methode der Wahl, um den Bildungsprozess der inneren Oberfläche während der Reaktion in wässriger Phase bei 100 °C zu verfolgen (s. Abb. 4).

Marco Lüchinger, Gerhard D. Pirngruber,  
Benedikt Lindlar, Peter Laggner, Roel Prins  
HECUS XRS GmbH

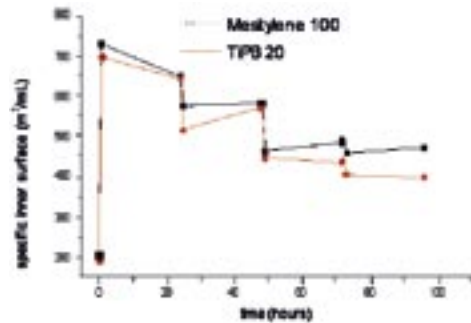


**Abbildung 2:** SAXS-Kurven von M41S mit verschiedenen Quellungsagenzien in variierender Konzentration. Der Einfluss auf den Korrelationsabstand ist deutlich erkennbar.

## L9: Der Effekt aromatischer Quellungsagenzien



**Abbildung 3:** Vergleich der Resultate für innere Oberflächen zwischen BET und SAXS.



**Abbildung 4:** Zeitverlauf der inneren Oberflächenentwicklung von M41S (100°C) und Effekt von drei Neutralisationsschritten (22 h, 44 h, 66 h).

Methoden: M35 | M36 | M14

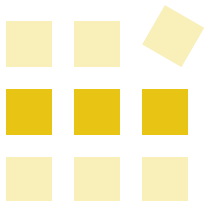
Lösungen: —

Institute: I5

Kontakte: K25 | K26

mesoporös | Porengröße | Röntgenkleinwinkelstreuung | SAXS





## Lösungen

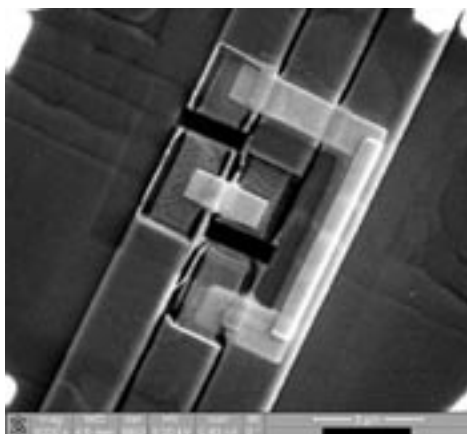
### L10: Device Modification mittels Focused Ion Beam (FIB)

#### L10: Device Modification mittels Focused Ion Beam (FIB)

Eine „Focused Ion Beam (FIB)“-Anlage, ausgestattet mit den entsprechenden Zusatzsystemen wie

- ◆ Insulator Enhanced Etch (IEE) Gas Injection System (GIS),
- ◆ Enhanced Etch GIS (für elektrische Leiter),
- ◆ Pt-deposition GIS (für die Abscheidung von elektrisch leitenden Verbindungen) bzw.
- ◆ Tetraethylorthosilicate (TEOS) GIS (für die Abscheidung von isolierenden Schichten),

eignet sich neben den Anwendungsbereichen TEM-Lamellen-Zielpräparation und Nanostrukturierung hervorragend für die sogenannte Device Modification.



**Abbildung 1:** Kreuzverbindung zweier Leiterbahnen mittels Pt-Abscheidung.

Unter Device Modification, oft auch Chip Modification oder Nano Surgery genannt, versteht man nachträgliche Veränderungen im Design und in der Funktionalität eines bereits produzierten Halbleiter-Bauelements. Dies umfasst eine Vielzahl von Möglichkeiten, die je nach Bedarf und dem damit verbundenen Kostenaufwand durchgeführt werden können.

Bedenkt man, dass ein Mikrochip im Grunde „nur“ aus vielen elektronischen Schaltkreisen, deren Größe im Mikrometerbereich liegt, zusammengesetzt ist, so ist leicht nachvollziehbar, dass durch Änderungen in den einzelnen logischen Schaltkreisen oder in der Ansteuerung größerer Schaltkomplexe die Funktionalität eines gesamten Bauelementes auf spezielle Anforderungen abgestimmt werden kann.

Die dafür notwendigen Modifikationen sind mit der seit mehr als einem Jahrzehnt verfügbaren Technologie des fokussierten Ionenstrahls (FIB), die das positionierte Schneiden, Abtragen und Abscheiden von Material bis hinab zu einer lateralen Auflösung von ~20 nm erlaubt, durchführbar.

## L10: Device Modification mittels Focused Ion Beam (FIB)

Abhängig von dem vorliegenden Packaging (Kapselung) kann das Bauelement direkt oder mit kurzer vorheriger Präparation in der FIB-Anlage modifiziert werden. Dabei unterscheidet man zwischen einem Keramik-Packaging, wobei der Chip gebondet, aber ansonsten frei liegt und ohne Präparation direkt in der FIB-Anlage bearbeitet werden kann, und dem Kunststoff-Packaging, bei dem der Chip vorher freigeätzt werden muss.

Einerseits ist es möglich, bereits in Betrieb befindliche, fehlerhafte Mikrochips zu reparieren, oder diese, wenn sie von Grund auf optional multifunktional aufgebaut sind, auf einen einzigen Aufgabenbereich zu beschränken. Der dafür notwendige Arbeitsaufwand beschränkt sich in den meisten Fällen auf die Unterbrechung einzelner Leiterbahnen und deren eventueller Neuverbindung (Abb. 1).

Andererseits kann eine bereits bestehende Produktionslinie genutzt werden, um durch kleine Änderungen der zugehörigen Masken erheblich kostengünstiger die gesamte Funktionalität der Chipserie zu verändern. In diesem Fall wird das Re-design vorher vom Hersteller mittels Software simuliert, und anschließend werden mehrere modifizierte Prototypen in der FIB hergestellt. Stimmen Simulation und Modifikation reproduzierbar überein, so kann dann die Maske dementsprechend verändert werden.

Der große Anreiz für diese Art der Modifikation liegt in den geringeren Kosten: Lagen die Maskenkosten für die 0,13  $\mu$ -Technologie (Gatelänge) Ende der 90er Jahre noch bei rund 300.000 bis 400.000 Euro, so betragen sie heute für die Masken der 0,045  $\mu$ m- oder 45 nm-Technologie bereits rund 2 Mio. Euro.

Eine dritte Art der Modifikation, die indirekt auf die Funktionalität Einfluss nimmt, liegt in der Qualitätssicherung und Fehleranalyse: Dabei werden entweder stichprobenartig oder systematisch aus der Produktion Proben zur TEM-Lamellen-Präparation entnommen, um mögliche mangelhafte Produktionsschritte zu erkennen und nötigenfalls zu verbessern.

**Julian Wagner**

*Technische Universität Graz*

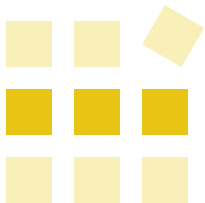
*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

Methoden:	M13
Lösungen:	—
Institute:	14
Kontakte:	K44   K47

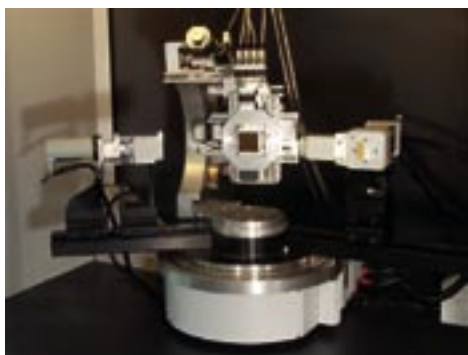
FIB | Chip | Device Modification | Focused Ion Beam



### L11: Eigenspannungs-Charakterisierungen mittels Röntgendiffraktometrie

#### Eigenspannungen in technischen Anwendungen

Röntgendiffraktion ist ein leistungsstarkes Hilfsmittel bei der Charakterisierung von Eigenspannungen in kristallinen Werkstoffen. In technischen sowie technologischen Applikationen wie Schneidwerkzeugen, Schutzabdeckschichten und Schweißteilen beeinflussen solche mechanischen Spannungen das Verhalten der Anwendungen auf wesentliche Weise. Die Spannungen nehmen direkten Einfluss auf Lebensdauer, Ermüdungserscheinungen, Härte und Festigkeit jeglicher metallisch-kristalliner Bauteile. Folglich ist die Charakterisierung von Eigenspannungen ein wesentlicher Bestandteil für die Festlegung und Optimierung technologischer Prozesse und deren Parameter. Dabei ermöglicht die Röntgendiffraktion (XRD) die zerstörungsfreie Untersuchung von kristallinen Materialien durch Beugung von Röntgenstrahlung.



**Abbildung 1:** Röntgen-Vierkreisdiffraktometer Bruker-AXS „D8 Discover“ mit Eulerwiege.

#### Experimenteller Ansatz und instrumentelle Ausstattung

Mit Hilfe modernster Versuchsanlagen sowie den, durch die intensive Zusammenarbeit mit Universitätsinstituten, neuesten wissenschaftlichen Erkenntnissen werden am Materials Center Leoben (MCL) Eigenspannungs-Charakterisierungen für die Optimierung industrieller Anwendungen, aber auch zu industriellen Forschungszwecken durchgeführt.

Die Spannungsmessungen erfolgen mit einem Vierkreisdiffraktometer (Abb. 1). Für temperaturabhängige Messungen ist das Messgerät mit einer Heizkammer ausgestattet (Abb. 2). Diese Kombination modernster Analysegeräte ermöglicht genaueste, ortsaufgelöste Spannungs- und Dehnungsanalysen an Werkstücken jeglicher Art. Dabei können die Proben in einem Temperaturbereich von 25–900 °C sowohl an Luft als auch unter verschiedenen Schutzgasatmosphären untersucht werden (Vakuum, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, He usw.). Der wissenschaftliche Hintergrund der Mitarbeiter sowie die hervorragende technische Ausstattung erlauben dem MCL sich spezifischen Problemstellungen zu widmen und individuelle Lösungen für den Kunden auszuarbeiten.

# L11: Eigenspannungs-Charakterisierungen

## Typische Anwendungsgebiete

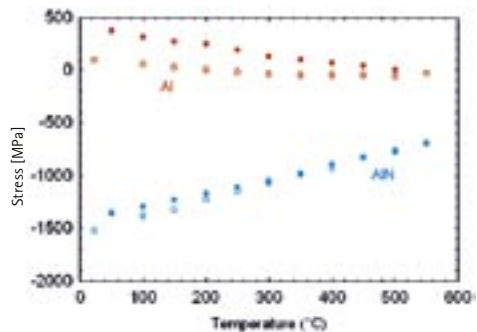
- ◆ Quantitative Charakterisierung von Eigenspannungen und Eigenspannungsverteilungen an industriellen Anwendungen
- ◆ Ortsaufgelöste Messungen – Eigenspannungskarten
- ◆ Eigenspannungsuntersuchungen im Temperaturbereich 25–900 °C
- ◆ Studien über Spannungsrelaxation, plastische Verformungen, Adhäsionsproblematiken sowie Zuordnungen intrinsischer und extrinsischer Spannungsbeiträge
- ◆ Spannungscharakterisierung in Multischicht-Anwendungen mit Fokus auf Spannungsentwicklungen in speziell ausgewählten Zwischenschichten
- ◆ Einfluss von Pufferschichten auf den Spannungszustand in Dünnschichtfilmen
- ◆ „Stress Engineering“ für Dünnschichtanwendungen
- ◆ Tiefenabhängige Spannungsprofile („depth profiling“)
- ◆ Ermittlung des Einflusses von Glühprozessen auf Spannungszustände sowie der Auswirkung von Strahlungsschädigungen auf Materialien



**Abbildung 2:** Heizkammer DHS 900 (Fa. Anton Paar) zur Erweiterung des Zugänglichkeitsbereiches für Spannungsuntersuchungen bei erhöhten Temperaturen.

## Ein Beispiel für Spannungscharakterisierung

Abb. 3 zeigt die Ergebnisse einer In-situ-Eigenspannungscharakterisierung in Zwischenschichten einer Multischichtstruktur bestehend aus den Materialien Al/AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001). Die Messung wurde mittels Röntgendiffraktion in einem Temperaturbereich von 25–550 °C durchgeführt. Dabei betragen die Dicken der Aluminium(Al)- und Aluminiumnitrid(AlN)-Schichten zwischen 100 und 500 nm.



**Abbildung 3:** Ergebnis der Spannungsuntersuchung einer Multischicht-Probe.

## L11: Eigenspannungs-Charakterisierungen

Die Ergebnisse zeigen, dass durch den Glühprozess eine plastische Verformung der Aluminiumschicht hervorgerufen wird, deren Folge eine wesentliche Steigerung der mechanischen Zugspannungen ist. Weiters zeigt sich eindeutig eine Relaxation der mechanischen Druckspannungen in der Aluminiumnitridschicht.

**Josef Keckes, Ernst Eiper**

*Materials Center Leoben Forschung GmbH,  
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft  
und Montanuniversität Leoben, Department Materialphysik*

Methoden: M15 | M42

Lösungen: –

Institute: I15 | I3

Kontakte: K18 | K19

Eigenspannungsanalyse | Röntgendiffraktometrie | Spannungen, extrinsische  
Spannungen, intrinsische | XRD

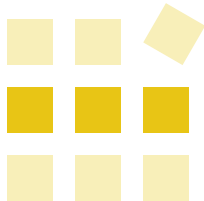
Methoden

Lösungen

Institute

Kontakte

Index



## Lösungen

### L12: Elektrokinetische Messungen (Zeta-Potenzial)

#### L12: Elektrokinetische Messungen (Zeta-Potenzial) zur Charakterisierung von Nanostrukturen

Die Bestimmung der elektrokinetischen Eigenschaften von makroskopischen Oberflächen wie Filmen, Fasern und Membranen ist in vielen Bereichen der Nanotechnologie von großer Bedeutung. Aufgrund der Oberflächenselektivität der Methode eignet sich die Zeta-Potenzial-Messung sehr gut zur Charakterisierung von Prozessen zur Oberflächenmodifikation von Materialien im Nanometerbereich. Das Zeta-Potenzial dient zur Charakterisierung der elektrischen Oberflächeneigenschaften sowie zur Bestimmung von neu eingeführten oder modifizierten Oberflächengruppen oder Schichten.

Eine sehr häufige Anwendung ist die Untersuchung von plasmamodifizierten [1] oder photochemisch modifizierten [2] Polymeroberflächen. So kann z. B. die Bildung von dissoziierbaren Gruppen in der dünnen Oberflächenschicht durch eine Ver-

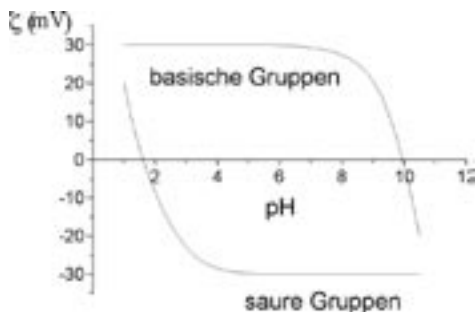


Abbildung 1: Zeta-Potenzial-Verlauf bei sauren oder basischen Oberflächengruppen.

schiebung des isoelektrischen Punktes und die Ausbildung eines charakteristischen Potenzialplateaus im sauren oder basischen Bereich nachgewiesen werden (Abb. 1).

Das Zeta-Potenzial ist auch eine wichtige Methode zur Charakterisierung von Nanostrukturen, die durch Selbstanordnungsmechanismen an Oberflächen gebildet werden. Das sind z. B. Adsorptionsschichten oberflächenaktiver Substanzen, „self-assembled monolayers (SAMs)“ von Thiolen [3] oder Beschichtungen von Oberflächen mit Nanopartikeln [4]. Solche Nanobeschichtungen können den entsprechenden Materialien ganz spezielle chemische und physikalische Eigenschaften verleihen und erlangen daher steigende technologische, aber auch biomedizinische Bedeutung.

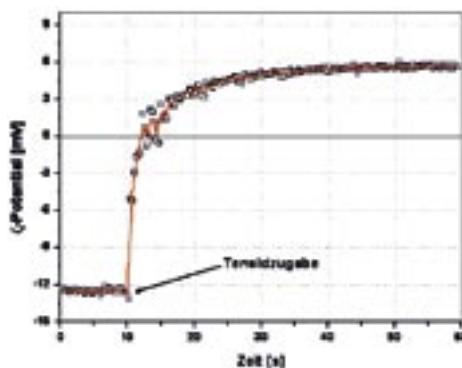


Abbildung 2: Zeitaufgelöste Messung der Tensidadsorption an einer Polymeroberfläche.

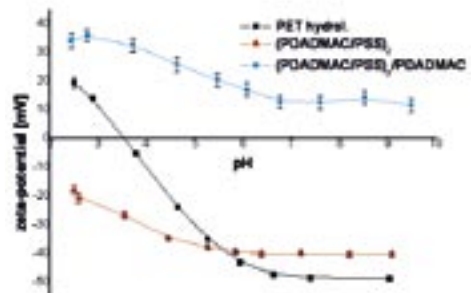
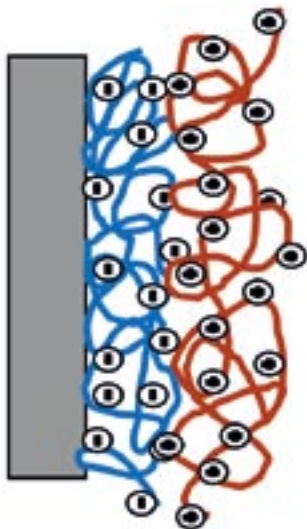
## L12: Elektrokinetische Messungen (Zeta-Potenzial)

Mit der so genannten oszillierenden Messmethode kann auch die Bildung solcher selbstorganisierter Strukturen zeitaufgelöst untersucht werden [5] (Abb. 2). Eine weitere wichtige Gruppe von Nanostrukturen sind sogenannte Layer-by-Layer-Multischichtsysteme. Das sind nur wenige Nanometer dünne Polymerfilme, die durch abwechselnde Adsorption verschieden geladener Polymere mit definierten Eigenschaften hergestellt werden können. Der Aufbau und wichtige Eigenschaften solcher Nanobeschichtungen sind sehr gut über Strömungspotenzialmessung zugänglich [6] (Abb. 3).

Dieselben Anwendungsfelder treffen auch für Partikel im Nanometermaßstab zu. Oberflächenmodifikationen und der Aufbau von selbstorganisierten Strukturen an der Oberfläche von Nanopartikeln können über elektrokinetische Methoden in glei-

cher Weise wie auf makroskopischen Oberflächen studiert werden. Dies ist besonders wichtig bei der Bildung dünner Schichten auf organischen Partikeln, da diese mit anderen Methoden nur relativ schwer zugänglich sind. Aber auch anorganische „core-shell“-Nanopartikel können über die elektrokinetischen Eigenschaften gut charakterisiert werden [7].

Für alle Arten von Nanopartikel- und Pigmentdispersionen ist das Zeta-Potenzial darüber hinaus von zentraler Bedeutung, da es die elektrostatischen Abstoßungskräfte zwischen den Partikeln bestimmt. Diese elektrostatische Abstoßung ist meist die dominierende Einflussgröße auf die Stabilität der Dispersion. Daher ist die Kontrolle des Zeta-Potenzials einer der wichtigsten Parameter bei der Formulierung und Verarbeitung von Nanopartikel- und Pigmentdispersionen.



**Abbildung 3:** Schema von Polyelektrolyt-Nanobeschichtungen und Zeta-Potenzial-Kurven des Substrats sowie anionisch bzw. kationisch terminierten Multischichtsystemen.

## L12: Elektrokinetische Messungen (Zeta-Potenzial)

### Literatur

- [1] **L. Tusek, M. Nitschke, C. Werner, K. Stana-Kleinschek, V. Ribitsch** (2001) „*Surface characterization of NH<sub>3</sub> plasma treated polyamide 6 foils*“. Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 195, 81–95.
- [2] **U. Meyer, S. Köstler, V. Ribitsch, W. Kern** (2005) „*Photochemical surface modification of polytetrafluoroethylene with hydrazine: characterization of the surface with zeta-potential measurements and spectroscopic techniques*“. Macromol. Chem. Phys. 206, 210–7.
- [3] **R. Schweiss, P.B. Welzel, C. Werner, W. Knoll** (2001) „*Interfacial charge of organic thin films characterized by streaming potential and streaming current measurements*“. Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 195, 97–102.
- [4] **M. Bele, S. Pejovnik, J.O. Besenhard, V. Ribitsch** (1998) „*Substrate-induced coagulation of carbon black on gelatine-modified printed wiring board surfaces: Part 1*“. Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 143, 17–26.
- [5] **M. Reischl, K. Stana-Kleinschek, V. Ribitsch** (2005) „*Adsorption of surfactants on polymer surfaces investigated with a novel zeta-potential measurement system*“. Mater. Sci. Forum, eingereicht.
- [6] **S. Köstler, V. Ribitsch, K. Stana-Kleinschek, G. Jakopic, S. Strnad** (2005) „*Electrokinetic investigation of polyelectrolyte adsorption and multilayer formation on a polymer surface*“. Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, in Druck.
- [7] **R.C. Plaza, F. González-Caballero, A.V. Delgado** (2001) „*Electrical surface charge and potential of hematite/yttrium oxide core-shell colloidal particles*“. Colloid Polymer Sci. 279, 1206–11.

**Stefan Köstler, Martin Reischl, Volker Ribitsch**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

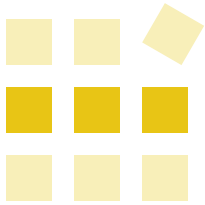
Institut für Chemische Prozessentwicklung

und -kontrolle

Methoden:	M45
Lösungen:	—
Institute:	17
Kontakte:	K20

Adsorption | Beschichtungen | Dispersionen | Dünnschichten | Elektrokinetik | Elektrophorese  
Fasern | Kolloide | Membranen | Nanopartikel | Oberflächen | Oberflächenladung  
Oberflächenmodifikation | Pigmente | Polymere | Self-Assembly | Tenside | Zeta-Potenzial





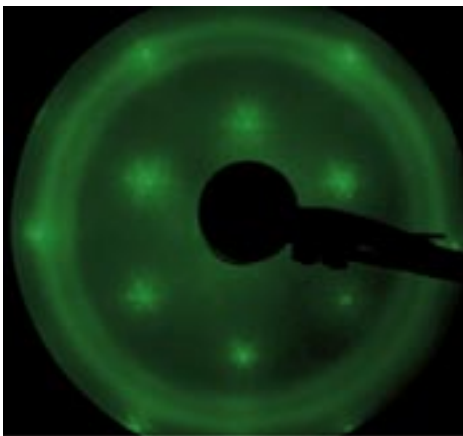
## Lösungen

### L13: Epitaktisches Wachstum von organischen Schichten

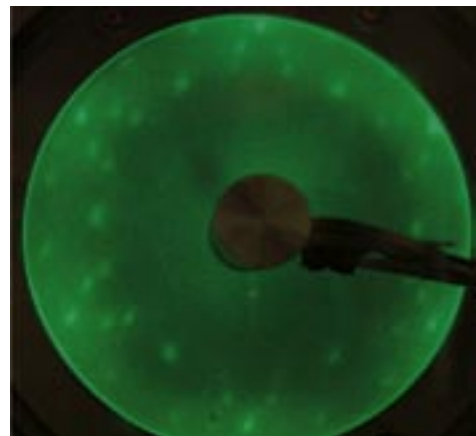
#### L13: Epitaktisches Wachstum von organischen Schichten auf einer Goldeinkristalloboberfläche – Untersuchungen mittels LEED

Unter epitaktischem Aufwachsen versteht man das geordnete (einkristalline) Wachsen einer Schicht auf einem einkristallinen Substrat. Im vorliegenden Beispiel wurde Quaterphenyl auf Au(111) aufgedampft und auf Struktur und Ordnung untersucht. Abb. 1 zeigt das LEED-Bild des Goldsubstrats. Es ist deutlich die 6-zählige Symmetrie der Au(111)-Oberfläche zu erkennen. Das sternförmige Muster um jeden einzelnen Reflex weist auf eine Besonderheit hin, nämlich dass die Goldoberfläche

eine Rekonstruktion (Umordnung) im Vergleich zur Netzebene im Volumen aufweist. Solche rekonstruierte Oberflächen können als sogenannte Templates (Vorlagen) für nanostrukturierte Schichten verwendet werden.



**Abbildung 1:** LEED-Bild einer Goldeinkristalloboberfläche.



**Abbildung 2:** LEED-Bild einer Monolage Quaterphenyl auf einer Au(111)-Oberfläche.

## L13: Epitaktisches Wachstum von organischen Schichten

Abb. 2 zeigt das LEED-Bild einer monomolekularen Schicht eines organischen Materials (Quaterphenyl), adsorbiert auf einer Au(111)-Oberfläche. Die Analyse des Bildes ergibt, dass die Schicht hochgeordnet ist, und dass verschiedene Domänen (verschieden orientierte geordnete Bereiche) vorliegen. Aus dem Vergleich der LEED-Bilder mit und ohne organische Schicht kann auf die epitaxiale Anordnung der Schicht geschlossen werden. Die Struktur der organischen Schicht ist insbesondere für die elektrischen und optischen Eigenschaften im Hinblick auf den Einsatz in der organischen Optoelektronik von Bedeutung.

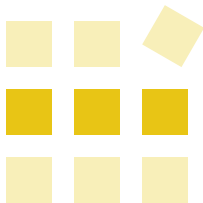
**Adolf Winkler**

Technische Universität Graz

Institut für Festkörperphysik

Methoden:	M7
Lösungen:	—
Institute:	I8
Kontakte:	K50

Elektronenbeugung | Epitaxie | Gold(111) | LEED | Quaterphenyl

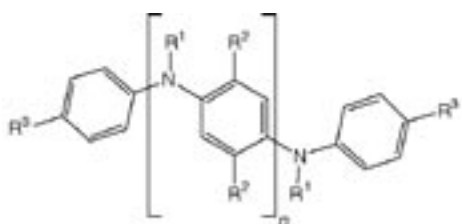


# Lösungen

## L14: EPR: Wie kommunizieren Elektronenlücken?

### L14: EPR: Wie kommunizieren Elektronenlücken in leitenden Polymeren?

Organische Leiter finden vermehrt Verwendung in zahlreichen technischen Anwendungen wie z. B. Displays oder Dioden. Noch gibt es auf diesem Gebiet bedeutenden Entwicklungsbedarf, vor allem in Hinblick auf die Haltbarkeit und molekulare Optimierung. Ein wesentlicher Aspekt elektrisch leitender organischer Verbindungen ist die Delokalisationstendenz der freien Elektronen innerhalb einer (polymeren) Kette. Falls eine ausgedehnte Delokalisation eines Elektrons notwendig ist, um einen effizienten Leiter zu produzieren, müssen langkettige Polymere synthetisiert werden, andererseits erfordert eine ausgeprägte Lokalisation nur kurze Ketten. Mit Hilfe kurzkettiger Oligomere des Polyanilins (Abb. 1) wurde untersucht, über wie viele Anilineinheiten eine Elektronenlücke „wandert“ (s. [1]).



	n	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>
1	1	H	H	H
2	3	H	H	H
3	1	H	CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H
4	1	CH <sub>3</sub>	H	H
5	3	CH <sub>3</sub>	H	H
6	5	CH <sub>3</sub>	H	H
7	3	CH <sub>3</sub>	H	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>

Abbildung 1: Oligomere des Polyanilins.

Die in Abb. 1 vorgestellten Dimere, Tertamere und Hexamere des Anilins wurden mit elektrochemischen und chemischen Methoden oxidiert. Dies führt zur Bildung sogenannter Radikalkationen. Diese Spezies kann man mittels der Methoden der (para)magnetischen Resonanz untersuchen. Abb. 2 zeigt das EPR-Spektrum von **4** (s. Abb. 1) nach der Oxidation, die entsprechende Simulation und ein Doppelresonanzspektrum (ENDOR), welches einen erweiterten Einblick in die elektronische Struktur erlaubt.

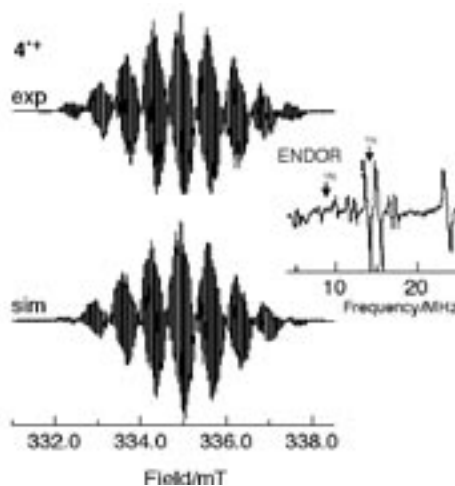


Abbildung 2: EPR-Spektrum von **4** (s. Abb. 1) nach Oxidation (oben) und die entsprechende Simulation (unten) sowie ein ENDOR-Spektrum.

## L14: EPR: Wie kommunizieren Elektronenlücken?

Die Auswertung der experimentellen Daten aller Derivate **1–7** (s. Abb. 1) unter Zuhilfenahme quantenmechanischer Rechenverfahren ergibt, dass sich die Elektronenlücke nur über maximal drei Anilineinheiten ausbreitet (Abb. 3).

Diese Ergebnisse weisen darauf hin, dass die Leitfähigkeit des Polyanilins vor allem auf ein „Elektronenhopping“ (Abb. 4) zwischen Polymerketten beruht und nicht auf Delokalisation innerhalb eines Polymerstrangs. Damit ist für die Leitungseigenschaften des Polyanilins der Polymerisationsgrad nicht der entscheidende Parameter.

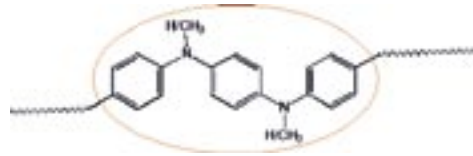
### Literatur

- [1] **B. Grossmann, J. Heinze, T. Moll, C. Paliwan, S. Ivan, G. Gescheidt** (2004) „*Electron Delocalization in One-Electron Oxidized Aniline Oligomers, Paradigms for Polyaniline. A Study by Paramagnetic Resonance in Fluid Solution*“. J. Phys. Chem. B 108, 4669–72.

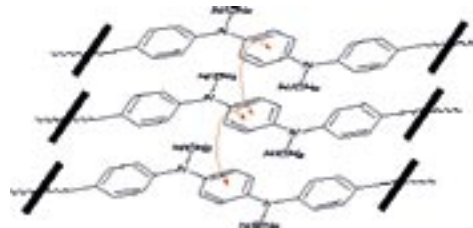
**Georg Gescheidt**

Technische Universität Graz

Institut für Physikalische und Theoretische Chemie

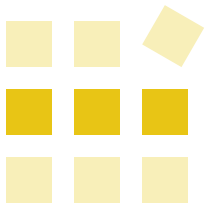


**Abbildung 3:** Molekularer Bereich mit Delokalisation einer Elektronenlücke entlang einer Polyanilinkette.



**Abbildung 4:** Elektronenleitung in Polyanilin: die roten Pfeile bezeichnen die Delokalisation zwischen Polymerketten.

Methoden:	M12
Lösungen:	—
Institute:	I13
Kontakte:	K8



## L15: EPR-Untersuchungen von Photoinitiatoren für die Härtung von Lacken

Radikale stehen im Fokus zahlreicher industrieller Prozesse. Die Eigenschaften solcher paramagnetischer und hoch-reaktiver Spezies werden spezifisch mittels Methoden der (para)magnetischen Resonanz untersucht. Hier kommen EPR (Electron Paramagnetic Resonance)- oder (synonym) ESR (Electron Spin Resonance)-Spektroskopie sowie fortgeschrittene Techniken (ENDOR (Electron Nuclear DOuble Resonance), TRIPLE (electron nuclear TRIPLE resonance) und EIE (ENDOR-Induced EPR) zum Einsatz. Der Zeitverlauf von Radikalreaktionen kann mittels TR-EPR (Time-Resolved EPR) aufgeklärt werden. Eine von der magnetischen Kernresonanz abgeleitete Methode, nämlich CIDNP (Chemically Induced Dynamic Nuclear Polarization), ist in der Lage, spezifisch gebildete Reaktionsprodukte nachzuweisen. Die hier genannten Methoden repräsentieren den Stand der Technik, umfassen den Einsatz von Lasern und erfordern eigene instrumentelle Entwicklungen. Theoretische Berechnungen werden zur Rationalisierung experimenteller Ergebnisse hinzugezogen.



Abbildung 1: Härtung mittels Photoinitiator.

### Beispiel: Wie funktioniert die Härtung von Lacken mittels Photoinitiatoren?

In dem aufzutragenden Lack befinden sich die zu polymerisierenden Monomere, Bindemittel, Additive zur Einstellung der gewünschten Eigenschaften, Farbstoffe oder Pigmente und der Photoinitiator (Abb. 1).

Die Bestrahlung mit Licht bewirkt die kontrollierte Spaltung des Photoinitiatormoleküls. Dabei entstehen sehr reaktive Molekülfragmente, sogenannte Radikalpaare (gezeigt als rote und blaue Bruchstücke in Abb. 1). Diese Radikale initiieren eine Polymerisation, indem sie mit einem Monomer reagieren. Nach dieser Startreaktion wächst ein Polymer. Die so gebildeten Polymerketten, die untereinander dreidimensional vernetzt sind, bilden die harte Schutzschicht. Für die Qualität der Beschichtung ist der Photoinitiator wesentlich verantwortlich. Der Initiator muss selektiv auf die verwendete Lichtquelle reagieren, und die Belichtung muss zu einer möglichst quantitativen Spaltung des Initiatormoleküls führen, damit eine effiziente Polymerisation initiiert wird.

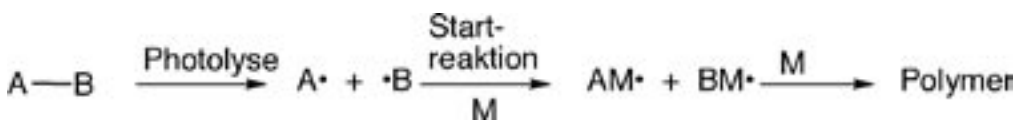


Abbildung 2: Schema einer photoinitierten Polymerisation.

## L15: EPR: Photoinitiatoren für die Härtung von Lacken

Wie stellt man nun auf molekularer Ebene fest, wie gut ein Photoinitiator ist?

Der Photoinitiator A-B absorbiert das einfallende Licht. Die so erhaltene Überschussenergie wird zur homolytischen Spaltung einer chemischen Bindung umgesetzt. An die so entstandenen Radikale addiert sich zunächst ein Monomermolekül (Startreaktion), anschließend weitere Monomere (Abb. 2).

Diese entscheidenden Schritte der photoinitierten Polymerisation finden innerhalb weniger Nanosekunden ( $10^{-9}$  s) statt. Will man diese Schritte auf der entscheidenden Zeitskala – also zeitaufgelöst – untersuchen, muss man sich relativ aufwändiger Apparaturen bedienen. Zunächst benötigt man einen möglichst kurzen Lichtimpuls, der die Spaltung des Initiatormoleküls bewirkt. Dies wird am besten durch den Einsatz eines Lasers erreicht. Die durch den Laserpuls erzeugten Radikale müssen detektiert werden. Auf welchem Weg das Radikalpaar  $A\bullet + B\bullet$  gebildet wird und wie es weiterreagiert, erfährt man durch die Auswertung des entsprechenden CIDNP-Spektrums (Abb. 3). Die zeitaufgelöste TR-EPR-Methode zeigt in Echtzeit den Ablauf der Startreaktion (Abb. 4)

Untersuchungen an zahlreichen Photoinitiatorsystemen liefern Auskunft über ihre Struktur und Reaktivität. Der Vergleich zwischen experimentellen Daten und mittels theoretischer quantenmechanischer Rechnungen berechneten Größen führt zu Struktur-Wirkungsbeziehungen. Damit wird ein wesentlicher Beitrag zum Design neuer Photoinitiatoren geleistet.

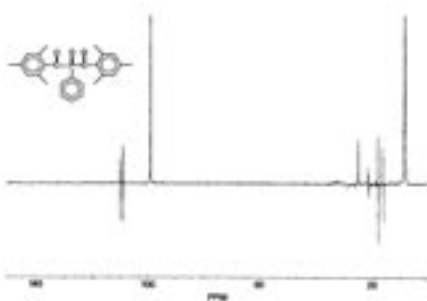
### Literatur

- [1] K. Dietliker, T.J. Jung, J. Benkhoff, H. Kura, A. Matsumoto, H. Oka, D. Hristova, G. Gescheidt, G. Rist (2004) „New developments in photoinitiators“. *Macromol. Symp.* 217, 77–97.

Georg Gescheidt, Daniela Hristova, Dmytro Neshchadin

*Technische Universität Graz*

*Institut für Physikalische und Theoretische Chemie*



**Abbildung 3:** CIDNP-Spektrum eines Bisacylphosphinoxid-Photoinitiators.

# L15: EPR: Photoinitiatoren für die Härtung von Lacken

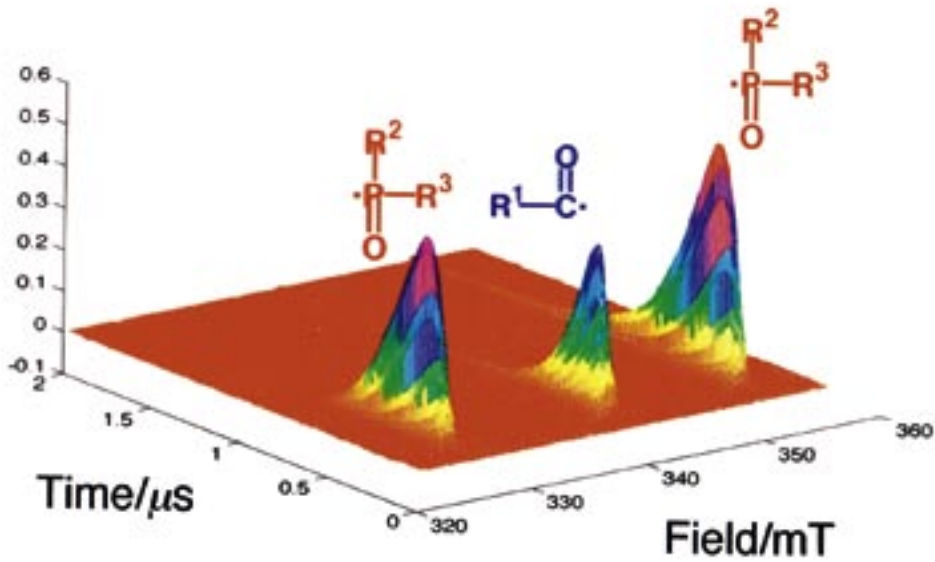
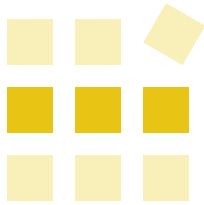


Abbildung 4: Dreidimensionales TR-EPR-Spektrum nach Belichtung eines Bisacylphosphinoxid-Photoinitiators.

Methoden:	M12   M22
Lösungen:	—
Institute:	I13
Kontakte:	K8

CIDNP | EPR | ESR | Lackhärtung | Paramagnetische Spezies | Photoinitiatoren | Radikale

Methoden  
 Lösungen  
 Institute  
 Kontakte  
 Index



## Lösungen

### L16: Fehleranalyse von Piezokeramiken mittels XPS

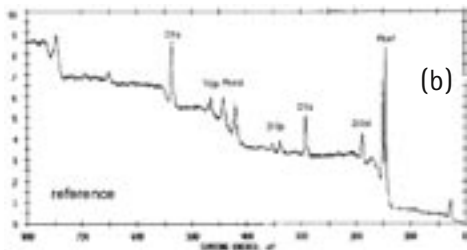
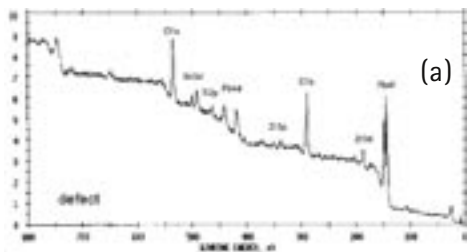
#### L16: Fehleranalyse von Piezokeramiken mittels XPS

**Probe:** Stapel aus piezo-keramischem Material – Blöcke von (40 %  $\text{PbTiO}_3$  + 60 %  $\text{PbZrO}_3$ ) durchsetzt mit Metallelektroden (80 % Ag + 20 % Pd).

