

Empa **News**

Magazin für Forschung, Innovation und Technologietransfer
Jahrgang 11 / Nummer 40 / Mai 2013



Harte Schichten, smarte Schichten

EMPA 
Materials Science & Technology

Quecksilber
in Sparlampen 04

Galvanikforschung
für den Mittelstand 06

Neue «Superlupe» sieht
Atome und ihre Chemie 10

Wir tippen auch fürs Tablet!



Unser digitales Magazin finden Sie jetzt auch im App-Store für Ihr iPad und im Android Play Store unter dem Suchwort «EmpaNews».

(Läuft nur auf Tablets, nicht auf Smartphones)



Empa**News**

TOUCH THE SCIENCE



MICHAEL HAGMANN Leiter Kommunikation

An den Grenzen spielt die Musik

Liebe Leserin, lieber Leser

Viele chemische Reaktionen und physikalische Vorgänge finden an Ober- oder Grenzflächen statt, beispielsweise die (heterogene) chemische Katalyse, also die Umwandlung von einer Substanz in eine andere, die Änderung des Aggregatzustands, etwa das Kondensieren von Wasserdampf, oder Korrosionsprozesse.

Häufig sind diese Grenzflächen sehr dünn, im Extremfall bestehen sie aus nur einer monomolekularen Schicht. Um die Vorgänge an diesen Schichten zu verstehen (und steuern zu können), heisst es zunächst einmal, die Schichten möglichst genau zu analysieren. Und zwar strukturell UND chemisch. Im Idealfall bis zum einzelnen Atom, sprich: ins Atom «hineinzuschauen». Genau dies machen die Forscher und Forscherinnen der Empa, indem sie stets neue Analysegeräte entwickeln und sie zu Höchstleistungen zwingen. Die aktuelle Ausgabe der «EmpaNews» zeigt Ihnen einige beeindruckende Beispiele dieser «Super-Mikroskope». Wobei diese nur noch dem Namen nach etwas mit dem Gerät gemein haben, mit dem wir im Biologieunterricht einst staunend die Brennhaare der Brennnessel oder Steinzellen im Fruchtfleisch der Birne bewundert haben.

Ein Staunen wollen wir Ihnen, werte Leserin, werter Leser, auch mit unserer neuen App entlocken; damit können Sie ab sofort die «EmpaNews» multimedial auf Ihrem iPad oder Android-Tablet lesen.

Also: Herunterladen, abonnieren und herunklicken. Viel Vergnügen dabei!

Impressum

Herausgeberin: Empa, Überlandstrasse 129, 8600 Dübendorf, Schweiz, www.empa.ch / **Redaktion & Gestaltung:** Abteilung Kommunikation / **Kontakt:** Telefon +41 58 765 47 33 empanews@empa.ch, www.empa-news.ch // Erscheint viermal jährlich, **ISSN 1661-173X**

Titelbild

Hochtemperatur-Fügeversuch an 200 dünnen Schichten Aluminiumnitrid und Kupfer. Das nanometerdünne Kupfer schmilzt bei niedrigeren Temperaturen als üblich. Diese schonende Methode könnte der Elektronikindustrie entscheidende Vorteile bringen. Siehe Seite 18.



Feinste Uhrenzahnäder aus hartem Edelstahl – produziert im Galvanikbad 06

04 Quecksilber in Sparlampen – ein Damoklesschwert?

In unserer Beleuchtung steckt Gift

FOKUS: Harte Schichten, smarte Schichten

06 Edelstahl aus kaltem Wasser

Galvanikforschung für die Industrie

10 Nimm 2

Das 3-D-NanoChemiscope sieht Atome und Chemie

14 Materialien im Fadenkreuz

Wie die Empa atomare Strukturen erkennt

16 Nanoteilchen in 3-D

Räumliches Sehen im Elektronenmikroskop

18 Der Grenzverstärker

Portrait des Oberflächenpezialisten Lars Jeurgens

21 Morgens duschen, abends lüften

Feuchtespeicherputz revolutioniert das Wohnklima

24 Superspeicher oder Brandsatz?

Wenn Li-Ionen-Batterien durchgehen



Brandversuch am Elektromobil 24



Lasertechnik im Abgaslabor 26



ClimatePartner[®]
klimaneutral

Druck | ID: 53232-1304-1014

Quecksilber in Sparlampen – ein Damoklesschwert?

Wie viel Quecksilber schwebt in Form von Energiespar- und anderen Lampen über unseren Köpfen? Wohin «verschwindet» es, wenn die Lampe erlischt? Und wie gefährlich ist es, wenn etwa im Kinderzimmer eine Lampe zu Bruch geht? Die Empa erforscht die Dimension des Problems.

TEXT: Rainer Klose / BILDER: Empa

Energiesparen ist politisch gewollt. Mit Verboten fördert der Gesetzgeber den Umstieg auf Energiesparlampen: 2009 verschwand die 100-Watt-Glühbirne, 2010 die 75-Watt-Variante, 2011 die 60-Watt-Birne, und im September vergangenen Jahres wurde auch die 40-Watt-Lampe ausrangiert. Doch was handeln wir uns damit ein? «Alles, was wir erzeugen, muss irgendwann auch rezykliert werden», gibt Renato Figi zu bedenken, der in der Empa-Abteilung «Analytische Chemie» die Quecksilberbelastung aus Lampen untersucht. Und laut Packungsbeilage enthält jede Energiesparlampe je nach Typ 1-2 Milligramm Quecksilber, das sie zum Leuchten bringt.

Illegale Entsorgung?

Nur: Die Angabe stimmt nicht immer. «Wir hatten echte Aha-Erlebnisse», berichtet Figi. Manche Lampen, die er analysiert hat, leuchten bereits mit weniger als 1 mg Quecksilber, andere enthalten ein Mehrfaches dieser Menge. Der Quecksilbergehalt unterscheidet sich also erheblich – selbst bei Lampen des gleichen Typs.

Kaum jemand kannte zuvor die genaue Menge an Quecksilber in den Lampen. Diese Unsicherheit rief das Bundesamt für Umwelt (Bafu) auf den Plan. Die Empa sollte im Auftrag der Behörde die Dimension des Problems erfassen. Es galt zunächst herauszufinden, wie viel Quecksilber in Energiesparlampen und andere Lampentypen pro Jahr in der Schweiz umgesetzt wird, woher es kommt, wohin es geht. Schnell tauchte ein weiteres Problem auf: Bislang hatten sich Untersuchungen immer auf das gebundene Quecksilber in den Lampen beschränkt, also die Anteile, die am Glas oder an anderen festen Bauteilen haften. Niemand kümmerte sich ums gasförmige Quecksilber – das wesentlich gesundheitsschädlicher ist als flüssiges und festes.

Analyse des Problems

Figi fand eine einfache, aber wirkungsvolle Methode, das Quecksilber in der Lampe gesamthaft zu erfassen: Die ganze Lampe wird in eine violette Lösung von Kaliumpermanganat getaucht, das als starkes Oxidationsmittel wirkt. Dann wird der Glaskörper unter Wasser mit einer Zange aufgebrochen. Sofort schießt die Salzlösung in den Glaskörper, denn dort herrscht Unterdruck. Das gasförmige Quecksilber (chemische Formel Hg^0) wird dadurch zu Hg^{2+} -Ionen oxidiert und im Oxidationsmittel gelöst. So lässt sich der gasförmige Anteil des Quecksilbers quantitativ bestimmen.





So ermittelt die Empa den Quecksilbergehalt in Energiesparlampen: Die Lampe wird in Kaliumpermanganatlösung getaucht und der Glaskörper aufgemesselt. Durch den Druckunterschied flutet die Lösung ins Lampenglas und holt das gasförmige Quecksilber heraus. Der Glaskörper wird dann gemahlen, die daran haftenden Anteile separat analysiert.



Die Menge an gebundenem Quecksilber ermittelt Figi an der gleichen Lampe, indem er nach dem Aufbrechen die übrig gebliebenen Feststoffe (amalgamiertes Quecksilber, metallisches Quecksilber und Glas) separat analysiert. In einer mit flüssigem Stickstoff gekühlten Kugelmühle wird der Glasanteil bei -196 Grad Celsius vermahlen. Dabei verdampft kein Quecksilber – das an den Glassplittern haftende Schwermetall wird mit konzentrierter Salpetersäure im Mikrowellenofen unter Druck und hohen Temperaturen gelöst. Aus der Lösung bestimmt Figi die restliche Menge an Quecksilber, also das fest mineralisch gebundene. Falls zusätzlich amalgamiertes oder metallisches Quecksilber vorhanden ist, wird dieses in Königswasser bei hohen Temperaturen und hohem Druck gelöst und die Quecksilbermenge ebenso wie bei der Glasfraktion bestimmt.

