



DETECTIVE WORK IN THE NANO WORLD

DEKTIVARBEIT IN DER NANO-WELT

A high-performance scanning electron microscope enables SCHOTT to work even harder on exploring and developing micro- and nano-structured materials and products. Even the surfaces of various types of material combinations can be prepared down to the nano level.

Ein leistungsstarkes Rasterelektronenmikroskop ermöglicht es SCHOTT, die Erforschung und Entwicklung von mikro- und nanostrukturierten Werkstoffen und Produkten voranzutreiben. Selbst Oberflächen von verschiedenartigen Materialkombinationen lassen sich bis auf Nanoebene präparieren.

THILO HORVATITSCH

The image on the screen shows the fissured surface of a plastic foil with integrated glass particles in micrometer resolution through the electronic beam optics of the “Neon 40” scanning electron microscope from Zeiss. The material combination shown here helps our company to manufacture a special separator foil for the energy storage systems of the future. The scanning electron microscope itself is also highly sophisticated. It not only allows for high resolution imaging of samples as small as 1.1 nanometers with the scanning electron microscope (SEM), but the focused ion beam

Das Bild auf dem Monitor zeigt die zerklüftete Oberfläche einer Kunststoffolie mit eingearbeiteten Glaspartikeln, betrachtet in Mikrometer-Auflösung durch die Elektronenstrahl-optik des Rasterelektronenmikroskops „Neon 40“ von Zeiss. Die abgebildete Materialkombination dient der Herstellung einer speziellen Separatorfolie für Energiespeichersysteme von morgen. Fortschrittlich ist auch das Elektronenmikroskop selbst. Es erlaubt nicht nur den hochauflösenden, bis auf 1,1 Nanometer genauen Blick auf Proben mittels SEM (Scanning Electron Microscope).



The scanning electron microscope Neon 40 helps SCHOTT researchers to find answers to difficult questions on developmental and damage analysis more quickly. The photos to the right show how a sample is placed inside the system.

Mit dem Rasterelektronenmikroskop Neon 40 können SCHOTT Forscher komplexe Fragen der Entwicklungs- oder Schadensanalytik nun schneller beantworten. Die Bilder rechts zeigen das Einbauen einer Probe.



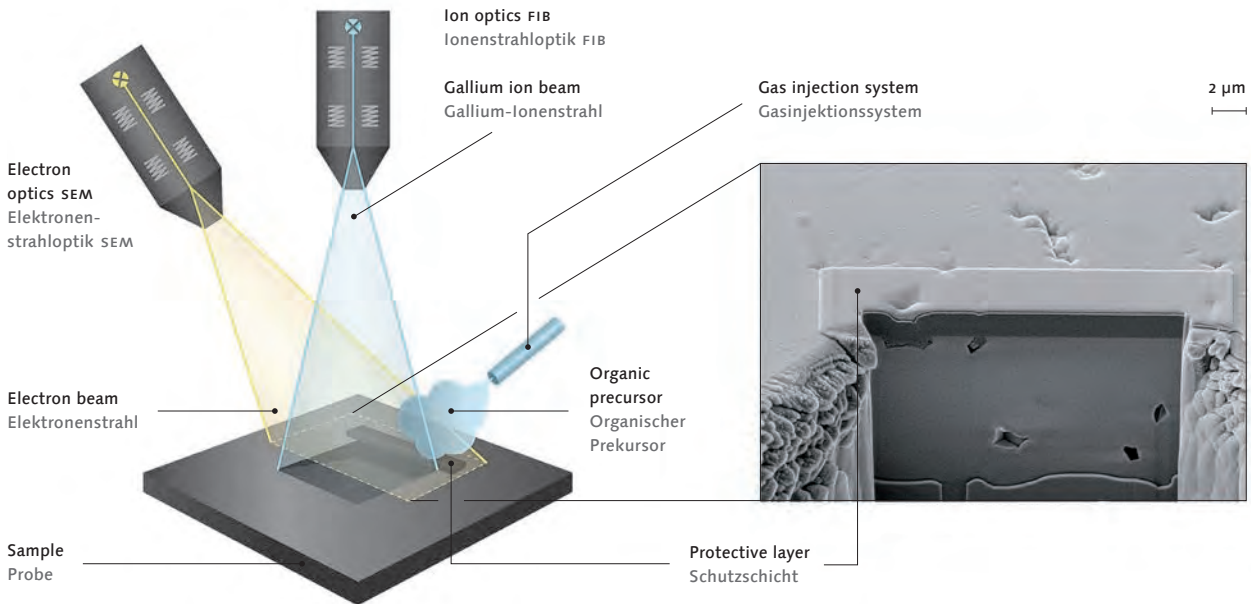
Photos fotos : schott/C. Costard

(FIB) optics that are aligned diagonally to the electron beam also allow for preparation of the smallest surface structures by scraping off small amounts of material. Cuts through or exposure of material surfaces are possible down to the nano level with the FIB. In fact, they can be examined and prepared at the same time with the SEM and the FIB.