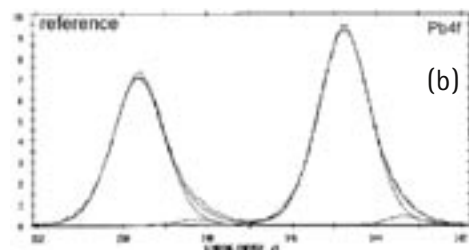
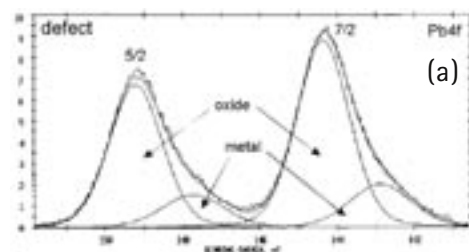
**Problemstellung:** Nach Gebrauch (bei dem hohe elektrische Felder angewendet werden) tritt ein Versagen des piezo-keramischen Stapels auf. Senkrecht zu den Elektroden sind einige farbige Bereiche auf den keramischen Blöcken sichtbar, die auf Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung der Keramiken hindeuten.

**Analyse-Ergebnisse:** Abb. 1 zeigt Röntgen-Photoelektronen(XPS)-Übersichtsspektren einer defekten Probe (Abb. 1a) und einer intakten Referenzprobe (Abb. 1b); letztere wurde keinen hohen Spannungen ausgesetzt.  $\text{Mg-K}_\alpha$ -Röntgenstrahlung wurde für die Anregung der Photoemissionsspektren verwendet.

Beide XPS-Spektren zeigen charakteristische Rumpfniveau-Peaks, die den der Keramik zugrundeliegenden Elementen Pb, Zr, Ti und O zugeordnet



**Abbildung 1:** XPS-Übersichtsspektren einer defekten (a) und einer intakten piezo-keramischen Probe (b).



**Abbildung 2:** Pb-4f-Rumpfniveauspektren einer defekten (a) und einer intakten piezo-keramischen Probe (b). Die metallischen und oxidischen Komponenten sind angegeben.



## L16: Fehleranalyse von Piezokeramiken mittels XPS

werden können. Darüber hinaus wird C an beiden Proben als Oberflächenverunreinigung detektiert. Die defekte Probe enthält etwa 3 Atomprozent (at%) Zinn (Sn), das auf der Referenzprobe definitiv nicht vorhanden ist. Eine ausführliche Atomkonzentrationsanalyse anhand der Spektren zeigt, dass die defekte Probe im Vergleich zur Referenzprobe Ti- und Zr-defizient ist (defekte Probe: 3,4 at% Ti, 6,1 at% Zr; Referenzprobe: 6,7 at% Ti, 9,1 at% Zr).

Detaillierte Messungen der Pb-4f-Rumpfniveauspektren ermöglichen den Nachweis weiterer Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung der defekten Probe und der intakten Referenzprobe (Abb. 2). Die Pb-4f<sub>7/2</sub>- und Pb-4f<sub>5/2</sub>-Dubletts der Referenzprobe haben die für oxidiertes Blei typischen Bindungsenergien. Die Pb-4f-Linienform der defekten Probe ist etwas breiter, was auf die Gegenwart einer neuen spektralen Komponente schließen lässt, die um ~1,4 eV zu niedrigeren Bin-

dungsenergien verschoben ist. Diese chemisch verschobene XPS-Komponente stammt von Pb-Atomen in metallischer Form. Dieses Resultat deutet darauf hin, dass in der defekten Probe eine Reduktion der Pb-Oxidphase unter den betreffenden Gebrauchsbedingungen stattgefunden hat, die wahrscheinlich für das Versagen des piezokeramischen Stapels verantwortlich ist.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

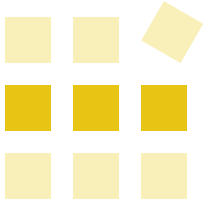
*Karl-Franzens-Universität Graz*

*Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,*

*Oberflächen- und Grenzflächenphysik*

Methoden:	M32
Lösungen:	—
Institute:	I11
Kontakte:	K32

Photoelektronenspektroskopie | Piezokeramik | Rumpfniveauspektrum | XPS



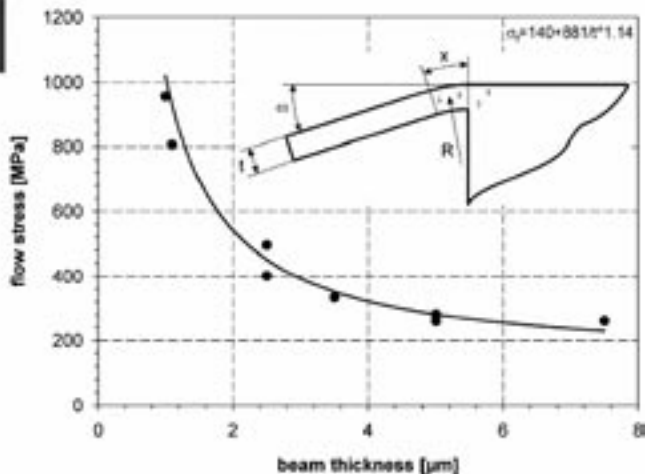
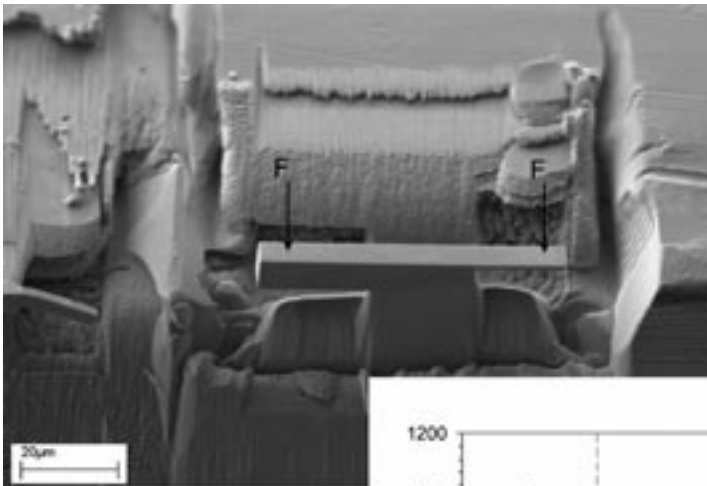
## Lösungen

### L17: FIB in der Mikro- und Nanomechanik

#### L17: Fokussierte Ionenstrahl-Technik (FIB) in der Mikro- und Nanomechanik

Die fortschreitende Miniaturisierung von Bauteilen sowie die Entwicklung von neuartigen Werkstoffen (z. B. Nano-Verbundwerkstoffen) erfordern eine Kenntnis der mechanischen Eigenschaften in kleinsten Dimensionen. Dazu zählen Zug- und

Druckfestigkeit, Bruchzähigkeit und Ermüdungsfestigkeit. Die grundsätzlichen Problematiken der Mikro- und Nanomechanik sind die möglichst schadungsfreie Probenherstellung und die zuverlässige Durchführung der mechanischen Tests.



**Abbildung 1:** Beispiele von mittels FIB präparierten Mikrobiegebalken und der entsprechenden Abhängigkeit der Fließspannung von der Balkendicke.

Um die plastischen Eigenschaften von Kupfer in Abhängigkeit vom verformten Volumen zu bestimmen, wurden Mikrobiegebalken unterschiedlicher Größen mit Hilfe eines fokussierten Ga<sup>+</sup>-Ionenstrahls (auf einer FIB Workstation Zeiss XB 1540) aus einem Cu-Einkristall herausgeschnitten. Der Balkendickenbereich erstreckte sich von 1 bis 7,5 µm bei Biegelängen von 15 bis 25 µm. Einflüsse durch die Ionenstrahl-Präparation (Strahlenschädigung) auf die mechanischen Eigenschaften wurden mittels Nanoindentierung bei unterschiedlichen Eindringtieftiefen untersucht. Es zeigte sich, dass diese Präparationstechnik eine gestörte Oberflächenschicht mit einer Dicke von 10 bis 30 nm erzeugt, welche höhere Härtewerte aufweist. Bei sehr kleinen Probengeometrien (< 100 nm) ist dieser Einfluss zu berücksichtigen.

Das freie Ende des Biegebalkens (s. Abb. 1) wurde mit Hilfe eines Nanoindenters belastet und die Kraft-Verschiebungs-Kurve aufgezeichnet. Mit Hilfe der gängigen Biegebalkentheorie können daraus E-Modul und Fließspannung berechnet werden. Es zeigt sich eine ausgeprägte Abhängigkeit der Fließspannung von der Balkendicke, wobei bei geringen Dicken die Fließspannungserhöhung signifikant ausfällt (Abb. 1). Diese Methodik wird auch

auf andere Probengeometrien, z.B. Mikro- und Nanodruckproben, oder andere Testmethoden, z.B. Bruchmechanik- oder Ermüdungsversuche, angewandt. Die gewonnenen Erkenntnisse sind, wie bereits eingangs erwähnt, überall dort wichtig, wo Verformungen in kleinsten Volumina auftreten.

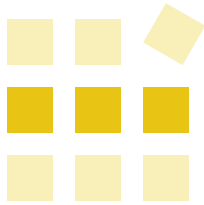
### Literatur

- [1] **C. Motz, T. Schöberl, R. Pippan** (2005)  
Acta Mater., in Druck.

**Christian Motz, Daniel Kiener, Thomas Schöberl,  
Reinhard Pippan, Gerhard Dehm**

*Montanuniversität Leoben  
Department Materialphysik  
und Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft*

Methoden:	M13   M20
Lösungen:	—
Institute:	I3
Kontakte:	K31



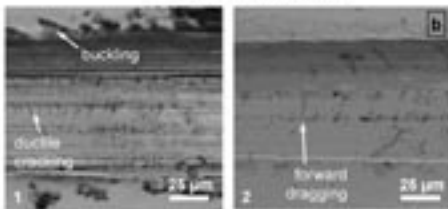
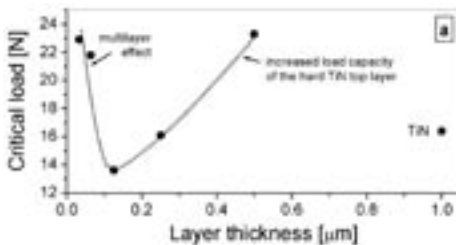
## Lösungen

### L18: Haftfestigkeitsprüfung von dünnen Schichten

#### L18: Haftfestigkeitsprüfung von dünnen Schichten mittels Scratch-Test

Der Haftfestigkeit von Schichten am Grundwerkstoff kommt in der industriellen Beschichtungstechnik sehr große Bedeutung zu, da eine Ablösung der Beschichtung zum vollständigen Verlust der Oberflächenfunktionalität führt. Die Angabe der Haftfestigkeit erfolgt i. A. bei dicken Beschichtungen als Haft-Zugfestigkeit oder Haft-Scherfestigkeit und somit als Belastungsgröße für die Zerstörung des Verbundes Beschichtung-Grundwerkstoff z. B. im Zugversuch. Diese Testmethode kann jedoch bei

Beschichtungen mit Dicken von weniger als 100  $\mu\text{m}$  nicht mehr angewendet werden. Daher wird im Bereich der Dünnschichttechnik und Nanoanalytik versucht, durch massive plastische Verformung der beschichteten Oberfläche zur Darstellung der Haftfestigkeit zu kommen. Im Ritztest („scratch test“) wird dabei ein Diamantkegel nach Rockwell-C-Geometrie in die beschichtete Oberfläche eingedrückt und gleichzeitig translatorisch parallel zur Oberfläche bewegt. Der entstehende Ritz („scratch“) und die auftretenden Verformungsmerkmale des Verbundes werden ausgewertet und dienen zur Ermittlung einer kritischen Last, bei welcher es zur Schädigung der Beschichtung kommt.



**Abbildung 1:** Ergebnisse von Scratch-Tests auf PLD-Multilagen-Beschichtungen aus Ti-TiN. (a) Abhängigkeit der kritischen Last von der Dicke der Ti- bzw. TiN-Einzelschichten (Gesamtschichtdicke 1  $\mu\text{m}$ ). (b) Versagenstypen bei der kritischen Last: (1) „Buckling“ einer Beschichtung mit 32 nm Einzelschichtdicke. (2) Aufreißen einer Schicht mit 250 nm Einzelschichtdicke.

In der Versuchsführung stehen gemäß EN 1071 verschiedene Belastungskonzepte zur Verfügung: (1) linear zunehmende Belastung während der translatorischen Bewegung, (2) konstante, schrittweise zunehmende Belastung und (3) konstante Belastung bei mehrmaligen Ritzten im gleichen Scratch. Diese Belastungskonzepte erlauben Aussagen über den größten Einfluss auf das Versagen der Beschichtung (1), eine statische Versagensanalyse (2) und die modellhafte Analyse von im Anwendungsfall auftretenden Ermüdungsbeanspruchungen (3).

Die Versagenstypen im Scratch-Test werden entscheidend von den (mechanischen) Eigenschaften von Beschichtung und Grundwerkstoff bestimmt. Ist die Beschichtung z. B. im Vergleich zum Grundwerkstoff sehr weich, treten große plastische Verformungen der Beschichtung auf, und die kritische

## L18: Haftfestigkeitsprüfung von dünnen Schichten

Last wird durch jenen Belastungswert definiert, bei welchem der Grundwerkstoff erstmals freigelegt wird. Im gegenteiligen Fall einer harten Schicht auf weichem Grundkörper muss mit Absplittern und einem „Buckling“ (teilweise Schichtablösung an der Grenzfläche) der Beschichtung bei der kritischen Last gerechnet werden.

Ein Beispiel für unterschiedliche Versagensfälle im Scratch-Test zeigen Untersuchungen an Multilagen-Beschichtungen aus abwechselnd Titan- und Titanitrid-Einzelschichten. Kombinationen von weichen metallischen und harten keramischen Materialien führen in Beschichtungen zu höherer Bruchzähigkeit und optimiertem Einsatzverhalten (z.B. Verschleißminimierung). Derartige Multilagen-Schichten wurden mittels der Pulsed-Laser-Deposition-Technik (PLD) bei Raumtemperatur auf weiche ferritische Stähle abgeschieden und anschließend im Scratch-Test geprüft und auf die auftretenden Versagensphänomene und kritische Lasten ausgewertet (s. Abb. 1).

Diese Haftfestigkeitsprüfungen zeigen hohe Haftung von Multilagenbeschichtungen mit sehr geringen Einzelschichtdicken von Titan bzw. Titanitrid bzw. von Beschichtungen mit dicker „weicher“ Titan-Zwischenschicht (Einzellagenschichtdicke 500 nm). Erstere Beschichtungen zeigen in Härtemessungen ein hohes Härteniveau im Vergleich zum Grundwerkstoff, wodurch sich als Versagensstyp „Buckling“ am Rand des Ritzes (und wegen der hohen Bruchzähigkeit duktile Risse im Grund des Ritzes) einstellen (Abb. 1b1). Ist hingegen die Schichthärte deutlich niedriger (Abb. 1b2), treten die plastischen Verformungsphänomene wie das Aufreißen der Beschichtung im Ritzgrund und das Freilegen des Substrates vermehrt in Erscheinung.

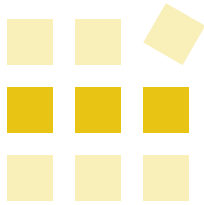
Der am Laserzentrum Leoben installierte Scratch-Test entspricht den Vorgaben der EN 1071 und ist für Haftfestigkeitsuntersuchungen von Beschichtungen auf weichen bis mittelharten Grundwerkstoffen (Kunststoffe, Metalle) konzipiert.

**Jürgen M. Lackner, Wolfgang Waldhauser**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Laserzentrum Leoben

Methoden:	M43
Lösungen:	—
Institute:	I14
Kontakte:	K24

Dünnschichten | Haftfestigkeit von Beschichtungen | Scratch-Test | Tribologie



## Lösungen

### L19: Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie (HT-XRD)

#### L19: Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie (HT-XRD) – Strukturelle Untersuchungen im Nanobereich

Die Röntgendiffraktometrie (XRD) ermöglicht die zerstörungsfreie Untersuchung von polykristallinen Materialien durch die Beugung von Röntgenstrahlung. Die Methode etablierte sich erfolgreich für routinemäßige Qualitätssicherungsaufgaben speziell im Bereich der Baustoff-, metallerzeugenden und pharmazeutischen Industrie.

Die prinzipielle Funktionsweise der Methode basiert auf der Detektion von konstruktiven Beugungsereignissen als Funktion des Einstrahlwinkels, bei entsprechender Wellenlänge [Bragg, 1913]. Dies wird durch die Interaktion von Röntgenstrahlung mit der Elektronenhülle der Probenatome erreicht und ermöglicht qualitative wie auch quantitative

Aussagen über die Phasenzusammensetzung sowie die strukturellen und mikrostrukturellen Eigenschaften.

Zeit- und temperaturlaufgelöste Spezialapplikationen der Röntgendiffraktometrie (HT-XRD) gestatten zusätzlich die In-situ Charakterisierung der strukturellen Werkstoffeigenschaften bei verschiedenen Temperaturen und Gasatmosphären (s. Abb. 1). Dabei induziert die Temperaturerhöhung eine Aktivierung von unvollständig abgelaufenen chemischen Prozessen, wie Rekristallisation und Phasenreaktionen, und ermöglicht dadurch eine Überprüfung der stationären oder zyklischen thermischen Beständigkeit oder der Oxidationsfes-

#### Temperaturinduzierte Veränderung der Probe

#### Anwendungsbeispiel

Thermische Ausdehnung

Messung der Gitteränderung, Reduktion der Gitterfehlordnung

Änderung der Kristallinität, Kornwachstum

Rekristallisationsglühen, Abbau und Neuordnung des kristallinen Gitters, Quantifizierung des amorphen Anteils

Phasenumwandlung

Phasenquantifizierung, Restaustenitbestimmung

Temperaturwechselbeständigkeit

Einsatzsimulation thermozyklischer Belastungen bis 1400 °C

Phasentransformation, -reaktion

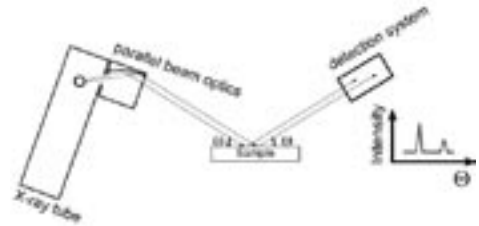
$\alpha$ - $\gamma$ -Phasenumwandlung im Fe

Phasen Neubildungen

Oxidation von Dünnschichten

Tabelle 1

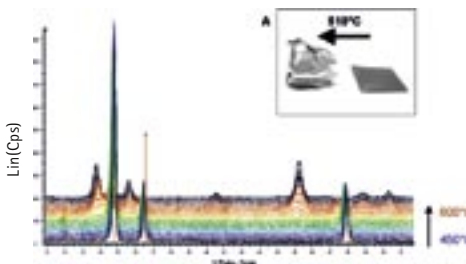
## L19: Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie (HT-XRD)



**Abbildung 1:** „Bruker-AXS D8 Advance“-Diffraktometer mit Hochtemperaturkammer (links) und schematische Darstellung des Strahlenganges dieser Anordnung (rechts).

tigkeit.

Beispiele konkreter Anwendungen der HT-Röntgendiffraktometrie und Problemlösungen, die im



**Abbildung 2:** Diffraktogramme einer Zr-Probe im Temperaturbereich 450–600 °C. Die allochemische Phasenreaktion mit Sauerstoff  $Zr + O_2 \rightarrow ZrO_2$  (Baddeleyit) findet bei 510 °C statt. Insert A: Zirkonblech vor (rechts) und nach (links) dem Aufheizen in Sauerstoffatmosphäre.

industriellen Umfeld oft gebraucht werden, sind in Tab. 1 angeführt.

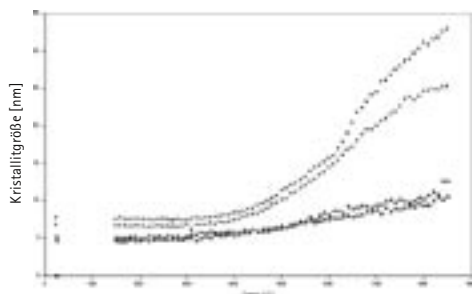
Abb. 2 zeigt als Beispiel für eine Phasenreaktion die Oxidation von Zirkonium. Mittels Hochtemperatur-Diffraktometrie kann die Umwandlungstemperatur eindeutig bestimmt werden.

In Abb. 3 ist die Kristallitgröße in CrN-Schichten in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Bei niedrigen Temperaturen ist die Keimbildungsgeschwindigkeit bestimmend, während mit steigender Temperatur die Kristallwachstumsgeschwindigkeit an Bedeutung gewinnt. Da dieses Verhalten durch die Einlagerung von Sauerstoff beeinflusst wird, konnte mit diesem Experiment der Einfluss von Oxinitridphasen auf das mechanische Verhalten von CrN-Dünnschichten nachgewiesen werden.

**Mariann Lovonyak, Reinhold Ebner**

Materials Center Leoben Forschung GmbH,

## L19: Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie (HT-XRD)

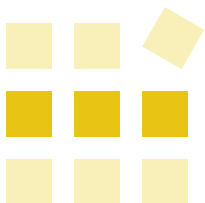


**Abbildung 3:** Kristallitgrößen in vier unterschiedlichen CrN-Schichten zwischen 25 und 850 °C. Das Kristallisationsverhalten ändert sich mit der Temperatur.

Methoden:	M15
Lösungen:	—
Institute:	I15   I3
Kontakte:	K29

Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie | HT-XRD | Phasenumwandlungen | Rekristallisation  
Strukturbestimmung





# Lösungen

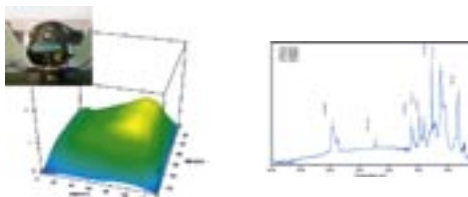
## L20: Identifizierung organischer Verbindungen

### L20: Identifizierung organischer Verbindungen mittels Schwingungsspektroskopie (FTIR und Raman)

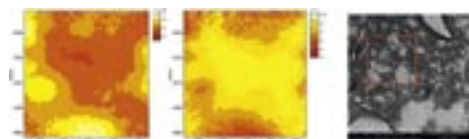
Schwingungsspektroskopische Methoden (FTIR und Raman) eignen sich besonders zur Identifizierung von organischen Verbindungen (Kunststoffe, Naturstoffe u. a.). Spezielle Techniken (Mapping, Global Imaging, Array-Detektoren) gestatten auch Verteilungsstudien (z. B. Schichtaufbau, Blends, Füllstoffe).

**Peter Wilhelm**

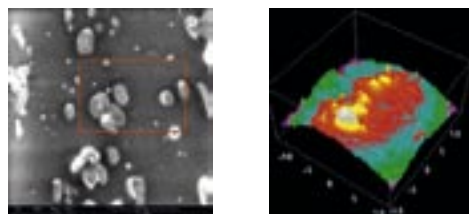
Technische Universität Graz  
 Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
 Feinstrukturforschung  
 und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz



**Abbildung 1:** Charakterisierung eines dünnen Polymerfilmes mittels GIR („Grazing Incidence Reflection“: Messung mit streifendem Einfall zur Erfassung sehr dünner Schichten). Links oben: GIR-Objektiv. Links unten: Dickenverteilung eines keilförmigen Polymerfilmes (ca. 20–60 nm). Rechts: GIR-Spektrum des Filmes.



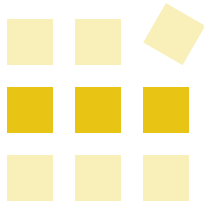
**Abbildung 2:** Analyse eines Polymer-Blends (PTFE und Polyamid, je ca. 50%) mittels FTIR-ATR-Imaging (4096 Spektren simultan mit einem Array-Detektor aufgenommen); von links nach rechts: Verteilung des PTFE, Verteilung des Polyamids (helle Farbe = hohe Konzentration), ESEM-Bild desselben Probenbereiches.



**Abbildung 3:** Darstellung der in Abb. 2 genannten Probe mittels Raman-Imaging (aufgenommen mit einem Filter, welches nur die PTFE-Linie durchlässt, sog. „Global Imaging“). Links: ESEM-Bild der Probenoberfläche. Rechts: Raman-Image desselben Bereiches (732 cm<sup>-1</sup>-PTFE-Verteilung, Intensität der Raman-Linie auf z-Achse aufgetragen).

Methoden:	M39
Lösungen:	—
Institute:	I4
Kontakte:	K49

FTIR-Mikroskopie | Imaging | Infrarot-Spektroskopie | Polymere | Raman-Mikroskopie  
 spektrale Bildgebung



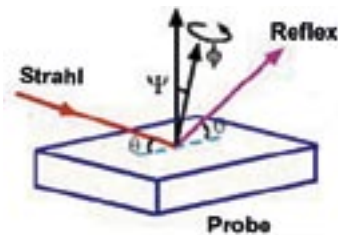
## Lösungen

### L21: HT-XRD – Spannungen und Deformationen

#### L21: Hochtemperatur-Röntgendiffraktion – Spannungen und Deformationen in dünnen Aluminium-Schichten auf Silizium

##### Problemstellung

Thermisch induzierte Deformationen und mechanische Spannungen in dünnen Metallschichten bei mikro- und optoelektronischen Bauteilen gelten als eine der Hauptursachen für Funktionsstörungen. Mit Hilfe der Hochtemperatur-Röntgenbeugung können die Spannungs-Deformations-Verhältnisse in solchen Schichten in Abhängigkeit von der Temperatur untersucht werden.



**Abbildung 1:** Strahlgeometrie für die Dünnschichtanalyse mittels Röntgendiffraktion.

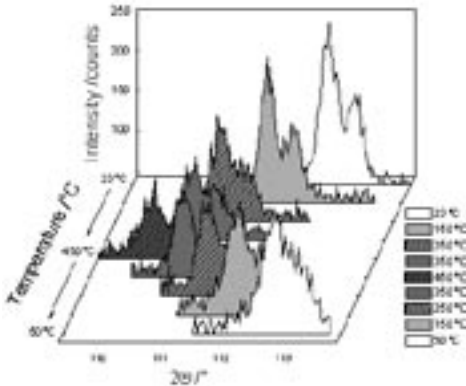
##### Messanordnung

Die Messungen erfolgen mit einem 4-Kreis-Röntgendiffraktometer mit einer DHS900 Hochtemperatur-Probenkammer der Anton Paar GmbH. Bei dieser Messmethode ist es notwendig, die Einfallsrichtung des Röntgenstrahls auf die Probe und die Detektionsrichtung der gebeugten Strahlung in alle Richtungen variieren zu können (Abb. 1). Strahl- und Detektionsrichtung werden dabei durch 3 Winkel ( $\Phi$ ,  $\Psi$ ,  $\Theta$ ) beschrieben.

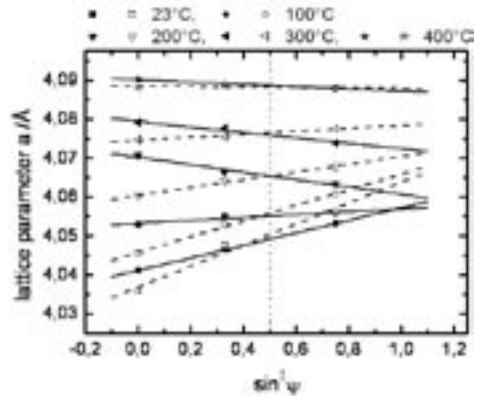
Um in alle Richtungen für Röntgenstrahlen transparent zu sein, verfügt die DHS900 über eine spezielle, extrem dünne Kunststoffkuppel, unter der die Probe auf einer Heizplatte montiert ist (Abb. 2). Die Kuppel ermöglicht es, die Probe in Vakuum, Luft oder einem chemisch inaktiven Schutzgas zu untersuchen.



**Abbildung 2:** DHS900 Hochtemperaturkammer.



**Abbildung 3:** Veränderung der Reflexlage des Al(331)-Reflexes von Probe 2 mit der Temperatur.



**Abbildung 4:** Gitterparameter  $a$  als Funktion von  $\sin^2\psi$ .

## Analyse

Bei der vorliegenden Untersuchung wurden sehr dünne Aluminiumschichten mittels Magnetron-Sputter-Abscheidung auf Silizium(100)-Substraten erzeugt. Dabei wurden 4 Schichten bei unterschiedlichen Substrat-Temperaturen abgeschieden ( $T_D = 60, 150, 250, 300^\circ\text{C}$ ), um den Einfluss der Herstellungsbedingungen auf die thermisch induzierten Spannungen zu untersuchen.

Die Filme wurden Temperaturzyklen von  $23^\circ\text{C}$  bis  $450^\circ\text{C}$  ausgesetzt, wobei zur Spannungsbestimmung alle  $50^\circ\text{C}$  ausgewählte Röntgenreflexe der Aluminiumschicht gemessen wurden.

Aus dem Diffraktionswinkel  $2\theta$  der Reflexe (entspricht Intensitätsmaxima der Messprofile in Abb. 3) relativ zur Richtung des einfallenden Strahls können die Netzebenenabstände  $d(hkl)$  und weiters die Gitterkonstante  $a$  der (kristallinen) Al-Schicht errechnet werden.

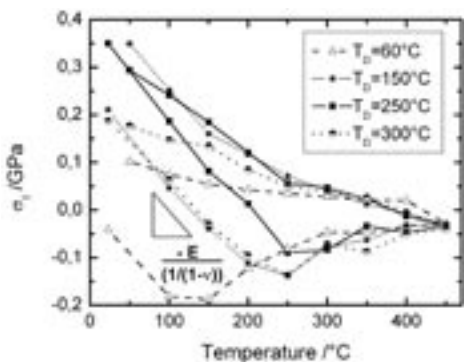
Die Veränderung der Gitterkonstanten  $a$  mit dem Verkipfungswinkel  $\psi$  des Strahls relativ zur Probenoberfläche gibt qualitativen Aufschluss über Deformationen in der Al-Schicht. Ein linearer Zusammenhang zwischen der Gitterkonstanten  $a$  und  $\sin^2\psi$  weist auf eine isotrope Kristallstruktur der Al-Schicht (ohne Vorzugsorientierung) hin (s. Abb. 4). Aus der Steigung der Geraden (steigend oder fallend) erkennt man das Vorherrschen einer Zug- oder Druckspannung, und über die Steigung kann der Spannungszustand auch quantifiziert werden [1].

Aus den Netzebenenabständen  $d(hkl)$  werden anschließend die Spannungen im Al-Film als Funktion der Temperatur berechnet. Abb. 5 zeigt die Abhängigkeit der mechanischen Spannung von der Temperatur für die 4 unterschiedlichen Metallfilme. Wie aus Abb. 5 ersichtlich ergeben sich beim Aufheizen und Abkühlen unterschiedliche Spannungsverläufe. Man erkennt deutlich den Unterschied zwischen den beiden Filmen, die bei niedriger Substrat-Temperatur  $T_D$  erzeugt wurden und jenen Filmen mit höherer Abscheidungsstem-

## L21: HT-XRD – Spannungen und Deformationen

peratur. Bei ersteren kehrt die Spannung im Film nach dem Abkühlen nicht mehr zum Ausgangswert zurück (irreversible Spannungsveränderungen), bei letzteren schon.

Weitere Messungen zeigen, dass auch die Schichten mit ursprünglich irreversiblen Verhalten durch thermische Behandlung so verändert werden können, dass die temperaturabhängigen Spannungsänderungen in der Schicht reversibel gemacht werden können (Rekristallisationseffekte).



**Abbildung 5:** Spannung ( $\sigma$ ) entlang der Al-Schichten beim Aufheizen und Abkühlen.  $T_D$  ... Abscheidungstemperatur bei der Film-Herstellung.

## Zusammenfassung

Mit Hilfe von Hochtemperatur-Röntgenbeugung kann gemessen werden, welche temperaturbedingten Spannungen in dünnen Metallschichten auf unterschiedlichsten Substraten auftreten und wie die Herstellungsbedingungen, die Materialwahl sowie mögliche Temperaturbehandlungen der Schichten das Spannungsverhalten beeinflussen.

## Literatur

- [1] **H. J. Bunge** (1982) „*Texture Analysis in Material Science*“. Butterworths, London. 593 Seiten.

**Christian Resch**

Anton Paar GmbH

**Ernst Eiper, Jozef Keckes**

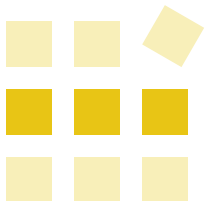
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

**Roland Resel**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

Methoden:	M15   M42
Lösungen:	—
Institute:	I1
Kontakte:	K19

Dünnschichten | Hochtemperatur | Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie | HT-XRD  
Kristallstruktur | Metallfilm | Röntgenbeugung/diffraktion | Spannungen, mechanische  
thermische Gitterdeformation

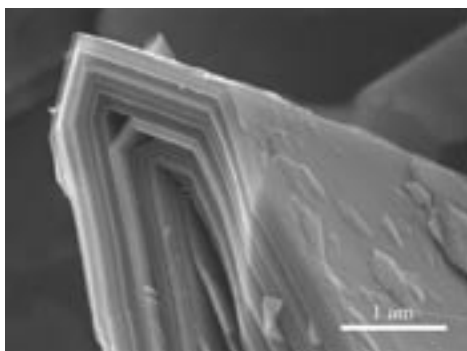


### L22: Li-Ionen-Batterien und alkalische Brennstoffzellen – Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop

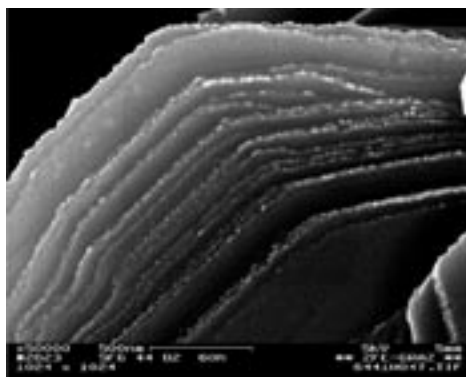
#### Lithium-Ionen-Zellen

Lithium-Ionen-Zellen bieten wesentliche Vorteile (hohe Sicherheit, hohe Energiedichte, gute Zyklierbarkeit und keinen Memory-Effekt) gegenüber den gängigen Blei- oder Ni/Cd-Akkumulatoren und finden somit immer breitere Anwendung in verschiedensten Bereichen. Von entscheidender Bedeutung für eine Hochleistungs-Li-Ionen-Zelle ist die Struktur und Modifikation des lamellaren Kohlenstoffs (Abb. 1), der als Wirtsmaterial dient und eine Lithium/Kohlenstoff-Einlagerungsverbindung ( $\text{LiC}_n$ ) bildet. Die Forschung im Bereich der Li-Ionen-Zellen konzentriert sich derzeit auf die Auswahl von geeigneten modifizierten Kohlenstoffmaterialien, um die Kapazität und Zyklierbarkeit der Li-Ionen-Zelle zu erhöhen.

Modifikationen werden durch Einlagerung (Substitution) von Fremdelementen wie z.B. Bor, Stickstoff oder Phosphor erreicht. Entscheidend für den Erfolg dieser Modifikationen ist die gezielte morphologische und analytische Charakterisierung der Proben im Mikro- und Nanometer-Bereich, um daraus Erkenntnisse für die weiterführende Forschung und Entwicklung in diesem Gebiet zu erlangen. Abb. 2 zeigt einen derartigen modifizierten Graphit, der mittels hochauflösender Rasterelektronenmikroskopie (HREM) untersucht und charakterisiert wurde.



**Abbildung 1:** Hochauflöstes REM(HREM)-Bild einer herkömmlichen Graphitprobe.

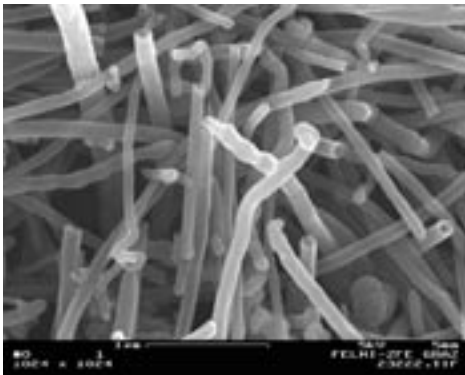


**Abbildung 2:** HREM-Bild einer modifizierten Graphitprobe.

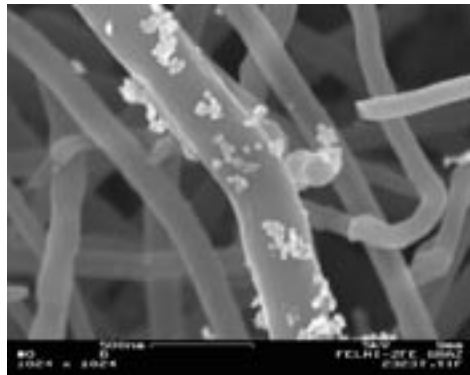
### Kohlenstoff-Nanofaser-basierte Schichten in Brennstoffzellen

Aufgrund der Entwicklungen im Bereich der fossilen Brennstoffe versucht die Forschung Schwerpunkte in der Diversifikation der primären Energieressourcen zu setzen. Einen Schwerpunkt bildet die Weiterentwicklung von Brennstoffzellen. Alkalische Brennstoffzellen mit Kathoden bestehend aus Silber- oder Platin-beschichteten Kohlenstoff-Nanofasern (carbon nanofibres, CNFs) bekommen zunehmend Bedeutung als Alternativen zu den bekannten Polymer-Elektrolyt-Brennstoffzellen, da z.B. Silber ausgezeichnete Katalysatoreigenschaften bei der Sauerstoff-Reduktion aufweist. Der Einsatz von CNFs in der Brennstoffzellen-Technologie wird vorwiegend durch die einzigartigen strukturellen und elektrischen Eigenschaften der CNFs bestimmt.

Im vorliegenden Fall wurden CNFs mit einem mittleren Durchmesser von 150 nm (s. Abb.3) als Pt-Katalysator-Trägermaterial für Kathoden in alkalischen Brennstoffzellen verwendet und die metallbeschichteten CNFs im Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Die Ergebnisse im REM zeigen, dass im Falle der Pt-Abscheidung die abgeschiedenen Metallpartikel (geschätzter Durchmesser ~10 nm) über große Bereiche ungleichmäßig verteilt sind und auch dazu tendieren, sich zu Agglomeraten zusammenzulagern (s. Abb.4). Daher führt die Abscheidung einer größeren Menge von Pt nicht notwendigerweise zu einer größeren Katalysatoroberfläche und – wie experimentell entsprechend nachgewiesen – auch nicht zu einer verbesserten Performance der entsprechenden Kathoden (s. [1]).



**Abbildung 3:** REM-Bild von Kohlenstoff-Nanofasern (CNFs): Rohmaterial mit unterschiedlichen Durchmessern (Mittelwert 150 nm).



**Abbildung 4:** REM-Bild von CNFs mit 30 Gewichts% Pt; die Partikel haben einen Durchmesser von ca. 10 nm und neigen zur Agglomeration.