Bislang hatte das Bafu geschätzt, dass schweizweit bis zu 200 kg Quecksilber pro Jahr in Lampen umgesetzt werden. «Am Ende der Untersuchung werden wir wissen, ob diese Annahme richtig lag», sagt Figi. «Diverse internationale Gremien haben in den letzten Jahrzehnten den Einsatz von Schwermetallen wie Cadmium, Blei, Arsen und Quecksilber geächtet. Nun, zu Beginn des 21. Jahrhunderts, fangen wir wieder an, Quecksilber in unseren Lebensräumen zu dulden.»

Zwei Drittel landen im Hausmüll

Die Reihenversuche mit insgesamt 80 Lampen – je fünf Stück von 16 verschiedenen, handelsüblichen Lampentypen – ergaben einen weiteren interessanten Befund: Fabrikneue Lampen enthalten viel gebundenes und wenig gasförmiges Quecksilber. Doch mit der Brenndauer steigt der Anteil an gasförmigem Schwermetall. Daher sind quecksilberhaltige Lampen, die nach Tausenden Stunden Brennzeit schliesslich ihr Lebensende erreicht haben und ausgetauscht werden, ein ernstes Entsorgungsproblem. «Leider helfen alle Aufrufe, die Lampen im Elektrogeschäft abzugeben, wenig», konstatiert Figi. «Laut Statistik gelangt momentan nur ein Drittel aller Lampen ins Recycling.»

Für den Empa-Forscher ist der Fall klar: «Energiesparlampen können nur eine Übergangslösung sein. Wir müssen sobald wie möglich auf die schadstoffarme LED-Technik umsteigen.» Bis dahin hätte er am liebsten ein Pfand von fünf Franken auf jede verkaufte Energiesparlampe. So, meint er, könnten wir wenigstens sicher sein, dass die meisten ausgedienten Lampen rezykliert werden. //

Mit Gesetzen gegen Quecksilber

Am 18. Januar 2013 unterzeichneten in Genf 140 Staaten das erste bindende Abkommen zur Einschränkung der Herstellung und des Einsatzes des Schwermetalls Quecksilber. Die Konvention regelt Produktion, Verwendung und Lagerung von Quecksilber und den Umgang mit quecksilberhaltigen Abfällen. Neue Minen dürfen nicht errichtet, bestehende müssen binnen 15 Jahren geschlossen werden, sodass dann Quecksilber nur mehr aus Recycling zur Verfügung steht.

Quecksilber muss bis 2020 schrittweise aus Thermometern und Blutdruckmessgeräten verschwinden. Lampen unter 30 Watt Leistung dürfen höchstens noch 5 Milligramm Quecksilber enthalten. Als Konservierungsmittel für Impfstoffe bleibt Quecksilber – mangels Alternativen – erlaubt. Im Oktober 2013 wird der Vertragstext zur Ratifizierung ausgelegt. Wenn mindestens 50 Staaten den Vertrag ratifizieren, tritt er spätestens 2018 in Kraft.

In der EU ist seit 2011 der Export von Quecksilber und Quecksilberhaltigem – mit Ausnahmen – verboten. Seitdem gilt Quecksilber als gefährlicher Abfall und muss in Hochsicherheitsbereichen unter Tage, etwa in aufgelassenen Salzbergwerken, eingelagert werden. Europa war bisher weltweit der Haupterzeuger von Quecksilber. Das Inventar an Quecksilber vor allem in der Chloralkali-Elektrolyse in Deutschland beträgt rund tausend Tonnen.

Quelle: [Wikipedia/New Scientist Deutschland](#)

Was tun, wenn eine Energiesparlampe bricht?



- Fenster auf – den Raum 15 Minuten lang lüften
- Scherben sorgfältig zusammenkehren, allenfalls Scherben mit Klebeband einsammeln
- NICHT Staubsaugen – denn das verteilt Quecksilberdampf- und partikel in der Luft
- Scherben, Klebeband und Wischlappen in ein gut verschliessbares Schraubdeckelglas geben, dann im Recyclinghof abliefern.

Info zu Quecksilber: <http://www.bag.admin.ch/themen/chemikalien/00228/03912>

Edelstahl aus kaltem Wasser

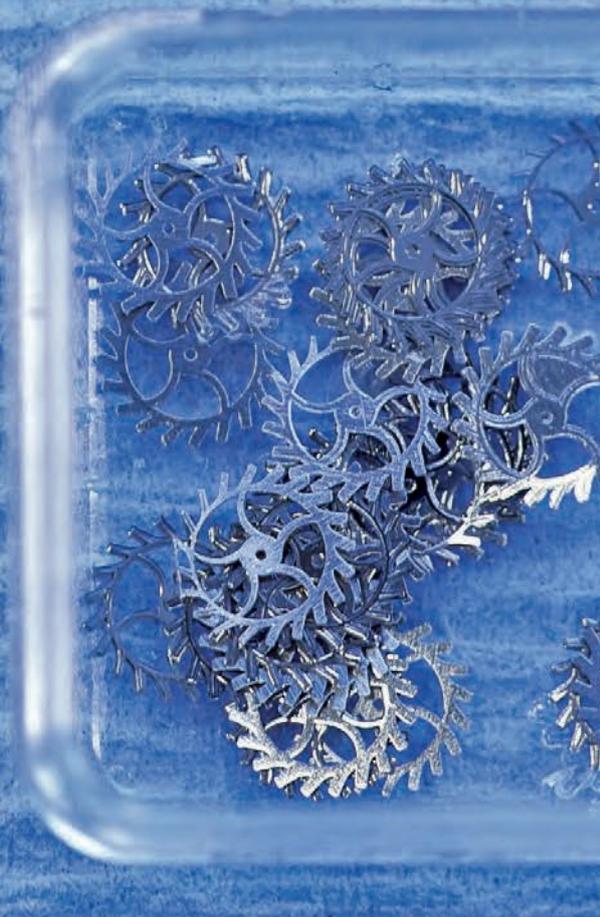
Am Empa-Standort Thun hat das Kompetenzzentrum für Galvanik seinen Sitz. Johann Michler und sein Team erarbeiten Lösungen für problematische Fälle – und erfinden Schichten, die es bislang nicht gab. Zum Beispiel Edelstahl, kalt abgeschieden aus einer Salzlösung auf beliebigem leitfähigem Material.

TEXT: Rainer Klose / BILDER: Empa





Weltneuheit aus den Empa-Labors: hochpräzise Edelstahl-Bauteile aus galvanischer Fertigung. Die rostfreie Legierung entsteht also nicht im Hochofen, sondern – kostengünstig – in einem Becken mit kaltem Wasser.



Über vier Stockwerke des General-Herzog-Hauses in Thun erstrecken sich die Labors der Empa-Abteilung «Werkstoff- und Nanomechanik» – das wohl wichtigste Zentrum für Galvanikforschung in der Schweiz. Und gleichzeitig ein Ort, an dem industrielle Probleme gelöst werden. So fragen etwa Mittelständler an, die ihre Produktion effizienter machen möchten, aber auch Grosskonzerne auf der Suche nach einer neuen Produktpalette.

«Bei unserer Arbeit an neuen Materialien betrachten wir die drei wichtigen Kernbereiche immer gleichzeitig: Herstellungsprozess, Mikrostruktur und Eigenschaften der Materialien», sagt Abteilungsleiter Johann Michler, der in seiner Heimatstadt Erlangen Materialwissenschaften studiert hat und seit 13 Jahren an der Empa forscht. In dieser Zeit hat er mit seinen Mitarbeitern einen ansehnlichen Park an (zum Teil selbst entwickelten) Analysegeräten aufgebaut, mit denen sich Struktur und mechanische Eigenschaften neu hergestellter Materialien charakterisieren lassen. Denn nur die genaue Analyse erlaubt systematische Optimierungen an Prozess und Material –



1



2

1
Abteilungsleiter Johann Michler am FIB-SIMS – einem der Hightech-Messgeräte, mit denen neue Materialien charakterisiert werden können. (Siehe auch S.15.)

2
Galvanotechniker Mario Wick schlägt die Brücke zwischen Forschung und Industrie: In diesem Galvanikbad weist sich, ob der Reagenzglasversuch auch im Grossmassstab funktioniert.