A mixed type – such as brittle, porous glass embedded in a ductile (plastically preformed) polymer matrix – could never be processed using traditional techniques such as grinding, polishing, breaking or cutting, without destroying or altering the material structure. For use in innovative rechargeable batteries, the goal is to manufacture the separator material to be as thin as possible. After all, the thinner the foil, the higher the energy density of the battery. At the same time, however, its mechanical, chemical and temperature stability needs to be maintained. Here, the Neon 40 helps us learn more about surface structures in order to ultimately be able to improve them, by determining the right degree of porosity of a material, for example. “Our research and development is in need of clear images and information on materials and structures that we can work with. Otherwise, we won’t be able to

Die diagonal zum Elektronenstrahl ausgerichtete Ionenstrahl-optik FIB (Focused Ion Beam) ermöglicht auch die Präparation kleinster Oberflächenstrukturen durch Abtragen winzigster Materialmengen. Schnitte durch oder Freilegen von Werkstoffoberflächen, das gelingt mit FIB bis auf Nano-Ebene. Dabei lässt sich mit SEM und FIB gleichzeitig beobachten und präparieren.

Selbst kombinierte Materialien wie das erwähnte Beispiel bereiten keine Probleme: Sprödes, poröses Glas, eingebettet in eine duktile (plastisch verformbare) Polymermatrix – ein solcher Mix wäre mit klassischen Verfahren wie Schleifen, Polieren, Brechen oder Schneiden nicht zu bearbeiten, ohne das Materialgefüge zu zerstören oder zu verändern. Dieses Separatormaterial für innovative wiederaufladbare Batterien soll möglichst dünn hergestellt werden. Denn je dünner diese Folie, desto höher die Energiedichte des Akkus. Zugleich darf aber ihre mechanische, chemische und Temperatur-Stabilität nicht leiden. Hier trägt das Neon 40 dazu bei, Oberflächenstrukturen genau kennenzulernen, um diese letztlich optimieren zu können – zum Beispiel mit der Bestimmung einer passenden Porositätsgröße des Materials. „Unsere Forschung und Entwicklung braucht klare Bilder und Aussagen über die



HIGH-PRECISION MICROSCOPE AND TOOL

The electron beam optics and ion beam optics in the CrossBeam workstation Neon 40 with an SEM (Scanning Electron Microscope) and an FIB (Focused Ion Beam) allow for simultaneous observation and preparation of micro- and nano-structured samples. In this photograph, a protective coating is vapor deposited with the help of a gas injection system to allow for a defined amount of material to be removed inside the zone to be prepared (see micro photo to the right).

HOCHPRÄZISES MIKROSKOP UND WERKZEUG

In der CrossBeam Workstation Neon 40 mit SEM (Scanning Electron Microscope) und FIB (Focused Ion Beam) erlauben Elektronenstrahloptik und Ionenstrahloptik die gleichzeitige Beobachtung und Präparation von mikro- oder nanostrukturierter Proben. Hier wird mit Hilfe eines Gasinjektionssystems eine Schutzschicht abgeschieden, um einen definierten Materialabtrag in der zu präparierenden Zone zu ermöglichen (siehe Mikrofoto oben).

make progress,” emphasizes Dr. Markus Kuhr, Senior Manager for Technical Service Analytics at SCHOTT. Today, this progress extends deep into the depths of the nano cosmos and requires extremely high-power analytical tools because opening up unique product worlds that are modeled to the highest extent possible is driven by ever shorter development times and innovation cycles. “These issues are becoming increasingly complex. We need extremely advanced equipment in order to be able to come up with answers more quickly and support our divisions more effectively,” explains Dr. Stephan Corvers, SCHOTT Technical Service Analytics.