### Literatur

- [1] **V. Hacker, E. Wallnöfer, W. Baumgartner, T. Schaffer, J. O. Besenhard, H. Schröttner, M. Schmied** (2005) „Carbon nanofiber-based active layers for fuel cell cathodes – preparation and characterization“. *Electrochemistry Communications* 7(4), 377–82.

weiterführend

- [2] **J. O. Besenhard (Ed.)** (1999) „*Handbook of Battery Materials*“. Wiley-VCH, Weinheim. 648 Seiten.

**Mario Schmied, Werner Rom**

*Technische Universität Graz*

*Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und*

*Feinstrukturforschung*

*und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz*

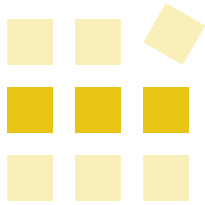
Methoden: M27

Lösungen: —

Institute: I4

Kontakte: K44

Brennstoffzellen | CNFs | HREM | Lithium-Ionen-Zellen | modifizierter Graphit  
Rasterelektronenmikroskopie | REM



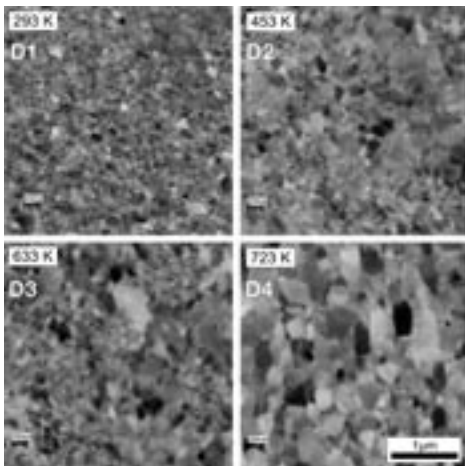
## Lösungen

### L23: Magnetische Eigenschaften nanokristalliner Werkstoffe

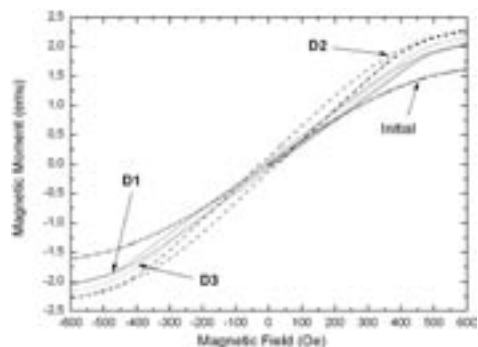
#### L23: Magnetische Eigenschaften nanokristalliner Werkstoffe hergestellt durch Hochverformung – Untersuchungen mittels SQUID-Magnetometrie

Metallische Werkstoffe mit Korngrößen unter 1  $\mu\text{m}$  sind von hohem technologischem und wissenschaftlichem Interesse, da mit diesen besondere mechanische (und magnetische) Eigenschaften verbunden sind. Die Korngröße der Nanokristallite kann nicht nur durch Rascherstarrung oder Pulverisierung und daran anschließendes kompaktierendes Sintern, sondern auch durch hohe plastische Verformung (>1000%) bei geringen Temperaturen (<0,3 Schmelztemperatur) auf Strukturgrößen unter

10 nm reduziert werden. Durch Variation der Verformungstemperatur können Kristallitgrößen von 10 bis 1000 nm eingestellt werden, wobei sich auch die Störstellendichte im Inneren und an den Korngrenzen entsprechend ändert. Beide Einflüsse (Kristallitgröße, Störstellendichte) beeinflussen die Ausbildung und Beweglichkeit magnetischer Domänen und damit das magnetische Verhalten des Werkstoffs. Abb. 1 und Abb. 2 zeigen diesen Zusammenhang zwischen Kristallitgröße und magnetischen Eigenschaften eines ferritischen Fe-Co-Stahls bei unterschiedlichen Verformungstemperaturen. Sättigungsmagnetisierung, Koerzitivkraft und Remanenz weisen eine eindeutige Korrelation mit der durch Hochverformung induzierten Nanokristallitstruktur auf.



**Abbildung 1:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme mit rückgestreuten Elektronen der geschliffenen Oberfläche von Proben, die mit unterschiedlicher Verformungstemperatur hergestellt wurden.



**Abbildung 2:** Mit dem SQUID-Magnetometer aufgenommene, zu Abb. 1 gehörige Hysteresekurven der Magnetisierung.



## L23: Magnetische Eigenschaften nanokristalliner Werkstoffe

Diese Arbeit wurde in Kooperation mit dem Christian Doppler Labor für Lokale Analyse von Verformung und Bruch (Univ.-Prof. Dr. Reinhart Pippan, Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft, Österreichische Akademie der Wissenschaften, Leoben) und der Fa. Böhler Edelstahl GmbH&Co KG (Abteilung Research & Development, Kapfenberg) durchgeführt.

**Heinz Krenn**

*Karl-Franzens-Universität Graz*

*Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,*

*Magnetometrie und Photonik*

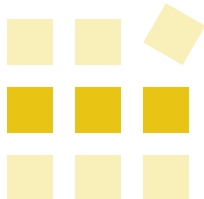
Methoden: M16 | M18

Lösungen: —

Institute: I11

Kontakte: K33

Hochverformung | Hysterese | Koerzitivkraft | magnetische Eigenschaften | Magnetometrie  
Nanokristallite | Plastizität | SQUID-Magnetometrie



## Lösungen

### L24: Mechanismus der Wirkstofffreisetzung

#### L24: Mechanismus der Wirkstofffreisetzung aus einem nanopartikulären Drug-Carrier – Untersuchungen mittels SAXS und WAXS

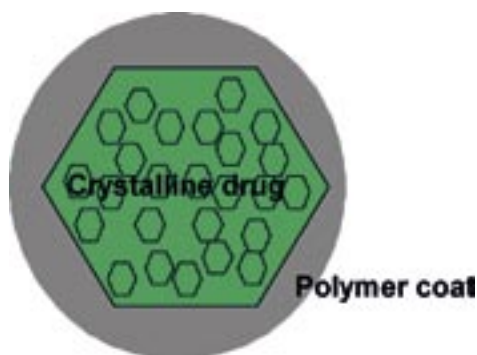
Nanopartikel sind von zunehmendem Interesse als Träger von pharmazeutischen Wirkstoffen. Von besonderer Bedeutung für deren Anwendbarkeit ist dabei der Mechanismus der Freisetzung des Wirkstoffs und der zeitliche Ablauf dieses Prozesses.

Im vorliegenden Fall wurden Nanopartikel untersucht, bei denen eine polymere Hülle den kristallinen Wirkstoff einschließt (s. Abb. 1), und zwar als Aufschlämmungen in einem Puffer.

Durch zeitaufgelöste Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) und –weitwinkelstreuung (WAXS) – die Messungen erfolgten im Abstand von fünf Minuten – wurde gezeigt (s. Abb. 2), dass die kristalline Struktur des Wirkstoffes über die Messzeit intakt bleibt (das Weitwinkelsignal bleibt unverändert), während sich im SAXS-Bereich Veränderungen zeigen, die als Porenöffnung innerhalb der ersten 30 Minuten interpretiert werden können. Daran schließt eine Phase der langsamen, kontrollierten Wirkstoffauflösung an.

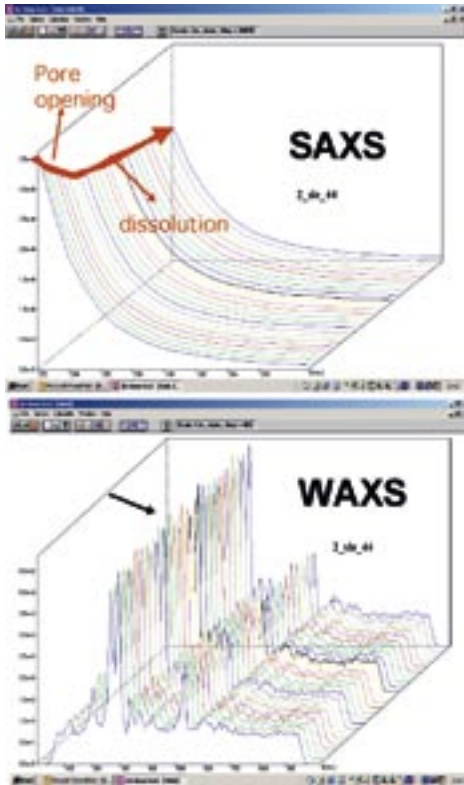
**Marek Zarkrzewski, Peter Laggner**

*HECUS XRS GmbH*



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der wirkstofftragenden Mikrosphären.

## L24: Mechanismus der Wirkstofffreisetzung



**Abbildung 2:** SAXS- und WAXS-Kurven der Carrier-Mikrosphären – 5 Minuten Zeitabstand zwischen den Kurven.

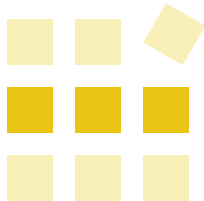
Methoden: M35 | M36 | M14

Lösungen: —

Institute: I5

Kontakte: K25 | K26

Nanopartikel | Porenöffnung | Röntgenkleinwinkelstreuung | Röntgenweitwinkelstreuung  
SAXS | WAXS | Wirkstofffreisetzung

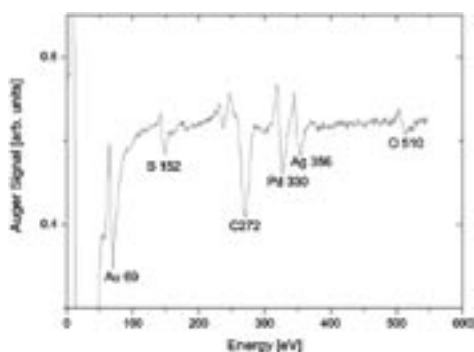


## Lösungen

### L25: Metallische Schichten auf Glaskeramiken

#### L25: Metallische Schichten auf Glaskeramiken – Untersuchungen mittels AES

Keramische Halbleiterbauelemente werden oft mit Metallschichten überzogen, auf denen dann dünne Golddrähte „gebondet“ werden. Die Haftung dieser Drähte hängt entscheidend von der Oberflächenqualität dieser Schicht ab. In Abb. 1 ist das Auger-Elektronenspektrum einer Glaskeramikoberfläche, die mit einer Sandwichschicht aus Palladium und Gold bedeckt war, zu sehen. Das Spektrum zeigt deutlich, dass nach dem Einbau in die Vakuumapparatur Kohlenstoff und Sauerstoffverunreinigungen vorlagen. Außerdem kann man auch erkennen, dass Silber während des Beschichtungsprozesses auf die Oberfläche gelangt ist. Durch Vergleich der AES-Spektren von Schichten, die gute bzw. schlechte Hafteigenschaften aufweisen, kann die Prozessführung optimiert werden.

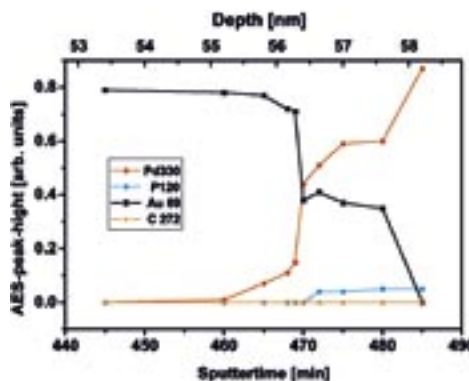


**Abbildung 1:** Augerelektronenspektrum einer Glaskeramikoberfläche, die mit einer Sandwichschicht aus Palladium und Gold bedeckt ist.

Ein Tiefenprofil der Palladium-Gold-Sandwichschicht (Abb. 2) zeigt, dass die Übergangszone nicht sehr scharf ist. Sehr schön kann man erkennen, dass der Palladiumschicht geringe Mengen Phosphor beigemischt sind. Die Auger-Spektroskopie eignet sich besonders zum Nachweis leichter Elemente (C, S, P, O), die mit Hilfe der Röntgenfluoreszenz nur schwer nachweisbar sind.

**Adolf Winkler**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik



**Abbildung 2:** Tiefenprofil der Palladium-Gold-Sandwichschicht (s. Abb. 1).

## L25: Metallische Schichten auf Glaskeramiken

Methoden:	M3
Lösungen:	—
Institute:	18
Kontakte:	K50

AES | Auger-Elektronenspektroskopie | DPA | Tiefenprofil

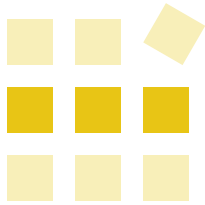
Methoden

Lösungen

Institute

Kontakte

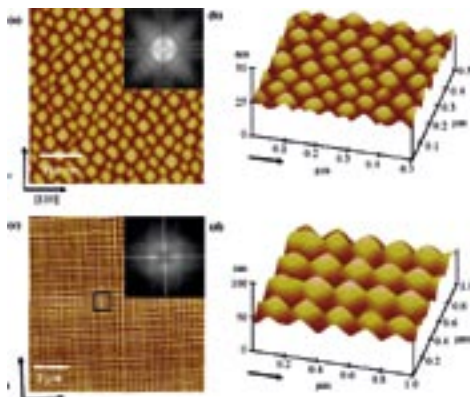
Index



### L26: Morphologie-Analyse selbstorganisierter Halbleiter-Nanostrukturen mittels AFM

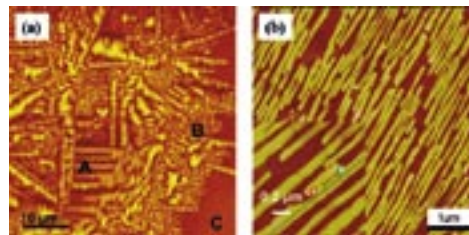
Beim Wachstum von Halbleiterschichten auf einkristallinen Substraten können aufgrund unterschiedlicher Gitterkonstanten dreidimensionale facettierte Kristallite entstehen, die oft eine quasi-periodische Ordnung zeigen. Mittels Rasterkraftmikroskopie lassen sich sowohl Form und Größe der einzelnen Nanostrukturen mit hoher Präzision ermitteln als auch der Grad der Selbstorganisation bestimmen.

In Abb. 1 sind rasterkraftmikroskopische Aufnahmen von zwei selbstorganisierten Anordnungen facettierter SiGe-Kristallite auf einem Silizium-Substrat gezeigt. In beiden Fällen besitzen die pyramidenartigen Strukturen {105}-Facetten, die gegen-



**Abbildung 1:** Rasterkraftmikroskopie-Aufnahmen von selbstorganisierten SiGe-Oberflächen mit zugehörigen Powerspektren und hochauflösenden Aufnahmen in dreidimensionaler Darstellung (siehe Text).

über der nominalen Oberfläche um  $11^\circ$  geneigt sind. Im ersten Fall (Abb. 1a, b) handelt sich um eine dichtgepackte Anordnung dieser vierseitigen Pyramiden, die durch den Abbau von Verspannungen beim Wachstum von SiGe/Si-Multischichten entsteht. In dem dazugehörigen Powerspektrum (Quadrat der Fouriertransformation der gemessenen Topographie  $z(x,y)$ , siehe Einsatz Abb. 1a) sind vier Peaks zu erkennen, aus deren Lage im reziproken Raum die mittlere Größe der quadratischen Pyramidenbasis zu  $80 \text{ nm} \times 80 \text{ nm}$  bestimmbar ist. Im zweiten Fall (Abb. 1c, d) führt das Wechselspiel von Versetzungs- und Kristallitbildung zu einer schachbrettförmigen Anordnung vierzähliger Pyramiden, die durch ebenfalls {105}-facettierte Gruben getrennt sind.



**Abbildung 2:** (a) AFM-Aufnahme eines  $200 \text{ nm}$  dicken Paraquaterphenyl-Films auf  $\text{Au}(111)$  mit unterschiedlich orientierten Kristallitanordnungen. (b) Skelettartige Anordnung von einkristallinen Nadeln in Parahexaphenylschicht auf einer  $\text{TiO}_2(110)$ -Oberfläche. In Zusammenarbeit mit dem Institut für Festkörperphysik, TU Graz (a) und dem Institut für Physik, KFU Graz (b).

## L26: Morphologie-Analyse von Halbleiter-Nanostrukturen

Auch beim Wachstum von organischen Halbleiterschichten auf kristallinen Substraten können quasiperiodische Kristallanordnungen beobachtet werden, die wesentlich durch die Substratgeometrie beeinflusst sind. Dieses ist in Abb. 2 für das Wachstum von Oligophenylschichten demonstriert, die ein Modellsystem für funktionalisierte Schichten in organischen Halbleiterbauelementen darstellen.

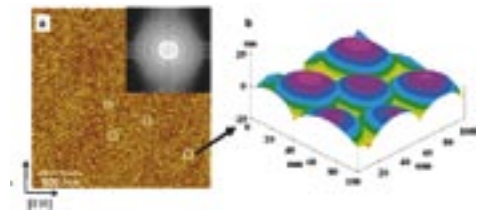
Beschießt man Festkörperoberflächen mit niederenergetischen Ionen ( $E \approx 200 \text{ eV}$  bis  $3 \text{ keV}$ ), werden Oberflächenatome der beschossenen Probe abgetragen. Dank der Rastersondenmikroskopie wurde nun festgestellt, dass die Materialabtragung durch Ionenerosion, die ja im Prinzip eine zerstörende Methode ist, auch zur Ausbildung quasiperiodischer Nanostrukturierungen führen kann. Bei senkrechtem Ioneneinfall können sich hexagonal geordnete dreidimensionale Strukturen bilden, wie es in Abb. 3 für den Beschuss von Galliumantimonit mit Ar-Ionen demonstriert ist. Es werden Nanostrukturen mit kreisförmiger Basis und einem mittleren Radius von nur  $20 \text{ nm}$  beobachtet, die Domänen mit hexagonaler Nahordnung bilden. Die hohe Einheitlichkeit in der Strukturgröße wird im Auftreten von drei „Beugungsordnungen“ im Powerspektrum deutlich. (Da die Domänen alle möglichen Orientierungen annehmen, werden anstatt hexagonal angeordneter Peaks Ringe beobachtet.) Mittels

Kohlenstoff-Nanoröhrchen als AFM-Sonde konnte die dreidimensionale Gestalt der Nanostrukturen als nahezu halbkugelförmig bestimmt werden (siehe Abb. 3b). Damit unterscheiden sie sich deutlich von den facettierten Wachstumsstrukturen.

**Christian Teichert**

Montanuniversität Leoben

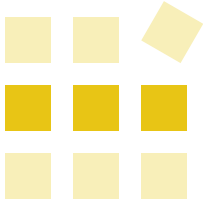
Institut für Physik



**Abbildung 3:** (a)  $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$  AFM-Aufnahme einer mit  $500 \text{ eV Ar}^+$ -Ionen beschossenen GaSb (001)-Oberfläche mit entsprechender Fouriertransformation. Die Sechsecke markieren die unterschiedliche Orientierung der hexagonal dichtgepackten Domänen. (b) Hochauflösende AFM-Aufnahme in dreidimensionaler Darstellung mit einer diskreten Höhenskala.

Methoden:	M28
Lösungen:	—
Institute:	I12
Kontakte:	K46

AFM | Halbleiter, organische | Halbleiternanostrukturen | Heteroepitaxie | Ionenbeschuss  
Oberflächenrauhigkeit, Powerspektrum der | Rasterkraftmikroskopie | Selbstorganisation



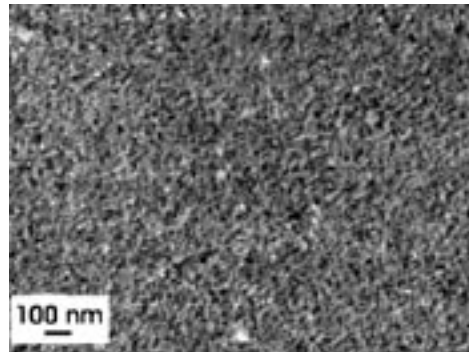
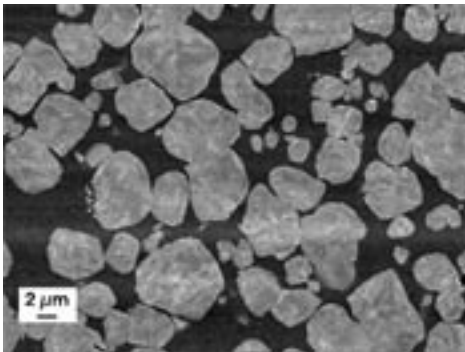
## Lösungen

### L27: Nanoindentierungsversuche an Verbundwerkstoffen

#### L27: Nanoindentierungsversuche an W/Cu-Mikro- und Nano-Verbundwerkstoffen

Zwei Methoden, sehr hohe Festigkeiten in Werkstoffen zu erzielen, wurden am Erich-Schmid-Institut miteinander kombiniert, nämlich die Verwendung von Verbundwerkstoffen (Composites) und die Kornverfeinerung. Dazu wurde ein Composite, der aus W-Teilchen, eingebettet in eine Cu-Matrix, bestand, in mehreren Stufen einer extrem hohen plastischen Verformung unterzogen. Dadurch wurden die W-Partikel und die Matrixbereiche von ursprünglich einigen Mikrometern auf wenige zehn Nanometer verkleinert, was zu enormen Festigkeitssteigerungen führte. Die Strukturverfeinerung wurde durch Rasterelektronenmikroskopie gezeigt (s. Abb. 1).

Nach sehr hohen Verformungen wurde eine Sättigung erzielt, insofern, als weitere Verformung keine erkennbare weitere Strukturänderung bewirkte. Dieser Befund ist Gegenstand aktueller Forschungen. Eine Fragestellung dabei ist, ob und wie sich die lokalen mechanischen Eigenschaften der einzelnen Bestandteile W-Teilchen und Cu-Matrix bei der Verformung ändern, und zwar bei Raumtemperatur und bei erhöhten Temperaturen.



**Abbildung 1:** Rasterelektronenmikroskopiebilder von einem unverformten (links) und einem hochverformten WCu-Verbund (rechts).



Zu diesem Zweck wurden Nanoindentierungsversuche durchgeführt, bei verschiedenen Verformungsgraden bei Raumtemperatur, 200°C und 400°C. Die Methode musste wegen der extremen Kleinheit der Strukturen bis an die Grenzen ihrer Möglichkeiten ausgereizt werden. Dennoch konnte gezeigt werden, dass bei niedrigeren Temperaturen die Cu-Matrix mit zunehmender Verformung härter wird, was für die W-Körner nur im geringen Maß gefunden wurde. Erhöhte Temperaturen während der Hochverformung behinderten eine Härtesteigerung des Kupfers, höchstwahrscheinlich durch Rekristallisation. Bemerkenswert ist ferner, dass nach einer weiteren Verformung einer im oben genannten Sinn 'gesättigten' Probe eine weitere, signifikante Steigerung der Nanohärte beobachtet wurde, obwohl mit dem Rasterelektronenmikroskop keine weitere Strukturänderung erkennbar war.

biologische Proben | Härte | Hochverformung | Nanoindentierung | Verbundwerkstoff

### Literatur

- [1] **T. Schöberl, I. Sabirov, R. Pippa** (2005)  
Zeitschrift für Metallkunde, im Druck.

***Thomas Schöberl***

*Montanuniversität Leoben*

*Department Materialphysik*

*und Österreichische Akademie der Wissenschaften*

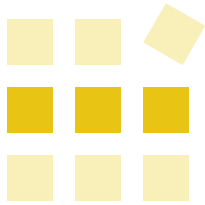
*Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft*

Methoden: M20 | M18

Lösungen: —

Institute: I3

Kontakte: K43



## Lösungen

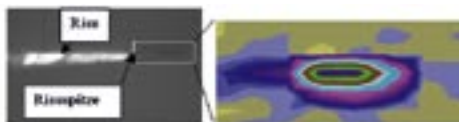
### L28: Ortsaufgelöste Röntgenuntersuchung vor Rissspitzen

#### L28: Ortsaufgelöste Röntgenstreuungsuntersuchung vor Rissspitzen in PE-Rohrwerkstoffen

Bei Rohrwerkstoffen ist die durch mechanische Energie eingebrachte Schädigung von großem industriellen und volkswirtschaftlichem Interesse. Risse können eine Gefährdung der Bevölkerung hervorrufen (Gasleitungen), zu hohen Schäden an der Bausubstanz führen (Wasserleitungen) und sind in jedem Fall in der Reparatur sehr teuer (Grabungsarbeiten usw.). Um Informationen über Schädigungen und strukturelle Änderungen vor der makroskopischen Rissspitze in Poly(ethylen)-Rohrwerkstoffen zu erhalten, wird die Methode der ortsaufgelösten Röntgenkleinwinkelstreuung (Scanning SAXS) verwendet. Diese Methode ermöglicht es, Strukturinformationen mit der exakten Position auf einem Probenkörper zu kombinieren. Dazu wird eine Kombination aus einer abbildenden Methode (Radiographie) und der eigentlichen Messung der Streubilder verwendet. Die Abbildung mit Hilfe der Radiographie basiert auf der Messung der Transmission der Probe, ähnlich einem Röntgenbild. Die Auflösung des Bildes beträgt 100 Pixel/mm<sup>2</sup>. Veränderungen in der Probendicke, hervorgerufen

durch Einschnürungen, Hohlräume oder Ähnliches können damit lokalisiert werden. Diese Information wird dann genutzt, um die eigentliche Bestimmung der Struktur des Materials vorzunehmen bzw. die Messpositionen festzulegen. In Abb. 1 ist dies an einem Beispiel dargestellt.

In polymeren Werkstoffen sind grundsätzlich zwei Deformationsmechanismen vorherrschend, einerseits das sogenannte *Scherfließen* und andererseits der Prozess über Hohlraumbildung und das sogenannte *Crazing*. Crazes sind Hohlräume, die von dünnen Polymerfasern (Fibrillen) überspannt sind. Mit der Scanning-SAXS-Methode kann man nun feststellen, ob der eine oder der andere Mechanismus vorherrschend ist, und die Größe des plastischen Bereiches bestimmen. Im Beispiel der PE-Rohre ist immer der Scher-Mechanismus über die Hohlraumbildung vorherrschend. Diese Hohlräume sind elongiert und orientiert. Die Craze-Fibrillen sind ebenfalls stark orientiert und haben eine im Vergleich zum Bulk-Material veränderte Nanostruktur. Orientierungen können bestimmt werden, was unter anderem zu einem besseren Verständnis des Kräfteverlaufs im Bereich einer Rissspitze führt. Abb. 2a zeigt die Orientierung der Risse bzw. Fasern, Abb. 2b die Änderungen in der Lamellenmorphologie des Polymers.



**Abbildung 1:** Mikroskopische Aufnahme eines Risses in PE und ein Teil der Radiographie. Diese zeigt den Bereich vor der makroskopischen Rissspitze, wobei kräftigere Farben für weniger Material stehen.

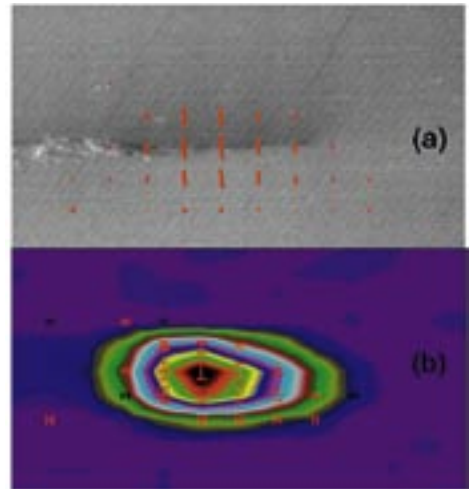
## L28: Ortsaufgelöste Röntgenuntersuchung vor Rissspitzen

Die Lamellenmorphologie „speichert“ Informationen über plastische Deformation im Material, so kann auf Druck- oder Zugbelastung während der Beanspruchung zurückgeschlossen werden, und es kann die örtliche Verteilung dieser Kräfte im Schädigungsbereich nachvollzogen werden.

Materialien können im Labor auf verschiedene Arten mechanisch belastet werden, um eine lange Beanspruchung des Materials im Einsatz zu simulieren. Die dadurch induzierten Schädigungen werden mittels Scanning-SAXS untersucht und die Beanspruchungsart mit den dazugehörigen Morphologieänderungen korreliert. Ein Vergleich mit im Einsatz geschädigten Rohren ermöglicht damit eine gezielte Weiterentwicklung von Rohrwerkstoffen.

**Günther Maier**

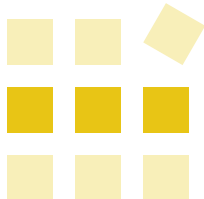
Materials Center Leoben Forschung GmbH,  
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft  
und Montanuniversität Leoben, Department Materialphysik



**Abbildung 2:** (a) Orientierungen der Hohlräume bzw. Fibrillen des deformierten Polymers, gekennzeichnet durch Linien; (b) Änderung der Nanostruktur (Langperiode) des Polymers. Rote Balken zeigen eine Aufweitung, schwarze eine Kompression der Strukturelemente an.

Methoden:	M35   M36
Lösungen:	—
Institute:	I15   I3
Kontakte:	K30

Polyethylen | Polymere | Röntgenkleinwinkelstreuung | SAXS



## Lösungen

### L29: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie

#### L29: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie (REM und TEM) – Anwendungsbeispiele

In diesem Beitrag soll die Vielfalt der präparativen Techniken im Bereich der Raster- und Transmissions-Elektronenmikroskopie (REM und TEM) mittels zahlreicher Aufnahmen aus den unterschiedlichsten naturwissenschaftlich-technologischen Bereichen illustriert werden. Diese Präparationstechniken bilden eine unabdingbare Voraussetzung für den erfolgreichen Einsatz elektronenmikroskopischer Methoden.

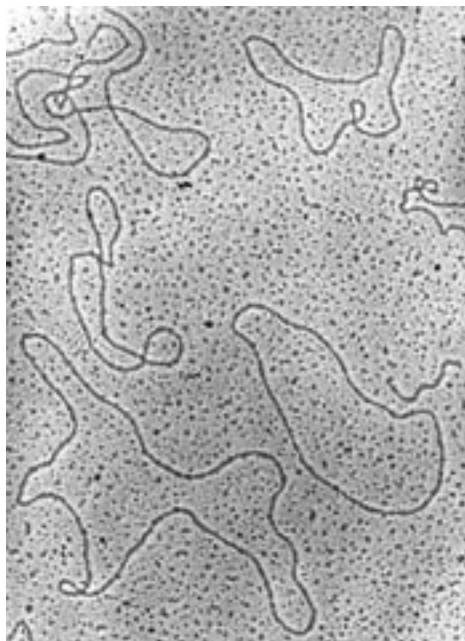
s. auch Beitrag „M26: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie (REM und TEM)“

**Albert Brunegger**

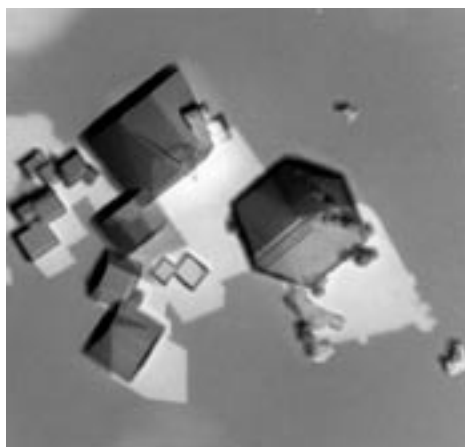
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz



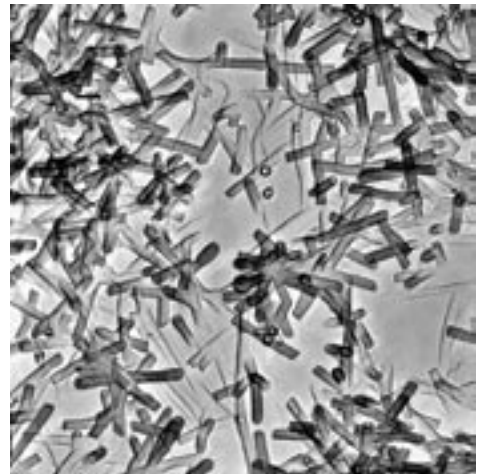
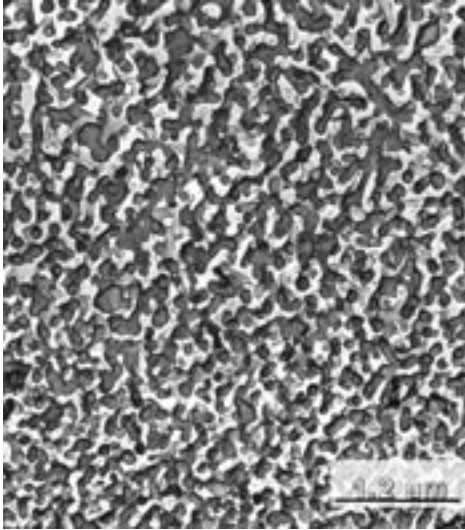
**Abbildung 1:** MoO<sub>3</sub>-Kristalle im TEM. Direkte Durchstrahlung.



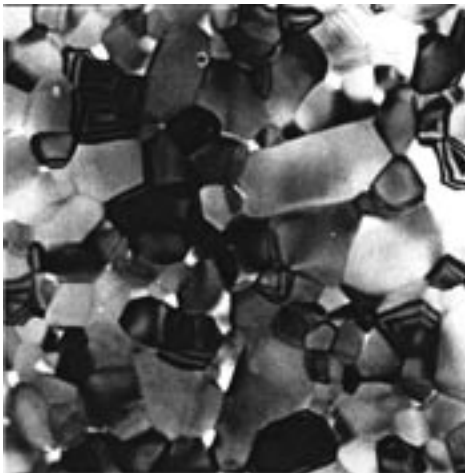
**Abbildung 2:** DNA im TEM. Schräg-(Kegel-) Beschtattung.



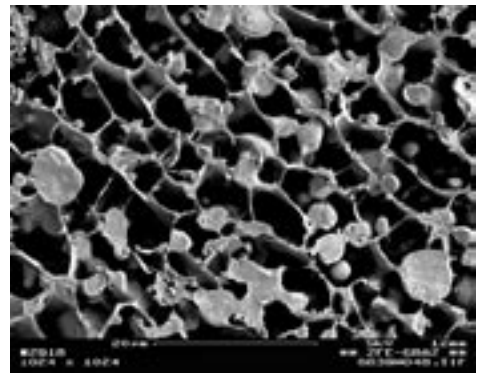
**Abbildung 3:** Magnesiumoxid-Kristalle im TEM. Schräg- beschtattung und Abdrucktechnik.



**Abbildung 4:** Links: Haltbarmilch (Fett-Wasser-Emulsion) im TEM. Kryopräparation mit Kohlenstoff-Hüllabdruck. Rechts: Wachsröhrchen auf Fichtennadel im TEM. Kryopräparation mit Kohlenstoff-Hüllabdruck.

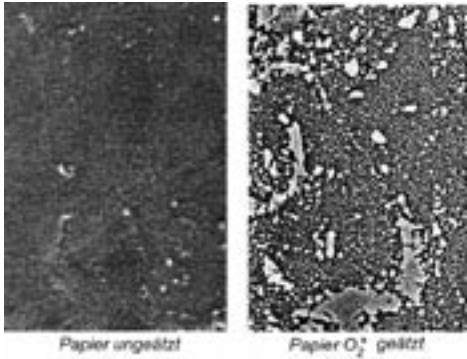


**Abbildung 5:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schleifkornggefüge im TEM. Ionendünnung.



**Abbildung 6:** Salbe (gefrorene Fettanteile) im REM. Kryopräparation/Kryotransfer.

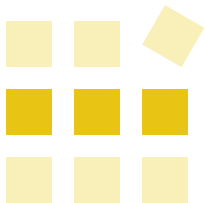
## L29: Präparationstechniken in der Elektronenmikroskopie



**Abbildung 7:** Papieroberfläche im REM. Ionenätzung. Wegätzen des Deckanstriches (organisch) und Freilegung der Füllstoffteilchen (anorganisch).

Methoden:	M26
Lösungen:	—
Institute:	I4
Kontakte:	K4

Abdrucktechniken | Beschichtungstechniken | Ionenätzen | Ionendünnung | Kryopräparation  
Kryotransfer | Probenpräparation | Rasterelektronenmikroskopie | REM | TEM  
Transmissionselektronenmikroskopie

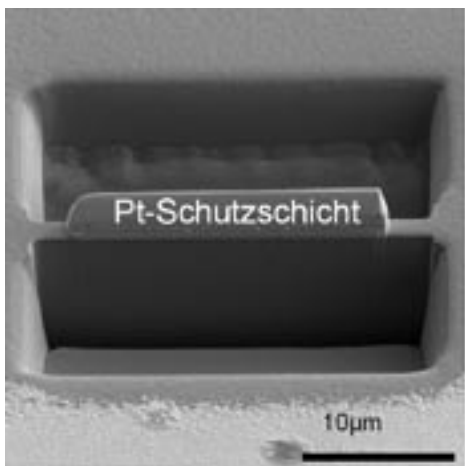


## Lösungen

### L30: Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB / REM

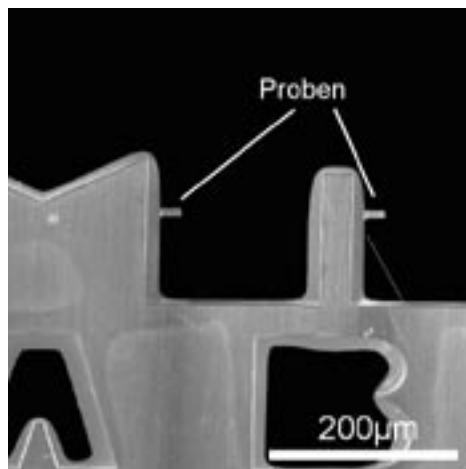
#### L30: Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB/REM

Die „Focused Ion Beam“-Technik (FIB) hat sich in den letzten Jahren u. a. zu einer äußerst leistungsfähigen Methode zur zielgenauen Präparation dünner Lamellen für die analytische Transmissions-elektronenmikroskopie entwickelt. Mit sogenannten Zweistrahlssystemen (dual beam FIB), die Beobachtungsmöglichkeiten in Form von Ionen- und Elektronenstrahlen vorsehen, kann der gesamte Präparationsprozess vom Schneiden bis zum Herausheben (lift-out) bzw. Manipulieren der Probe in situ, also noch in der FIB-Anlage selbst, durchgeführt werden. Nachfolgend soll diese „in-situ lift-out“-Präparationstechnik anhand der einzelnen Präparationsschritte illustriert werden.



**Abbildung 1:** FIB-Probenpräparation (SE-Bild). Bild einer durch einen 2 µm dicken Pt-Streifen geschützten TEM-Lamelle.

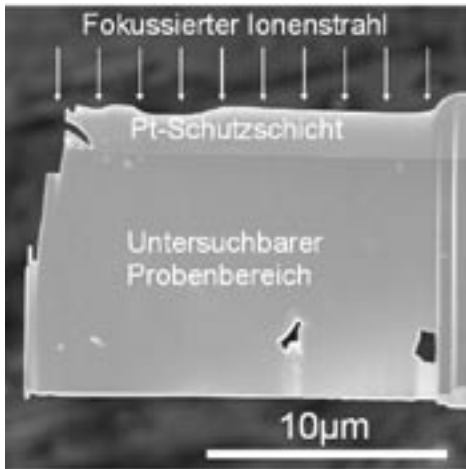
Zu Beginn wird die genaue Stelle der Probenentnahme lokalisiert. Auf ihr wird zunächst mittels ionenstrahlinduzierter Abscheidung ein ca. 2 µm dicker Pt-Streifen innerhalb einer Abscheidefläche von typ. 20 µm x 1 µm aufgebracht. Dieser hat einerseits die Funktion die Oberfläche zu schützen, aber auch kleinere Unebenheiten auszugleichen (Abb. 1). Die Beschleunigungsspannung des Ionenstrahls beträgt – wenn nicht anders angegeben – 30 kV, beim Elektronenstrahl ist diese frei wählbar und beträgt gewöhnlich 5 kV.