3
Markierungen für die Chirurgie: mit Titanoxid beschichtete Stahlplättchen. Das ungiftige Oxid erzeugt Interferenzfarben, die dem Chirurgen den genauen Verwendungszweck des Werkstücks anzeigen. Der Chirurg sieht zum Beispiel, mit welcher farbig markierten Schraube er ein Implantat befestigen soll.

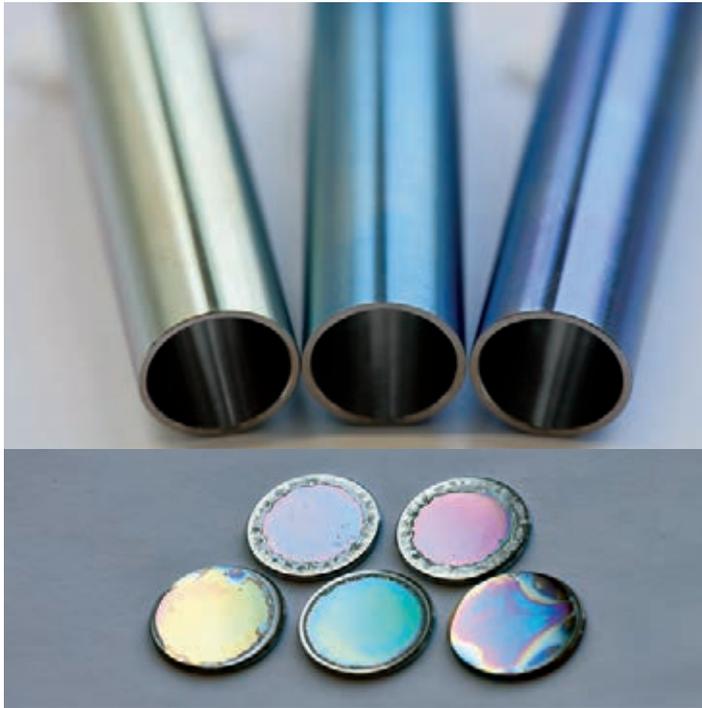
alles andere wäre «trial and error». In seinem Team finden sich deshalb neben Materialwissenschaftlern und Chemikern auch Physiker, Maschinenbauer und Galvanotechniker, um die gesamte Prozesskette bis hin zu den Eigenschaften der Produkte abzudecken.

Analysetechnik bringt den Vorteil

Michlers Mitarbeiter können mit System und Beharrlichkeit allertand technologische Nüsse knacken: Sie beschichten leitfähige Oberflächen mit Metall, markieren medizinische Implantate mittels dünner, farbiger Interferenzschichten und beherrschen das Galvano-Forming. Mit dieser Methode ist es möglich, mikromechanische Bauteile äusserst präzise – und erst noch kostengünstig – in Kleinserien herzustellen, was zum Beispiel in der Uhrenindustrie auf grosses Interesse stösst.

Ein anderes Verfahren kommt in der Medizintechnik zum Einsatz. Chirurgen müssen schnell arbeiten – und sie mögen keine Beipackzettel. Darum sind medizinische Implantate farbig markiert. So wird dem Operateur auf einen Blick klar, welche Schraube mit welchem Schraubendreher fixiert werden muss und welche Bauteile zusammenpassen, welche nicht. Selbstverständlich müssen die farbigen Markierungsschichten ungiftig sein und dürfen sich im Körper nicht auflösen.

Bislang war es zwar möglich, Titanimplantate durch das Aufbringen einer dünnen Schicht Titanoxid farbig zu markieren. Die in zartem Blau- oder Rotmetallic glänzende Schicht ist ungiftig – Titanoxid wird auch als Weisspigment in Zahnpasta und in Sonnencremes verwendet. Doch es gibt auch Implantate aus anderen Metallen, und



auch die wollen markiert sein. Michlers Team gelang es, die harmlosen Titanoxidschichten auch auf Edelstahlschrauben anzubringen. Das Medizintechnikunternehmen DePuy Synthes hat die Schrauben bereits im Programm. Vorteil für den Hersteller: Die galvanische Markierung der Schrauben kommt 50-mal billiger als eine Farbmarkierung mit der bis dato verwendeten Sputtering-Methode.

Knacknuss Aluminium

Im Fall von Aluminium sind galvanische Beschichtungen besonders heikel, denn auf dem Leichtmetall bildet sich an Luft eine dünne Oxidschicht. Sie ist einerseits nützlich, denn sie verhindert die Korrosion des Aluminiums. Doch andererseits verhindert diese Schicht auch erwünschte, chemische Reaktionen. Die Empa-Forscherin Laetitia Philippe schaffte es, das Problem zu umgehen. Auch hier wurde nicht etwa herumgeprübelt, bis es klappte, sondern systematisch analysiert und verfeinert: Mit Hilfe von Rasterelektronenmikroskopen (REM) – fünf dieser Geräte stehen allein in Thun – konnten die Nanostrukturen der Haftschrift analysiert werden. Nun verfügt Laetitia Philippe über genügend Daten, um die Qualität der aufgetragenen Schicht allein aufgrund der Stromdichte beurteilen zu können.

Edelstahl ganz ohne Schmelzofen

Christoph Niederberger, ebenfalls Galvanikexperte, hat sich mit seiner Entwicklung inzwischen selbständig gemacht und ein Start-up gegründet: Seine Firma Eleoss sitzt im gleichen Gebäude wie die Empa und bietet kleine, hochpräzise Edelstahl-Bauteile aus galvanischer Fertigung an. Der Edelstahl, eine Legierung aus Eisen,

Chrom und Nickel, wird dabei aus einer Salzlösung abgeschieden. Durch eine spezielle Auswahl an Komplexbildnern in der Lösung ordnen sich die Metallionen so an, als würde das Metall aus einer Schmelze stammen.

Und auch hier trug die Analysetechnik der Empa entscheidend zum Erfolg bei: Mittels Glimmentladungsspektroskopie (GDOES) überprüften die Forscher die chemische Zusammensetzung der galvanisch erzeugten Edelstahlschichten. Aufnahmen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) sowie im REM gaben Aufschluss über die Korngrösse. Röntgenbeugung (XRD) lieferte Informationen über die Kristallstruktur des Stahls, ebenso wie über die Dichte und allfällige Defekte. Die so produzierten Mikro-Zahnräder sollen nun in der Schweizer Uhrenindustrie eingesetzt werden.

Grundlagenforschung für Solarzellen

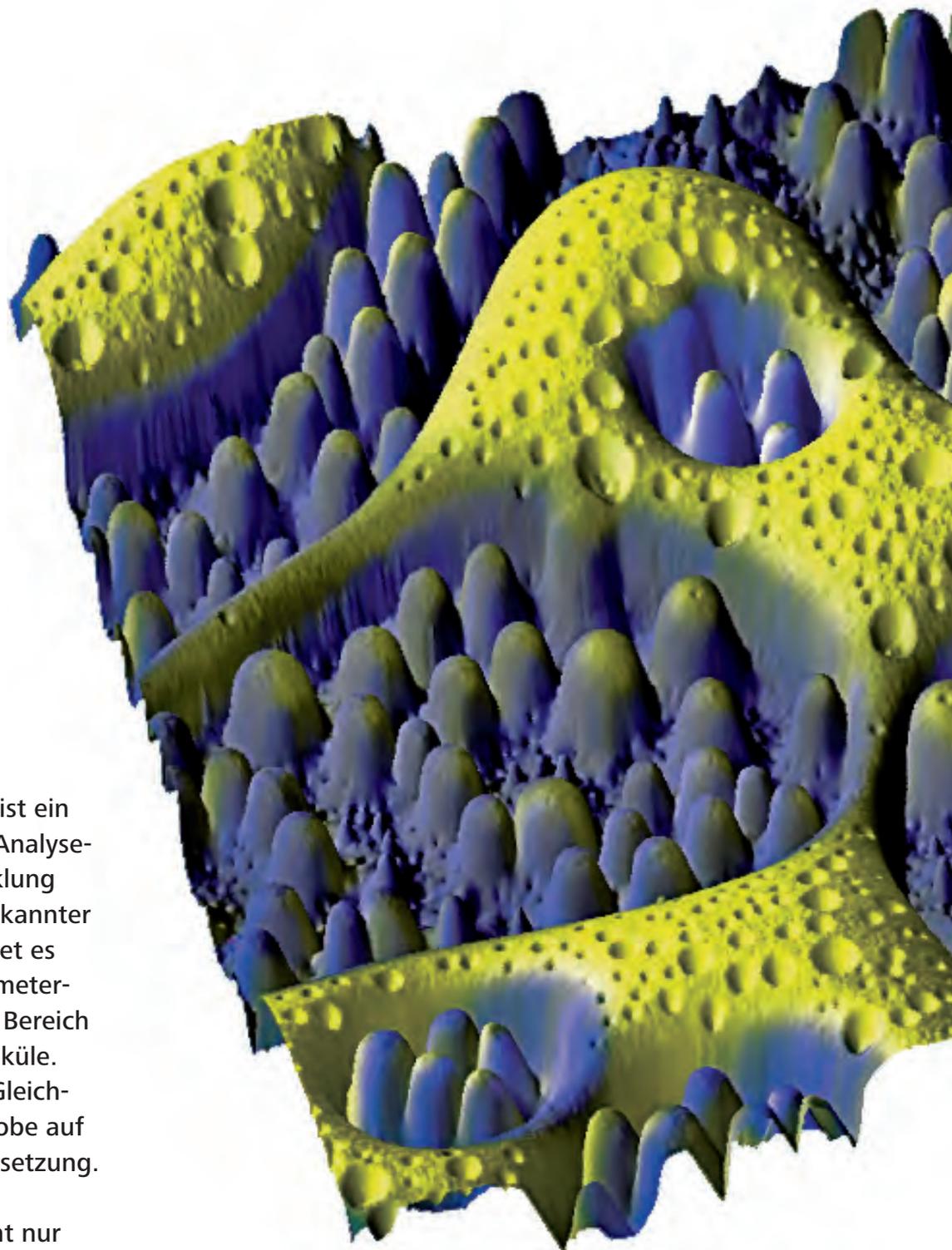
Während das Know-how der Empa bereits für praktische Produktionsfragen angewandt wird, laufen parallel Projekte im Bereich der Grundlagenforschung. Zu den Problemen von morgen zählt etwa die Energieversorgung aus erneuerbaren Quellen.