Conventional preparation methods that previously needed significantly more time or could not be done at all can now be executed and more quickly accomplished with the FIB in the Neon 40. Areas like development and damage analytics will benefit from this. For example, phosphate glasses that are connected to electroconductive glass-to-metal feedthroughs showed signs of deterioration after being stored in a refrigerator, despite the fact that a protective coating against humidity had been applied. Only FIB preparation of a cross section through the corroded surface caused nano scale defects in the layer. Humidity chewed its way through it and caused the glass to dissolve. “These types of insights enable us to improve the structure, adhesion and chemical stability of the

Materialien und Strukturen, mit denen wir arbeiten. Sonst gibt es keinen Fortschritt“, betont Dr. Markus Kuhr, Senior Manager Technical Service Analytics bei SCHOTT. Dieser Fortschritt dringt heute bis in die Tiefen des Nanokosmos vor – und benötigt dafür höchst leistungsfähige analytische Werkzeuge. Denn die Erschließung neuartiger, bis ins Kleinste modellierter Produktwelten wird getrieben von immer kürzeren Entwicklungszeiten und Innovationszyklen. „Die Fragestellungen werden immer komplexer. Um Antworten noch schneller geben und unsere Geschäftsbereiche noch besser begleiten zu können, benötigen wir hochmodernes Equipment“, erläutert Dr. Stephan Corvers, SCHOTT Technical Service Analytics.

Wofür übliche Präparationsmethoden viel Zeit brauchen oder nicht anwendbar sind, gelingt mit dem FIB des Neon 40 oft in kurzer Zeit oder wird überhaupt erst möglich. Davon profitieren Entwicklungs- wie auch Schadensanalytik. Ein Beispiel: Phosphatgläser, die mit Metallen etwa zu stromführenden Glas-Metall-Durchführungen verbunden werden, wiesen nach Lagerung im Klimaschrank Auflösungsmerkmale auf – trotz einer aufgetragenen Schutzschicht gegen Feuchtigkeit. Erst die FIB-Präparation eines Querschnitts durch die korrodierte Oberfläche brachte nanoskalige Defekte in der Schicht zum Vorschein. Durch diese

layer and ultimately the entire glass-to-metal compound. In addition, we are able to detect defects more accurately and more quickly for internal and external customers. We are able to answer questions such as, 'What caused the system to fail?' Now, we have just the right magnifying glass we need to do this type of detective work," Dr. Kuhr notes.

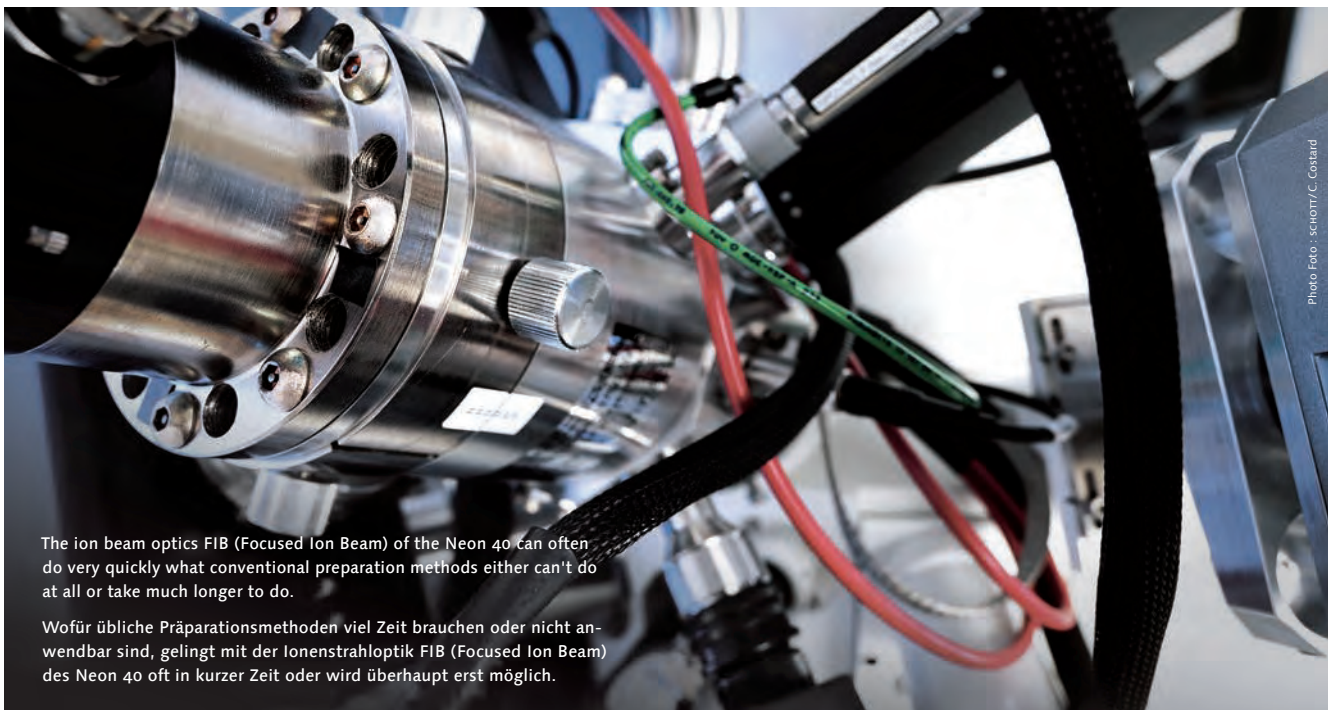
In fact, this high-performance tool even sees things that SCHOTT could never see before. For example, the multicomponent nano structure of the cermet layer can now be displayed. This absorber layer absorbs the radiation from the sun in the receivers used in solar power plants. It contains extremely small metal particles that increase efficiency, but would be too small to be used for display purposes with the devices previously available. "Now, we are able to optimize these particles and thus further increase the efficiency of the receiver," Dr. Corvers explains. This instrument also provides more reliable results than other techniques because sometimes the sample has to be destroyed to allow for target preparation of extremely small defects. Small porous particles only 10 micrometers in size that initially only occur as colored points and lie under the surface of a glass or glass-ceramic are only one example. This type of defect is extremely difficult to detect. Grinding or polishing is usually either too risky or impossible. FIB characterization, however, increases the probability of deriving useful analytical results. "And the possibilities an electron microscope offers are far from being exhausted," Dr. Kuhr notes.