**Abbildung 2:** TEM-Probenträger (SE-Bild). TEM-Probenträger für FIB-präparierte Proben. Diese speziell für die In-situ-Heraushebetechnik geeigneten Probenträger ermöglichen das Anbringen mehrerer TEM-Lamellen. Das unterschiedliche Aussehen der einzelnen Befestigungsstellen gewährleistet das schnelle Auffinden bzw. Zuordnen der Proben im Transmissionselektronenmikroskop.



## L30: Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB / REM



**Abbildung 3:** FIB-präparierte TEM-Probe (SE-Bild). FIB-präparierte TEM-Lamelle einer Keramikprobe nach dem letzten Dünnungsschritt. Mit ausreichend kleinem Ionenstrahldurchmesser können im Idealfall Probenbereiche von etwa  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  nahezu planparallel auf unter  $100\ \text{nm}$  Dicke präpariert werden. Spannungen im Probenmaterial können jedoch zu einem Verbiegen der Lamelle führen, was eine gleichmäßige FIB-Ionenendünnung großer Flächen erschwert.

Anschließend werden bei hohem Ionenstrom zwei Gräben geschnitten (Abb. 1), welche das Probenstück grob freilegen. Mit einem etwas feineren Strahl wird die Probe dann in eine Quaderform gebracht (die Dicke der Probe beträgt nun etwa  $1\text{--}2\ \mu\text{m}$ ) und bis auf zwei kleine Verbindungen vom Substrat gelöst. Nun wird eine äußerst feine Mikromanipulatorspitze aus Wolfram an die Probe herangeführt und mit dieser in Kontakt gebracht. Mittels Ionenstrahlinduzierter Pt-Abscheidung wird diese Spitze mit der Probe verbunden und danach vom Substrat getrennt, indem die zwei verbleibenden Verbindungen mit dem Ionenstrahl durchgeschnitten werden. Die nun an der Mikromanipulatorspitze frei hängende Probe wird aus dem Substrat herausgehoben und im nächsten Schritt an einen TEM-Probenträger transferiert (Abb. 2), wo sie mittels Ionenstrahlinduzierter Pt-Abscheidung angeschweißt wird. Danach trennt man mit dem Ionenstrahl die Manipulatorspitze wieder von der Probe.



## L30: Probenpräparation mittels Zweistrahl-FIB / REM

Da die Probe für eine transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung zu diesem Zeitpunkt noch zu dick ist, wird sie nun mit dem Ionenstrahl schrittweise weiter gedünnt. Der Winkel zwischen Ionenstrahl und Probenoberfläche beträgt dabei nicht mehr als 1–3°, da ein größerer Winkel zu ungleichmäßigem Abtrag und starker Probenschädigung führen würde. Um bei der noch relativ dicken Lamelle eine hohe Abtragraten zu erzielen, beginnt man typischerweise mit Ionenstrahlströmen von ca. 1 nA und einem Strahldurchmesser von 50 nm. Sobald die Probe weniger als 500 nm dick ist, wechselt man, abhängig vom Probenmaterial, zu kleineren Strahlströmen (300 pA–50 pA), um den Einfluss von Probenschädigung zu minimieren. Sind Stärken von ca. 50–100 nm und damit TEM-taugliche Lamellendicken erreicht (Abb. 3), wird ein letzter Ionendünnungsschritt bei 5 keV Ionenenergie durchgeführt, um oberflächliche Probenamorphisierung und Ga<sup>+</sup>-Implantation zu reduzieren. Dies wird unter einem Winkel von ~7° zwischen Ionenstrahl und Probenoberfläche durchgeführt. Anschließend kann der Probenträger mit der TEM-Lamelle direkt ins TEM eingeschleust werden.

Die TEM-Probenpräparation mittels FIB ist universell für viele Materialklassen einsetzbar. TEM-Lamellen können aus nahezu allen Arten anorganischer Materialien und Werkstoffe (z. B. Halbleiter, Stähle, Hartmetalle, Keramiken, Verbundwerkstoffe, ...) präpariert werden. Bei organischen Verbindungen ist die Eignung stark materialabhängig. Wichtigste Voraussetzung ist die Vakuumverträglichkeit des Probenmaterials sowie eine möglichst geringe Anfälligkeit auf Strahlenschädigung.

### Weiterführende Literatur

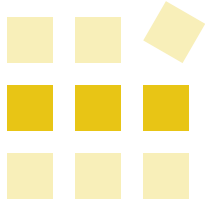
- [1] **J. Orloff, M. Utlaut, L. Swanson** (2003) „*High Resolution Focused Ion Beams: FIB and Its Applications*“. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York. 303 Seiten.

**Michael Rogers, Gerald Kothleitner**

Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Methoden:	M13   M27
Lösungen:	—
Institute:	I4
Kontakte:	K21

AEM | Analytische Transmissionselektronenmikroskopie | FIB | Focused Ion Beam  
Probenpräparation | Rasterelektronenmikroskopie | REM | TEM | TEM-Probenpräparation  
Transmissionselektronenmikroskopie | Zielpräparation



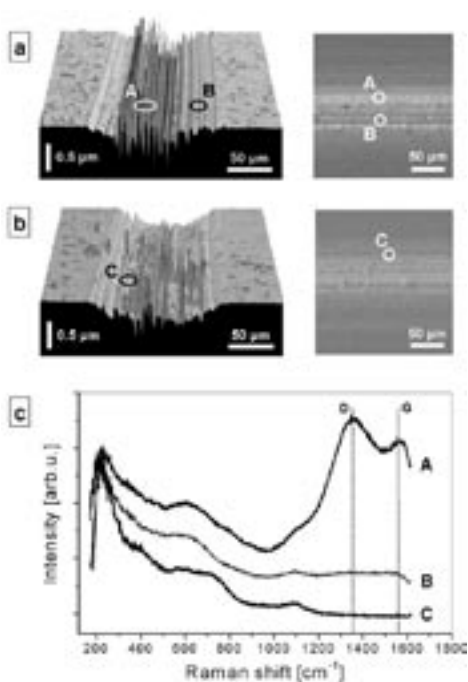
## Lösungen

### L31: Raman-Spektroskopie in der Werkzeugbeschichtung

#### L31: Raman-Spektroskopie in der Werkzeugbeschichtung – Charakterisierung von Nanoschichten und Überwachung von Vakuumbeschichtungsprozessen

Die Raman-Spektroskopie stellt ein sehr einfach durchzuführendes Verfahren zur Bestimmung von chemischen Elementen und Verbindungen in Flüssigkeiten, Gasen, aber auch in Oberflächenbereichen von Festkörpern dar. Das Messprinzip beruht auf der Messung des durch Teilchen (Atome, Moleküle) inelastisch gestreuten Lichts einer anregenden monochromatischen Lichtquelle (Laser). Durch die inelastischen Streueffekte (Stokes-Raman- und Antistokes-Streuung) zeigt dieses Streulicht zusätzlich zur monochromatischen Strahlung element- bzw. molekulspezifische Spektrallinien (Ramanlinien), die gegenüber der Frequenz der anregenden Lichtquelle verschoben sind. Voraussetzung für die Ausbildung dieser Ramanlinien ist eine mit dem Bindungsabstand im Molekül veränderliche Polarisierbarkeit. Die Verschiebungen der auftretenden Ramanlinien sind abhängig von der Zusammensetzung der auftretenden Phasen, der Kristallausrichtung, der Korngröße der Kristallite etc.

Daher erlauben diese spezifischen Ramanlinien die Ermittlung der chemischen Zusammensetzung und weiterer strukturphysikalischer Eigenschaften. Vorteil des Verfahrens ist die nur sehr geringe Eindringtiefe des anregenden Laserstrahls (wenige nm bis etwa 50 nm) in metallischen und keramischen Oberflächen, wodurch sich die Raman-Spektroskopie sehr gut für Oberflächenanalysen eignet.



**Abbildung 1:** Weißlicht-Interferometrie-Aufnahmen von Verschleißzonen von TiAlCN-Beschichtungen mit (a) niedrigem und (b) hohem Reibkoeffizient sowie Raman-Spektroskopie-Messungen (c) in den verschiedenen Schichtbereichen (Zuordnung siehe Indizes A, B, C), welche eindeutig eine hohe Kohlenstoffkonzentration (D, G) in der Transferschicht zeigen.

## L31: Raman-Spektroskopie in der Werkzeugbeschichtung

Als Beispiel seien Transferschichten genannt, welche sich als Verschleißerscheinung im Reibkontakt von zwei Oberflächen ausbilden können. Deren Dicke liegt im Bereich von wenigen 10 nm, welche jedoch drastische Einflüsse auf die Reibungskräfte haben können.

Im vorliegenden Fall wurden Titan-Aluminium-Karbonitrid-Beschichtungen untersucht, die in Abhängigkeit von ihrer chemischen Zusammensetzung ein stark unterschiedliches Reibungsverhalten aufweisen (s. Abb. 1). Während die Untersuchung mittels optischer Weißlicht-Interferometrie schon Hinweise auf das Vorliegen einer Transferschicht (einer Verschleißzone) für die Beschichtung mit niedrigen Reibzahlen (Abb. 1a) gab, bestätigten Raman-Messungen in verschiedenen Bereichen des Reibkontakts eindeutig das Vorliegen von Kohlenstoff in Diamant- (D) und Graphit-Struktur (G) in der Transferschicht (s. Abb. 1).

Die sehr kurzen Messzeiten und die sehr einfache Handhabung der Raman-Spektroskopie erlaubt zusammen mit der chemischen Analyse sehr dünner Oberflächenschichten auch deren Anwendung in der Prozessüberwachung – z. B. bei Vakuumprozessen. Die Funktionalisierung von Oberflächen stellt hohe Anforderungen an die Reproduzierbarkeit von Beschichtungsprozessen,

wodurch verschiedenste Schichteigenschaften während des Schichtwachstums detektiert und für die Regelung der Beschichtungsprozesse herangezogen werden müssen. Durch die Raman-Spektroskopie werden die chemische Zusammensetzung, Phasenstruktur und Kristallitgröße auch während des Schichtwachstums zugänglich.

### Weiterführende Literatur

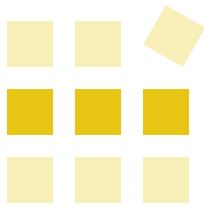
- [1] **J. M. Lackner, W. Waldhauser, R. Ebner, R. J. Bakker, T. Schöberl, B. Major** (2004) „Room temperature pulsed laser deposited (Ti,Al) $C_xN_{1-x}$  coatings – chemical, structural, mechanical and tribological properties“. *Thin Solid Films* 468, 125–33.

**Jürgen M. Lackner, Wolfgang Waldhauser**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Lasersonnenzentrum Leoben

Methoden:	M39
Lösungen:	–
Institute:	I14
Kontakte:	K24

chemische Zusammensetzung | Prozessüberwachung im Vakuum | Raman-Spektroskopie  
Transferschichten



# Lösungen

## L32: Rastertunnelmikroskopie an modernen Werkzeugstählen

### L32: Rastertunnelmikroskopie an modernen Werkzeugstählen

Im Allgemeinen wird das Rastertunnelmikroskop für Untersuchungen an gut definierten Oberflächen wie z. B. an Einkristallen eingesetzt. Die tatsächliche Form der Spitze, die den Abbildungs- kontrast im Wesentlichen beeinflusst, ist bei vielen im Betrieb stehenden Mikroskopen generell nicht bekannt.

In dem, am Institut für Festkörperphysik, TU Graz, installierten Rastertunnelmikroskop ist eine 3D-Atomsonde im gleichen Ultrahochvakuum- system integriert, in dem die Sondenspitzen vor der Verwendung im Rastertunnelmikroskop

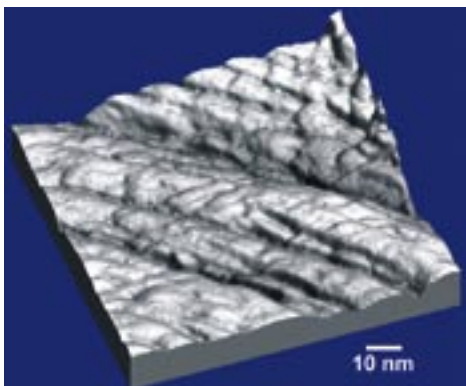
charakterisiert und modifiziert werden können. Aus diesem Vorteil heraus kann mit einer definierten Sondenspitze auch die Topografie von unbekann- ten, komplexeren Oberflächenstrukturen zuverlässig untersucht werden.

Als Beispiel ist in Abb. 1 ein Rastertunnelbild der Oberfläche eines modernen Werkzeugstahles nach Härten und Anlassen dargestellt. Im Bildbe- reich ( $100 \times 100 \text{ nm}^2$ ) ist ein Teil der martensitischen Matrix wiedergegeben. Die 2 bis 10 nm breiten Lamellen sind durch Stufen von etwa 1 nm Höhe getrennt. Aus der ultrafeinen Struktur können wich- tige Rückschlüsse auf Phasenumwandlung und Kinetik erhalten werden.

Die Abbildungsergebnisse sind ähnlich den Resultaten aus Replikaufnahmen im Elektronen- mikroskop. Das Rastertunnelmikroskop als direkt- abbildendes Verfahren hat aber den Vorteil der deutlich besseren lateralen Auflösung, weiters ist die Präparation der Proben wesentlich einfacher.

**Manfred Leisch**

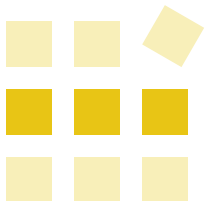
Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik



**Abbildung 1:** Rastertunnelmikroskopische Abbildung der Oberfläche eines hochlegierten Werkzeugstahles. Der Bildbereich von  $100 \times 100 \text{ nm}^2$  zeigt die Feinststruktur der Matrix nach Härten und Anlassen. Die zu beobachtenden Lamellen sind ca. 2 bis 10 nm breit und zeigen Stufen von ca. 1 nm Höhe.

Methoden:	M31
Lösungen:	—
Institute:	I8
Kontakte:	K27

Direktabbildung | Nanostrukturen | Rastertunnelmikroskopie | Stähle | STM | Werkzeugstähle



### L33: Röntgenkleinwinkelstreuung – Untersuchungen an Zellulose und Füllstoffen

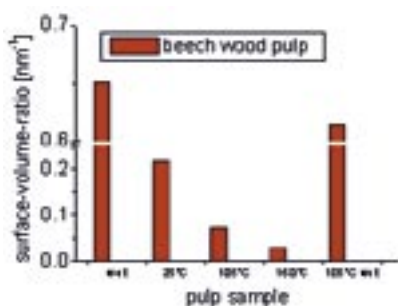
#### Verhornung von Zellulose bei der Verarbeitung von Papier

Bei der Verarbeitung von Holz zu Papier wird die feuchte Zellulosemasse bis zu einer Restfeuchte von 5% eingetrocknet, um den Transport zur Weiterverarbeitung zu erleichtern. Beim Eintrocknen verliert die Zellulose ihre Durchlässigkeit gegenüber Wasser (Verhornung), was bei der Verarbeitung zu Ausschuss führt. Die Durchlässigkeit von Zellulose lässt sich mit der spezifischen Oberfläche (Oberfläche pro Volumen) charakterisieren, die mit Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) messbar ist.

Verschieden behandelte Zelluloseproben aus Buchenholz wurden auf ihre spezifische Oberfläche mit einem SAXSess-Röntgenkleinwinkelgerät

untersucht. Es stellte sich heraus, dass die Verhornung der Zellulose umso größer ist, je höher die Temperatur beim Trocknen gewählt wird (s. Abb. 1). Selbst bei einer mittleren Trocknungstemperatur von 105°C erhält das wiederbefeuchtete Material nur ca. 95% seiner ursprünglichen Porosität zurück.

Der Kristallinitätsgrad und die Modifikation der Zellulose wurden simultan mitgemessen, weil das SAXSess-Gerät auch den Weitwinkelbereich einbezieht. Diese Information war wichtig zur Kontrolle der chemischen Konsistenz der Proben, sodass ein Abbau der Zellulosemoleküle ausgeschlossen werden konnte.

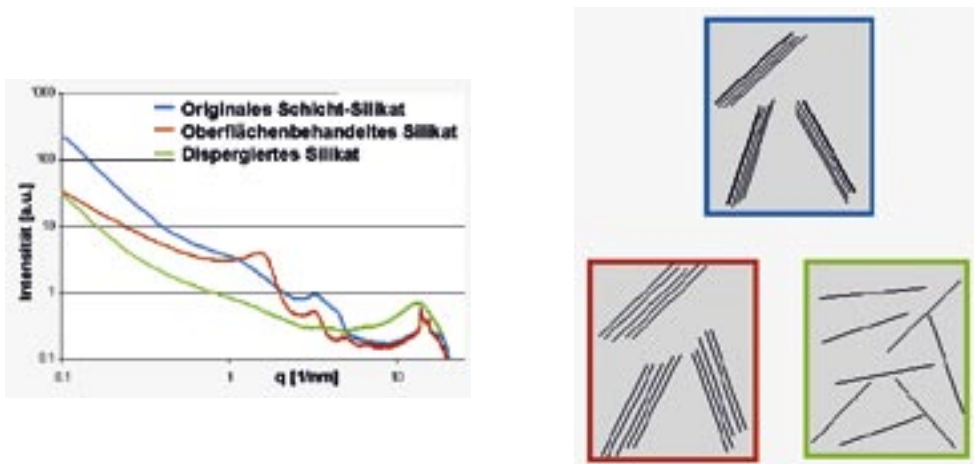


**Abbildung 1:** Das Oberflächen-zu-Volumens-Verhältnis (Porosität) von Sulfitzellstoff aus Buchenholz im Vergleich. Das Ausgangsmaterial (wet), bei 25°C, 105°C und 160°C getrocknetes Material und das wiederbefeuchtete Material (105°C wet) nach einer Trocknung bei 105°C.

#### Die Dispersionsqualität von Füllstoffen

Die Resistenz von Treibstoffschläuchen gegenüber Lösungsmitteln ist eine von vielen Eigenschaften, die durch das Beimengen von anorganischen Materialien (Füllstoffen) zu den verwendeten Kunststoffen erreicht wird. Schichtsilikate eignen sich besonders gut als Füllstoffe, vorausgesetzt, die anorganischen Schichten lassen sich einzeln und ohne Verbleib von unerwünschten Anhäufungen (Aggregaten) dispergieren. Das Aggregationsverhalten von Silikatlamellen lässt sich leicht mittels

## L33: Röntgenkleinwinkelstreuung an Zellulose und Füllstoffen



**Abbildung 2:** Links: Die Röntgenstreu曲ven von verschiedenen behandelten Silikatfüllstoffen. Rechts: Die Strukturen des Füllstoffes entsprechend der Farbkodierung. a.u. ... arbitrary units, d.h. beliebige Einheiten.

Röntgenkleinwinkelstreuung untersuchen, da die Dicken der Silikatlamellen im Nanometerbereich liegen. In Abb. 2 werden die Streu曲ven von zwei verschiedenen vorbehandelten Silikaten und einem in Kunststoff dispergiertes Silikat gezeigt.

Das unbehandelte Silikat (blaue Kurve) zeigt eine starke Ausbildung von kristallinen Reflexen, hauptsächlich im Weitwinkelbereich ( $q > 10/\text{nm}$ ). Die Silikatschichten sind hier in dicht gepackten Blöcken angeordnet. Das mit einer oberflächenaktiven Substanz vorbehandelte Silikat (rote Kurve) zeigt immer noch eine starke Kristallinität, aber die Abstände zwischen den Lamellen sind durch die oberflächenaktive Substanz größer geworden – ersichtlich an der Ausbildung von Reflexen bei kleinen Streuwinkeln ( $q < 10/\text{nm}$ ).

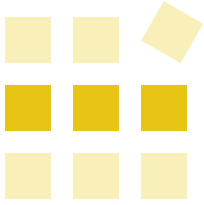
Der Nano-Verbundwerkstoff (grüne Kurve) hingegen zeigt keine Kristallinität mehr an, weil weder im Weitwinkel- noch im Kleinwinkelbereich scharfe Reflexe zu finden sind. Der Reflex bei  $q = 20/\text{nm}$  entspricht der Flüssigkeitsstruktur des amorphen Kunststoffes. Die drei Strukturen, die mittels einminütiger Messungen mit dem SAXSess-Gerät erhalten wurden, sind in Abb. 2 (rechts) gezeigt.

*Heimo Schnablegger, Peter Worsch, Petra Kotnik*

*Anton Paar GmbH*

Methoden:	M35   M36   M38
Lösungen:	—
Institute:	I1
Kontakte:	K42

Aggregat | Füllstoff | Kristallinitätsgrad | Kunststoffe | Oberfläche, spezifische | Papier Porosität | Röntgenkleinwinkelstreuung | SAXS | Silikat | Verbundwerkstoff | Zellulose



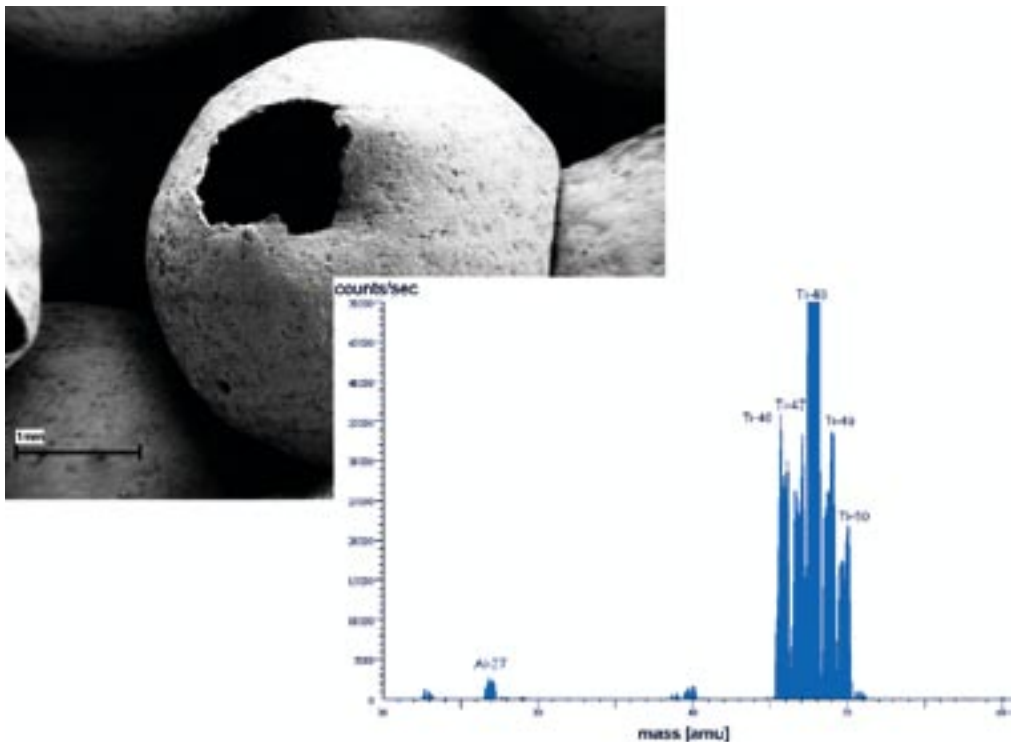
## Lösungen

### L34: Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) mittels FIB

#### L34: Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) mittels FIB

Werden die durch einen fokussierten Ionenstrahl (FIB) aus dem Grundmaterial herausgeschlagenen Ionen (Sekundärionen) nach ihrer Masse analysiert, so kann man Informationen über die Zusammensetzung des Grundmaterials erhalten. Die Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) bietet einige Vorteile gegenüber der vergleichbaren energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX). So lassen sich auch sehr leichte Elemente bis hin zum Wasser-

stoff analysieren bei zum Teil wesentlich besseren Nachweisgrenzen. Allerdings hat diese Methode auch Nachteile: nicht alle Elemente lassen sich analysieren und quantitative Ergebnisse sind nur mit einer durchgehenden Standardreihe möglich. Da der Ionenstrahl während der Analyse Probenmaterial abträgt, können recht einfach Tiefenprofile der Zusammensetzung erstellt werden.



**Abbildung 1:** Analyse der Zusammensetzung einer Zellwand einer Titan-Hohlkugel mit Hilfe des Sekundärionen-Massenspektrometers.

## L34: Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) mittels FIB

Bei der Herstellung von Hohlkugelstrukturen aus Titan wird z.B. Aluminium als Sinterhilfe beigemischt. Es stellt sich die Frage, wie und wo das Aluminium im fertigen Produkt vorliegt: homogen verteilt, in Form von intermetallischen Phasen oder als Oxid an der Oberfläche? Dazu wurden von der Oberfläche der Hohlkugeln schrittweise Schichten von einigen hundert nm bis einige  $\mu\text{m}$  mit dem Ionenstrahl abgetragen und dabei Massenspektren aufgenommen. Es zeigt sich, dass das Aluminium vorwiegend an der Oberfläche und dort zum Teil in Form eines Oxids vorliegt. Abb. 1 zeigt eine typische Hohlkugelstruktur und ein Massenspektrum als Beispiel. Man beachte die Möglichkeit einzelne Isotope aufzulösen, was diese Methode auch für Tracer-Aufgaben geeignet macht.

Christian Motz, Daniel Kiener, Thomas Schöberl,

Reinhard Pippan, Gerhard Dehm

*Montanuniversität Leoben*

*Department Materialphysik*

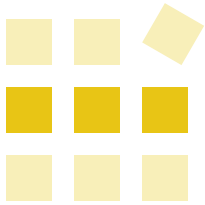
*und Österreichische Akademie der Wissenschaften*

*Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft*

Methoden:	M13
Lösungen:	—
Institute:	I3
Kontakte:	K31

FIB | Focused Ion Beam | Nanomechanik | Rasterionenmikroskopie | SIMS





## Lösungen

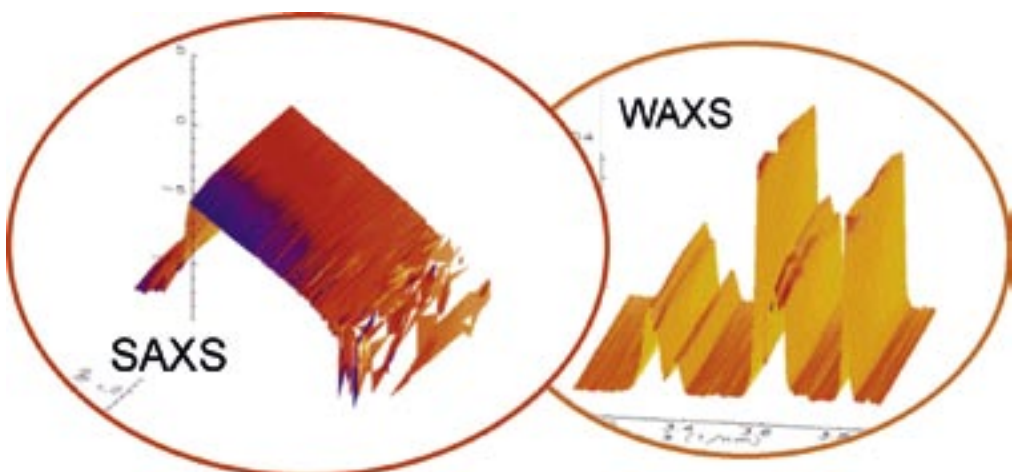
### L35: Synchrotronstrahlung in der industriellen Forschung

#### L35: Synchrotronstrahlung in der industriellen Forschung – Vom Zement bis zur Schokolade

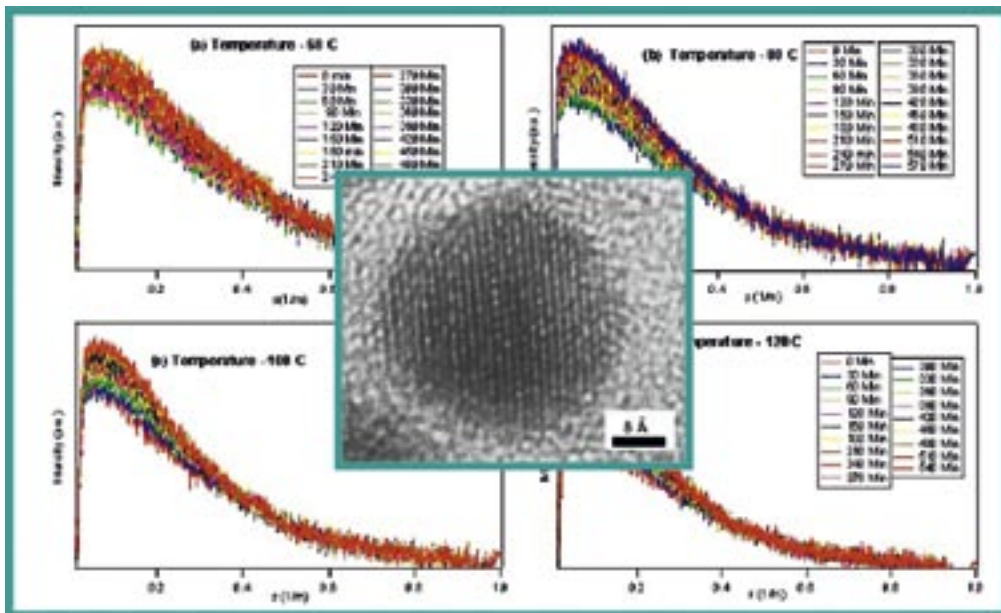
Im Folgenden sollen vier ausgewählte industrielle Forschungsbereiche die grundsätzlichen Stärken von Synchrotron-gestützten Röntgenbeugungsmethoden beleuchten. Die Beispiel-Experimente sind mit verschiedenen internationalen Kooperationspartnern an der IBR SAXS-Station am Synchrotron Triest durchgeführt worden.

#### Zeitaufgelöste Strukturuntersuchungen an Zement

Beton besteht aus zahlreichen, morphologisch unterschiedlichen kristallinen und amorphen Strukturen. Diese Strukturen reichen von wenigen Nanometern bis hin zu einigen Millimetern und sind statistisch über das Probenvolumen verteilt. Zur Aufklärung von Struktur-Eigenschaftsbeziehungen – und letztlich um eine Verbesserung von Materialeigenschaften zu erzielen – ist die Kenntnis über vorhandene Strukturelemente wichtig. Röntgenkleinwinkelstreuung (englisch: Small Angle X-ray Scattering, SAXS) ist eine zerstörungsfreie Methode, welche Aussagen zu amorphen Strukturen im Größenbereich 1 bis 100 Nanometer liefert.



**Abbildung 1:** Amorphe (links) und kristalline Strukturen (rechts) verändern sich im Laufe der Hydratation von Zement.



**Abbildung 2:** Nasschemische Herstellung von ZnS-Nanopartikeln. Ihr Wachstum kann mit Kleinwinkel-Lösungsstreuung verfolgt werden. a. u. ... arbitrary units, d. h. beliebige Einheiten.

Andererseits können bei größeren Streuwinkeln (englisch: Wide Angle X-ray Scattering, WAXS) Aussagen zur kristallinen Struktur getroffen werden. (s. Abb. 1)

Des Weiteren benötigt die Methode der Röntgenbeugung keine speziellen Probenpräparationsprozeduren, welche die zu untersuchenden Mikrostrukturbestandteile i. A. signifikant beeinflussen. Eine Wiederholung der Messung an ein und derselben Probe ist demzufolge möglich. Eine qualitative Auswertung der Streukurven gibt Auskunft über Veränderungen in den untersuchten Nanostrukturen, überdies kann eine quantitative Analyse der jeweiligen Streukurve als Grundlage zur Berechnung von Teilchenabmessungen und innerer Grenzfläche dienen.

## Kontrollierte Herstellung von Nanopartikeln

Die elektrischen Eigenschaften von Halbleitern ändern sich schlagartig und grundlegend, wenn man in den Nanobereich vordringt. Gelingt es nämlich Molekülcluster herzustellen, deren geometrische Ausdehnung in etwa der der Elektronenwellenfunktion entspricht, treten interessante Eigenschaften und neue Effekte zutage, die bis heute noch nicht vollständig verstanden sind. Hier betritt man das Forschungsneuland der quasi null-dimensionalen Physik. Insbesondere die Einschränkung der Elektronenbewegung in Nanopartikeln führt zu völlig neuen optischen und elektronischen Eigenschaften, die sich im Wesentlichen durch ihre Größe bestimmen lassen. Je nachdem, wie das

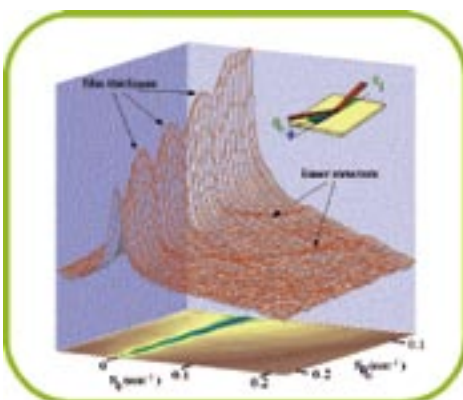
## L35: Synchrotronstrahlung in der industriellen Forschung

Wachstum von kolloidchemisch synthetisierten Halbleiter-Nanopartikeln gesteuert wird, können spezielle Eigenschaften erzielt werden. Mit Hilfe der intensiven Synchrotronstrahlung können solche Prozesse gezielt verfolgt und somit verschiedene wachstumsfördernde wie hemmende Faktoren studiert werden (Abb. 2).

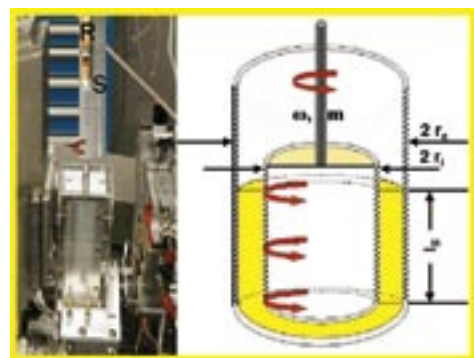
### Das nötige „Quantum“ für die Halbleiterindustrie

Die durch „Quantum Dot“-Nanotechnologien hergestellten Verbund-Halbleiter-Wafer stellen einen enormen Durchbruch auf dem Gebiet der Hochleistungs-Opto- und Mikroelektronik dar. Im Vergleich zu heute herkömmlichen Halbleitern, wie beispielsweise Gallium-Arsenid (GaAs), versprechen diese neuen Technologien eine deutlich höhere Ausbeute bei der Produktion und eine höhere Leistungsfähigkeit. Um diese neuen Materialien besser zu verstehen und auch um die Herstellung maßgeschneiderter „Quantum Dots“ in Zukunft als ein Standardverfahren zu etablieren, bietet die Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (englisch:

Grazing Incidence Small Angle X-ray Scattering, GISAXS) ein hilfreiches Analyseverfahren. Mit dieser speziellen Methode können Größe, Homogenität und auch Dichteverteilung der „Quantum Dots“ auf den Halbleiter-Wafern bestimmt (s. Abb. 3) und damit natürlich auch ihre einzigartigen Eigenschaften besser verstanden werden. Bald schon werden Produkte wie kostengünstige „Quantum Dot“-Hochleistungslaser mit hoher Reichweite für Anwendungen im Telekommunikationsbereich, als auch mikroelektronische Komponenten von hoher Effizienz immer mehr zum täglichen Bild gehören. Außerdem wird an extrem helle Leuchtdioden als Ersatz für Glühlampen gedacht, oder auch an Technologien, die die Integration optischer und drahtloser Anwendungen auf Silizium-basierenden Mikroprozessorchips realisieren. Nicht zuletzt wird die erfolgreiche Herstellung von Produkten unter Verwendung von bisher nur sehr schwer zu bearbeitenden Materialien wie Gallium-Nitrid (GaN) möglich, was neue spannende Anwendungsgebiete erschließt.



**Abbildung 3:** Das dreidimensionale Streubild von „Quantum-Dots“ gibt Auskunft über ihre Größe und die Art der Verteilung auf der Wafer-Oberfläche.



**Abbildung 4:** Kombinierte Schermessung und Röntgenbeugung an MilCHFetten. Mit Synchrotronlicht machen sich die Forscher auf die Jagd nach verbesserten Lebensmittelstandards.

## L35: Synchrotronstrahlung in der industriellen Forschung

### Wie Röntgenbeugung den Geschmack von Schokolade verbessert

Geschmack und Wohlempfinden beim Verzehr von Schokolade ist nicht allein abhängig von den verwendeten Zutaten, fast genauso wichtig sind ihre mechanischen Eigenschaften. Schokolade, die schon in der Hand schmilzt oder beim Abbeißen nicht den gewissen „Knack“ hat, ist keine Schokolade, die wir bereit sind ein zweites Mal zu kaufen. Gute Schokolade schmilzt erst auf der Zunge, und verbreitet dann ihr volles Aroma. Dieses gewollte Phasenverhalten ist im wahrsten Sinne des Wortes delikat. Im Fachkreis der Lebensmittelwissenschaftler wird Schokolade im Grundzustand als Gel beschrieben, und erst auf menschliche Körpertemperatur gebracht transformiert sie zu einer Art von Flüssigkristall. Da all diese Vorgänge erst auf der Ebene von Molekülwechselwirkungen und -aggregaten verständlich werden (Strukturgrößen von 0,4 bis 10 nm), wird in vielen Lebensmittelbe- reichen das Phasenverhalten, aber auch die Pha-

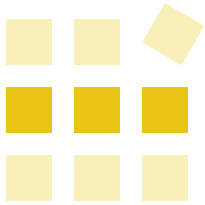
senstabilität mittels Röntgenbeugung untersucht. Insbesondere die Kombination von Kalorimeter- oder auch Schermesszellen mit der Methode der Röntgenbeugung helfen immens Nanostrukturen von Lebensmitteln zu verstehen (s. Abb. 4).

**Peter Laggner**

*Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung*

Methoden:	M40   M35   M36
Lösungen:	—
Institute:	I2
Kontakte:	K1

Halbleiter | Lebensmittelindustrie | Leuchtdioden | Nanoelektronik | Nanopartikel | Phasenstabilität  
Phasenverhalten | Quantum Dots | Röntgenkleinwinkelstreuung | Röntgenweitwinkelstreuung  
SAXS | Strukturen, amorphe | Strukturen, kristalline | Synchrotronstrahlung | Telekommunikation  
WAXS | Zement



## Lösungen

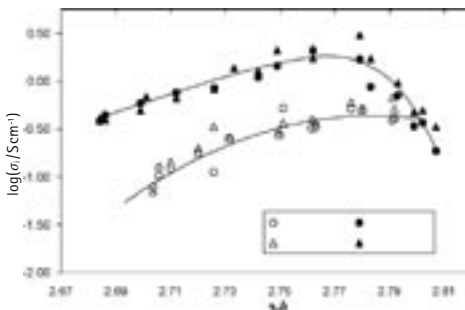
### L36: Nanostruktur von nichtstöchiometrischen Perowskiten

#### L36: Nanostruktur von nichtstöchiometrischen Perowskiten – Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie

Perowskite besitzen ein breites Band an elektrischen/elektronischen Eigenschaften. Es beginnt beim Isolator, geht über Halbleiter und schnelle Ionenleiter bis hin zum metallischen Leiter und sogar bis zum Hochtemperatur-Supraleiter.

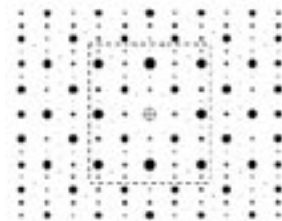
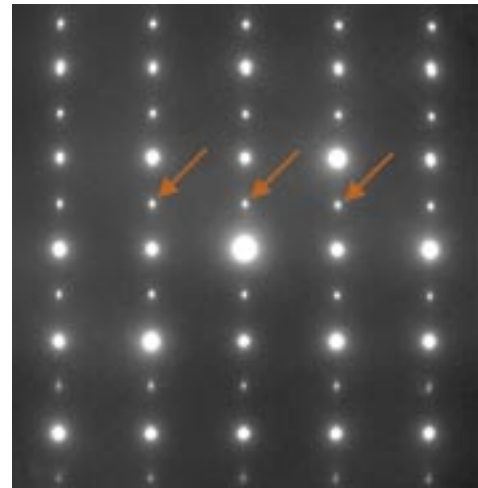
Der Perowskit  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_{3-\delta}$  (LSCO) besitzt eine hohe ionische Leitfähigkeit. Infolge dieser Eigenschaft findet er Anwendung als sauerstoffdurchlässige Membran (z. B. bei Brennstoffzellen) und als Sauerstoffsensor.