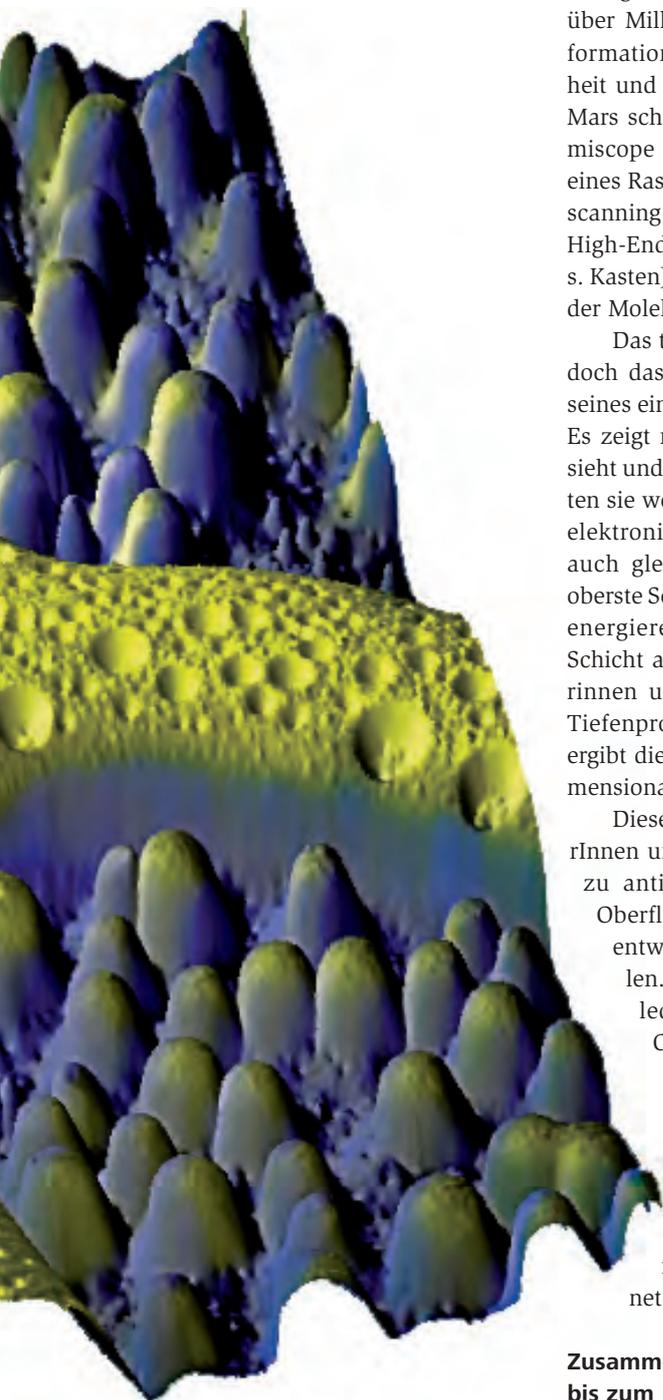
Das Team von Laetitia Philippe forscht an der galvanischen Abscheidung von Halbleitermaterialien wie Silizium oder Zinkoxid auf Metallfolien. Dies könnte in Zukunft die Herstellung von Solarzellen deutlich billiger machen als heute, weil dann statt teurer Sputtering-Verfahren im Vakuum wesentlich billigere galvanische Methoden zur Fabrikation eingesetzt werden können. Die Hightech-Materialien entstehen quasi in einem jahrhundertalten Verfahren, das jede mittelständische Firma beherrschen kann. //

Nimm 2

Das 3-D-Nanochemiscope ist ein Wunderwerk modernster Analysetechnik. Als Weiterentwicklung und Zusammenführung bekannter Mikroskopietechniken bildet es Materialoberflächen nanometergenau ab – also bis in den Bereich einzelner Atome und Moleküle. Doch damit nicht genug: Gleichzeitig untersucht es die Probe auf ihre chemische Zusammensetzung. Das weltweit einzigartige Instrument liefert also nicht nur gestochen scharfe Bilder, es weiss auch, was es «sieht».

TEXT: Martina Peter / BILDER: Empa





Typisches Analysebild aus dem 3-D-NanoChemiscope: die Atomstruktur der Oberfläche ist zu sehen. Dazu liefert das Gerät Informationen über die chemische Zusammensetzung der oberen Schichten.

In mancherlei Hinsicht sind das neu entwickelte 3-D-NanoChemiscope und der Mars-Rover «Curiosity» artverwandt. Beide untersuchen Topografie und Zusammensetzung von Welten, über die wir bis anhin wenig wussten. Während «Curiosity» uns über Millionen von Kilometern hinweg Informationen über Oberflächenbeschaffenheit und Gesteinskomposition des Planeten Mars schickt, liefert uns das 3-D-NanoChemiscope – die weltweit erste Kombination eines Rasterkraftmikroskops (SFM von engl. scanning force microscope, s. Kasten) und High-End-Massenspektrometers (ToF-SIMS, s. Kasten) – völlig neue Einblicke in die Welt der Moleküle und Atome.

Das tun herkömmliche SFM zwar auch, doch das 3-D-NanoChemiscope kann dank seines eingebauten ToF-SIMS deutlich mehr: Es zeigt nicht nur, wie die Oberfläche aussieht und welche physikalischen Eigenschaften sie wo hat – also etwa magnetische oder elektronische Besonderheiten –, sondern auch gleich, aus welchen Molekülen die oberste Schicht besteht. Und da sich mit dem energiereichen Ionenstrahl Schicht um Schicht abtragen lässt, können die Forscherinnen und Forscher eine Art chemisches Tiefenprofil der Probe erstellen. Letztlich ergibt dies ein molekular aufgelöstes dreidimensionales Abbild der untersuchten Probe.

Dieses Wissen ermöglicht den ForscherInnen unter anderem, chemische Prozesse zu antizipieren und massgeschneiderte Oberflächen und Zwischenschichten zu entwerfen, beispielsweise für Solarzellen. Konnten die Entwickler bis anhin lediglich erkennen, dass auf einer Oberfläche ein Mehrschichtsystem aus vielen verschiedenen Polymeren sass, können sie mit dem 3-D-NanoChemiscope nun Molekül für Molekül orten und erkennen, welche Polymere aufeinander liegen und wie sie sich – flach oder tropfenartig – angeordnet haben.