< markus.kuhr@schott.com
stephan.corvers@schott.com

drang Feuchtigkeit, was dann zur Zersetzung des Glases führte. „Solche Aufschlüsse erlauben es uns zum einen, Aufbau, Haftung oder chemische Beständigkeit der Schicht zu optimieren und letztlich den gesamten Glas-Metall-Verbund zu verbessern. Zum anderen können wir für interne und externe Kunden nun viel besser und schneller Defekte aufspüren und Fragen beantworten wie: Warum versagt ein System? Wir haben jetzt die richtige Lupe für diese Detektivarbeit“, beschreibt Dr. Kuhr.

Dabei sieht das leistungsstarke Werkzeug Dinge, die vorher für SCHOTT nicht sichtbar waren. Mit seiner Hilfe gelang es erstmals, die mehrkomponentige Nanostruktur der sogenannten Cermet-Schicht abzubilden. Diese Absorber-Schicht nimmt in Receivern von Solarkraftwerken die Strahlung der Sonne auf. Sie enthält winzigste Metallpartikel, die den Wirkungsgrad erhöhen, aber für eine Darstellung mit bisherigen Mitteln zu klein waren. „Nun können wir die Partikel optimieren und somit die Effizienz des Receivers weiter steigern“, so Dr. Corvers. Das Instrument liefert außerdem zuverlässiger Resultate als andere Verfahren. Denn zur Zielpräparation winzigster Defekte gilt es manchmal die Probe zu zerstören. Ein Beispiel hierfür sind 10 Mikrometer kleine poröse Partikel, die zunächst nur als verfärbte Punkte in Erscheinung traten und unter der Oberfläche von Glas oder Glaskeramik lagen. Ein solcher Defekt ist sehr schwierig freizulegen; Schleifen oder Polieren ist hier meist zu riskant oder unmöglich. Eine FIB-Charakterisierung dagegen bietet eine hohe Sicherheit, ein verwertbares Analyse-Ergebnis zu bekommen. „Und damit sind die Möglichkeiten des Elektronenmikroskops noch längst nicht ausgeschöpft“, verrät Dr. Kuhr.

< markus.kuhr@schott.com
stephan.corvers@schott.com



The ion beam optics FIB (Focused Ion Beam) of the Neon 40 can often do very quickly what conventional preparation methods either can't do at all or take much longer to do.

Wofür übliche Präparationsmethoden viel Zeit brauchen oder nicht anwendbar sind, gelingt mit der Ionenstrahl-optik FIB (Focused Ion Beam) des Neon 40 oft in kurzer Zeit oder wird überhaupt erst möglich.

Photo Foto: SCHOTT/C. Costard