Die Präparation von  $\text{La}_{0,4}\text{Sr}_{0,6}\text{CoO}_{3-\delta}$  erfolgt durch den sogenannten Glyzin-Nitrat-Prozess [1], welchem ein Sinterprozess folgt. Nach dem Sintern eröffnet sich durch eine weitere Temperaturbehandlung die Möglichkeit, den ursprünglich stöchiometrischen Sauerstoff auf einen Wert zwischen 2,5 und 3 einzustellen ( $\text{La}_{0,4}\text{Sr}_{0,6}\text{CoO}_{3-\delta}$ ;  $0 < \delta < 0,5$ ).



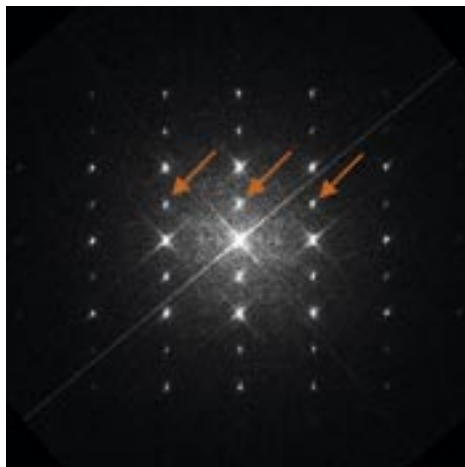
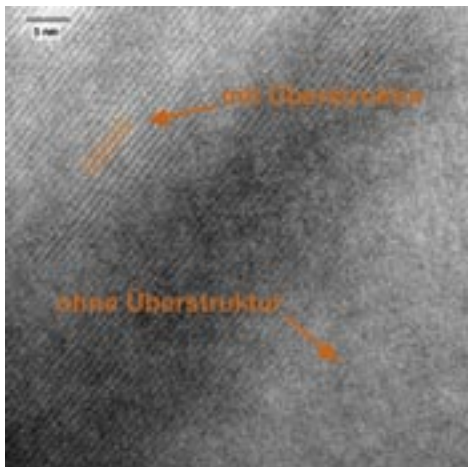
**Abbildung 1:** Ionische Leitfähigkeit von  $\text{La}_{0,4}\text{Sr}_{0,6}\text{CoO}_{3-\delta}$  als Funktion der Sauerstoff-Nichtstöchiometrie.

Bemerkenswert dabei ist der Verlauf der ionischen Leitfähigkeit (Abb. 1), welcher sich in Abhängigkeit von der Nichtstöchiometrie ergibt [2].



**Abbildung 2:** Oben: SAED von  $\text{La}_{0,4}\text{Sr}_{0,6}\text{CoO}_{2,71}$ ; [100]-Zonenachse (Pfeile zeigen Überstruktur). Unten: Beugungs-Simulation von  $\text{La}_{0,4}\text{Sr}_{0,6}\text{CoO}_{2,71}$ ; [100]-Zonenachse; der Rahmen entspricht dem Bereich von Abb. 2a.

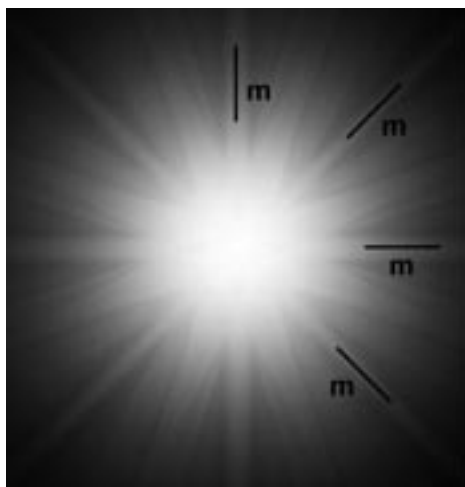
## L36: Nanostruktur von nichtstöchiometrischen Perowskiten



**Abbildung 3:** Links: HRTEM von  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_{2.71}$ . Rechts: Diffraktogramm (Fouriertransformation); die Pfeile zeigen die Überstruktur.

Erwartungsgemäß steigt die ionische Leitfähigkeit anfänglich mit steigenden  $\delta$ -Werten infolge der steigenden Zahl von Sauerstoff-Leerstellen an. Die ionische Leitfähigkeit erfährt jedoch schließlich ein Maximum bei  $3-\delta = 2,77$ . Die nachfolgende Abnahme der Kurve ( $3-\delta < 2,77$ ) kann nicht über die anionischen Leerstellen im Kristallgitter erklärt werden.

Aufgrund der vermuteten Änderungen im Kristallaufbau (Sauerstoffleerstellen-Ordnung) wurden Strukturuntersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) durchgeführt. Dabei wurden konventionelle Elektronenbeugung (Selected Area Electron Diffraction, SAED), Hochauflösungs-TEM (High Resolution TEM, HR-TEM) und konvergente Elektronenbeugung (Convergent Beam Electron Diffraction, CBED) verwendet. Elektronenbeugungs-Bilder (SAED) von  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_{2.71}$  (nichtstöchiometrische Probe) zeigen im Gegensatz zur stöchiometrischen Probe  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_3$  Überstruktur-Reflexe (Abb. 2, oben). Diese zusätzlichen Reflexe stehen im Einklang mit Hoch-



**Abbildung 4:** CBED von  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_{2.71}$ ;  $[100]$ -Zonenachse mit  $4\text{ mm}$  Symmetrie

auflösungsbildern (Abb. 3, links) und den daraus Fourier-transformierten Diffraktogrammen (Abb. 3, rechts). Durch diese Hinweise auf eine Änderung der Kristallstruktur erfolgte eine Auswertung von CBED-Aufnahmen (Abb. 4) aus verschiedenen Zonenachsen bezüglich der Symmetrie. Das Ergebnis



## L36: Nanostruktur von nichtstöchiometrischen Perowskiten

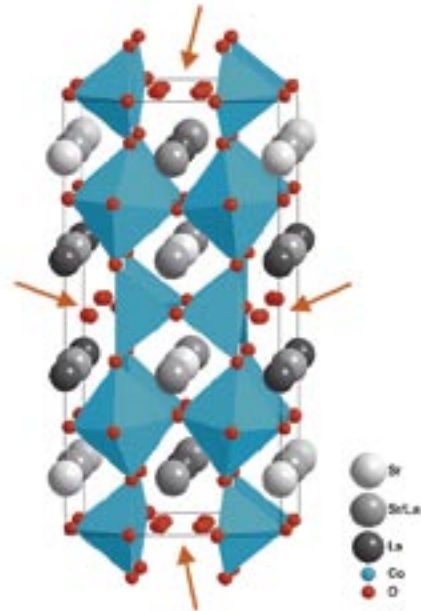
zeigt eine Änderung vom trigonalen Kristallsystem (stöchiometrische Probe) zum tetragonalen Kristallsystem (nichtstöchiometrische Probe). Die daraus ermittelte Punkt- bzw. Raumgruppe diente als Grundlage für eine Elektronenbeugungs-Simulation, welche die Überstruktur-Reflexe in ausgezeichneter Übereinstimmung mit den SAED-Bildern wiedergibt (Abb. 2, unten). Durch die Raumgruppe  $I4/mmm$  für die nichtstöchiometrische Probe ergibt sich eine Vergrößerung der Elementarzelle, in welcher die Sauerstoffleerstellen nur mehr an ganz bestimmten Positionen (Pfeil) ihren Platz einnehmen können (Abb. 5).

### Literatur

- [1] **L.A. Chick, L.R. Pederson, G.D. Maupin, J.L. Bates, L.E. Thomas, G.J. Exarhos** (1990) „Glycine-nitrate combustion synthesis of oxide ceramic powders“. *Mater. Lett.* 10, 6–12.
- [2] **E. Bucher, W. Sitte, I. Rom, I. Papst, W. Grogger, F. Hofer** (2002) „Microstructure and ionic conductivity of strontium substituted lanthanum cobaltites“. *Solid State Ionics* 152–153, 417–21.

**Christian Gspan, Werner Grogger, Ferdinand Hofer**

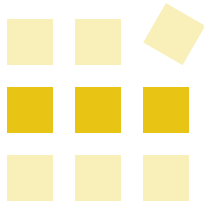
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz



**Abbildung 5:** Elementarzelle von  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_{2.71}$ ; die Pfeile zeigen mögliche Plätze für Sauerstoffleerstellen.

Methoden:	M17
Lösungen:	—
Institute:	I4
Kontakte:	K12

CBED | Hochauflösungselektronenmikroskopie | HR-TEM | Ionenleiter  
Konvergente Elektronenbeugung | Perowskit | SAED | TEM | Transmissionselektronenmikroskopie



## Lösungen

### L37: Tiefenprofilanalyse eines Polymer-LED-Bauelementes

#### L37: Tiefenprofilanalyse eines Polymer-LED-Bauelementes mittels AES

Ein modernes Polymer-LED (light emitting diode)-Bauelement besteht aus den folgenden Komponenten, die aus einem elektronenmikroskopischen Querschnittsbild ersichtlich sind (Abb. 1): einem Glassubstrat, einer Indium-Zinn-Oxid(ITO)-Elektrodenschicht, einer Polymerschicht (PEDOT), der aktiven organischen lichtemittierenden Schicht, einer Ca-Schicht (um die Kontakteigenschaften zu verbessern) und einer Au-bedeckten Al-Kontaktschicht.



**Abbildung 1:** SEM-Querschnittsbild eines Polymer-LED-Bauelementes.

Abb. 2 zeigt ein AES-Tiefenprofil des LED-Bauelementes, das durch Abätzen der Schichten mit Ar-Ionen erhalten wurde. Die AES-Messungen wurden bei einem Ar-Restgasdruck von  $2 \times 10^{-7}$  mbar unter Ätzen mit einem Ar-Ionenstrahl von 3 keV Strahlenergie und einer Strahlgröße von  $2 \times 2$  mm<sup>2</sup> durchgeführt. Nach Abätzen der Al-Kontaktschicht (6-7 min Ionenätzzeit) wird eine signifikante Konzentration von O an der Grenzfläche zwischen Al und den organischen Schichten detektiert, der Sauerstoff liegt wahrscheinlich in chemisorbierter Form vor. Interessanterweise scheint das Ca in die organischen Schichten zu diffundieren, was aus dem gleichzeitigen Auftreten der Ca- und C-Signale geschlossen werden kann. Die breite Region (6-20 min), die vom C-Signal dominiert wird, ist auf die organischen und polymeren Schichten zurückzuführen. Der Anstieg der O- und In-Signale nach ~18-20 min Ionenätzzeit rührt von der ITO-Schicht her. Die Grenzfläche zwischen den Polymer- und ITO-Schichten ist nicht so scharf ausgeprägt wie jene zwischen der Al-Schicht und den organischen Schichten. Der scheinbare Anstieg des Al-Signals nach ~30 min Ionenätzzeit ist durch das Überlappen des Al-Augerpeaks mit dem SiO<sub>x</sub>-Augerpeak des Glas-Substrates zu verstehen.

**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

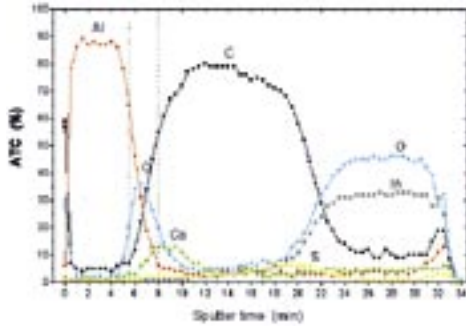
Karl-Franzens-Universität Graz

Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,

Oberflächen- und Grenzflächenphysik



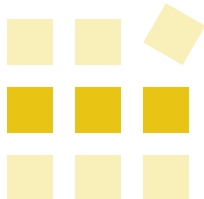
## L37: Tiefenprofilanalyse eines Polymer-LED-Bauelementes



**Abbildung 2:** AES-Tiefenprofilanalyse eines Polymer-LED-Bauelementes. Die Entwicklung der Al-, O-, C-, Ca-, S- und In-AES-Signale ist als Funktion der Ar<sup>+</sup>-Ionen-Beschusszeit aufgetragen. (ATC ... atomare Konzentration)

Methoden:	M3
Lösungen:	—
Institute:	I11
Kontakte:	K32

LED | AES | Auger-Elektronenspektroskopie | DPA | Polymere | Tiefenprofil



## Lösungen

### L38: Ultradünne organische Schicht auf Gold

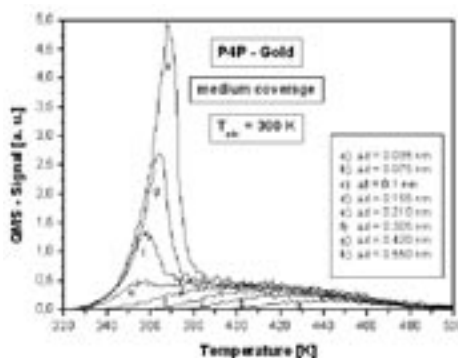
#### L38: Ultradünne organische Schicht auf Gold – Untersuchungen mittels TDS

Abb. 1 zeigt eine Serie von thermischen Desorptionsspektren von Quaterphenyl an einer Goldoberfläche. Es sind deutlich zwei verschiedene Desorptionsspeaks zu erkennen, die sich mit zunehmender Bedeckung auffüllen. Eine genaue Analyse zeigt, dass der Peak bei höheren Temperaturen von der Monolage stammt, während der niederenergetische Peak von der Desorption (Verdampfung) aus der Multilage stammt. Man kann somit eindeutig aus dem TDS erkennen, dass eine energetisch unterschiedliche Monolage (Monolayer), ein sogenannter „wetting layer“, vorliegt, bevor es zum Aufbau der dicken Schicht (Multilayer) kommt.

Dünne organische Schichten aus Quaterphenyl oder Sexiphenyl haben besondere Bedeutung für die Herstellung von optoelektronischen Halbleiterbauelementen.

**Adolf Winkler**

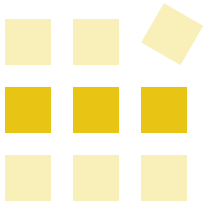
Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik



**Abbildung 1:** Thermischen Desorptionsspektren von Quaterphenyl an einer Goldoberfläche. QMS ... Quadrupolmassenfilter a.u. ... arbitrary units, d.h. beliebige Einheiten.

Methoden:	M41
Lösungen:	—
Institute:	18
Kontakte:	K50

Desorptionsspektren | Goldoberfläche | Quaterphenyl | TDS | Thermische Desorptionsspektroskopie



### L39: Untersuchung eines Defektes in einem Halbleiterbauelement mit TEM, EFTEM und EELS

Halbleiterbauelemente spielen in vielen Bereichen des täglichen Lebens eine entscheidende Rolle; integrierte Schaltkreise finden sich in nahezu allen elektronischen Geräten (PC, Handy, TV-Gerät, Stereoanlage, Auto, MP3-Player usw.). Durch Verkleinerung der Strukturen konnte die Arbeitsgeschwindigkeit der Bauelemente signifikant erhöht werden, sodass die Größe vieler Strukturen nunmehr in den nm-Bereich gelangt ist. Gerade diese Miniaturisierung hat in den letzten Jahren zu einem verstärkten Einsatz der Transmissions-elektronenmikroskopie (TEM) zur Untersuchung und Charakterisierung von Halbleiterbauelementen geführt. Insbesondere in der Fehleranalyse kommen die analytischen Fähigkeiten der TEM voll zum Einsatz.

Das vorliegende Anwendungsbeispiel beschreibt die Untersuchung eines Halbleiterbauelementes mit TEM, Elektronenenergieverlustspektrometrie (EELS) und Energiefilterungs-TEM (EFTEM). In Abb. 1a ist ein typischer Querschnitt durch ein Bauelement zu sehen; deutlich sind die unterschiedlichen Schich-

ten zu erkennen. Mittels EFTEM wurden an dieser Probenstelle Elementverteilungsbilder von Aluminium (Al), Stickstoff (N), Sauerstoff (O), Silizium (Si) und Titan (Ti) aufgenommen (Abb. 1b–f).

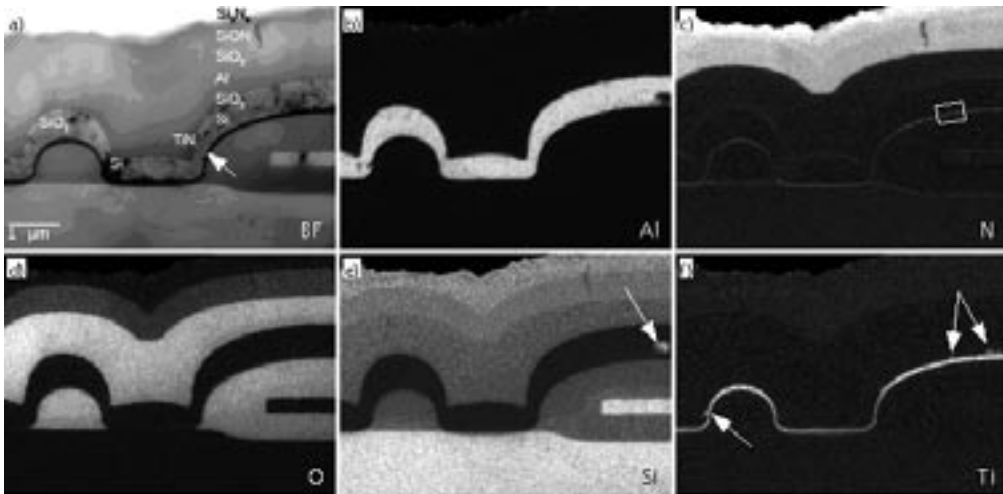
Weit deutlicher als im TEM-Bild sind in den Elementverteilungsbildern Defekte erkennbar: In Abb. 1e ist ein Si-Einschluss in der leitenden Al-Schicht zu sehen (Pfeil); im Ti-Verteilungsbild sind kleine Auswüchse der TiN-Schicht in das Al erkennbar (siehe Abb. 1f, Pfeile). Diese Defekte wurden im Folgenden näher „unter die Lupe“ genommen: Abb. 2 zeigt einen Teil der TiN-Schicht bei höherer Vergrößerung. An dieser Stelle wurden an sehr kleinen Probenbereichen EELS-Spektren aufgenommen (Abb. 3) und quantitativ ausgewertet (Tab.1).

Die Quantifizierungsergebnisse zeigen eine mittlere Zusammensetzung von etwa 60% Ti und 40% N in der TiN-Schicht. Allerdings ist aus diesen Ergebnissen auch ersichtlich, dass sich an beiden Grenzflächen der TiN-Schicht (zum Al und zum Si-Oxid) chemische Mischphasen bilden. Um eine anschauliche Darstellung der Verteilung dieser Grenzflächenphasen zu bekommen, wurde die Probenstelle aus Abb. 2 mittels EFTEM analysiert und Elementverteilungsbilder von Ti, N und O aufgenommen. Eine farbliche Zusammenstellung dieser Verteilungsbilder sieht man in Abb. 4.

Z	Al	Ti	N	O	Si	
1	94			6	Al	
2	79	14		7	Grenzfläche zwischen Al und TiN	
3		59	38	3	TiN	
4		13		60	27	Grenzfläche zwischen TiN und SiO <sub>2</sub>

Tabelle 1: Quantifizierung der EELS-Spektren aus Abb. 3 (Konzentrationen in at %)

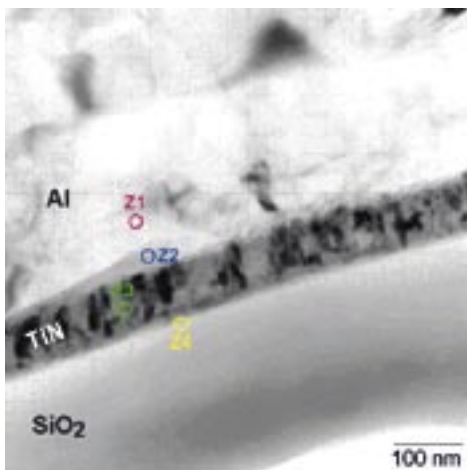
## L39: Untersuchung eines Defektes in einem HL-Bauelement



**Abbildung 1:** TEM-Bild (a) und Elementverteilungsbilder von Aluminium (b), Stickstoff (c), Sauerstoff (d), Silizium (e) und Titan (f) eines Querschnitts durch ein Halbleiterbauelement (aus [1]).

Die TiN-Schicht in Abb. 4 (gelb als Mischfarbe von rot und grün) ist deutlich schmaler als die Verteilung des Ti (rot). Zusätzlich zu den dargestellten Elementverteilungsbildern wurden auch solche von

Si und Al aufgenommen und quantitativ hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung ausgewertet. Dieses Ergebnis ist in einem daraus gewonnenen Linienprofil zusammengefasst (Abb. 5).



**Abbildung 2:** TEM-Bild eines vergrößerten Ausschnittes aus Abb. 1c mit eingezeichneten EELS-Analysepunkten (Z1 – Z4).

Aus diesem Konzentrationsprofil lässt sich folgende Schichtfolge (ausgehend von der Al-Schicht) angeben: Al, Al-Ti-O-Phase,  $Ti_{0,6}N_{0,4}$ , Ti-N-O-Phase,  $SiO_2 + Ti$ ,  $SiO_2$ .

### Literatur

[1] W. Grogger, F. Hofer, P. Warbichler, O. Leitner (1999) „Elemental mapping of semiconductor devices using energy-filtering transmission electron microscopy“. Inst. Phys. Conf. Ser. 164, 35–8.

**Werner Grogger, Ferdinand Hofer**

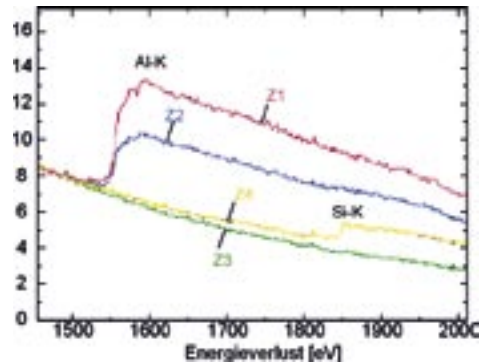
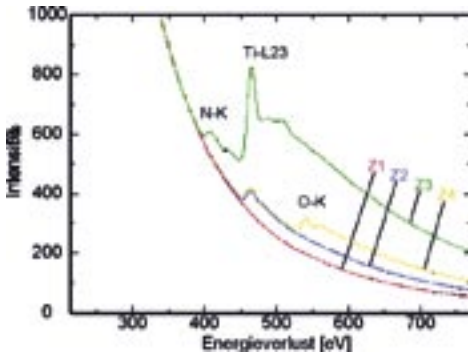
Technische Universität Graz

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

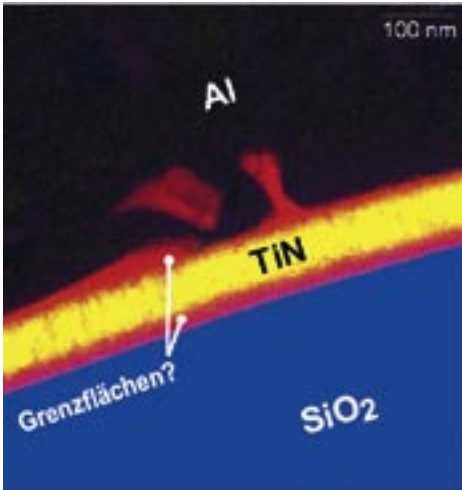
Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

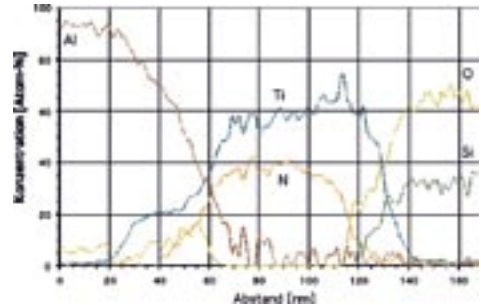
## L39: Untersuchung eines Defektes in einem HL-Bauelement



**Abbildung 3:** EELS-Spektren an einer TiN-Schicht (Analysepunkte: siehe Abb. 2): zu sehen sind die Ionisationskanten von Stickstoff (N-K), Titan (Ti-L2,3), Sauerstoff (O-K), Aluminium (Al-K) und Silizium (Si-K).



**Abbildung 4:** EFTEM-Elementverteilungsbilder von Ti (rot), N (grün) und O (blau), die in einem Falschfarbenbild überlagert wurden (gleicher Probenbereich wie Abb. 2).



**Abbildung 5:** Quantitatives Konzentrationsprofil, das aus quantifizierten Verteilungsbildern der entsprechenden Elemente gewonnen wurde (Position: siehe Pfeil in Abb. 2; aus [1]).

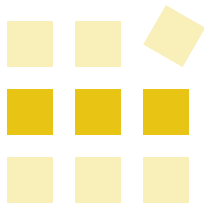
Methoden: M8 | M11 | M2

Lösungen: —

Institute: I4

Kontakte: K12

EELS | EFTEM | Elektronenenergieverlustspektroskopie | Elementverteilungsbilder | Energiefilterung  
Energiefilterungs-Transmissionselektronenmikroskopie | Halbleiter | TEM  
Transmissionselektronenmikroskopie



## Lösungen

### L40: Untersuchung moderner Legierungswerkstoffe

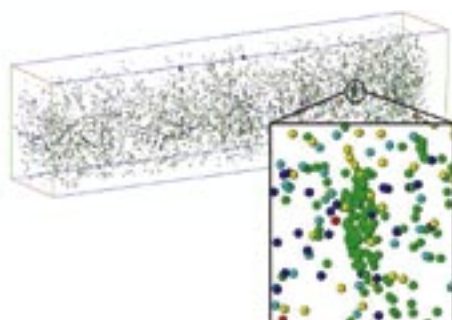
#### L40: Untersuchung moderner Legierungswerkstoffe mittels 3D-Atomsonde

Die Atomsonde ist ein sehr leistungsfähiges Analysegerät für die Untersuchung moderner Legierungswerkstoffe. Sie eröffnet die Möglichkeit des Studiums von Clusterbildungen, Segregation und Ausscheidungsverhalten in nanostrukturierten Materialien und lieferte wichtige Beiträge im Verständnis von Wachstum und Umwandlungskinetik in nanokristalliner Phasen.

Als Beispiel ist hier in Abb.1 eine 3D-Rekonstruktion einer Analyse der Matrix eines kommerziellen Schnellarbeitsstahles, der pulvermetallurgisch hergestellt wurde (Böhler S390 Microclean), gezeigt. Das hier analysierte Volumen ist  $12 \times 12 \times 42 \text{ nm}^3$  (220 Atomlagen in die Tiefe). Das Tiefenprofil zeigt die hohe Homogenität des Materials mit feinstverteilten Ausscheidungen von lamellarer Struktur. Die vergrößert dargestellte Sekundärausscheidung von 0,3 nm Dicke und 2 nm Länge besteht überwiegend aus Chrom- und Vanadiumkarbiden, zusätzlich findet sich Molybdän eingelagert und Kobalt im Nahbereich angelagert. Die Atomsondenergebnisse unterstützen hier das Verständnis bezüglich der Mechanismen zur Steigerung der Warmhärte in Werkzeugstählen.

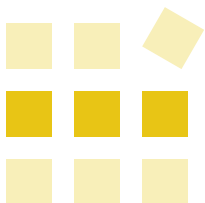
**Manfred Leisch**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik



**Abbildung 1:** 3D-Rekonstruktion einer Tiefenprofilanalyse ( $12 \times 12 \text{ nm}^2$ , 42 nm in die Tiefe): Matrix eines Kobalt-legierten Werkzeugstahles mit feinstverteilten Sekundärausscheidungen, vergrößertes Detail mit einer plättchenförmigen Ausscheidung (0,3 nm dick, ca. 2 nm Länge). Es sind nur die Positionen der Legierungsatome dargestellt, die Eisenatome sind transparent.

Methoden:	M1
Lösungen:	–
Institute:	I8
Kontakte:	K27



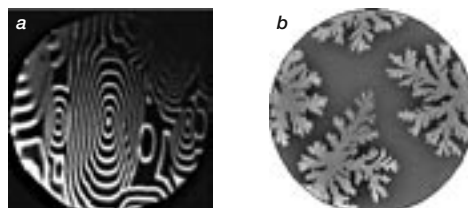
## Lösungen

### L41: Untersuchung von Reaktionswellenfronten

#### L41: Untersuchung von Reaktionswellenfronten auf Oberflächen und des Wachstums von Filmen organischer Halbleiter mittels PEEM

Die Leistungsfähigkeit von PEEM wurde als erstes durch die Beobachtung sogenannter Reaktionswellenfronten auf Oberflächen erkannt. Die Einwirkung bestimmter Gasgemische auf katalytische Oberflächen erzeugt Reaktionswellenfronten, die man mittels PEEM, aufgrund der Austrittsunterschiede der temporär auf der Oberfläche vorhandenen Adsorbate, beobachten kann. Die räumlich-zeitlichen Muster bestehen aus konzentrischen Ringen die sich von Defekten her ausbreiten. Die Reaktion kann in Echtzeit (d.h. 30 Bilder/s) während man die Reaktionsparameter Temperatur und Gaspartialdruck ändert, verfolgt werden. Zudem kann die Reaktion jederzeit angehalten werden, um die genaue Zusammensetzung spezieller Bereiche zu untersuchen. Abb. 1a zeigt eine Momentaufnahme der ( $\text{H}_2 + \text{NO} \Rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{N}_2$ )-Reaktion auf einer Rh-Oberfläche bei 250 °C, wobei die dunklen Ringe von Sauerstoff und die hellen Ringe von Stickstoff auf der Oberfläche herrühren.

In einer interessanten Anwendung wurde mit PEEM das Wachstum von Filmen organischer Halbleiter untersucht, wie Abb. 1b anhand der Momentaufnahme des Wachstums von Pentacene illustriert. Dieses Beispiel zeigt die nicht-destruktive Natur von PEEM, was besonders bei empfindlichen Proben einen großen Vorteil gegenüber seinem Gegenstück, dem Rasterelektronenmikroskop (SEM), darstellt. Ein Review der Photoelektronenmikroskopie und ihrer Anwendung in den Oberflächen- und Materialwissenschaften findet sich in [1].



**Abbildung 1:** (a) Reaktionswellenfronten auf Rh (Bildfeld = 500  $\mu\text{m}$ ). (b) Fraktalwachstum von Pentacene auf Si.

## L41: Untersuchung von Reaktionswellenfronten

### Literatur

- [1] **S. Günther, B. Kaulich, L. Gregoratti, M. Kiskinova** (2002) „*Photoelectron microscopy and applications in surface and materials science*“. Progress in Surface Science 70, 187–260.

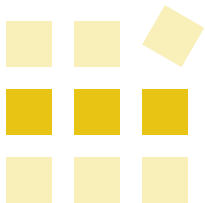
**Svetlozar Surnev, Michael Ramsey, Falko Netzer**

Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik,  
Oberflächen- und Grenzflächenphysik

Methoden:	M24
Lösungen:	—
Institute:	I11
Kontaote:	K36

Katalyse | organische Filme | PEEM | Pentazen | Photoemissions-Elektronenmikroskopie  
Reaktionswellenfront | Rhodium





## Lösungen

### L42: Wasserstoffdesorption von Vanadiumoberflächen

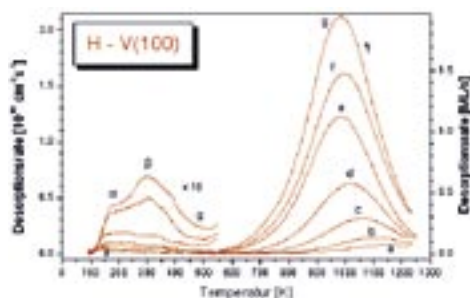
#### L42: Wasserstoffdesorption von Vanadiumoberflächen – Untersuchungen mittels TDS

Manche Metalle wie Palladium, Niob oder Vanadium haben die Eigenschaft große Mengen von Wasserstoff zu lösen. Der Übergang aus der Gasphase ins Volumen, und somit die Geschwindigkeit mit der Wasserstoff im Metall gespeichert werden kann, erfordert eine hohe Wahrscheinlichkeit für die dissoziative Adsorption auf der Oberfläche. Diese wiederum hängt wesentlich von der Struktur und chemischen Zusammensetzung (Verunreinigung) der Oberfläche ab. Umgekehrt wird bei Temperaturerhöhung der Metallproben der Wasserstoff wieder aus dem Volumen entweichen. Dies kann sehr gut mittels Thermischer Desorptionsspektroskopie (TDS) untersucht werden. In Abb. 1 sind Wasserstoffspektren für unterschiedliche Volumsbelastungen eines Vanadium(100)-Einkristalls zu sehen. Im Bereich zwischen 100 K–500 K desorbiert der auf der Oberfläche adsorbierte Wasserstoff, während bei hohen Temperaturen (1000 K) der im Volumen gelöste Wasserstoff über die Oberfläche rekombinativ desorbiert.

Adolf Winkler

Technische Universität Graz

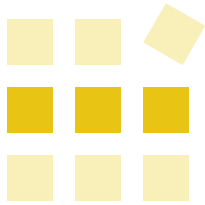
Institut für Festkörperphysik



**Abbildung 1:** Thermische Desorptionsspektren für unterschiedliche Wasserstoff-Volumsbelastungen eines Vanadium(100)-Einkristalls.

Methoden:	M41
Lösungen:	—
Institute:	18
Kontakte:	K50

Adsorption | Desorption | TDS | Thermische Desorptionsspektroskopie | Vanadium | Wasserstoff



## Lösungen

### L43: XPS-Untersuchungen an Titanoxid-Schichten

#### L43: XPS-Untersuchungen an Titanoxid-Schichten

Titanoxid ( $\text{TiO}_2$ ) weist neben guten dielektrischen Eigenschaften ( $\epsilon_r \sim 100$ ) auch einen hohen Brechungsindex von ca. 2,5 auf. Da sich  $\text{TiO}_2$  außerdem mit dem PLD (Pulsed Laser Deposition)-Verfahren i.A. sehr gut reaktiv abscheiden lässt, ist es für hochreflektierende optische Vielschichtsysteme ein aussichtsreicher Kandidat als Schichtmaterial mit hohem Brechungsindex.

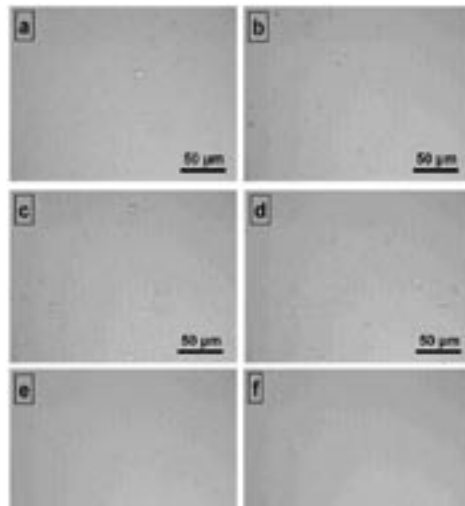
Die lichtmikroskopische Auswertung von mittels PLD hergestellten Proben ergibt tendenziell geringere Schichtdefekte (Droplets, Partikel) für niedrigere Laserstrahlungs-Intensitäten bei der Verdampfung (Abb. 1). Durch Variation des  $\text{O}_2$ -Flusses während der reaktiven Abscheidung ist nur ein geringer Einfluss auf die Schichtqualität erreichbar.

Für die XPS-Messungen mussten die Proben vor der Messung durch Sputtern gereinigt werden. Es zeigten sich unterschiedlich starke Verunreinigungen der Schichten, die sich ohne Reinigung bei der quantitativen XPS-Analyse stark auswirken würden. Die Peakposition des Ti-2p-Dubletts bei den ungereinigten Proben entspricht jedoch mit einem „chemical shift“ von 4,8 eV im Vergleich zum metallischen Peak genau jener des  $\text{TiO}_2$  (s. Abb. 2). Die Sputterreinigung der  $\text{TiO}_x$ -Schichten vor der XPS-Messung zeigte eine deutliche Reduktion des Materials (präferentielles Sputtern von Sauerstoff). Zum direkten Vergleich wurden die verschiedenen Proben gleich lange (20 Minuten) mit einer Sputterenergie von 500 eV von Kohlenstoffverunreinigungen befreit. Hier zeigt es sich, dass ein höherer

Sauerstofffluss während des reaktiven PLD-Prozesses eine stabilere  $\text{TiO}_2$ -Schicht erzeugt. Der relative Anteil des durch Sputtern reduzierten Titans ist bei höherem Sauerstofffluss geringer (s. Abb. 3).

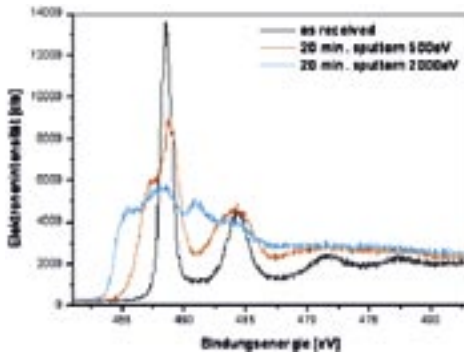
**Alexander Fian**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik

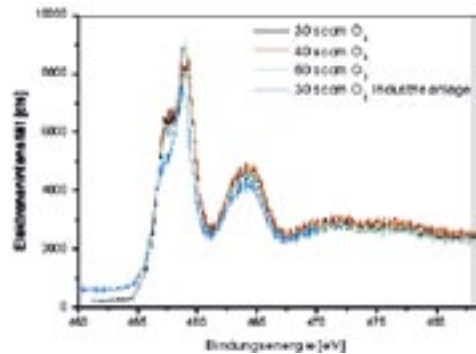


**Abbildung 1:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der durch Verdampfung aus einem metallischen Titan-Target bei 5 sccm (a,c,e) bzw. 30 sccm (b,d,f)  $\text{O}_2$ -Gasfluss und variierender Leistungsdichte des 1064 nm Laserstrahls auf dem Target abgeschiedene  $\text{TiO}_x$ -Schichten (Beschichtungsdauer: 45 min). Die Leistungsdichte wird durch die Fokuslage des Laserstrahls beschrieben, wobei kleine Abstände des Fokuspunkts des Laserstrahls hohe Leistungsdichten repräsentieren: (a,b) 8 cm, (c,d) 12 cm und (e,f) 24 cm.

## L43: XPS-Untersuchungen an Titanoxid-Schichten



**Abbildung 2:** XPS-Detaillaufnahme des Ti-2p-Dubletts bei ungereinigter Probe und nach Sputtern mit 500 eV bzw. 2000 eV der Schicht TiO<sub>2</sub>-16-FUPA aus einer PLD-Laboranlage mit 60 sccm Sauerstofffluss. Das Auftreten eines einzelnen Ti-2p-Dubletts mit einer Peakverschiebung von 4,8 eV im Vergleich zur Lage des metallischen Dubletts bei der ungereinigten Probe lässt auf einen vollständigen Ablauf der Reaktion zu TiO<sub>2</sub> schließen.





**Abbildung 3:** Detailscan des TiO<sub>2</sub>-2p-Dubletts bei unter verschiedenen Bedingungen hergestellten TiO<sub>2</sub>-Schichten. Alle Proben sind 20 Minuten mit 500 eV gesputtert. Der zu niedrigeren Bindungsenergien verschobene relative Anteil des Dubletts ist bei höherem Sauerstofffluss geringer.