Zusammenarbeit – Von der Idee bis zum Produkt

Dass das Gerät über weite Strecken an der Empa gebaut wurde, ist kein Zufall. Treibende Kraft hinter der Entwicklung des 3-D-NanoChemiscope ist Hans Josef Hug, Leiter der Abteilung «Nanoscale Materials Science» und Physikprofessor an der Universität Basel. Er hat mit seinen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern schon unzählige Rasterkraftmikroskope entwickelt und viele davon zur Marktreife gebracht. In der Kombination verschiedener Analysemethoden und -geräte liegt für ihn ein besonderer Reiz. So entwi-

ckelte er etwa zusammen mit dem Paul Scherrer Institut (PSI) «NanoXAS», ein Mikroskop, mit dem simultan Proben mit Röntgenabsorption und Rastersondenmikroskopie analysiert werden können.

Hugs Mitarbeiterin, die Physikerin Laetitia Bernard, übernahm 2008 die Aufgabe, das Projekt 3-D-NanoChemiscope auf Empa-Seite zu leiten und ein SFM mit einem High-End-Massenspektrometer zu vermählen. Koordiniert wurde das vom 7. EU-Forschungsrahmenprogramm geförderte Projekt vom deutschen Industriepartner ION-TOF GmbH, der das Know-how zum Massenspektrometer beisteuerte.

«Wollte man bis anhin Oberflächen sowohl auf chemische als auch auf physikalische Eigenschaften hin untersuchen, blieb einem nichts anderes übrig, als die Probe «über den Flur von einem Gerät zum anderen zu bringen», erklärt Laetitia Bernard. Das SFM rastert mit einer feinen Spitze die Topografie der Probe ab, darauf muss sie zum ToF-SIMS gebracht werden, wo ermittelt wird, aus welchen Elementen sich die oberste molekulare Monoschicht der Festkörperoberfläche zusammensetzt. «Damit ergaben sich für uns zwei Probleme», so die Physikerin. «Einerseits konnte die Probe oxidieren oder kontaminiert werden. Andererseits war es praktisch unmöglich, die vom SFM untersuchte Stelle exakt wiederzufinden.»

Da lag es auf der Hand, die beiden Geräte in einem zu vereinen. Doch: «Auf den ersten Blick schien dies unmöglich, viele Kollegen haben Zweifel geäußert», erinnert sich Laetitia Bernard. Zu unterschiedlich seien SFM und ToF-SIMS aufgebaut. Beim SFM befinden sich Probe und Raster Spitze in einer Kammer mit Dämpfern, die jede unerwünschte Schwingung unterdrücken. Im ToF-SIMS hingegen ist alles – die Kanonen für die Ionenstrahlen, Kameras usw. – rund um die Probe herum angeordnet. «Rein geometrisch stiessen wir daher schnell an Grenzen. Die Probe liess sich schlicht nicht gleichzeitig nach beiden Methoden untersuchen.»

Da versuchten es die Forscher mit einem anderen Ansatz: Es sollte möglich sein, die beiden Geräte in einer Ultrahochvakuumkammer so nahe wie möglich nebeneinander zu platzieren und mit einem zuverlässigen Transportsystem auszurüsten, das die Probe vorsichtig zwischen SFM und ToF-SIMS hin- und her bewegt.

Pläne für unzählige Teile

Genau die richtige Aufgabe für Sasa Vranjkovic. Der erfahrene Maschinenbauer, der in Hugs Team schon etliche Mikroskope für die Nanowelt konstruiert hatte, entwarf mit den

ToF-SIMS-Spezialisten am Computer mit Joystick und einem CAD-Programm geometrisch realisierbare Baupläne. Am Bildschirm fügte er Tausende von Teilen zusammen und machte Vorgaben, wie dann Bauteil für Bauteil in der Empa-Werkstatt gefertigt und im Labor von Laetitia Bernard zusammengesetzt werden musste.

Mehr als einmal sahen sich Vranjkovic und Bernard mit massiven Schwierigkeiten konfrontiert. So erwies sich etwa die gängige Methode, mit der die Probe durch einen elektrischen Schrittmotor transportiert wird, als ungeeignet. In einem System, das auf Kugellagern beruht, gibt es immer genügend Spiel, das die Probe auf ihrem 23 cm langen Weg zwischen SFM und ToF-SIMS minimal verschieben kann.

Daher griffen die Wissenschaftler auf einen von ION-TOF entwickelten Piezoelektromotor zurück. «Er stößt den Probehalter wie einen Schlitten auf Schienen ruckweise vorwärts», erklärt Vranjkovic, «ohne – und das ist das Besondere – dass die Probe geruckelt wird.» Dazu wird eine Spannung an ein piezoelektrisches Material angelegt, das sich

ausdehnt. Wird der Strom abgestellt, zieht sich das Material wieder zusammen. Die Bewegung läuft ganz gemächlich ab, der Probehalter gleitet sanft wie auf Kufen. Bis die Probe am Zielort angekommen ist.

Werkzeugwechsel im Vakuum

Als spezielle Herausforderung erwies sich das Hochvakuum – ein Druck von lediglich 10^{-10} mbar –, unter dem das 3-D-NanoChemiscope betrieben wird. Der Wasserfilm auf den Schienen, der als Schmiermittel fungiert, kann im Vakuum einfach verdampfen. Knifflig sei auch, so Vranjkovic, wenn die Rasterspitze während einer Messung beschädigt wird und ausgewechselt werden muss. Daher baute das Team kurzerhand eine bewegliche Greifzange ins SFM ein. Die Ersatzspitzen lassen sich nun einfach austauschen, ohne dass das Vakuumsystem belüftet werden muss.

Flexibilität war auch gefragt, als es um die Beweglichkeit der Probe im ToF-SIMS ging. Die Probe musste von allen Seiten her zugänglich sein: sich hin- und her-, hinauf- und hinunterbewegen, um sich selbst dre-

hen und kippen können, also auf fünf Achsen beweglich sein. Wie konnte hier mit derart vielen Freiheitsgraden möglichst störungsfrei ein molekular aufgelöstes Rasterbild erzeugt werden? «Wir stellten alles auf den Kopf», sagt Laetitia Bernard. Sie liessen nicht wie sonst üblich die bewegliche Probe unter der Spitze durchrastern, sondern bewegten die Spitze an der nunmehr arretierten Probe vorbei. Mit dieser sehr komplexen Lösung ging das Empa-Team weit über den ursprünglich geplanten Ansatz hinaus. Es wurde nicht nur eine Art Funktionsmuster, sondern ein kompletter Prototyp entwickelt und in Betrieb genommen.

Gleiten auf Diamantschichten

Gleichzeitig behielten die Entwickler die Kosten im Auge und suchten nach möglichst günstigen Lösungen. Um keine zwar bewährten, jedoch extrem teuren Aluoxid-Saphirschienen verwenden zu müssen, entwickelten sie etwa eigens eine neuartige Schiene mit einer Schicht aus diamantähnlichem Kohlenstoff (DLC). Sie besitzt den richtigen Reibungskoeffizienten, damit die Probe in 40 Sekunden sanft vom einen zum anderen Messpunkt gleitet. Auch das ToF-SIMS selbst wurde im Projekt verbessert. Bei ION-TOF wurde der Fokus des Ionenstrahls wesentlich verbessert. Das ToF-SIMS wurde also sozusagen mit einer Brille versehen, mit der es zwar immer noch wesentlich unschärfer als das SFM sieht, aber wesentlich besser als vorher.

Im Januar 2013 wurde das vierjährige Projekt abgeschlossen. Der Prototyp des 3-D-NanoChemiscope – ein Chromstahlungestüm, 1 Meter lang, 70 Zentimeter breit und an die 1 Meter 70 hoch – steht seither bei der ION-TOF GmbH im deutschen Münster für Industriekunden und Forschungspartner im Einsatz. Der Bau weiterer Geräte steht an, Kunden zeigen sich daran sehr interessiert und sind bereit, Beiträge im siebenstelligen Frankenbereich dafür zu bezahlen. //

So funktioniert ein Rasterkraftmikroskop . . .

Das Rasterkraftmikroskop (SFM von engl. scanning force microscope, oft auch atomic force microscope, AFM genannt) ist kein klassisches Mikroskop mit einer optischen Linse. Das Abbilden von Oberflächenstrukturen bis in den Subnanometerbereich geschieht durch feines Abtasten der Topografie mit einem winzigen Federbalken. Die Kräfte, die zwischen der lediglich einige Atome dicken Spitze am Ende des Federbalkens und der zu untersuchenden Probe verursacht werden, können gemessen und aufgezeichnet werden. Je nachdem, wie das SFM eingestellt wird, erlaubt dies Aussagen über verschiedenste physikalische Eigenschaften der Probe. So lässt sich nicht nur ihre Topografie ermitteln, die Messungen geben auch Aufschluss über Härte, Elastizität und Reibungseigenschaften des Materials und ermitteln die elektrostatischen, magnetischen und (piezo-)elektrischen Kräfte, die dem Material eigen sind.

... und so ein ToF-SIMS

Die Flugzeit-Sekundärionenmassenspektrometrie (ToF-SIMS von engl. time-of-flight secondary ion mass spectrometry) liefert Informationen über die molekulare beziehungsweise elementare Zusammensetzung der obersten Schicht einer Festkörperoberfläche. Durch Beschießen einer Oberfläche mit einem energiereichen Ionenstrahl werden Moleküle und andere Bruchstücke aus der obersten Lage weggeschossen («gesputtert») und ionisiert. In Form von ionisierten Gasen können sie in einem Massenspektrometer auf ihre chemischen Bestandteile analysiert werden.

3-D-NanoChemiscope

Das Projekt stand unter der Leitung der deutschen Firma ION-TOF GmbH in Zusammenarbeit mit der Empa, NanoScan, Université Catholique de Louvain (UCL), Belgien, University of Namur (FUNDP), Belgien, Institute of Scientific Instruments (ISI), Tschechische Republik, Holst Centre, Niederlande, und der Technischen Universität Wien, Österreich. Weitere Informationen unter www.3dnanochemiscope.eu



Entstehung des 3D-Nano-Chemiskops an der Empa – von der Projektskizze (o.l.) über die CAD-Phase bis zur Fertigstellung. Hans Josef Hug, Leiter der Empa-Abteilung «Nanoscale Materials Science», und Rudolf Möllers, Projektleiter von Industriepartner ION-TOF, im Gespräch während der Systemintegration des 3-D-Nano-Chemiscopes in Münster.

Werkstatt

Sämtliche Einzelteile des 3-D-Nano-Chemiscops wurden in der Empa-Werkstatt hergestellt – vom millimeterkleinen Schraubchen bis zum 4 Kilo schweren Führungsschlitten. Viele der Bauteile hatten es in sich: Die mikrometergenaue Bearbeitung von zähen, harten Materialien und teilweise sehr komplizierten Teilen forderte auch die Werkstatt-Profis. Jede Fertigung musste sorgfältig vorbereitet, jeder Konstruktionsplan kontrolliert werden, bevor die Bauteile gefräst, erodiert, gehärtet, geschliffen und poliert werden konnten.

Die Empa-Werkstatt kann auf einen umfassenden Gerätepark zurückgreifen. Seit kurzem steht hier eine Draht-Erodiermaschine. Mit ihr lässt sich auch sehr hartes, zähes Metall auf 3 bis 5 Mikrometer genau bearbeiten.

Materialien im Fadenkreuz

Mit vielfältigen Methoden analysieren die Empa-Forscher Oberfläche und chemische Struktur ihrer Schöpfungen. So haben das Atom und seine molekulare Nachbarschaft nichts mehr zu verbergen.

Rastertunnelmikroskop STM

Eine dünne Spitze fährt in geringem Abstand über die Probe. Der Stromfluss zwischen Spitze und Oberfläche wird gemessen (Scanning Tunneling Microscopy, STM).

Einzelne Atome und elektronische Struktur

Rasterkraftmikroskop AFM

Eine dünne Spitze tastet die Probe ab. Die Kraft zwischen Spitze und Oberfläche wird gemessen (Atomic Force Microscopy, AFM)

Einzelne Atome und Oberflächeneigenschaften

Elektronenmikroskopie

Die Probe wird mit Elektronen «beleuchtet» statt mit sichtbarem Licht. Dünne Schichten werden durchstrahlt (Transmission Electron Microscopy, TEM), dickere Proben an der Oberfläche angestrahlt. (Scanning Electron Microscopy, SEM)

Struktur des Materials bis zum einzelnen Atom

Elektronentomografie

Bis zu 150 TEM-Bilder aus verschiedenen Winkeln werden nacheinander aufgenommen und elektronisch zu einem dreidimensionalen Bild zusammengefügt

3-D-Information über die Materialstruktur (siehe S. 16)

3-D-Nanochemiscope

Ein AFM und ein Sekundärionen-Massenspektrometer (SIMS), kombiniert in einem Gerät

Topografie der Oberfläche und deren chemische Zusammensetzung, auf 100 nm genau lokalisiert (siehe S. 10)

Photoelektronenspektrometrie XPS

Die Probe wird mit Röntgenstrahlung verschiedener Wellenlänge bestrahlt.
Die Energie der austretenden Elektronen liefert Informationen

Chemie der Oberfläche

Glimmentladungsspektroskopie GDOES

Die Probe wird mit Argon-Ionen beschossen und schichtweise abgetragen.
Dabei entsteht ein leuchtendes Plasma, dessen Farbspektrum Informationen liefert
(Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy, GDOES). Die abgetragenen Schichten
werden zusätzlich im Massenspektrometer analysiert

Chemie in einzelnen Oberflächenschichten

Helium-Ionen-Mikroskop

Die Probe wird mit einem fokussierten Helium-Ionenstrahl
abgetastet, die Reflexionen des Strahls gemessen.

**Hochauflösende Bilder der Oberfläche, Kristallographie,
materielle und elektrische Eigenschaften**

Nano-Indenter

Eine feine Spitze drückt ein Loch ins Material oder kratzt darüber
Härte und Festigkeit des Materials bei verschiedenen Temperaturen

AFM + SEM

Eine dünne Spitze tastet die Oberfläche der Probe ab (Atomic Force Microscopy, AFM);
im gleichen Gerät wird die Probe mit Elektronenstrahlen beleuchtet (SEM)

Topografie der Oberfläche und Materialstruktur

FIB-SIMS

Ein Ionenstrahl hobelt Atomlagen der Probe ab (Focused Ion Beam, FIB)
Die Ionen werden im Sekundärionen-Massenspektrometer (SIMS) analysiert

Chemische Information von Oberfläche und tieferen Schichten in 3-D

Nanoteilchen in 3-D

Wie sehen Nanopartikel aus? Das ist keine Frage der Ästhetik: Von der räumlichen Struktur eines Teilchens hängen oft besondere Merkmale ab. Mit einem neuen Verfahren macht die Empa 3-D-Aufnahmen vom Kleinsten.

TEXT: Anna Ettlín / BILDER: Empa

Nanopartikel spielen eine zunehmend wichtige Rolle in Forschung und Industrie. Ob Kosmetik oder Medizin, Lebensmittel oder modernste Elektronik – Nanoteilchen haben grosses Potenzial. Ihre geringe Grösse, die den Partikeln ihre zum Teil erstaunlichen Eigenschaften verleiht, ist aber auch die grösste Herausforderung bei deren Erforschung. Zwar können Nanostrukturen mit hochauflösenden Elektronenmikroskopen sichtbar gemacht werden; das resultiert aber in einer zweidimensionalen Projektion des Objekts. Bei Nanopartikeln, deren Eigenschaften von ihrer dreidimensionalen Struktur abhängen, ist eine solch flache Darstellung kaum aufschlussreich. Deshalb nutzen Rolf Erni, Leiter des Zentrums für Elektronenmikroskopie an der Empa, und sein Team seit eineinhalb Jahren ein neues Verfahren: die Elektronentomografie.

Nanoteilchen durchleuchtet

Ähnlich der konventionellen Röntgentomografie erstellt die Elektronentomografie ein dreidimensionales Bild des gescannten Objekts – und zwar im Nanobereich. Dafür wird die Probe in einem Rastertransmissionselektronenmikroskop (STEM von engl. scanning transmission electron microscope) von einem Elektronenstrahl abgerastert und

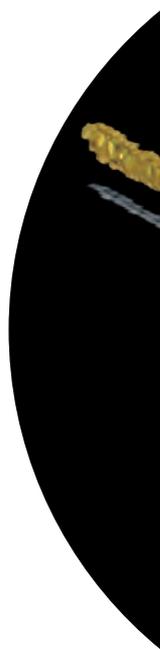
durchleuchtet. Detektoren unterhalb der Probe registrieren, wie viele Elektronen dabei gestreut wurden. Aus diesen Daten entsteht die so genannte Dunkelfeldaufnahme: ein Bild, auf dem Bereiche mit höherer Dichte heller erscheinen – ähnlich einer Röntgenaufnahme. Für eine dreidimensionale Darstellung wird die Probe schrittweise um ein bis zwei Grad über einen gesamten Winkelbereich von rund 150 Grad gedreht, um davon mehrere Dunkelfeldaufnahmen zu machen. So entstehen bis zu 150 Bilder, die durch komplexe Computeralgorithmen zur räumlichen Struktur des Objekts zusammengesetzt werden.