Methoden:	M32
Lösungen:	—
Institute:	I10
Kontakte:	K7

chemische Zusammensetzung | ESCA | Koordinationszahlen | Oberflächenanalytik  
Röntgenphotoelektronenspektroskopie | Stöchiometrie | XPS

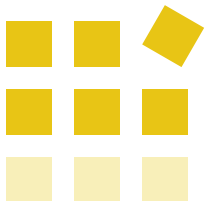




# Institute, Institutionen und Firmen







## Institutionen

### I1: Anton Paar GmbH

#### I1: Die Anton Paar GmbH

Die Anton Paar GmbH ist Produzent hochwertiger Mess- und Analysegeräte für Industrie und Forschung. In einigen Bereichen der Messtechnik sind wir Weltmarktführer. Seit der Gründung unseres Unternehmens sind der Innovationsgeist unserer Mitarbeiter und ihr ausgeprägter Hang zur Qualität unser Rückgrat.

Anton Paar stellt High-end-Geräte für die Materialforschung her, die der Charakterisierung und Optimierung von Materialeigenschaften dienen.

Unsere Röntgen-Kleinwinkelstreugeräte und Zusätze für die In-situ-Röntgendiffraktion erlauben eine schnelle Untersuchung der inneren Struktur von Substanzen bei verschiedenen Temperaturen und unterschiedlichen Atmosphären. Durch die Streuung von Röntgenstrahlen an den Atomlagen oder den Partikeln in der Probe erhält man detaillierte Aussagen über Materialstruktur und Materialbeschaffenheit.

Mit unserem Strömungspotenzial-Messgerät werden Wechselwirkungen an den Grenzflächen zwischen makroskopischen Festkörpern und Flüssigkeiten untersucht. Diese Wechselwirkungen führen zur Entstehung einer Oberflächenladung am Feststoff. Durch die Analyse dieser Grenzflächen mittels Strömungspotenzial-Messungen können definierte Oberflächenbeschaffenheiten erkannt und Materialien mit neuen Eigenschaften entwickelt werden.

Weitere Produktbereiche der Firma Anton Paar sind

- ◆ Dichte- und Konzentrationsmessung
- ◆ Rheometrie und Viskosimetrie
- ◆ Präparation für die Spurenanalyse und chemische Synthese
- ◆ Fertigung hochpräziser feinmechanischer Teile (Laser-, CNC-Fertigung, Verbindungstechniken)

# I1: Anton Paar GmbH

## Firmenstruktur

Gründung: 1922  
Eigentum: Santner Stiftung  
(gemeinnützige und  
mildtätige Stiftung)

## Management

Geschäftsführung: Dr. Friedrich Santner  
Aufsichtsrats-Vorsitzender: DI Ulrich Santner

## Eckdaten

Mitarbeiter: weltweit mehr  
als 600  
Umsatzwachstum: > 10% pro Jahr  
(im Durchschnitt der  
letzten 10 Jahre)  
Exportanteil: > 90%  
F&E-Ausgaben: > 20% des  
Umsatzes  
Qualitätsmanagement: ISO 9001:2000  
zertifiziert

***Ulrich Santner***  
*Anton Paar GmbH*

## Kontakt

### Anton Paar GmbH

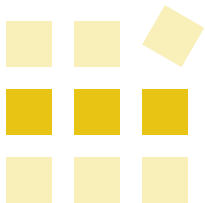
Anton-Paar-Straße 20  
8054 Graz, Austria  
Tel. +43 316 257-0  
Fax +43 316 257-257  
info@anton-paar.com  
www.anton-paar.com

*Geschäftsführer: Dr. Friedrich Santner*

Methoden: M15 | M35 | M36  
M38 | M43 | M45  
Lösungen: L21 | L33  
Institute: —  
Kontakte: K41

Analysegeräte | Elektronik | Feinmechanik | Materialforschung | Messgeräte | Messtechnik  
Röntgenkleinwinkelstreuung | SAXS | Zeta-Potenzial





## Institutionen

### I2: Die österreichische SAXS-Station in Triest, IBR, ÖAW

## I2: Die österreichische SAXS-Station am Synchrotron ELETTRA in Triest

Die Synchrotron-„Lichtmaschine“, die dem Grazer Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung (IBR) der Österreichischen Akademie der Wissenschaften bei ELETTRA in Triest zur Verfügung steht (s. Abb. 1), gehört zu den europaweit führenden Großforschungsanlagen, und ist zu einem äußerst wertvollen Werkzeug der industriellen Forschung geworden. Insbesondere die vom IBR aufgebaute Röntgenkleinwinkel-Messstation dient einer breiten Wissenschaftler-Klientel, welche aus ganz Europa zusammenkommt, um an vorderster Front Materialforschung zu betreiben. Genauso wie das IBR-Mutterinstitut in Graz sich ständig neuen Herausforderungen in der interdisziplinären Nanoforschung stellt, so unterliegt auch die IBR-Außenstelle in Triest dem ständigen Prozess wegweisender Weiterentwicklung und Neuerung.

Die IBR-Außenstelle wird vom Grazer Team unter der Leitung von Prof. Peter Laggner geführt und zählt heute zu den weltweit führenden Labors zur röntgenoptischen Erforschung von Nanostrukturen.



**Abbildung 1:** Am Synchrotron ELETTRA bei Triest betreibt das IBR eine hoch-innovative SAXS-Station.

## I2: Die österreichische SAXS-Station in Triest, IBR, ÖAW

Die intensive und brillante Lichtquelle von ELETTRA erlaubt aber nicht nur Fotos verschiedenster Materialien mit molekularer Auflösung zu schießen, sondern auch dynamische Prozesse quasi filmisch festzuhalten. So werden beispielsweise die Wirkungsweise von Oberflächensensoren oder die Effizienz neuer Antibiotika in Echtzeit erfasst. Die Liste zukunftssträchtiger Technologiefelder, welche von der IBR-Kamera vor Ort profitieren, ist lang: Medizinische Diagnostik, Herstellung von Nanopartikeln, Verbesserung von Lebensmittelstandards, Schaffung maßgeschneiderter Katalysatematerialien und die Entwicklung neuer Sicherheitstechniken („molekulare Strichcodes“) sind nur einige von vielen vielversprechenden Themenschwerpunkten.

**Peter Laggner**

*Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung*

**Österreichische Akademie der  
Wissenschaften  
Institut für Biophysik und  
Röntgenstrukturforschung**

Schmiedlstrasse 6  
8042 Graz, Austria  
Tel. +43 316 41 20 - 300  
Fax +43 316 41 20 - 390  
ibr.office@oeaw.ac.at  
www.ibr.oeaw.ac.at  
www.ibr.oeaw.ac.at/beamline/home.html

*Direktor: Univ.-Prof. Dr. Peter Laggner*

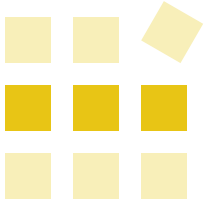
### Kontakt

**Österreichische Akademie der  
Wissenschaften  
Institut für Biophysik und  
Röntgenstrukturforschung  
c/o Sincrotrone Trieste,**

Strada Statale 14, km 163.5  
34012 Basovizza, Italien  
Tel. +39 040 375-0  
Fax +39 040 9380902  
www.elettra.trieste.it  
www.elettra.trieste.it/experiments/beamlines/saxs

Methoden:	M40   M35   M36
Lösungen:	L35
Institute:	—
Kontakte:	K25

Kleinwinkelstreuung | Nanostrukturforschung | Oberflächenstreuung | Österreichische SAXS-Station  
Röntgenbeugung/diffraktion, zeitaufgelöste | SAXS | Synchrotron ELETTRA | Weitwinkelstreuung



## Institutionen

### I3: Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft, ÖAW

## I3: Das Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft (ESI) der Österreichischen Akademie der Wissenschaften

Das Erich-Schmid-Institut (ESI) für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften wird in Personalunion mit dem Department Materialphysik der Montanuniversität Leoben von Prof. Dr. Gerhard Dehm geleitet. Der Schwerpunkt des ESI liegt in der Aufklärung und Beschreibung materialphysikalischer Grundlagenphänomene von Werkstoffen bis in Nanodimensionen. Am Institut befassen sich die ca. 50 MitarbeiterInnen mit den Themen

- ◆ Komplexe Materialien
- ◆ Plastizität und Bruch
- ◆ Hochverformung
- ◆ Nanomechanik
- ◆ Mikro- und Nanostruktur

In dem Themenfeld „Komplexe Materialien“ widmet sich das ESI den Struktur- und Eigenschaftsuntersuchungen von oftmals hierarchisch aufgebauten Werkstoffen mit Gefügemerkmalen im Nanometerbereich. Die Palette reicht von Legierungssystemen, metallischen Schichten, zellulären Werkstoffen, Verbundwerkstoffen bis zu biologischen Materialien.

Die Themenbereiche „Plastizität und Bruch“, „Hochverformung“ sowie „Nanomechanik“ bilden den Kern der mechanischen Eigenschaftsuntersuchungen am ESI und erstrecken sich über mehrere Größenordnungen in der Längenskala. Die Forschungsaktivitäten reichen von der Schadensanalyse am Bauteil bis hin zu Materialdefekten mit atomaren Dimensionen und von der Werkstoffoptimierung („Materials Design“) bis zur Synthese neuer nanokristalliner Werkstoffe durch „Hochverformung“.

Das Hauptziel des Bereiches „Plastizität und Bruch“ liegt in der Erforschung der Zusammenhänge zwischen dem lokalen Verformungs-, Schädigungs- und Bruchverhalten und dem lokalen Gefügebau für Modellwerkstoffe und technisch wichtige Materialsysteme, wie z. B. Metallmatrixverbundwerkstoffe, Mehrphasenstähle und Schichtsysteme. In den vergangenen Jahren wurde ein geeignetes Instrumentarium zur experimentellen Charakterisierung des lokalen Verformungs- und Bruchverhaltens entwickelt, mit dem wir weltweit führend sind.

### 13: Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft, ÖAW

Die Thematik „Hochverformung“, die am ESI in ein Christian-Doppler-Labor eingebettet ist, stellt eine neue Methode dar, bei relativ niedrigen Temperaturen mikro- oder nanokristalline Massivwerkstoffe in größeren Mengen aus Metallen, Legierungen, metallischen Verbundwerkstoffen und intermetallischen Werkstoffen zu erzeugen. Am Institut wurden drei Verfahren aufgebaut und weiter entwickelt. Das Ziel der Forschungsarbeiten ist es, die physikalischen Prozesse, die bei der Verformung und bei der Struktureinstellung ablaufen, besser zu verstehen, um so neuartige Werkstoffe mit besonderen mechanischen und physikalischen Eigenschaften erzeugen zu können.

In dem Forschungsfeld „Nanomechanik“ erfolgt die Bestimmung mechanischer Werkstoffeigenschaften im Mikro- und Nanometermaßstab. Miniaturisierte Zug-, Druck- und Biegeproben können mit einem Rasterionenmikroskop (FIB) aus Massivwerkstoffen sowie nanoskaligen Materialien gezielt herauspräpariert werden. Anschließend werden die Proben z.B. mit einer Nanoindentiervorrichtung verformt, um den Einfluss der Probengeometrie, von inneren Grenzflächen, Fremdphasen und Korngrenzen auf die Materialeigenschaften zu untersuchen. Das Thema „Nanomechanik“ bietet neben Anknüpfungspunkten zur Mikroelektronik, Mikrosystemtechnik und Sensortechnik auch die Möglichkeit wohl definierte Grundlagenuntersuchungen an technologisch relevanten Massivwerkstoffen (z. B. Stahl, Legierungen, Keramiken) mit nano-dimensionierten Fremdphasen durchzuführen.



Abbildung 1: Die Themenfelder des Erich-Schmid-Institutes für Materialwissenschaft.

### 13: Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft, ÖAW

Im Bereich „Mikro/Nanostruktur“ liegen die Schwerpunkte in der Aufklärung des inneren Aufbaus von Werkstoffen und in der Analyse von Defekten und ihrer Dynamik unter Berücksichtigung der Materialeigenschaften. Hierzu werden kommerziell verfügbare Methoden eingesetzt, weiterentwickelt, und neue Verfahren implementiert. Methodische Schwerpunkte stellen die mechanische Spannungsmessung (Dehnungsmessung) mit Hilfe von Röntgen- und Synchrotronstrahlung (z.B. ELETTRA, HASYLAB), die Röntgenkleinwinkelstreuung zur Analyse von nanodimensionierten Phasen und Poren, die Defektanalyse durch Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), die Rasterelektronenmikroskopie mit chemischer Analyse und Texturmessung, sowie die Rasterkraftmikroskopie (AFM) dar.

In allen Forschungsfeldern arbeiten wir intra- und interdisziplinär mit nationalen und internationalen Forschungseinrichtungen zusammen. Die Anbindung unserer Grundlagenforschung an innovative und industrierelevante Fragestellungen verfolgen wir durch gemeinsame Forschungsprojekte mit Partnern aus der Industrie.

**Gerhard Dehm**

Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

#### Kontakt

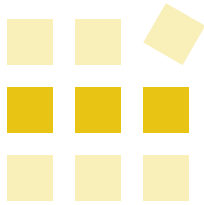
Österreichische Akademie der  
Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für  
Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria  
Tel. +43 38 42 804-112  
Fax +43 38 42 804-116  
akademie@unileoben.ac.at  
www.oeaw.ac.at/esi

*Direktor: Univ.-Prof. Dr. Gerhard Dehm*

Methoden:	M2   M10   M13   M15 M17   M18   M20   M27 M28   M33   M34   M35 M36   M40   M42
Lösungen:	L7   L11   L17   L19 L27   L28   L34
Institute:	—
Kontakte:	K5

Bruch | Hochverformung | komplexe Materialien | mechanische Eigenschaften | Mikrostrukturen  
Nanomechanik | Nanostrukturen | Plastizität



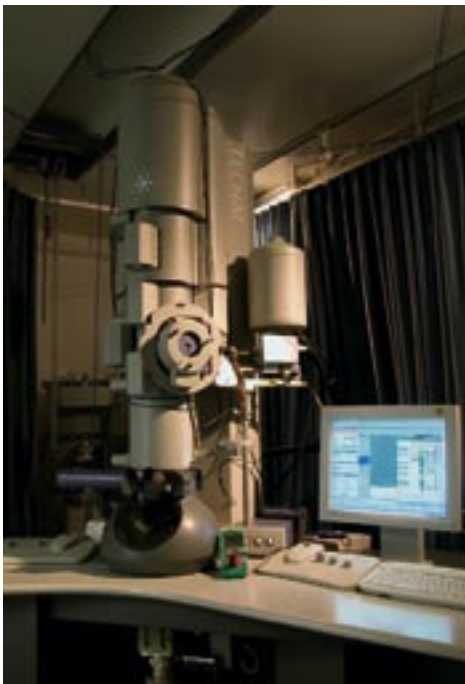
## Institutionen

### I4: FELMI-ZFE, TU Graz

#### I4: Das Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforschung der Technischen Universität Graz und das Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Das Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie (FELMI) der Technischen Universität Graz kooperiert mit dem Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz (ZFE Graz) des gemeinnützigen Vereines zur Förderung der Elektronenmikroskopie. Die Forschungsaktivitäten des Instituts konzentrieren sich auf die Entwicklung neuer mikroskopischer Untersuchungs- und Präparationsmethoden für die

Mikro- und Nanoanalytik von Werkstoffen, Bauelementen und Biomaterialien mittels Elektronenmikroskopie und verwandter mikroskopischer Methoden. Im Institut sind derzeit die leistungsfähigsten Elektronenmikroskope Österreichs im Einsatz. Das ZFE Graz kooperiert in erster Linie mit Klein- und Mittelbetrieben der österreichischen Wirtschaft und ist in die Austrian Cooperative Research (ACR) eingebunden. Die enge Zusammenarbeit im Forschungsverbund ermöglichte den Aufbau einer in Österreich einzigartigen Einrichtung, die sich durch ein hohes



**Abbildung 1:** Das Tecnai F20 Transmissionselektronenmikroskop.



18.00  $\mu\text{m}$  = 45 steps IPF [001]

**Abbildung 2:** Kristallographische Orientierung von Austenit in einer Schweißnaht (Elektronenrückstreuung im Rasterelektronenmikroskop; blau = 111-Orientierung).

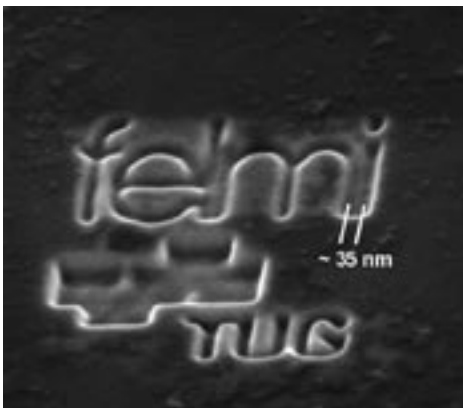
## I4: FELMI-ZFE, TU Graz

Maß an Interdisziplinarität und die enge Verbindung zwischen Grundlagenforschung und angewandter wirtschaftsnaher Forschung auszeichnet. Nationale und internationale Kooperationen mit führenden Forschungseinrichtungen sichern den hohen Standard unserer Forschungsarbeiten.

Im Forschungsverbund beschäftigen sich derzeit 45 Mitarbeiter und Mitarbeiterinnen mit folgenden Schwerpunkten:

- ◆ Mikrobereichsanalytik
- ◆ In-situ-Elektronenmikroskopie
- ◆ Nanoanalytik
- ◆ Nanostrukturierung von Bauelementen

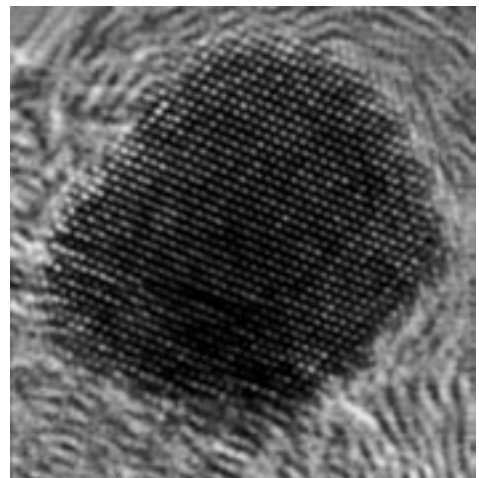
Im Bereich „Mikrobereichsanalytik“ konzentrieren sich die Arbeiten auf Entwicklungen in der Rasterelektronenmikroskopie (REM), mit der die meisten Festkörper, Werkstoffe und Bauelemente in Bezug auf Topographie, chemische Zusammensetzung und Kristallographie mit einer Auflösung von etwa 0,1 µm bis 1 µm charakterisiert werden können. Dazu werden Röntgenspektrometrie (EDXS) und Rückstreuелеktronenbeugung (EBSD) eingesetzt und mit modernen Methoden der Lichtmikroskopie



**Abbildung 3:** Schreiben mit einem fokussierten Ionenstrahl in der „Focused Ion Beam“-Anlage.

und der Rastersondenmikroskopien verknüpft. Im „klassischen“ Rasterelektronenmikroskop sind Untersuchungen nur im Hochvakuum möglich, feuchte Proben können daher nicht direkt untersucht werden. Mit der Einführung des „Environmental“-Rasterelektronenmikroskops (ESEM) können neuerdings auch feuchte bzw. Feuchtigkeit enthaltende Proben untersucht werden, wodurch der Einsatzbereich in vielfacher Hinsicht erweitert wird. Das Hauptziel des Forschungsbereichs „In-situ-Elektronenmikroskopie“ liegt in der Entwicklung von dynamischen Untersuchungsmethoden wie z. B. Zug- und Druckuntersuchungen an Polymeren und Verbundwerkstoffen, chemische Reaktionen in und auf Festkörpern bei verschiedenen Temperaturen (-170 °C bis 1500 °C) und unter verschiedenen Gasatmosphären.

Da die Mikrostruktur von Polymeren und Biomaterialien für die Optimierung der makroskopischen Eigenschaften eine immer größere Rolle spielt, wurden die Forschungsarbeiten auch auf Raman- und Infrarot-Mikrospektrometrie ausgedehnt. Damit können die am Institut hoch entwickelten Methoden für die morphologische Charakterisierung von



**Abbildung 4:** Hochauflösungs-TEM-Bild eines PtMo-Katalysator-Teilchens (Durchmesser 60 nm).



## I4: FELMI-ZFE, TU Graz

Polymeren (inkl. Kryomikroskopie) mit spektroskopischen Methoden, die Informationen über den chemischen Verbindungstyp und zur Verteilung chemischer Phasen mit  $\mu\text{m}$ -Auflösung liefern, mit neuen Methoden in der Licht- und Elektronenmikroskopie kombiniert werden. Im Forschungsbereich „Nanoanalytik“ liegt der Schwerpunkt auf dem Gebiet der Transmissionselektronenmikroskopie, mit der es möglich ist in das Innere von Festkörpern zu blicken, die Struktur von Festkörpern mit atomarer Auflösung aufzuklären, Defekte zu identifizieren und die chemische Zusammensetzung mit Nanometerauflösung zu messen. Hierzu werden methodische Entwicklungen im Bereich der sub-Nanometer-Analytik mittels Elektronenenergieverlustspektrometrie (EELS) und Energiefilterungsmikroskopie (EFTEM) vorangetrieben. Mit der weltweit zweiten Installation eines analytischen Hochauflösungselektronenmikroskops, das mit einem Monochromator für die Elektronenquelle ausgerüstet ist, konnte das Institut seine international anerkannte Themenführerschaft weiter ausbauen.

Das Hauptziel des neuen Schwerpunktes „Nanostrukturierung“ liegt in der Erforschung von lokalen Nanostrukturen und funktionellen Bauelementen. Dazu werden neue Präparations- und Untersuchungsmethoden entwickelt bzw. auf aktuelle materialwissenschaftliche Problemstellungen angewendet. Mit einer „Focused Ion Beam“-Anlage (FIB) werden Mikro- und Nanostrukturen mit neuen Eigenschaften präpariert und gleichzeitig in Bezug auf ihre Struktur und die lokalen physikalischen Eigenschaften charakterisiert. Aktuelle Forschungsarbeiten konzentrieren sich neben der Modifizierung von Halbleiterbauelementen auf die Entwicklung neuer Methoden für die 3D-Elementanalyse von technologisch relevanten Materialien.

**Ferdinand Hofer**

Technische Universität Graz

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und

Feinstrukturforschung

und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

### Kontakt

**Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie  
und Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz**

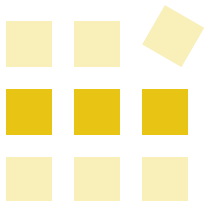
Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria  
Tel. +43 316 873-8320 bzw. -8321  
Fax +43 316 81 1596  
sekretariat@felmi-zfe.at  
www.felmi-zfe.tugraz.at

*Institutsleiter:*  
Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Ferdinand Hofer

Methoden: M2 | M6 | M8 | M10 | M11  
M13 | M17 | M21 | M26  
M27 | M30 | M39 | M44  
.....  
Lösungen: L4 | L10 | L20 | L22  
L29 | L30 | L36 | L39  
.....  
Institute: —  
.....  
Kontakte: K14  
.....

Dünnschichten | Infrarot-Mikroskopie | Mikrostrukturen | Nanostrukturen | Nanoteilchen  
Raman-Mikroskopie | Rasterelektronenmikroskopie | Transmissionselektronenmikroskopie





## Institutionen

### I5: HECUS XRS GmbH

## I5: Die HECUS XRS GmbH

Die HECUS XRS GmbH liefert Gesamtlösungen für die Nanostrukturanalyse mittels Röntgenklein- und -weitwinkelstreuung (Small-Angle X-ray Scattering, SAXS; Small- and Wide-Angle X-ray Scattering, SWAXS).

Das Unternehmen, mit Firmensitz in Graz, wurde 1996 als akademisches Spin-off gegründet. Das Ziel von HECUS war und ist es, SAXS von einer abschreckend komplexen Methode zu einem einfach anzuwendenden Werkzeug zu machen. Diese Überführung von „abgehobener“ Wissenschaft in Lösungen für reale Fragestellungen in Produktion, Qualitätskontrolle und technologischer Entwicklung erfordert ständigen Kontakt zwischen Anwendern und Forschern. Diese Einstellung spiegelt sich in den starken Wurzeln des Unternehmens in akademischen Institutionen (Prof. Peter Laggner, der Mitgründer von HECUS XRS GmbH, ist auch Direktor des Instituts für Biophysik und Röntgenstrukturforschung der Österreichischen Akademie der Wissenschaften) und dem vorteilhaften Zugang zur neuesten Technologie auf diesem Gebiet durch die Verbindungen zur österreichischen SAXS-Beamline am Synchrotron ELETTRA in Triest einerseits, und durch weitgespannte Kontakte in Forschung und Industrie andererseits.

Basierend auf der jahrzehntelangen Tradition der SAXS-Technologie in Graz, wo eines der besten röntgenoptischen Systeme – der Kratky-Kollimator – konzipiert und realisiert wurde, entwickelte HECUS die SAXS-Technologie in Hinblick auf praktische Erfordernisse konsequent weiter. Als Resultat stellen HECUS-Systeme heute die weitest entwickelten Lösungen hinsichtlich

- ◆ Benutzerfreundlichkeit
- ◆ Ausrichtung auf Kundenbedürfnisse
- ◆ Kundenbetreuung vor und nach dem Kauf
- ◆ Verlässlichkeit, kurze Messzeiten und Präzision, sowie
- ◆ Kostengünstigkeit

dar.

**Peter M. Abuja**  
HECUS XRS GmbH

## I5: HECUS XRS GmbH

### Kontakt

#### HECUS XRS GmbH

Reininghausstrasse 13a

8020 Graz, Austria

Tel. +43 316 48 11 18

Fax +43 316 48 11 18 -20

office@hecus.at

www.hecus.at

*Geschäftsführer: Univ.-Prof. Dr. Peter Laggner*

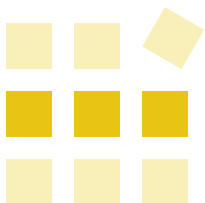
Methoden: M14 | M35 | M36 | M40

Lösungen: L9 | L24

Institute: I2

Kontakte: K25 | K26

Kratky-Kollimator | Nanostrukturanalyse | Nanostrukturen | Röntgenkleinwinkelstreuung  
Röntgenweitwinkelstreuung | SAXS | SWAXS | Synchrotron | WAXS



## Institutionen

### I6: Institut für Chemie, KFUGraz

## I6: Das Institut für Chemie der Karl-Franzens-Universität Graz

Das Institut für Chemie (IfC) der Karl-Franzens-Universität Graz entstand im Jahr 1999 durch den Zusammenschluss der Institute für Analytische, Anorganische, Organische, Physikalische und Theoretische Chemie. Wir sehen es als unsere Aufgabe, Forschung und Lehre auf internationalem Niveau durchzuführen. Essentielle Werte sind für uns Chancengleichheit und der achtungsvolle Umgang miteinander. Ständige Weiterbildung und optimale Nachwuchsförderung sind uns wichtig. Wir bieten ambitionierten WissenschaftlerInnen eine Arbeitsumgebung, in der sie sich in der Forschung und in der Lehre entfalten können. Es ist uns ein Anliegen, verantwortungsbewusst gegenüber unserer Umwelt und der Gesellschaft zu handeln und das Ansehen der Chemie in der Bevölkerung zu heben.

Grundlagenforschung und angewandte Forschung höchster Qualität sind unser Ziel. Die am Institut für Chemie angesiedelten Forschungsschwerpunkte Biokatalyse, Nachwachsende Rohstoffe, Polysaccharidinitiative, Strukturbiologie, Umwelt- und Spurenanalytik und weiche kondensierte Materie decken ein breites Spektrum der Chemie ab und qualifizieren das Institut für Chemie als kompetenten Partner für interdisziplinäre Fragestellungen. Laufende Auftragsarbeiten, Beratertätigkeit und Kooperationen machen uns zum gefragten Partner für Öffentlichkeit und Industrie.

Das Labor an der KFUG ist für experimentelle Untersuchungen in den genannten Forschungsschwerpunkten optimal ausgerüstet. Darüber hinaus werden modernste Algorithmen zur Datenauswertung im Hause entwickelt und gewährleistet somit die kompetente Interpretation der Daten.

## I6: Institut für Chemie, KFU Graz

Das IfC ist in das Kooperationsprojekt NAWI Graz, welches zu einer in Österreich einzigartigen strategischen Partnerschaft zwischen der Universität Graz und der Technischen Universität Graz führen wird, integriert.

Das Institut für Chemie ist in dem von der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Graz im Wintersemester 2002/2003 eingerichteten „Center für Nanostrukturforschung und Nanoanalytik“ (CNNA), gemeinsam mit dem Institut für Physik der Universität Graz, vertreten. Außerdem unterhält das IfC enge Kooperationen mit anderen steirischen Forschungseinrichtungen sowie der Industrie und ist intensiv am Aufbau der steirischen Nanotechnologieinitiative NANONET-Styria und an dessen Leitprojekt „Nanoanalytik“ beteiligt. Seit vielen Jahren werden am IfC Geräte für die Nanoanalytik entwickelt.

**Otto Glatter**

Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Chemie

## Kontakt

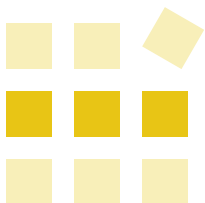
**Karl-Franzens-Universität Graz**  
**Institut für Chemie**

Heinrichstrasse 28  
8010 Graz, Austria  
Tel. +43 316 380-54 10  
Fax +43 316 380-98 50  
sekretariat.ifc@uni-graz.at  
www.kfunigraz.ac.at/chewww/chemie.html  
physchem.kfunigraz.ac.at/sm

*Institutsleiter:*  
*Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Otto Glatter*

Methoden:	M4   M35   M36 M40   M45
Lösungen:	—
Institute:	—
Kontakte:	K9

DLS | Dynamische Lichtstreuung | Röntgenkleinwinkelstreuung | Röntgenweitwinkelstreuung  
SAXS | Streumethoden | WAXS



## Institutionen

### 17: Institut für Chemische Prozessentwicklung und -kontrolle, JR

## 17: Das Institut für Chemische Prozessentwicklung und -kontrolle der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

### Leitbild

Das Institut ist ein flexibler und zuverlässiger Forschungspartner für Industrie und Gewerbe und bietet kundenorientierte Lösungen von Entwicklungsaufgaben auf einem hohen technologischen Niveau in zwei Bereichen:

- ◆ Grenzflächenprozesse und Prozessentwicklung
- ◆ Sensorik und Prozessüberwachung

Die umfassende Problemlösungskapazität wird durch ausgedehnte nationale und internationale Kontakte und Kooperationen erweitert.

Das Institut steht für:

- ◆ Technologietransfer – Entwicklungen für die Industrie in den Bereichen (optochemische) Sensorik und Grenzflächenprozesse
- ◆ Systementwicklung neuer Sensortechnologien für Anwendungen in der Humantechnologie und Prozessüberwachung (umfassende Entwicklungskompetenz in Optik, Elektronik, Chemie, Physik)
- ◆ Systementwicklung von Grenzflächenprozessen im Bereich Humantechnologie, Materialentwicklung und Nanotechnologie
- ◆ Entwicklung ressourcenschonender chemischer/physikalischer Prozesse

### Forschungsschwerpunkte

Das Institut befasst sich intensiv mit zwei Themengebieten, die auch miteinander vernetzt sind: der Untersuchung von Prozessen an der Fest/Flüssig-Grenzfläche und der Entwicklung von Sensorsystemen zur kontinuierlichen Erfassung chemischer Parameter. Das Institut ist ein anerkannter Technologieträger in diesen zwei Bereichen, die auch die entsprechenden Forschungsschwerpunkte bilden:

- ◆ Grenzflächenprozesse und Prozessentwicklung
- ◆ Sensorik und Prozessüberwachung

Die Forschungsschwerpunkte entsprechen den von der EU und dem Österreichischen Rat für Forschung und Technologieentwicklung definierten Schwerpunktbereichen und sind in nationale und internationale Programme integriert. Der Forschungsschwerpunkt „Grenzflächenprozesse und Prozessentwicklung“ ist mit seinen technologisch orientierten Projekten eingebunden in die Programmlinie „Fabrik der Zukunft“ (Nutzung nachwachsender Rohstoffe für technisch hochwertige Materialien), in EUREKA-Projekte und in die Österreichische NANO Initiative.

## 17: Institut für Chemische Prozessentwicklung und -kontrolle, JR

Der Forschungsschwerpunkt „Sensorik und Prozessüberwachung“ ist mit EU-, bilateralen und nationalen Projekten in die Entwicklung von Systemen zur Umweltüberwachung eingebunden; Forschungsaktivitäten zur kontinuierlichen Überwachung technologischer Prozesse und im Bereich Sicherheitstechnologie werden konsequent weiterverfolgt.

Die technologischen Kernkompetenzen umfassen optochemische, spektroskopische und optische Verfahren, zu deren Verwirklichung Grenzflächenprozesse und Nanotechnologien von Bedeutung sind.

Das Institut hat umfangreiche nationale und internationale Kontakte und Kooperationen, die zur Bildung von Kompetenzfeldern führen und den AuftraggeberInnen eine verbesserte Problemlösungskapazität bieten.

### Grenzflächenprozesse und Prozessentwicklung

Das Institut hat umfassende Kenntnisse in Grenzflächenprozessen (interface processes/surface processes), die vom Makro- bis zum Nanomaßstab reichen und große Bereiche industrieller wie auch biologisch/medizinischer Prozesse umfassen.

Die konkreten Forschungs- und Entwicklungstätigkeiten orientieren sich am Bedarf der Industrie und an den in Österreich und der EU definierten Schwerpunktbereichen:

- ◆ Entwicklung von Nano-Beschichtungsmaterialien für technologische Anwendungen.
- ◆ Oberflächenveredelung humanteknischer/medizinischer Systeme und Entwicklung von Beschichtungen für eine kontinuierliche Wirkstoff-Freisetzung.
- ◆ Entwicklung definierter Oberflächenarchitekturen für organisch-elektronische Bausteine und für die Sensorik.
- ◆ Entwicklung produktionsintegrierter Trennverfahren, besonders von Membrantrennverfahren für Prozesswässer zum Einsatz in der Lebensmittelindustrie sowie metallver- und -bearbeitenden Industrie.

### Sensorik und Prozessüberwachung

Das Institut hat umfangreiche Kenntnisse in der optochemischen Sensorik und anderen sensorischen Methoden zur Überwachung technologischer und biologischer Prozesse. Schwerpunkt ist ein optochemisches Gesamtsystem, das zur Messung von Sauerstoff in der Gasphase und in der flüssigen Phase entwickelt wurde. Zurzeit ist dieses System in der industriellen Umsetzungsphase, und darauf aufbauend werden Methoden für andere Analyte entwickelt werden.

Die konkreten Forschungs- und Entwicklungstätigkeiten orientieren sich am Bedarf der Industrie und der Öffentlichkeit, besonders was die Aspekte zur medizinischen Überwachung und zur Sicherheitstechnologie betrifft:

- ◆ Umsetzung der vorhandenen optochemischen Sensortechnologie für Sauerstoff in der Lebensmittelüberwachung und Prozesskontrolle
- ◆ Entwicklung neuer Sensorsysteme für CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> und andere Analyten
- ◆ Entwicklung eines Sensorsystems für die kontinuierliche Überwachung von Luft und Wasser in Ballungsräumen

## 17: Institut für Chemische Prozessentwicklung und -kontrolle, JR

- ◆ Entwicklung eines Sensorsystems für die Erfassung metabolischer Vorgänge bei Intensivpatienten
- ◆ Aufbau eines neuen Sensorprinzips für biochemische Analyte, das hohe Selektivität aufweist.

### Spezifische Forschungsaktivitäten im Bereich Nano

- ◆ Erstellung stabiler Dispersionen von Nano-Partikeln
- ◆ Charakterisierung von Nano-Partikeln (Größe, Oberflächenladung)
- ◆ Abscheidung von Nano-Partikeln an Grenzflächen und Integration von Nano-Partikeln in Polymermaterialien zur Erzeugung neuer mechanischer, optischer und chemischer Eigenschaften.
- ◆ Aufbau definierter Schicht-Architekturen im Nano-Maßstab unter Einsatz von Nano-Partikeln und Polyelektrolyten.

Neben einer Reihe klassischer Methoden zur Charakterisierung ist die Messung der Oberflächenladung und des Zeta-Potenzials eine wesentliche Information zum Verständnis der Stabilität und Wechselwirkung von Nano-Systemen untereinander und mit makroskopischen Grenzflächen.

**Volker Ribitsch**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

Institut für Chemische Prozessentwicklung  
und -kontrolle

### Kontakt

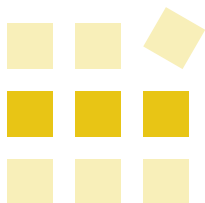
**JOANNEUM RESEARCH**  
**Forschungsgesellschaft mbH**  
**Institut für Chemische Prozessentwicklung  
und -kontrolle**

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria  
Tel. +43 316 876-1220  
Fax +43 316 876-1230  
cpk@joanneum.at  
www.joanneum.at/cpk

*Institutsleiter: Ao. Univ.-Prof. Dr. Volker Ribitsch*

Methoden:	M45
Lösungen:	L12
Institute:	—
Kontakte:	K39

Adsorption | Beschichtungen | chemische Prozesse | Dispersionen | Dünnschichten  
Elektrokinetik | Elektrophorese | Fasern | Faseroptik | Grenzflächen | Kolloide | Membranen  
Nanopartikel | Oberflächen | Oberflächenladung | Oberflächenmodifikation | Pigmente | Polymere  
Prozesskontrolle | Sauerstoff-Messung | Self-Assembly | Sensoren | Sensorik, optochemische  
Tenside | Zeta-Potenzial



## Institutionen

### I8: Institut für Festkörperphysik, TU Graz

## I8: Das Institut für Festkörperphysik der Technischen Universität Graz

Das Institut für Festkörperphysik der Technischen Universität Graz befasst sich mit festkörperphysikalischen sowie Oberflächen- und Bauelement-spezifischen Fragestellungen im Zusammenhang mit neuartigen mikro- und nanoskaligen Materialien.

Im Rahmen der Arbeiten im Bereich der oberflächenphysikalischen Charakterisierungsmethoden kommen Auger- und Photoelektronen-Spektroskopie sowie Elektronenbeugung und Infrarot-Spektroskopie zur Anwendung. Diese Methoden werden vor allem für das Studium der Wechselwirkung von einfachen anorganischen und organischen Molekülen mit metallischen Oberflächen eingesetzt. Für oberflächenphysikalische Untersuchungen mit lateraler Auflösung stehen ein Rastertunnelmikroskop und ein analytisches Feldionen-Mikroskop zur Verfügung.

Die Forschungsaktivitäten im Bereich organische Halbleiter am Institut für Festkörperphysik umfassen die strukturelle, elektronische und optische Charakterisierung von konjugierten organischen Materialien (d.h. organischen Halbleitern) und deren Einsatz in elektronischen und optoelektronischen Bauelementen wie Licht emittierenden Dünnschichtbauelementen und Solarzellen.

Ein Großteil der Eigenschaften organischer Dünnschichten wie Ladungstransport und Effizienz der Lichtausbeute werden u.a. durch die Anordnung der Moleküle im Festkörper sowie durch die daraus entstehenden Wechselwirkungen bestimmt, also durch die Ordnung der Moleküle in der Dimension ihrer Größe im Nanometer-Bereich. Besonderes Augenmerk in der derzeitigen Forschung wird daher auf das Wachstum sowie auf Struktur- und Eigenschaftsoptimierung dünner Schichten organischer Oligomere und Polymere auf verschiedenen Substraten gelegt. Dabei sollen Ordnungs- und Selbstorganisationseffekte im Nanometerbereich ausgenutzt werden, um die gewünschten Texturen zu erzielen, sowie Ladungstransport, Exzitonbildung (z.B. in organischen Quantum-Well-Strukturen) und die Emissions-Quantenausbeute zu optimieren. Diese Arbeiten bilden die Grundlage zur Realisierung von neuen optischen und elektronischen Strukturen und Bauelementen.