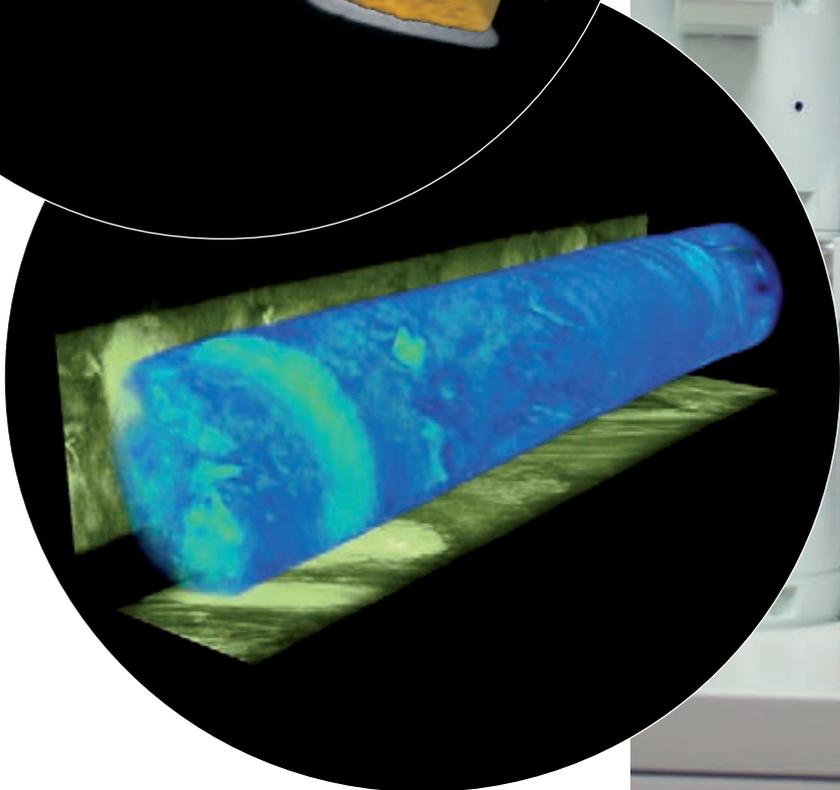
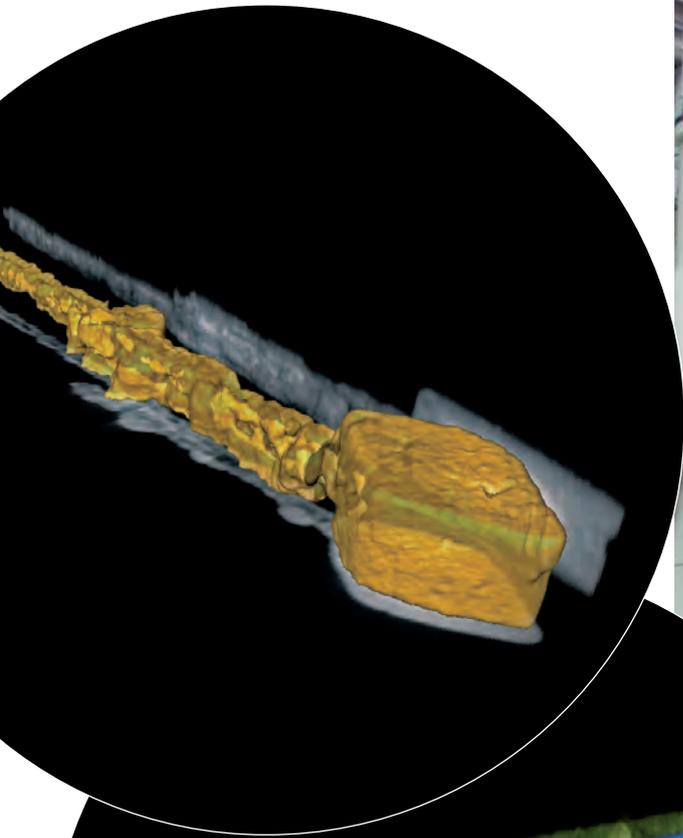
Obwohl die Technologie bereits seit einigen Jahren verfügbar ist, war ihre Implementierung an der Empa alles andere als «plug and play». Die Hardware-Voraussetzungen waren zwar gegeben; das grosse STEM der Empa musste lediglich mit einem speziellen Probenhalter aufgerüstet werden. Die Herausforderung lag dagegen bei der Software: Um 150 Einzelaufnahmen zu einem realitätsnahen räumlichen Bild zusammenzufügen, muss einerseits das Programm enorme Datenmengen verarbeiten. Und um das Tomogramm korrekt interpretieren zu können, brauchen andererseits die Forscherinnen und Forscher das entsprechende Know-how – und viel Erfahrung.

Was die Welt im Innersten zusammenhält

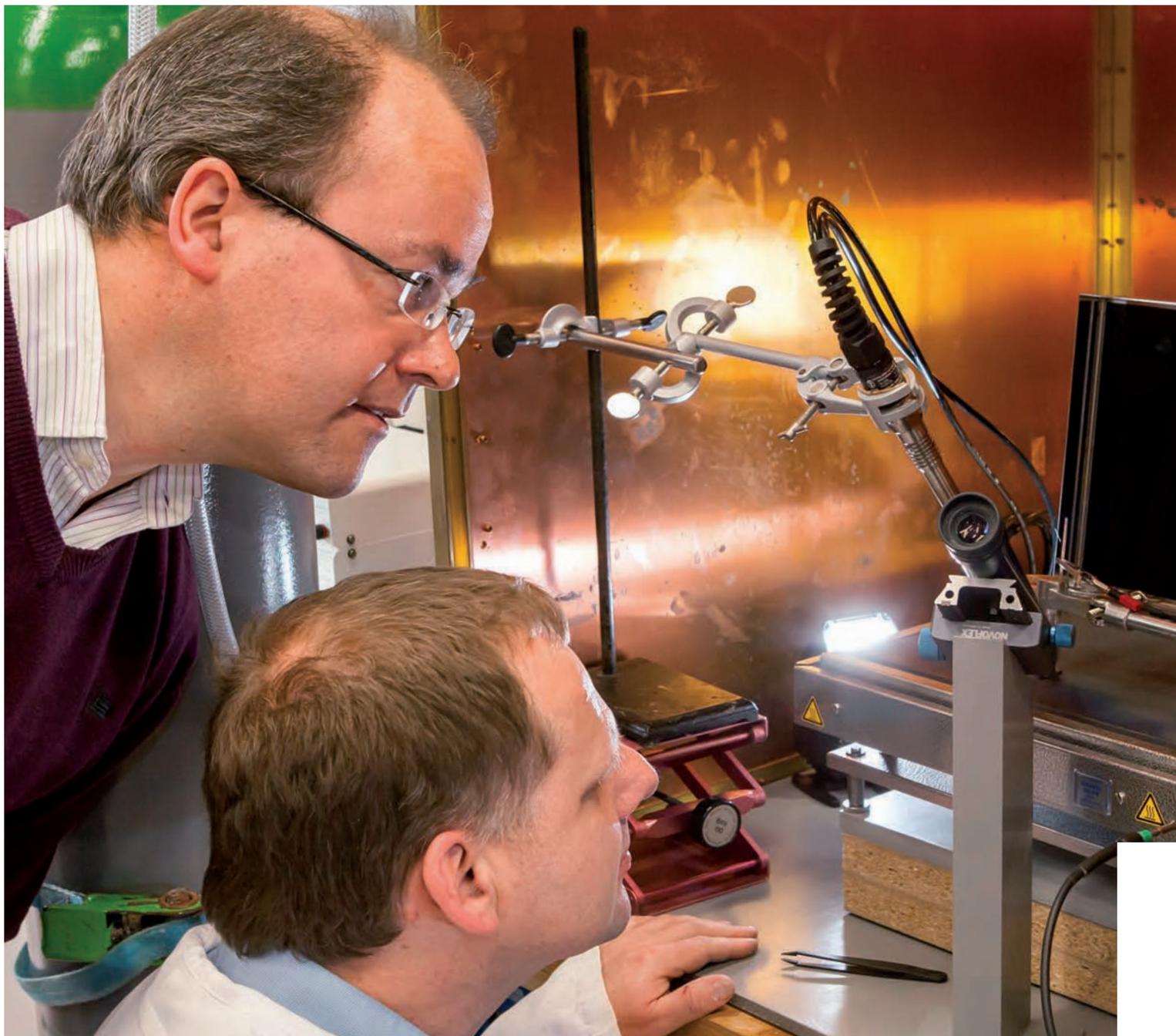
Die Vorbereitung von Mensch und Maschine dauerte denn auch zwei Jahre. Doch nun sind die Hürden überwunden. Seit einem Jahr kann Ernis Team Querschnitte und 3-D-Strukturen von einzelnen Nanopartikeln erzeugen und somit Licht auf das Innenleben der winzigen Teilchen werfen.