Eine gezielte Optimierung der Materialeigenschaften erfordert eine genaue Kenntnis der strukturellen, elektronischen und optischen Eigenschaften der untersuchten Materialien. Dies erreicht das Institut für Festkörperphysik durch die Kombination verschiedener spektroskopischer und diffraktometrischer Methoden in Verbindung mit quantenchemischen Simulations-Rechnungen und durch intensive Zusammenarbeit mit zahlreichen nationalen und internationalen Kooperationspartnern.



### Laufende Projekte

- ◆ Christian-Doppler-Labor „Advanced Functional Materials“
- ◆ SFB „Elektroaktive Stoffe“
- ◆ RTN-Network EUROFET
- ◆ FWF-Clusterprojekt („Growth of organic molecules“)

### Wissenschaftliche Kooperationspartner

#### National

- ◆ Institut für Chemische Technologie Organischer Stoffe, Technische Universität Graz
- ◆ Institut für Theoretische Physik, Karl-Franzens-Universität Graz
- ◆ Institut für Experimentalphysik, Technische Universität Graz
- ◆ Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung, Österreichische Akademie der Wissenschaften
- ◆ Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforschung, Technische Universität Graz
- ◆ Institut für Experimentalphysik, Karl-Franzens-Universität Graz
- ◆ Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft, Österreichische Akademie der Wissenschaften
- ◆ Institut für Halbleiter- und Festkörperphysik, Johannes-Kepler-Universität Linz
- ◆ Institut für Physikalische Chemie, Johannes-Kepler-Universität Linz

#### International

- ◆ Max-Planck-Institut für Polymerforschung, Mainz, Deutschland
- ◆ University of Florida, Dpt. Organic Chemistry, Gainesville, USA
- ◆ US-DOE-Ames Laboratory, Iowa State University, Ames, USA
- ◆ Dipartimento di Fisica, Politecnico di Milano, Mailand, Italien
- ◆ Center for Research in Molecular Electronics and Photonics, University of Mons-Hainaut, Belgien
- ◆ Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung, Dresden, Deutschland
- ◆ Institute for Chemistry, Chinese Academy of Science, Peking, China
- ◆ Institut Charles Sadron, Strasbourg, Frankreich
- ◆ National Institute for Industrial Science and Technology, Tsukuba, Japan

#### Firmen

- ◆ Anton Paar GmbH
- ◆ AT&S AG
- ◆ LUMITECH Produktion und Entwicklung GmbH

**Hartmut Kahlert**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

## I8: Institut für Festkörperphysik, TU Graz

### Kontakt

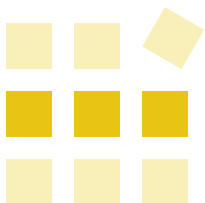
**Technische Universität Graz**  
**Institut für Festkörperphysik**

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria  
Tel. +43 316 873-8461  
Fax +43 316 873-8466  
kahlert@tugraz.at  
www.if.tugraz.at

*Institutsleiter: O.Univ.-Prof. Dr. Hartmut Kahlert*

Methoden:	M1   M3   M7   M20 M31   M32   M34   M35 M36   M37   M41
Lösungen:	L8   L13   L25   L32 L38   L40   L42
Institute:	—
Kontakte:	K17

Elektronik, Organische | Halbleiter, organische | Oberflächenphysik



## Institutionen

### I9: Institut für Materialphysik, TU Graz

## I9: Das Institut für Materialphysik der Technischen Universität Graz

Das Institut für Materialphysik der Technischen Universität Graz befasst sich mit grundlagen- und anwendungsorientierter Materialforschung mit den Schwerpunkten *Nanostrukturierte Funktionsmaterialien* sowie *Physik atomarer Fehlstellen*. Nanokristalline Materialien (Metalle, Oxide, Komposite) werden am Institut insbesondere über Clusterrouden hergestellt und im Hinblick auf Funktionseigenschaften, wie beispielsweise durchstimmbare elektronische Eigenschaften, untersucht. Untersuchungen der atomaren Diffusion in Grenzflächen nanokristalliner Materialien zielen auf das Verständnis von anwendungsrelevanten Eigenschaften dieser Materialien, wie erhöhte Duktilität, schnelle Ionenleitung oder diffusionsinduzierte magnetische Anisotropie. Arbeiten zur Fehlstellenphysik befassen sich mit Untersuchungen von Leerstellen in Halbleitern und Legierungen sowie von freien Volumen in ungeordneten Materialien mit der hochspezifischen Methode der Positronenzerstrahlung (Positronenannihilation). Zusätzlich werden am Institut Aspekte des Strahlenschutzes und der Medizintechnik bearbeitet.

## Aktivitäten des Institutes im Bereich Nanoanalytik

- A) **Röntgenbeugung nanokristalliner Materialien** zur Bestimmung von Kristallitgrößen, Mikroverzerrungen (Microstrain) und planaren Defekten (Stapelfehler, Zwillinge). Diese Methode wird am Institut insbesondere zur Untersuchung nanokristalliner Metalle, Legierungen und Oxide eingesetzt. Hierfür steht ein Pulverdiffraktometer Bruker D8 Advance mit Sekundärmonochromator und Szintillationszähler zur Verfügung.
- B) **Positronenzerstrahlung** zum Nachweis und zur Charakterisierung der lokalen chemischen Umgebung von Gitterleerstellen, subnanoskaligen Poren sowie strukturellen freien Grenzflächenvolumen in nanostrukturierten Materialien.

## I9: Institut für Materialphysik, TU Graz

Diese Methode wird am Institut insbesondere zur Untersuchung von Grenzflächen in nanokristallinen Metallen und Legierungen, zum chemisch empfindlichen Nachweis von Leerstellen in Legierungen und Verbindungshalbleitern sowie zur Untersuchung freier Volumen in Polymeren eingesetzt. Für die Untersuchungen stehen moderne Positronlebensdauerspektrometer mit hoher Zeitauflösung sowie hochauflösende Spektrometer zur ein- und zweidimensionalen Messung der Dopplerverbreiterung der Positron-Elektron-Annihilationsstrahlung zur Verfügung.

### **Roland Würschum**

*Technische Universität Graz  
Institut für Materialphysik*

## Kontakt

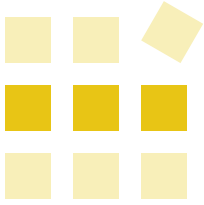
### **Technische Universität Graz Institut für Materialphysik**

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria  
Tel +43 316 873-8481  
Fax +43 316 873-8980  
imp@tugraz.at  
www.imp.tugraz.at  
www.imp.tugraz.at/  
AG\_Nanostrukturierte\_Materialien.htm

*Institutsleiter: Univ.-Prof. Dr. Roland Würschum*

Methoden:	M25   M33
Lösungen:	L3
Institute:	—
Kontakte:	K51

Defekte, atomare | Materialphysik | nanokristalline Materialien | Positronenannihilation  
Röntgenbeugung/diffraktion



## Institutionen

I10: Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik, JR

### I10: Das Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

Das Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik liefert mit dem Design und der Herstellung neuartiger optoelektronischer und photonischer Bauelemente und Systeme die Grundlagen für die ständig wachsende Palette technischer Anwendungen von innovativen nanostrukturierten Materialien. Durch enge Kooperation mit der Industrie werden Unternehmen aktiv bei der Einführung neuer Technologien unterstützt – von der Materialanalyse und -charakterisierung über Aufbringung und Strukturierung, die Herstellung von Labormustern, die Entwicklung von Fertigungsprozessen bis hin zur Integration in bestehende Produktionsanlagen.

#### Angebot

- ◆ Untersuchung und Fehleranalyse von Materialien, Werkstoffen und Produkten
- ◆ Analytik, Charakterisierung und Strukturierung von Materialien und Werkstoffen
- ◆ Entwicklung neuartiger Methoden und Prozesse für die Herstellung optoelektronischer Bauelemente, einschließlich 3D-Strukturierung
- ◆ Beratung von Firmen und Forschungseinrichtungen

#### Kompetenz

Das Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik bietet eine einzigartige Methodenvielfalt zur Analytik, Charakterisierung und Strukturierung von Materialien. Im Know-how unserer Experten verbinden sich Erkenntnisse aus der universitären und außeruniversitären Spitzenforschung mit langjähriger Erfahrung in der Auftragsforschung für einheimische Unternehmen und Industriepartner aus Fernost. Die Palette der erfolgreichen Kooperationen und Forschungsprojekte reicht dabei von der Optoelektronik bis zur Metallverarbeitung.

#### Vorteile

- ◆ Alle Dienstleistungen von der Analyse bis zur Strukturierung unter einem Dach
- ◆ Breite Palette unterschiedlichster Analysemethoden vom Makrobereich bis zur molekularen/atomaren Ebene
- ◆ Verbesserte Marktchancen durch fundierte wissenschaftliche Unterstützung in der Entwicklung neuer, intelligenter Produkte

## Methoden

Die hochmoderne Geräteausstattung auf insgesamt 300m<sup>2</sup> Laborfläche und ein Reinraum der Reinheitsklasse 100 (Klasse 5 gemäß ISO 14644) ermöglichen eine breite Palette von Analysen nach höchsten industriellen Qualitätsstandards.

## Analyse & Charakterisierung

### Rastersondentechniken

- ◆ Röntgen- und Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie (XPS/UPS)
- ◆ Rasterkraftmikroskopie (AFM) und Profilometrie
- ◆ Rasterelektronenmikroskopie (REM)
- ◆ Rastertunnelmikroskopie (STM)

### Optische Methoden

- ◆ Spektroskopische Ellipsometrie (VASE)
- ◆ UV-VIS-NIR-Spektrophotometrie
- ◆ UV-VIS-NIR-Fluoreszenzspektrometrie
- ◆ Stereo- und Auflicht- / Durchlichtmikroskopie mit Polarisationseinheit
- ◆ Optische Simulation

### Elektrische Methoden und Geräte

- ◆ Spitzenmessplatz mit 2 Parameteranalysatoren
- ◆ Induktivitäts-, Kapazitäts- und Widerstandsmessungen
- ◆ Strom-Spannungsmessungen mit Picoamperemeter, Elektrometer
- ◆ Photostrommessanlage mit Lock-in-Verstärker
- ◆ Messung raumladungsbegrenzter Ströme (SCLC)

### Aufbringung & Strukturierung

- ◆ Photolithographie mit Nasschemiebank, Maskenbelichter
- ◆ Elektronenstrahlolithographie
- ◆ Reaktives Ionenätzen (Halogengase, Inertgase, Sauerstoff) für organische und anorganische Materialien
- ◆ Beschichtungsanlagen im Hochvakuum- und Ultrahochvakuumbereich für organische und anorganische Materialien (thermisch, Elektronenstrahlverdampfer, RF-Sputtern)
- ◆ Spincoating mit Autodispenssystem
- ◆ Nanoimprint-Lithographie (Hot Embossing und UV-Imprinting)
- ◆ 3D-Lasermikrostrukturierung photosensitiver Polymermaterialien auf Basis von Zweiphotonenabsorption

**Werner Rom, Günther Leising**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik

## Kontakt

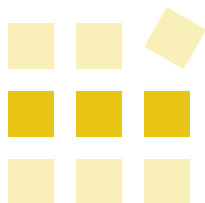
**JOANNEUM RESEARCH**  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien  
und Photonik

Franz-Pichler-Straße 30  
8160 Weiz, Austria  
Tel. +43 316 876-2700  
Fax: +43 316 876-2710  
nmp@joanneum.at  
www.joanneum.at/nmp

*Institutsleiter: Ao. Univ.-Prof. Dr. Günther Leising*

Methoden:	M9   M27   M28 M29   M31
Lösungen:	L2   L5   L43
Institute:	—
Kontakte:	K28

Beratung | Elektronik, Organische | Fehleranalyse | Integration | nanostrukturierte Materialien  
Prozessunterstützung



## Institutionen

### I11: Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik, KFU Graz

#### I11: Das Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik, der Karl-Franzens-Universität Graz

Der Bereich Experimentalphysik des Instituts für Physik der Karl-Franzens-Universität Graz umfasst nachfolgende Bereiche:

- ◆ Oberflächen- und Grenzflächenphysik
- ◆ Optik und Lasertechnik/Nanooptik
- ◆ Magnetometrie und Photonik
- ◆ Optik und Lasertechnik/Sensorik
- ◆ Ramanspektroskopie

Die Abteilung „Oberflächen- und Grenzflächenphysik“ ist an zahlreichen Projekten an der Schnittstelle internationaler Bestrebungen in den Nanowissenschaften beteiligt. Sie zählt zu den international führenden Gruppen in der atomar auflösenden Rastersondenmikroskopie und den auf Synchrotronstrahlung basierenden elektronenspektroskopischen Verfahren zur Untersuchung organischer wie anorganischer Nanostrukturen. Die Gruppe koordinierte bis 2003 den Forschungsschwerpunkt „Gas-Oberflächen-Wechselwirkungen“ des Österreichischen Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (FWF). Dieses Projekt vereinigte die hauptbeteiligten Gruppen Österreichs aus den Bereichen der Oberflächenphysik und -chemie. Schon in den 8 Jahren davor war die Gruppe führend am Spezialforschungsbereich (SFB) „Elektroaktive Materialien“ des FWF beteiligt, welcher sich die Untersuchung der Grenzschichten und molekularen Architektur organischer Halbleiter zur Aufgabe stellte. Seit 2003/2004 wurde unter der Koordination von Prof. Dr. F. Netzer ein neuer

Forschungsschwerpunkt „Nanowissenschaften auf Oberflächen“ eingebracht. Die Forschungsgruppe ist auch Mitglied eines Europäischen Netzwerks, welche das Wachstum und die Supraorganisation von Übergangs- und Edelmetall-Nanoclustern untersucht. Die Arbeiten werden häufig an den europäischen Synchrotron-Strahlungsquellen MAX II (Schweden), ELLETRA (Italien) und BESSY II (Deutschland) durchgeführt.

Die Abteilung „Optik und Lasertechnik/Nanooptik“ unter der ehemaligen Leitung von Prof. Dr. F. Aussenegg setzt eine lange Tradition des Instituts in der Optik-Forschung fort. So wurde der erste Rubin-Laser Österreichs nach Erfindung des Lasers überhaupt im Jahre 1964 an diesem Institut gebaut. Nach Forschungen auf dem Gebiet ultrakurzer Laserimpulse, der Raman- und Fluoreszenzspektroskopie fokussierte sich die Gruppe auf das Gebiet der Nanoplasmonics, wo versucht wird mit Hilfe einer Subwellenlängenoptik die Verbindung der Optik mit der Festkörperelektronik herzustellen. Einer der Mitarbeiter aus dieser Gruppe (Dr. Leitner) baute das erste Rastertunnelmikroskop in Österreich. Mit der Anwerbung des Europäischen Networks of Excellence „Plasmo-Nano-Devices“ und eines EU-Projekts „Surface Plasmon Photonics“ unter der Leitung von Dr. J. Krenn erlangte die Gruppe internationale Reputation, wodurch im Jahre 2005 die Internationale Konferenz „Surface Plasmon Photonics 2“ nach Graz gebracht werden konnte. Aus der ursprünglichen Optikgruppe hatte



sich die Arbeitsgruppe „Optik und Lasertechnik/Sensorik“ (Dr. Lippitsch) abgespalten, welche sich mit Fluoreszenzsensoren und deren Anwendungen in der Biologie befasst.

Die Abteilung „Magnetometrie und Photonik“ wurde im Zuge der Neuberufung von Prof. H. Krenn im Jahre 2001 etabliert. Sie ergänzt die existierenden Abteilungen und Arbeitsgruppen durch Forschung auf Gebieten, die zwischen Grenzflächenphysik, Optik und Festkörperphysik angesiedelt sind. Insbesondere in der Festkörperphysik herrschte großer Nachholbedarf, obwohl die Arbeitsgruppen „Experimentelle Halbleiterphysik“ (Dr. Feichtinger, Dr. Czaputa) und „Festkörperspektroskopie“ (Dr. Knoll) immer wieder hervorragende Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der Silizium-Halbleiterphysik, der Supraleitung, Elektronenspinresonanz und Ramanspektroskopie hervorgebracht haben und auch weiter erbringen. Durch die Einführung der SQUID-Magnetometrie und der FTIR-Spektroskopie bei tiefen Temperaturen und hohen Magnetfeldern eröffnete sich das neue Feld des Nanomagnetismus und der Magneto-Optik, mit teilweise in Österreich einzigartigen Messmöglichkeiten in der magnetischen Nanoanalytik. So wurde auch die Infrastruktur für Experimente mit flüssigem Helium geschaffen, die bis zu diesem Zeitpunkt an dieser Universität nicht verfügbar war. Die schon vorher bestehende Arbeitsgruppe „Laser-Opto-Akustik“ (Dr. Paltauf) zeichnet sich durch hohe Kompetenz auf dem Gebiet der lichtinduzierten

Erzeugung und Detektion von akustischen Pulsen in biologischem Gewebe und in Festkörpern aus. Sie ist mit außeruniversitären Institutionen an praxisrelevanten Projekten wie optoakustischer Tomographie und Ultraschall-Bildrekonstruktion beteiligt. Diese Gruppe wird ihre Expertise auch in den Forschungsbereich Nanomagnetismus einbringen, da die Methode der Magnetoakustik ergänzende Informationen zu den magnetischen Eigenschaften und Phasenübergängen in Nanostrukturen liefern kann.

Aus den langjährigen Forschungsarbeiten entwickelten sich auch Spin-Off Projekte, wie die im Jahre 1990 erfolgte Gründung des Erwin Schrödinger Instituts für Nanostrukturforschung (unter Leitung von Prof. F. Aussenegg) mit hoher F&E-Kompetenz auf dem Gebiet der industrienahen Mikro- und Nanooptik und optischen Sensorik. Unter Führung des (vormalig so benannten) Instituts für Experimentalphysik wurde im Juni 2002 ein virtuelles *Zentrum für Nanostrukturforschung* gegründet, das die gemeinsamen Forschungsanstrengungen auf dem Gebiet der Nanostrukturen fakultätsweit fokussieren soll. Dieses Zentrum hatte bis zu einem gewissen Grad Vorbildfunktion für die 2005 gestartete forschungsstrategische Kooperation der Naturwissenschaftlichen Fakultäten beider Universitäten (KFU, TU Graz) im sog. „NAWI-Graz“-Projekt.

## SQUID-Magnetometrie

### Spezifikationen

Typ/Modell:	MPMS-XL-7
Hersteller:	Quantum Design, USA
Magnetfeldbereich:	$\pm 7$ Tesla in $2 \times 10^{-4}$ T Schritten
Temperaturbereich:	1,9–350K in 0,1 K Schritten
Probenraum:	9 mm Durchmesser
Probengeometrie:	liegend/stehend
Probengröße:	typisch $3 \times 3 \times 9$ mm <sup>3</sup>
Auflösung des magnetischen	$5 \times 10^{-9}$ emu =
Moments:	$5 \times 10^{-12}$ Am <sup>2</sup>

### Optionen

Hysterese ( $\pm 7$ T) bei fester Temperatur.
DC-Suszeptibilität ( $0-7$ T, $10^{-12} - 20$ emu)
AC-Suszeptibilität ( $5 \times 10^{-4}$ T; $0,001$ Hz – $1$ kHz)
Ultra-Low-Field-Option: Restfeld $1$ mG ( $= 10^{-7}$ T)
Faseroptischer Probenhalter mit Quarzfaser für optomagneti- sche Experimente

Typische Messzeiten 2–24 h

## Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

### Spezifikationen

Elektronenquelle:	Beschleunigungs- spannung bis 10 keV
Laterale Auflösung:	Strahldurchmesser $\geq 10$ nm
Energieanalysator:	CMA (Cylindrical Mirror Analyser), CHA (Concentric Hemispherical Analyser)
Nachweisgrenze:	0,1 Atomprozent (alle Elemente außer H, He)
Informationstiefe:	1-10 Atomlagen
Ionenkanone:	Ar <sup>+</sup> , 1–5 keV

### Probenanforderungen

Die Probe sollte vakuumverträglich sein
Probengröße ca. $15 \times 10 > XxY > 2 \times 2$ mm <sup>2</sup>

## Photoelektronenspektroskopie (XPS/UPS)

Spezifikationen	
Röntgenquelle:	Mg-K <sub>α</sub> (1253,6 eV) oder Al-K <sub>α</sub> (1486,6 eV) Strahlung
UV-Quelle:	He-I (21,21 eV) oder He-II (40,82 eV) Strahlung
Energieanalysator:	Hemisphärischer Elektronen- analysator
Nachweisgrenze:	0,1 Atomprozent
Informationstiefe:	1–10 Atomlagen

## Probenanforderungen

Die Probe sollte vakuumverträglich sein

Probengröße ca. 15 x 10 > XxY > 5 x 5 mm<sup>2</sup>

**Heinz Krenn**

Karl-Franzens-Universität Graz

Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik

## Kontakt

**Karl-Franzens-Universität Graz**  
**Institut für Physik**  
**Bereich Experimentalphysik**

Universitätsplatz 5  
8010 Graz, Austria  
Tel. +43 316 380-8555  
Fax +43 316 380-9816  
heinz.krenn@uni-graz.at  
www.kfunigraz.ac.at/expwww

*Institutsleiter: Univ.-Prof. Dr. Heinz Krenn*

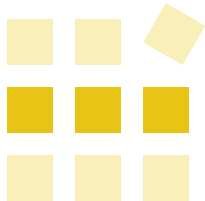
**Methoden:** M3 | M7 | M16 | M24  
M28 | M31 | M32

**Lösungen:** L1 | L6 | L16 | L23  
L37 | L41

**Institute:** —

**Kontakte:** K22

Festkörperspektroskopie | Grenzflächenphysik | Halbleiterphysik | Laser-Opto-Akustik  
Lasertechnik | Magnetometrie | Nanooptik | Nanostrukturforschung | Oberflächenphysik | Optik  
Photonik | Raman-Spektroskopie | Sensorik



### I12: Das Institut für Physik der Montanuniversität Leoben

#### Nanoanalytische Methoden des Instituts für Physik

##### Rastersondentechniken

AFM, C-AFM (Abb. 1), STM, Oberflächen-Rauigkeit, Selbstorganisation von Nanostrukturen auf Halbleiteroberflächen, Charakterisierung von Nanomagneten und dielektrischen Dünnschichten.

Die Aktivitäten der Rastersondenmikroskopiegruppe Leoben (Leitung: Ao. Univ.-Prof. Dr. Christian Teichert) sind auf die Untersuchung der Morphologie sowie der elektrischen, magnetischen und tribologischen Eigenschaften von Festkörperoberflächen auf der Nanometerskala ausgerichtet. Der Gruppe gehören derzeit ein Postdoc, zwei Doktoranden sowie drei Diplomanden der Fachrichtung Werkstoffwissenschaften an. Für die Untersuchungen stehen



**Abbildung 1:** Ultrahochvakuumanlage mit AFM/C-AFM sowie Probenpräparationskammer (Ionenbeschuss, Probenheizung, Bedampfung).

insgesamt drei Rastersondenmikroskope mit zum Teil eigenen methodischen Weiterentwicklungen zur Verfügung. Zwei Geräte (DI MultiMode und Asylum Research MFP-3) arbeiten unter Umgebungsbedingungen bzw. in Flüssigkeiten, ein drittes Gerät (Omicron-Raumtemperatur-AFM/STM) operiert im Ultrahochvakuum. Zur Bewertung des Zusammenhangs zwischen Oberflächenmorphologie und makroskopischen Benetzungseigenschaften steht außerdem ein modernes Kontaktwinkelmessgerät zur Verfügung.

Ein Forschungsschwerpunkt ist die Erkundung der spontanen Selbstorganisation beim Wachstum kristalliner, anorganischer und organischer Halbleiterschichten bzw. bei der Ionenstrahl-induzierten Oberflächenmodifikation. Die so erzeugten nanostrukturierten Oberflächen werden als Templates („Vorlagen“ oder „Schablonen“) für magnetische und biologische Materialien eingesetzt. Zur Untersuchung der elektrischen Eigenschaften dünner dielektrischer Schichten auf der Nanometerskala wurde die Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie entwickelt. In Kooperation mit anderen Instituten der Montanuniversität, aber auch nationalen und internationalen universitären und außeruniversitären Forschungseinrichtungen werden des Weiteren quantitative Rauigkeitscharakterisierungen verschiedenster Festkörperoberflächen durchgeführt, die das Materialspektrum von Eisenbahnschienen bis zu Zellulosefasern abdecken.

### Weitere Arbeitsgebiete des Instituts für Physik

#### Elektrischer Transport – Experiment

Elektrische Leitfähigkeit, DC- und Mikrowellen-Transport (Halbleiter, Quanten-Dots), Hoch-Magnetfeld-Transport (Quanten-Halleffekt), Tieftemperatur- und temperaturabhängiger Transport von Halbleitern, Halbleiter-Nanostrukturen und Halbleiter-Schichtstrukturen, Hot-Wall-Epitaxie

#### Elektrischer Transport – Simulation

Numerische Simulation des Stromtransports in dünnen Schichten und Simulation des Quanten-Hall-Effekts mittels eines selbst entwickelten Netzwerkmodells. Damit soll die Simulation von rein quantisierter elektrischer Stromleitung bis hin zur klassischen Stromleitung innerhalb eines Modells ermöglicht werden. Klassische Simulation der Elektronen-Trajektorien in Quantenpunkten, Untersuchung der Bedingungen für reguläres und chaotisches Verhalten.

#### Optik/Photonik

Photonische Kristalle für Untersuchungen und Anwendungen im Mikrowellen-Gebiet. Resultate skalierbar in andere Wellenlängenbereiche, z. B. für nahes Infrarot und Submikrometer-Dimensionen.

Spektroskopische Untersuchungen von Werkstoffen der Elektronik im Infrarot mittels Fourier-Spektroskopie. Einsetzbar für spektroskopische Untersuchungen an Arrays von Nanostrukturen.

**Friedemar Kuchar, Christian Teichert**

*Montanuniversität Leoben*

*Institut für Physik*

### Kontakt

#### Montanuniversität Leoben Institut für Physik

Franz-Josef-Straße 18, A-8700 Leoben

Tel. +43 3842 402-4601

Fax +43 3842 402-4602

physics@unileoben.ac.at

www.unileoben.ac.at/institute/phywww.htm

*Institutsleiter: O. Univ.-Prof. Dr. Friedemar Kuchar*

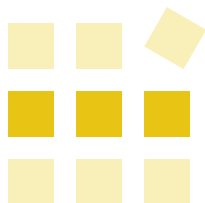
Methoden: M19 | M28 | M31

Lösungen: L26

Institute: —

Kontakte: K23

Dünnschichten, dielektrische | Elektronen-Quanten-Transport | Halbleiter | IR-Spektroskopie  
Mikrowellen-Spektroskopie | Nanomagnetismus | Nanostrukturen, elektronische  
Numerische Simulation des Elektronentransports | Oberflächen-Nanostrukturen | Photonische Kristalle  
Quanten-Halleffekt | Quanten-Punkte | Rastersondenmikroskopie



## Institutionen

### I13: Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, TU Graz

## I13: Das Institut für Physikalische und Theoretische Chemie der Technischen Universität Graz

### Forschungseinrichtungen am Institut

- ◆ Arbeitsgruppe „Spektroskopie und chemische Kinetik“ (G. Grampp)
- ◆ Arbeitsgruppe „Molekülstruktur und Reaktivität“ (G. Gescheidt)

Die Forschungsgruppen am Institut sind im Wesentlichen auf den Gebieten Struktur, chemische Kinetik, Reaktivität, Elektronen- und Ladungsübertragung, dynamische Elektrochemie und EPR/ESR (Electron Paramagnetic/Spin Resonance)-Spektroskopie und Kernspinresonanz (NMR, CIDNP) angesiedelt

Die am Institut vorhandenen experimentellen Techniken bieten vielfältige Möglichkeiten zur Lösung nanotechnologischer Fragestellungen – vor allem im Hinblick auf ihre Funktionalität auf der molekularen Ebene. Am Institut laufende Projekte befassen sich z.B. mit der Ladungskombination in Nanoröhren oder der Funktionalität von Katalysatoren.

### Elektrochemische Methoden

Die am Institut verwendeten elektrochemischen Methoden zur Bestimmung der Eigenschaften organischer Moleküle in verschiedensten Lösungsmitteln umfassen:

- ◆ Die zyklische Voltammetrie (CV)
- ◆ Die rotierende Scheibe
- ◆ Die photomodulierte Voltammetrie

Siehe auch den entsprechenden Beitrag „M5: Elektrochemische Methoden“.

### Paramagnetische Resonanz

Es werden nachfolgende Methoden im Bereich EPR/ESR am Institut verwendet:

- ◆ cw-EPR (continuous wave)
- ◆ zeitaufgelöste EPR (CIDEP, Chemically Induced Dynamic Electron Polarisation)
- ◆ Mehrfachresonanz (ENDOR, Electron-Nuclear Double Resonance)
- ◆ Kernspinresonanz (NMR, CIDNP)

Siehe auch den entsprechenden Beitrag „M12: EPR-Spektroskopie (ESR-Spektroskopie)“.

### Photochemische Methoden

Neben der kommerziellen photochemischen Standardausrüstung (UV-VIS-NIR-Absorptionsspektrometer und „steady-state“-Fluoreszenzspektrometer) kommen an unserem Institut mehrere fortgeschrittenere (zeitaufgelöste) Arbeitstechniken zur Anwendung, mit deren Hilfe es möglich ist, den Zeitverlauf photochemischer Reaktionen vom ms/ $\mu$ s- (konventionelle Flash-Photolyse) über den ns- (LASER-Flash-Photolyse) bis in den ps-Bereich (Zeitaufgelöstes Single-Photon-Counting) zu beobachten. Zusätzlich zu den eben erwähnten Techniken ist eine selbst entwickelte Fluoreszenz-Modulationsapparatur (ps-Auflösung) in Anwendung, welche speziell für die Verwendung mit LEDs/LDs konzipiert wurde. Letztere gestattet Messungen sowohl über weite spektrale (UV-NIR) als auch zeitliche (ps/ns) Bereiche.

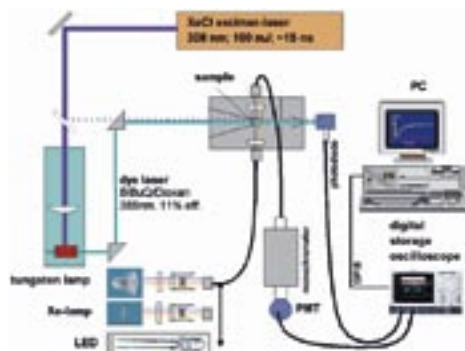


Abbildung 1: Schema der LASER-Flash-Photolyse-Apparatur.

## I13: Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, TU Graz

Im Folgenden sei eine Zusammenstellung der gegenwärtig in Gebrauch befindlichen Geräte gegeben:

- ◆ UV-VIS-NIR-Absorptionsspektrometer und „steady-state“-Fluoreszenzspektrometer
- ◆ Entladungslampen-Flash-Photolyse
- ◆ LASER-Flash-Photolyse (Abb. 1) mit Möglichkeit zur Untersuchung von Magnetfeldeffekten
- ◆ Zeitaufgelöstes Single-Photon-Counting
- ◆ Fluoreszenzmodulationsapparatur
- ◆ Stopped-Flow-Apparatur
- ◆ MARY(Magnetic Field Effect on Reaction Yield)-Spektroskopie
- ◆ Photoleitfähigkeitsmessungen

### Theoretische Methoden

Berechnung molekülspezifischer Eigenschaften mittels angepasster theoretischer Verfahren basierend auf quantenmechanischen Methoden.

**Georg Gescheidt, Günter Grampp, Stefan Landgraf**

*Technische Universität Graz*

*Institut für Physikalische und Theoretische Chemie*

### Kontakt

**Technische Universität Graz  
Institut für Physikalische und  
Theoretische Chemie**

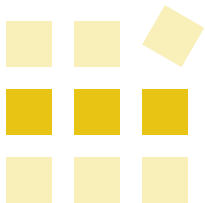
Technikerstraße 4  
8010 Graz, Austria  
Tel. +43 316 873-8221  
Fax +43 316 873-8225  
hofmeister@ptc.tugraz.at  
www.ptc.tugraz.at

*Institutsleiter:  
O. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Günther Grampp*

Methoden:	M5   M12   M22
Lösungen:	L14   L15
Institute:	—
Kontakte:	K8   K11

Elektrochemie | Elektronenübertragung | Entwicklung optischer Spektrometer auf Diodenbasis  
Katalyse | magnetische Resonanz | Paramagnetische Spezies | Photochemie | Radikale





## Institutionen

### I14: Laserzentrum Leoben, JR

## I14: Das Laserzentrum Leoben (LZL) der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

Das Laserzentrum Leoben (LZL) wurde 1989 partnerschaftlich von der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH und dem Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben gegründet. Aufgrund der wissenschaftlichen Basis stand die Entwicklung von Lasermaterialbearbeitungsprozessen mit starkem Bezug zur Werkstofftechnik von Beginn an im Vordergrund und beeinflusst bis heute ganz wesentlich die strategische Ausrichtung des Laserzentrums.

Vorrangiges Ziel im Forschungsschwerpunkt „Laserproduktionstechnik 2D(3D)“ ist die Unterstützung heimischer Unternehmen bei der Einführung und Etablierung der Lasermaterialbearbeitung im Bereich von Fertigung und Produktion. Seit den ersten industriellen Anwendungen der Lasertechnik in den späten 80er Jahren konnte sich diese neue Technologie in vielen Bereichen der industriellen Fertigung bereits etablieren. Am Laserzentrum Leoben macht man sich die Kraft des Laserlichts vor allem in den Fertigungsschritten Schweißen, Legieren und Beschichten zunutze – hier werden innovative Prozesse entwickelt, die völlig neue Werkstoffe, Materialpaarungen, Fertigungs- und Konstruktionslösungen erschließen.

Neben fundiertem, werkstoffkundlichem Wissen, gepaart mit langjährigem Know-how in der Prozesstechnik und Anlagensteuerung, verfügen die Experten des Laserzentrums auch über die nötige Erfahrung, um die entwickelten Produkte

und Prozesse in die Serienfertigung überzuleiten. Vor allem dieser interdisziplinäre Ansatz macht das LZL zu einem kompetenten Entwicklungspartner, der innovativen Industrieunternehmen Lösungen aus einer Hand bieten kann – von Werkstoffdesign und Produktentwicklung über die Umsetzung in industrietaugliche Prozesse bis hin zur Fertigung von Kleinserien und Beratung bei der „Materialbearbeitung mit der Kraft des Lichts“.

Im Forschungsschwerpunkt „Laserdünnschichttechnik“ besteht eine enge Verknüpfung mit dem Bereich Nanotechnologie und Nanoanalytik. Mit Hilfe eines physikalischen Beschichtungsverfahrens werden amorphe und nanostrukturierte Beschichtungen mit Schichtdicken im Bereich von wenigen Nanometern bis in den Mikrometerbereich hergestellt. Das Verfahren der Pulsed Laser Deposition (PLD) eignet sich für eine breite Palette von Schichtwerkstoffen, z. B. Metalle, Oxide, Nitride und Carbide. Der Schichtwerkstoff wird dabei in einer Vakuumkammer durch gepulste Laserstrahlen in Dampf umgewandelt, der an der Substratoberfläche zu einer dünnen Schicht kondensiert. Die hohen Teilchenenergien im erzeugten Dampf führen zu besonders guter Schichthftung bei niedrigen Beschichtungstemperaturen. Mit einem neu entwickelten Hybridprozess (*HybridPLD*) können die Vorteile des PLD-Verfahrens mit konventionellen Methoden (gepulstes Magnetronspütern, Ionenstrahlreinigung und -beschichtung) kombiniert werden (s. Abb. 1).

## I14: Laserzentrum Leoben, JR

Die Beschichtungen eignen sich für zahlreiche Anwendungsgebiete:

- ◆ Verschleißschutz und Korrosionsschutz von Werkzeugen
- ◆ Dekoratives Oberflächen-Finishing, verbunden mit Verschleißschutz und funktionellen optischen Eigenschaften
- ◆ Metallisierung und Haftschichten für andere Beschichtungsverfahren
- ◆ Biokompatible Oberflächen für Medizintechnik und Chirurgie
- ◆ Funktionelle Schichten und Sensorschichten für Optik, Elektronik und Optoelektronik

Die Entwicklung und Herstellung von funktionellen nanostrukturierten Beschichtungen erfordert den Einsatz von unterschiedlichen Schichtcharakterisierungsmethoden aus dem Bereich der Nano-Analytik. Am Laserzentrum Leoben werden folgende Eigenschaften von dünnen Schichten bestimmt:

- ◆ Schichtdicke & Schichthaftung
- ◆ Schichttopographie & Schichtstruktur
- ◆ Chemische Zusammensetzung
- ◆ Optische & elektrische Schichteigenschaften
- ◆ Reibungs- & Verschleißkennwerte

### Instrumentelle Ausstattung

Forschungsschwerpunkt  
„Laserproduktionstechnik“

Industrielaser

- 2,5 kW CO<sub>2</sub>-Laser
- 6,0 kW CO<sub>2</sub>-Laser
- 2,5 kW Nd:YAG-Laser
- 4,0 kW Diodenlaser

NC-gesteuerte Bearbeitungsmaschinen

- 6-Achsen-Bearbeitungsmaschine
- 5-Achsen-Bearbeitungsmaschine mit 2,8 m Verfahrweg
- 5-Achs-HSC-Bearbeitungszentrum mit integrierter Laser-auftragsschweißeinrichtung

### Forschungsbereich „Laserdünnschichttechnik“

Güteschaltete Lasersysteme

- 1000 mJ Nd:YAG-Laser (SHG, FHG)  
(1064 nm, 532 nm, 355 nm)
- 1200 mJ Nd:YAG-Laser (SHG, FHG)  
(1064 nm, 532 nm)

Vakuumbeschichtungsanlagen

(PLD, gepulstes DC-Sputtern, Ionenätzen)

Laboranlage

Demonstrationsanlage (Rezipientendurchmesser 740 mm, Beschichtungshöhe 300 nm)

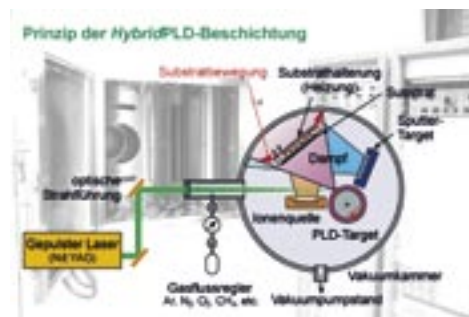


Abbildung 1: Prinzip der HybridPLD-Beschichtung.

## I14: Laserzentrum Leoben, JR

### Analytik

Laserstrahl diagnostiksysteme

(bis 12 kW Laserleistung)

Raman-Spektroskopie-System

(Nd:YAG-Laser, 532 nm, 50 mW)

Plasmaemissionsspektrometer

Transmissions- und Reflexionsmessstand

Auflicht- und Stereomikroskop

Kontaktwinkelmesseinrichtung

Kalotten-Schleifgerät

Scratch-Test-Prüfeinrichtung entsprechend EN 1071

Lineartribometer

Kleinlasthärteprüfer

**Wolfgang Waldhauser, Jürgen M. Lackner**

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

Laserzentrum Leoben

### Kontakt

**JOANNEUM RESEARCH**

**Forschungsgesellschaft mbH**

**Laserzentrum Leoben**

Leobner Straße 94

8712 Niklasdorf, Austria

Tel. +43 38 42 8 12 60 - 2304

Fax +43 38 42 8 12 60 - 23 10 oder - 23 30

lzl@joanneum.at

www.joanneum.at/lzl

*Institutsleiter:*

*Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Reinhold Ebner*

Methoden: M23 | M39 | M43

Lösungen: L18 | L31

Institute: —

Kontakte: K48

Beschichtungen, biokompatible medizintechnische | Beschichtungen, dekorative  
Beschichtungen, optische | Beschichtungen, optoelektronische | Laserdünnschichttechnik  
Laserlegieren | Lasermaterialbearbeitung | Laserproduktionstechnik 2D (3D) | Laserschweißen  
Magnetsputtern | PLD | Pulsed Laser Deposition | Verschleißschutz

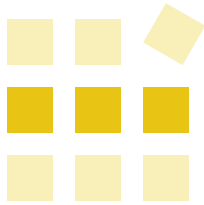
Methoden

Lösungen

Institute

Kontakte

Index



## Institutionen

### I15: Materials Center Leoben Forschung GmbH

## I15: Die Materials Center Leoben Forschung GmbH (MCL)

### Übersicht

Die Materials Center Leoben Forschung GmbH (MCL) ist eine gemeinnützige, kooperative Forschungseinrichtung auf dem Gebiet der Werkstoffforschung und Werkstofftechnik. Als Eigentümer des im September 1999 gegründeten Zentrums firmiert vorrangig die Montanuniversität Leoben, des Weiteren die JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH, die Stadtgemeinde Leoben, die Österreichische Akademie der Wissenschaften, die Technische Universität Wien sowie die Technische Universität Graz.

Thematisch konzentrieren sich die mehr als 60 Mitarbeiter des MCL auf die Bereiche (1) Werkstoffentwicklung, (2) Werkstoffherstellung und -verarbeitung sowie (3) Werkstoffanwendung mit dem Fokus auf metallische und keramische Werkstoffe sowie deren Verbunde. Das vom MCL in Kooperation mit seinen wissenschaftlichen Partnern angebotene Leistungsspektrum umfasst dienstleistungsorientierte Angebote wie werkstofftechnische Beratung, Werkstoffcharakterisierung, Ermittlung von Werkstoffkennwerten bis hin zu forschungsorientierten Angeboten wie die Durchführung von gemeinsamen anwendungsorientierten oder grundlagennahen Entwicklungs- und Forschungsvorhaben.

Im MCL haben sich verschiedene Forschungseinrichtungen zusammengeschlossen, um

- ◆ komplexe Fragestellungen besser lösen zu können,
- ◆ größere, multidisziplinäre Projekte besser abwickeln zu können
- ◆ eine Plattform für Schwerpunktinitiativen und die nationale und internationale Positionierung zu bilden.

Insgesamt wird eine bessere Positionierung am nationalen und internationalen Forschungsmarkt sowohl hinsichtlich des industriellen als auch des öffentlichen Sektors angestrebt.

Durch die enge Partnerschaft von Wissenschaft und Industrie gelingt es, die gesamte Innovationskette von der Grundlagenforschung bis hin zur Anwendung abzubilden, wodurch die Umsetzung von Forschungsergebnissen bereits deutlich gesteigert werden konnte. Diese Partnerschaft zwischen Wirtschaft und Wissenschaft wird vom *K<sub>plus</sub>*-Programm, das Programmforschung im Bereich Grundlagen und vorwettbewerbliche Forschung fördert, wesentlich unterstützt.

Die Leistungsfähigkeit und Kompetenz des MCL beruht wesentlich auf der Kooperation der beteiligten Partner. Durch die starke Einbindung universitärer Partner wird die laufende Versorgung mit Grundlagenforschungsergebnissen gewährleistet, die außeruniversitären Forschungspartner und die Industrie bringen hohe Technologie- und Anwendungskompetenz sowie Marktkenntnis in die Kooperation ein. Das gemeinsame Auftreten von Forschungs- und Industriepartnern gegenüber Dritten eröffnet neue Kooperationsmöglichkeiten und ist wesentliches Element zur weiteren Verbesserung der Position.

### Vision, Mission und Ziele des MCL

#### Vision

Weiterentwicklung des MCL zu einem international positionierten „Center of Excellence“ für Werkstoffe und Werkstofftechnologien, spezialisiert auf komplexe, multidisziplinäre Aufgaben bei Werkstoffentwicklung, Werkstoffherstellung und -verarbeitung sowie Anwendung.

#### Mission

- ◆ MCL bildet eine operative und strategische Plattform für die Kooperation von Wissenschaft und Wirtschaft mit überkritischer Größe,
- ◆ MCL fördert den Ausbau der Kompetenz der beteiligten Partner und
- ◆ MCL fördert die Ausbildung von Nachwuchsforschern und Experten.

#### Ziel

MCL will wesentlich dazu beitragen, Österreich als Werkstoff-, Forschungs- und Produktionsstandort von internationalem Rang nachhaltig abzusichern und auszubauen.

### Forschungsschwerpunkte des Materials Center Leoben und Nanotechnologie

Basis des Handelns des MCL ist sein Forschungsprogramm mit den folgenden drei Forschungsschwerpunkten:

- ◆ Grundlagen, Methoden und Simulation
- ◆ Werkstoffe, Fertigungsprozess und Design
- ◆ Funktionale Materialien und Komponenten

Nanotechnologie bzw. nanoanalytische Charakterisierungsmethoden spielen heute in vielen Entwicklungsbereichen eine wichtige Rolle. Werkstoffe und deren Eigenschaften werden maßgebend von der Struktur auf der Nanometerskala kontrolliert. In den letzten Jahren entwickelten sich sowohl theoretische als auch experimentelle Methoden zu immer leistungsfähigeren Werkzeugen für das gezielte Design von Werkstoffen auf der Nanometerskala.

Die theoretischen Methoden umfassen beispielsweise die Modellierung bzw. Vorhersage von Entmischungsvorgängen auf der Nanometerebene (z. B. Ausscheidungen in Multikomponentensystemen). Bei den experimentellen Methoden sind es einerseits die modernen hochauflösenden abbildenden Methoden (z. B. analytische Elektronenmikroskopie) sowie andererseits die zunehmend leistungsfähigeren nichtabbildenden Methoden (z. B. Röntgenkleinwinkelstreuung), die wesentliche Impulse für die Materialentwicklung bringen.

## I15: Materials Center Leoben Forschung GmbH

Nanotechnologie spielt dementsprechend in allen Forschungsschwerpunkten des MCL eine wichtige Rolle. Beispiele für die Anwendung nanotechnologischer Methoden sind:

### Forschungsschwerpunkt 1

Höchstfeste, nanostrukturierte Werkzeugstähle mit nanometergroßen Ausscheidungen.

### Forschungsschwerpunkt 2

Nanostrukturen in thermochemisch behandelten und beschichteten Oberflächen von Strukturbauteilen (sowohl nanometergroße Ausscheidungen im Grundmaterial als auch nanostrukturierte Schichten).

### Forschungsschwerpunkt 3

Nanostrukturierte, funktionale Keramiken, deren Eigenschaften wesentlich von Aufbau und Verhalten nanometerdicker Korngrenzengenen abhängen.

**Reinhold Ebner**

*Materials Center Leoben Forschung GmbH*

## Kontakt

### Materials Center Leoben Forschung GmbH

Franz-Josef-Straße 13  
8700 Leoben, Austria  
Tel: +43 3842 45922-0  
Fax +43 3842 45922-5  
mclburo@mcl.at  
www.mcl.at

*Geschäftsführer:*

*Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Reinhold Ebner*

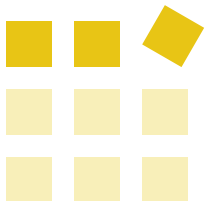
Methoden:	M15   M33   M34   M35 M36   M42   M43
Lösungen:	L7   L11   L19   L28
Institute:	—
Kontakte:	K6

Oberflächencharakterisierung | Oberflächentechnologie | Röntgenanalytik | Werkstoffcharakterisierung  
Werkstoffentwicklung | Werkstoffforschung

# Kontakte







## Kontakte

### K1

**Amenitsch Heinz, Dr.**  
Institut für Biophysik und Röntgenstrukturforschung

c/o Sincrotrone Trieste,  
Strada Statale 14, km 163.5  
34012 Basovizza, Italia

Tel. +39 040 375-8044  
Fax +39 040 9380902  
heinz.amenitsch@elettra.trieste.it

### K2

**Bergsmann Martin, Dipl.-Ing. Dr.**  
HUECK Folien GesmbH

Gewerbepark 30  
4342 Baumgartenberg, Austria

Tel. +43 72 69 75 70-300  
Fax +43 72 69 66 16  
m.bergsmann@hueck-folien.at

### K3

**Brossmann Ulrich, Univ.-Ass. Dipl.-Phys. Dr.**  
Technische Universität Graz  
Institut für Materialphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8484  
Fax +43 316 873-8980  
brossmann@tugraz.at

### K4

**Brunegger Albert, Ing.**  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8344  
Fax +43 316 81 1596  
albert.brunegger@felmi-zfe.at

## Kontakte

### K5

**Dehm Gerhard**, Univ.-Prof. Dr.  
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-112  
Fax +43 38 42 804-116  
gerhard.dehm@notes.unileoben.ac.at

### K6

**Ebner Reinhold**, Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Materials Center Leoben Forschung GmbH

Franz-Josef-Straße 13  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 4 59 22-0  
Fax +43 38 42 4 59 22-5  
ebner-r@mcl.at

### K7

**Fian Alexander**, Dipl.-Ing.  
JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien  
und Photonik

Franz-Pichler-Straße 30  
8160 Weiz, Austria

Tel. +43 316 876-27 05  
Fax +43 316 876-27 10  
alexander.fian@joanneum.at

### K8

**Gescheidt Georg**, Univ.-Prof. Mag. Dr.  
Technische Universität Graz  
Institut für Physikalische und  
Theoretische Chemie

Technikerstraße 4  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-82 30  
Fax +43 316 873-82 25  
gescheidt@ptc.tugraz.at

### K9

**Glatter Otto**, Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Chemie

Heinrichstrasse 28  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 380-54 33  
Fax +43 316 380-98 50  
otto.glatter@uni-graz.at

### K10

**Görgl Richard**, Dr.  
Materials Center Leoben Forschung GmbH  
c/o Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-412  
Fax +43 38 42 804-116  
richard.goergl@unileoben.ac.at

## Kontakte

### K11

**Grampp Günther**, O. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Technische Universität Graz  
Institut für Physikalische und  
Theoretische Chemie

Technikerstraße 4  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8220  
Fax +43 316 873-8225  
grampp@ptc.tugraz.at

### K12

**Grogger Werner**, Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8323  
Fax +43 316 81 15 96  
werner.grogger@felmi-zfe.at

### K13

**Haas Ursula**, Mag.  
JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien  
und Photonik

Franz-Pichler-Straße 30  
8160 Weiz, Austria

Tel. +43 316 876-27 17  
Fax +43 316 876-27 10  
ursula.haas@joanneum.at

### K14

**Hofer Ferdinand**,  
Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8320 bzw. -8321  
Fax +43 316 81 15 96  
ferdinand.hofer@felmi-zfe.at

## Kontakte

### K15

**Ingolic Elisabeth, Dr.**

Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-83 29  
Fax +43 316 81 15 96  
elisabeth.ingolic@felmi-zfe.at

### K16

**Jakopic Georg, Dipl.-Ing. Dr.**

JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien  
und Photonik

Franz-Pichler-Straße 30  
8160 Weiz, Austria

Tel. +43 316 876-27 03  
Fax +43 316 876-27 10  
georg.jakopic@joanneum.at

### K17

**Kahlert Hartmut, O.Univ.-Prof. Dr.**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-84 60  
Fax +43 316 873-84 66  
kahlert@tugraz.at

### K18

**Keckés Jozef, Dipl.-Ing. Dr.**

Materials Center Leoben Forschung GmbH

Franz-Josef-Straße 13  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 4 59 22-76  
Fax +43 38 42 4 59 22-5  
keckes@unileoben.ac.at

### K19

**Keckés Jozef, Dipl.-Ing. Dr.**

Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-301  
Fax +43 38 42 804-116  
keckes@unileoben.ac.at

## Kontakte

### K20

**Köstler Stefan**, Dipl.-Ing.  
JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Chemische Prozessentwicklung  
und -kontrolle

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 876-5435  
Fax +43 316 8769-5435  
stefan.koestler@joanneum.at

### K21

**Kothleitner Gerald**, Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8336  
Fax +43 316 81 15 96  
gerald.kothleitner@felmi-zfe.at

### K22

**Krenn Heinz**, Univ.-Prof. Dr.  
Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik  
Bereich Experimentalphysik

Universitätsplatz 5  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 380-5188  
Fax +43 316 380-9816  
heinz.krenn@uni-graz.at

### K23

**Kuchar Friedemar**, O. Univ.-Prof. Dr.  
Montanuniversität Leoben  
Institut für Physik

Franz-Josef-Straße 18  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 402-4600  
Fax +43 38 42 402-4602  
kuchar@unileoben.ac.at

### K24

**Lackner Jürgen M.**, Dipl.-Ing. Dr.  
JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Lasierzentrum Leoben

Leobner Straße 94  
8712 Niklasdorf, Austria

Tel. +43 38 42 8 12 60-23 05  
Fax +43 38 42 8 12 60-23 10  
juergen.lackner@joanneum.at

## Kontakte

### K25

**Laggner Peter**, Univ.-Prof. Dr.  
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Institut für Biophysik und Röntgenstrukturfor-  
schung

Schmiedlstrasse 6  
8042 Graz, Austria

Tel. +43 316 41 20-301  
Fax +43 316 41 20-390  
peter.laggner@oeaw.ac.at

### K26

**Laggner Peter**, Univ.-Prof. Dr.  
HECUS XRS GmbH

Reininghausstrasse 13a  
8020 Graz, Austria

Tel. +43 316 48 11 18  
Fax +43 316 48 11 18-20  
peter.laggner@hecus.at

### K27

**Leisch Manfred**,  
Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. tit. Univ.-Prof.  
Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-84 67  
Fax +43 316 873-84 66  
m.leisch@tugraz.at

### K28

**Leising Günther**, Ao. Univ.-Prof. Dr.  
JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Nanostrukturierte Materialien  
und Photonik

Franz-Pichler-Straße 30  
8160 Weiz, Austria

Tel. +43 316 876-27 01  
Fax +43 316 876-27 10  
guenther.leising@joanneum.at

### K29

**Lovonyak Mariann**, Dr.  
Materials Center Leoben Forschung GmbH

Franz-Josef-Straße 13  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 4 59 22-74  
Fax +43 38 42 4 59 22-5  
mariann.lovonyak@mcl.at

### K30

**Maier Günther**, Dr.  
Materials Center Leoben Forschung GmbH  
c/o Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-303  
Fax +43 38 42 804-116  
guenther.maier@unileoben.ac.at

## Kontakte

### K31

**Motz Christian, Dr.**

Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-205  
Fax +43 38 42 804-116  
christian.motz@unileoben.ac.at

### K32

**Netzer Falko P., O. Univ.-Prof. Dr.**

Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik

Universitätsplatz 5  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 380-51 89  
Fax +43 316 380-98 16  
falko.netzer@uni-graz.at

### K33

**Pippan Reinhard, Univ.-Prof. Dr.**

Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-311  
Fax +43 38 42 804-116  
pippan@unileoben.ac.at

### K34

**Pölt Peter, Dipl.-Ing. Dr.**

Technische Universität Graz und  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-83 21  
Fax +43 316 81 15 96  
peter.poelt@felmi-zfe.at

### K35

**Puff Werner,**

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. tit. Univ.-Prof.  
Technische Universität Graz  
Institut für Materialphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-84 83 bzw. -84 92  
Fax +43 316 873-8980  
wp@ifk.tu-graz.ac.at

### K36

**Ramsey Michael, Ao. Univ.-Prof. Dr.**

Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik

Universitätsplatz 5  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 380-52 03  
Fax +43 316 380-98 16  
michael.ramsey@uni-graz.at

## Kontakte

### K37

**Resch Christian, Dr.**

Anton Paar GmbH

Anton-Paar-Straße 20  
8054 Graz, Austria

Tel. +43 316 257-272  
Fax +43 316 2579-272  
christian.resch@anton-paar.com

### K38

**Resel Roland, Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.**

Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-84 76  
Fax +43 316 873-84 66  
roland.resel@tugraz.at

### K39

**Ribitsch Volker, Ao. Univ.-Prof. Dr.**

JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Institut für Chemische Prozessentwicklung  
und -kontrolle

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 876-12 20  
Fax +43 316 876-12 30  
volker.ribitsch@joanneum.at

### K40

**Rom Werner, Mag. Dr.**

Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-88 30  
Fax +43 316 81 15 96  
werner.rom@felmi-zfe.at

### K41

**Santner Friedrich, Dr.**

Anton Paar GmbH

Anton-Paar-Straße 20  
8054 Graz, Austria

Tel. +43 316 257-110  
Fax +43 316 257-257  
friedrich.santner@anton-paar.com

### K42

**Schnablegger Heimo, Dr.**

Anton Paar GmbH

Anton-Paar-Straße 20  
8054 Graz, Austria

Tel. +43 316 257-271  
Fax +43 316 2579-271  
heimo.schnablegger@anton-paar.com



## Kontakte

### K43

**Schöberl Thomas, Dr.**  
Österreichische Akademie der Wissenschaften  
Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft

Jahnstraße 12  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 804-304  
Fax +43 38 42 804-116  
schoeber@unileoben.ac.at

### K44

**Schröttner Hartmuth, Ing.**  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8349  
Fax +43 316 81 15 96  
hartmuth.schroettner@felmi-zfe.at

### K45

**Surnev Svetlozar, Ao. Univ.-Prof. Dr.**  
Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Physik, Bereich Experimentalphysik

Universitätsplatz 5  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 380-8553  
Fax +43 316 380-9816  
svetlozar.surnev@uni-graz.at

### K46

**Teichert Christian, Ao. Univ.-Prof. Dr.**  
Montanuniversität Leoben  
Institut für Physik

Franz-Josef-Straße 18  
8700 Leoben, Austria

Tel. +43 38 42 402-4663  
Fax +43 38 42 402-4602  
teichert@unileoben.ac.at

### K47

**Wagner Julian, Dipl.-Ing. Dr.**  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8349  
Fax +43 316 81 15 96  
julian.wagner@felmi-zfe.at

### K48

**Waldhauser Wolfgang, Dipl.-Ing. Dr.**  
JOANNEUM RESEARCH  
Forschungsgesellschaft mbH  
Laserzentrum Leoben

Leobner Straße 94  
8712 Niklasdorf, Austria

Tel. +43 38 42 81260-2311  
Fax +43 38 42 81260-2310  
wolfgang.waldhauser@joanneum.at

## Kontakte

### K49

**Wilhelm Peter, Dr.**

Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8333  
Fax +43 316 81 1596  
peter.wilhelm@tugraz.at

### K51

**Würschum Roland, Univ.-Prof. Dr.**

Technische Universität Graz  
Institut für Materialphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8480 bzw. -8481  
Fax +43 316 873-8980  
wuerschum@tugraz.at

### K50

**Winkler Adolf,**

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. tit. Univ.-Prof.  
Technische Universität Graz  
Institut für Festkörperphysik

Petersgasse 16  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8463  
Fax +43 316 873-8466  
a.winkler@tugraz.at

## Netzwerk Nanoanalytik Steiermark

### NAS 1

**Glatter Otto**, Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Karl-Franzens-Universität Graz  
Institut für Chemie

Heinrichstrasse 28  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 380-5433  
Fax +43 316 380-9850  
otto.glatter@uni-graz.at

### NAS 2

**Santner Ulrich**, Dipl.-Ing.  
Anton Paar GmbH

Anton-Paar-Straße 20  
8054 Graz, Austria

Tel. +43 316 257-100  
Fax +43 316 257-257  
ulrich.santner@anton-paar.com

### NAS 3

**Hofer Ferdinand**,  
Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8320 bzw. -8321  
Fax +43 316 81 15 96  
ferdinand.hofer@felmi-zfe.at

### NAS 4

**Rom Werner**, Mag. Dr.  
Technische Universität Graz  
Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie und  
Feinstrukturforschung  
und Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

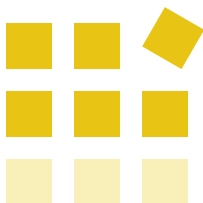
Tel. +43 316 873-8830  
Fax +43 316 81 15 96  
werner.rom@felmi-zfe.at





Schlagwörter- und  
Autorenindex





# Index

## Schlagwörter

Schlagwort Seite

### 0 – 9

3D APFIM	4   214
3D-Atomsonde	4   214

### A

Abdrucktechniken	70   190
Absorptionskoeffizient	24
AC-Permeabilität	43
Adenoviren	56
Adhäsionsneigung	60
Adsorption	106   152   217   238
AEM	6   15   193
Aerogel	101
AES	9   181   124   209
AFM	54   74   78   128   183
Aggregat	198
Analysegeräte	224
Analytische Feldionenmikroskopie	4   214
Analytische Transmissionselektronen- mikroskopie	6   15   193
Anisotropie	24
Arzneimittel	41
Auger-Elektronenspektroskopie	9   124   181   209
Ausscheidungen	134   140
Austrittsarbeit	62
Automatisierung	93

### B

Bandabstand	136
Benetzbarkeit	60
Beratung	247
Beschichtungen	9   152   239
Beschichtungen, biokompatible medizintechnische	259
Beschichtungen, dekorative	259

Schlagwort Seite

Beschichtungen, optische	9   259
Beschichtungen, optoelektronische	259
Beschichtungstechniken	70   190
Bindungsenergie	9   85
biologische Proben	185
Biopolymer	93
Bragg'sches Gesetz	93
Brechungsindex	24
Brennstoffzellen	175
Brillanz	104
Bruch	229

### C

C-AFM	52
CBED	46   207
CCDC	49
chemische Landkarte	9
chemische Prozesse	239
chemische Umgebung freier Volumen	64   131
chemische Verschiebung	85
chemische Zusammensetzung	72   195   219
Chip	146
CIDNP	58   159
CNFs	175
Contact Mode	74
Crepe	101

### D

DC-Permeabilität	43
Defekt	108
Defekte, atomare	244
Desorption	106   217
Desorptionsspektren	210
Deuteriumlampe	62
Device Modification	146

# Schlagwörter

Schlagwort	Seite
Dickenbestimmung	24
dielektrische Funktion	20   24   136
Diffusionskoeffizient, translatorischer	13
Diffusionskonstante	11
Diffusionsvorgänge	9
Direktabbildung	196
Dispersionen	152   239
DLS	11   236
Domänenstruktur	93
Doppler-Verbreiterung	64   131
DPA	9   181   209
Dünnschichten	24   41   141   152   165 172   232   239
Dünnschichten, dielektrische	52   253
Dünnschichtstrukturen	9
Dynamische Lichtstreuung	11   236

## E

ECAE	49
Echtzeit-Datenerfassung	38
EDX	27
EDXS	6   27   81
EELS	6   20   30   81   213
EFTEM	30   134   213
Eigenspannungsanalyse	149
elektroaktive Materialien	156
Elektrochemie	13   256
Elektrokinetik	119   152   239
Elektronenanalysator	9   85
Elektronenbeugung	17   46   154
Elektronenbild	62
Elektronendichteverteilung	93
Elektronenenergieverlustspektroskopie	6   20   30   81   213
Elektronen-Quanten-Transport	253
Elektronentransferreaktionen	13
Elektronenübertragung	33   256
Elektronik	224
Elektronik, Organische	242   247
Elektrophorese	119   152   239

Schlagwort	Seite
Elementverteilung	4
Elementverteilungsbilder	213
Ellipsometrie	24   136
Emulsion	101
ENDOR	33
Energiedispersive Röntgenspektroskopie	27   81
Energiefilterung	213
Energiefilterungs-Transmissions- elektronenmikroskopie	30   134   213
Entwicklung optischer Spektrometer auf Diodenbasis	256
Epitaxie	154
EPR	33   156   159
Ermüdung	108
ESCA	85   219
ESR	33   156   159

## F

Farben	101
Fasern	96   119   152   239
Faseroptik	239
Fehleranalyse	247
Feinmechanik	224
Festkörperspektroskopie	64   131   251
FIB	36   193   146   163   200
FIB-Dünnung	70
Flüssigkristalle	93   96
Focused Ion Beam	36   146   163   193   200
Formfaktor	93
Fraktaler Exponent	93
freie Volumina	64   131
FTIR-Mikroskopie	103   169
Fullerene	141
Füllstoff	198



# Schlagwörter

Schlagwort	Seite
<b>G</b>	
Gateoxide	52
Gele	96
Gitterstruktur	93
Gold(111)	154
Goldoberfläche	210
Grenzflächen	64   131   239
Grenzflächenphysik	251
Größenverteilung	96
<b>H</b>	
Haftfestigkeit von Beschichtungen	165
Halbleiter	204   213   253
Halbleiter, organische	128   183   242
Halbleitermodifikation	36
Halbleiternanostrukturen	183
Halbleiterphysik	251
Härte	54   185
Hartstoffschichten	9
HECUS System-3	38
Heteroepitaxie	183
Hierarchische Strukturen	96
high-k dielectric	52
Hochauflösung	81
Hochauflösungselektronenmikroskopie	6   46   207
Hochtemperatur	172
Hochtemperatur-Kammer	41
Hochtemperatur-Pulverdiffraktion	41
Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie	168   172
Hochverformung	49   177   185   229
HPT	49
HREM	46   175
HR-TEM	6   46   207
HT-XRD	41   168   172
Hydrodynamischer Radius	11
Hysterese	177
Hysteresograph	43

Schlagwort	Seite
<b>I</b>	
Imaging	103   169
Infrarot-Mikroskopie	103   232
Infrarot-Spektroskopie	102   169
Integration	247
Ionenätzen	9   70   190
Ionenbeschuss	183
Ionendünnung	70   190
Ionenleiter	207
IR-Spektroskopie	253
<b>K</b>	
Katalysatoren	41   96   101
Katalyse	9   33   216   256
Kernspinresonanz	58
Kleinwinkelstreuung	226
Koerzitivkraft	177
Kolloide	119   152   239
komplexe Materialien	229
Kontaktwinkelmessung	60
Kontrastierung	116
Konvergente Elektronenbeugung	46   207
Koordinationszahlen	219
Korrosion	9
Kratky-Kollimator	234
Kristallinitätsgrad	198
Kristallitgröße	87
Kristallorientierung	89
Kristallstruktur	41   87   172
Kryopräparation	70   190
Kryotransfer	70   190
Kunststoffe	101   198

# Schlagwörter

Schlagwort	Seite	Schlagwort	Seite
<b>L</b>			
Lackhärtung	159	Messgeräte	224
Laserdünnschichttechnik	259	Messtechnik	224
Laserlegieren	259	Metall	49
Lasermaterialbearbeitung	259	Metallfilm	172
Laser-Opto-Akustik	251	Metalllegierungen	140
Laserproduktionstechnik 2D (3D)	259	Mikroemulsion	93   96
Laserschweißen	259	Mikrostrukturen	30   229   232
Lasertechnik	251	Mikrostrukturierung	36
Lebensmittelindustrie	204	Mikroverzerrungen	87
LED	209	Mikrowellen-Spektroskopie	253
LEED	17   154	modifizierter Graphit	175
Leerstellen	64   131	Molekulargewicht	93
Legierungen	131   214   134	Morphologie	128
Leiterbahn	108	<b>N</b>	
Leitfähigkeits-Rasterkraftmikroskopie	52	Nanodrähte	124
Leuchtdioden	204	Nanoelektronik	83   204
Lichtmikroskopie	116	Nanoindentierung	54   185
Linienverbreiterung	87	Nanokomposit	93
Lithium-Ionen-Zellen	175	nanokristalline Materialien	87   131   244
LT-XRD	41	Nanokristallite	177
<b>M</b>			
magnetische Eigenschaften	177	Nanomagnetismus	253
magnetische Funktionswerkstoffe und -polymere	137	Nanomechanik	163   200
magnetische Pigmente	137	Nanooptik	251
magnetische Resonanz	256	Nanopartikel	119   239   204   152   179
Magnetisierung, temperaturabhängige	43	nanoporös	93
Magnetometer	43	Nanopulver	11
Magnetometrie	43   251   137   176	Nanostrukturanalyse	234
Magnetsputtern	259	Nanostrukturen	30   93   96   104   196 229   232   234
Massenspektrometrie	106	Nanostrukturen, elektronische	253
Materialforschung	224	Nanostrukturforschung	226   251
Materialkontrast	72	nanostrukturierte Materialien	247
Materialphysik	244	Nanostrukturierung	36
mechanische Eigenschaften	229	Nanoteilchen	232
Membranen	101   119   152   239	Negativkontrastierung	56
mesoporös	144	Nickel	124
		NMR	58
		Numerische Simulation des Elektronentransports	253

# Schlagwörter

Schlagwort Seite

## O

Oberfläche, innere	93
Oberfläche, spezifische	96   198
Oberflächen	72   119   152   239
Oberflächenanalytik	219
Oberflächencharakterisierung	262
Oberflächenelastizität	78
Oberflächenempfindlichkeit	85
Oberflächenenergie	60
Oberflächenladung	96   119   152   239
Oberflächenmodifikation	152   239
Oberflächenmorphologie	74
Oberflächen-Nanostrukturen	253
Oberflächenpassivierung	9
Oberflächenphysik	242   251
Oberflächenrauigkeit	74
Oberflächenrauigkeit, Powerspektrum der	183
Oberflächenstreuung	226
Oberflächenstruktur	17
Oberflächentechnologie	262
Oberflächentopographie	83
Oberflächenverunreinigungen	9
Optik	251
optische Konstanten	20   24
organische Filme	216
Österreichische SAXS-Station	226
Oxidation	9

## P

Papier	101   198
Paramagnetische Spezies	33   159   256
Particle Sizing	11
Partikel	101
Partikelform	93
PEEM	62   216
Pentazen	128   216
Permeabilität	43
Perowskit	207
Persistenzlänge	93

Schlagwort Seite

Phase Imaging	78
Phasenanalyse	87
Phasensignal	78
Phasenstabilität	204
Phasenumwandlungen	168
Phasenverhalten	204
Phosphorwolframsäure	56
Photochemie	256
Photoelektronenspektroskopie	85   141   161
Photoemissions-Elektronenmikroskopie	62   216
Photoinitiatoren	159
Photon Correlation Spectroscopy	11
Photonik	251
Photonische Kristalle	253
Piezoelement	83
Piezokeramik	201
Pigmente	152   239
Pin-on-Plate-Test	111
Plastizität	177   229
PLD	259
Polfigur	89
Polyethylen	187
Polymere	93   96   103   116   119 131   137   152   169 187   209   239
Polymere, leitende	156
Poren	96
Porengröße	144
Porenöffnung	179
poröses Silizium	124
Porosität	96   198
Positronenannihilation	64   131   244
Probenpräparation	15   36   56   70 116   190   193
Probenpräparation, elektrolytische	15
Protein	101
Prozesskontrolle	239
Prozessüberwachung im Vakuum	195
Prozessunterstützung	247

Methoden

Lösungen

Institute

Kontakte

Index

# Schlagwörter

Schlagwort	Seite
Pulsed Laser Deposition	259
Pulsstruktur	104
Pulver	11
Pulverdiffraktion	41

## Q

Quanten-Halleffekt	253
Quanten-Punkte	253
Quantum Dots	204
Quaterphenyl	154   210
Quecksilberlampe	62

## R

Radikale	33   58   159   256
Raman-Mikroskopie	103   169   232
Raman-Spektroskopie	103   195   251
Raster-Auger-Mikroskopie	9
Rasterelektronenmikroskopie	70   72   175 190   193   232
Rasterionenmikroskopie	163   200
Rasterkraftmikroskopie	52   54   74   78   128   183
Rastersondenmikroskopie	253
Rastertransmissions- elektronenmikroskopie	6   81
Rastertunnelmikroskopie	83   196
Reaktionswellenfront	216
Redoxpotenzial	13
Reibung	111
Rekristallisation	168
REM	70   72   175   190   193
Remanenzmagnetisierung	137
Rhodium	216
Riss	108
Röntgenanalytik	262
Röntgenbeugung / diffraktion	41   89   97   172   226   244
Röntgenbeugung / diffraktion, zeitaufgelöste	226
Röntgendiffraktometrie	89   136   149

Schlagwort	Seite
Röntgenkleinwinkelstreuung	38   93   96   101   140 144   179   187   198 204   224   234   236
Röntgenphotoelektronen- spektroskopie	219
Röntgenreflektivität	99
Röntgenspektroskopie	6   27
Röntgenstrahlung	85
Röntgenweitwinkelstreuung	38   93   96   179 204   234   236
Rotaviren	56
Rumpfniveauspektrum	161

## S

SAED	46   207
SAM	9
Sauerstoff-Messung	239
SAXESS	101
SAXS	38   93   96   101   140   144 179   187   198   204 224   226   234   236
Schicht	108
Schichtdicke	99
Schichtrauigkeiten	99
Schichtwachstum	24   128
Scratch-Test	165
Sekundärelektronen	9   72
Selbstorganisation	183
Self-Assembly	96   152   239
Sensoren	239
Sensorik	251
Sensorik, optochemische	239
Severe Plastic Deformation (SPD)	49
Silikat	198
Silizium-Germanium-Legierung	136
SIMS	163   200
Soft Matter	96
Spannungen, extrinsische	149
Spannungen, innere	108

# Schlagwörter

Schlagwort	Seite
Spannungen, intrinsische	149
Spannungen, mechanische	172
Spannungen, thermische	108
Spectrum Imaging	81
spektrale Bildgebung	103   169
SQUID-Magnetometrie	43   137   177
Stähle	134   140   196   214
STEM	6   81
STM	83   196
Stöchiometrie	219
Streumassenradius	93
Streumethoden	236
Strukturbestimmung	41   101   168
Strukturen, amorphe	204
Strukturen, kristalline	93   204
Strukturfaktor	93
Suspensionen	101
Suszeptometer	43
SWAXS	38   93   234
Synchrotron	104   234
Synchrotron ELETTRA	226
Synchrotronstrahlung	104   204
<b>T</b>	
Tapping Mode	74   78
TDS	106   210   217
Teilchengrößenverteilung	11
Telekommunikation	204
TEM	15   20   30   70   116   134 190   193   207   213
TEM-Probenpräparation	36   193
Tenside	119   152   239
Thermische Desorptions- spektroskopie	106   210   217
thermische Gitterdeformation	172
thermomechanische Charakterisierung	108
Tiefenprofil	181   209
Tiefenprofilanalyse	9

Schlagwort	Seite
Tieftemperatur-Kammer	41
Tieftemperatur-Pulverdiffraktion	41
Transferschichten	195
Transmissionselektronen- mikroskopie	20   27   30   46   70   56 116   134   190   193 207   213   232
Tribologie	111   165
Tunneleffekt	83
Tunnelstrom	83
<b>U</b>	
Ultradünnschnitttechniken	70
Ultrahochvakuum	17   106
Ultramikrotomie	70   116
Undulatoren	104
UPS	85
Uranylacetat	56
UV-Strahlung	85

Schlagwort	Seite
<b>V</b>	
Vanadium	217
Vanadiumoxid	83
VASE	24
Verbindungshalbleiter	131
Verbundmaterialien	104
Verbundwerkstoff	185   198
Verknäuelungsgrad	93
Verschleiß	111
Verschleißschutz	259
Virus	101
Voltammetrie, photomodulierte	13
Voltammetrie, zyklische	13

# Schlagwörter

Schlagwort Seite

## W

Wasserstoff	217
WAXS	38   87   89   93   96   179 204   234   236
Weitwinkelstreuung	226
Werkstoffanalyse	41
Werkstoffcharakterisierung	262
Werkstoffentwicklung	262
Werkstoffforschung	262
Werkzeugstähle	196
Wiggler	104
Wirkstofffreisetzung	179

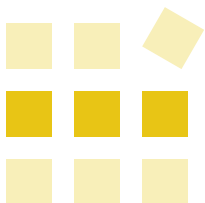
Schlagwort Seite

## X

XPS	85   141   161   219
XRD	41   149
XRD-LPA	87
XRD-PF	89
XRR	99

## Z

Zellulose	198
Zement	41   204
Zeta-Potenzial	119   152   224   239
Zielpräparation	193



## Index

## Autoren

Autor	Seite
<b>A</b>	
ABUJA Peter M.	38   93   233
<b>B</b>	
BROSSMANN Ulrich	87
BRUNEGGER Albert	70   188
<b>D</b>	
DEHM Gerhard	49   108   163   200   229
<b>E</b>	
EBNER Reinhold	167   262
EIPER Ernst	149   172
<b>F</b>	
FIAN Alexander	219
FRITZ Gerhard	11   95
<b>G</b>	
GESCHEIDT Georg	32   58   156   158   256
GLATTER Otto	VII   11   95   236
GÖRGL Richard	139
GRAMPP Günter	13   32   256
GROGGER Werner	27   30   45   81   207   212
GSPAN Christian	45   207
<b>H</b>	
HAAS Ursula	78   127
HABER Thomas	89
HOFER Ferdinand	IX   20   27   30   45 134   207   212   232
HRISTOVA Daniela	158

Autor	Seite
<b>I</b>	
INGOLIC Elisabeth	56   115
<b>J</b>	
JAKOPIC Georg	24   136
<b>K</b>	
KAHLERT Hartmut	241
KECKES Josef	149   172
KIENER Daniel	163   200
KÖSTLER Stefan	119   152
KOTHEITNER Gerald	6   20   36   45   70 81   134   193
KOTNIK Petra	41   101   198
KREMMER Sascha	52
KRENN Heinz	43   137   177   251
KUCHAR Friedemar	253
<b>L</b>	
LACKNER Jürgen M.	60   111   165   195   259
LAGGNER Peter	104   143   178   204   226
LANDGRAF Stefan	13   256
LEISCH Manfred	4   196   214
LEISING Günther	246
LINDLAR Benedikt	143
LOVONYAK Mariann	167
LÜCHINGER Marco	143
<b>M</b>	
MAIER Günther	187
MOTZ Christian	163   200
MÜHLBURGER Martha	IV

## Autoren

Autor Seite

### N

NESHCHADIN Dmytro	158
NETZER Falko	9   62   83   85   123 161   208   216

### P

PALLER Manuel	15
PIPPAN Reinhard	49   163   200
PIRNGRUBER Gerhard D.	143
PÖLT Peter	72
PRINS Roel	143
PUFF Werner	64   131

### R

RAMSEY Michael	9   62   83   85   123 161   208   216
RECHBERGER Werner	81
REISCHL Martin	119   152
RESCH Christian	41   172
RESEL Roland	89   99   172
RIBITSCH Volker	119   152   239
ROGERS Michael	36   45   193
ROM Werner	III   70   175   246

### S

SANTNER Ulrich	224
SCHMIED Mario	175
SCHNABLEGGER Heimo	101   198
SCHÖBERL Thomas	54   163   185   200
SURNEV Svetlozar	9   62   83   85   123 161   208   216

Autor Seite

### T

TEICHERT Christian	52   74   183   253
--------------------	---------------------

### V

VORHAUER Andreas	49
------------------	----

### W

WAGNER Julian	146
WALDHAUSER Wolfgang	60   111   165   195   259
WERZER Oliver	99
WETSCHER Florian	49
WIEDENHOFER Helmut	IV
WILHELM Peter	103   169
WINKLER Adolf	17   106   141   154 180   210   217
WINKLER Bernhard	41
WORSCH Peter	101   198
WÜRSCHUM Roland	64   87   131   244

### Z

ZARKRZEWSKI Marek	178
-------------------	-----





# Handbuch der Nanoanalytik Steiermark 2005

## Impressum

Handbuch der Nanoanalytik Steiermark

1. Auflage, Juli 2005

Graz, Austria

herausgegeben und redigiert von W. Rom

## Kontakt

Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie  
und Feinstrukturforschung,  
Technische Universität Graz und  
Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz

Steyrergasse 17  
8010 Graz, Austria

Tel. +43 316 873-8320

Fax +43 316 811596

sekretariat@felmi-zfe.at

www.felmi-zfe.at

in Zusammenarbeit mit der  
JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH



# Manoanalytik ■ ■ ■ ■ ■ Steiermark ■ ■ ■ ■ ■

## Handbuch der Manoanalytik Steiermark 2005