Elektronentomografie ist allerdings nicht perfekt: Die Probe kann nicht aus jedem Winkel durchleuchtet werden, und der energiereiche Elektronenstrahl beschädigt strahlungsempfindliche Materialien. Dennoch ist der Nutzen des Verfahrens unumstritten. So können Forscherinnen und Forscher etwa sehen, ob das Innere eines bestimmten Nanopartikels eine andere chemische Zusammensetzung hat als seine Oberfläche. Dieses Wissen könnte etwa künftige Batterien von Hybridfahrzeugen mitgestalten helfen. Auch bei der Entsorgung radioaktiver Abfälle aus den heute noch laufenden Atomkraftwerken spielt die Elektronentomografie mit: In Zusammenarbeit mit der Zürcher Hochschule für Angewandte Wissenschaften (ZHAW) untersuchten Empa-Wissenschaftlerinnen und -Wissenschaftler die ultrafeine Porenstruktur des Opalinustons, der als Endlager-Barrierschicht in Frage kommt. //





Rolf Erni bei der Arbeit am Elektronenmikroskop STEM. Die Einzelbilder werden elektronisch zusammengefügt. Oben: 3-D-Ansicht eines Lithiumeisenphosphat-Teilchens, wie es in Li-Ionen-Batterien vorkommt. Unten: Opalinuston, ein mögliches Barrierematerial für nukleare Abfälle.



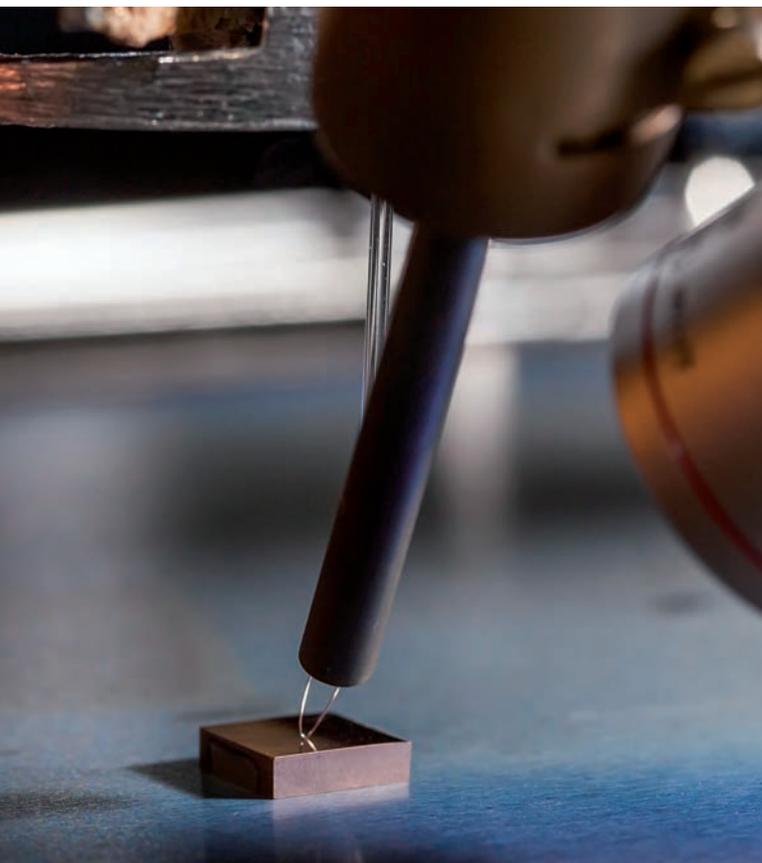
Der Grenzverstehener

Seit Februar 2012 leitet Lars Jeurgens die neue Abteilung «Fügetechnik und Korrosion». Sein Team beschäftigt sich u.a. mit Lötverbindungen, Korrosion, lokaler Elektrochemie und dem Design von funktionellen Legierungen, Oberflächen und Grenzflächen. Jeurgens' Weg in diese Wissenschaft begann ursprünglich, weil ihn Steine in ihren Bann zogen.

TEXT: Marco Peter / BILDER: Empa



Lars Jeurgens und sein Kollege Thomas Suter prüfen einen neuen Versuchsaufbau: Ein Probenstück mit 200 übereinander liegenden Nano-Schichten wird auf 700 Grad erhitzt. Sobald geschmolzenes Kupfer durch die Barrierschichten dringt, fließt ein extrem schwacher Strom. Um elektrische Störungen auszuschliessen, ist der ganze Versuchsaufbau mit Kupferblechen abgeschirmt.



Als Teenager war Lars Jeurgens fasziniert von Mineralien und Fossilien. Begeistert hegte und pflegte er seine Sammlung. Aus dieser Leidenschaft heraus entschied er sich damals für ein Geologiestudium in Utrecht. Schnell merkte er, dass sich Geologinnen und Geologen (zu jener Zeit) auch mit Fragen aus der Materialwissenschaft beschäftigten. So galt es beispielsweise herauszufinden, wie Schwermetalle in die Umgebung gelangen und welche Effekte sie dort haben. Dieses Thema interessierte Jeurgens. Er richtete sein Augenmerk darauf, wie man die Schwermetalle Chrom und Wolfram wieder aus der Umwelt, etwa aus Flüssen, herausfiltern kann, und experimentierte dazu mit porösen Oxiden, um die gelösten Metalle im Wasser zu binden – ein erster Ausflug in die Chemie der Grenzflächen war damit getan.

Von Bohrlöchern bis zu Turbinenschaufeln

Nach Abschluss des Masters wechselte der damals 23-Jährige die Fronten und stellte seine physikalischen und chemischen Kenntnisse in den Dienst des Mineralölunternehmens Shell. Im Labor forschte er an der Kernspinresonanzspektroskopie (NMR von engl. nuclear magnetic resonance) von Porenfluiden in Erdöl-speichergestein. Mit diesem Analyseverfahren können die Gesteinsschichten unter dem Meer auf ihren Ölgehalt untersucht werden. Diese Forschung war «sehr reizvoll», wie Jeurgens sagt, doch um sie als Projektleiter weiterzutreiben, fehlte ihm der Dokortitel.

Darum immatrikulierte er sich nach einem Jahr bei Shell an der Technischen Universität Delft. Im Laufe seiner Doktorarbeit beschäftigte er sich mit den Anfangsstadien der Oxidation von Metallen. Während der anschließenden Zeit als «postdoc» forschte er an hitzeresistenten Beschichtungen für die Schaufeln von Flugzeugturbinen. Jeurgens war an der Entwicklung einer Oberflächenbehandlung beteiligt, die die Lebensdauer einer solchen Schutzbeschichtung verlängert. Dabei arbeiteten die Wissenschaftler unter anderem mit einer niederländischen Firma zusammen, die kurz darauf vom Schweizer Konzern Sulzer übernommen wurde. «Die Partner aus der

Flugzeugindustrie patentierten unser Verfahren, doch ob es in der Praxis auch wirklich zum Einsatz kommt, bleibt ein gut geschütztes Geheimnis», erzählt Jeurgens mit seinem weichen holländischen Akzent, der Schweizer Ohren schmeichelt.

In seiner derzeitigen Position bei der Empa hat Jeurgens noch immer mit Oberflächenbehandlungen und Beschichtungstechnologien zu tun. In seinem Team wird heute unter anderem daran geforscht, wie man die Oberflächen von Implantaten mittels Oxidationsvorbehandlung korrosionsresistenter und biokompatibler machen kann. Denn wenn ein Implantat aus beispielsweise rostfreiem Stahl im Körper zu korrodieren beginnt, kann es lokal Eisen, Chrom oder Nickel an den Körper abgeben. Solch eine unkontrollierte Freisetzung von Metallen kann zu Komplikationen wie Entzündungen führen.

Grundlagenforschung am Max Planck Institut

Bevor Jeurgens an die Empa kam, war das Max Planck Institut für Metallforschung in Stuttgart für fast zehn Jahre seine Arbeitsstätte. Die Familie – Jeurgens hatte inzwischen eine Schweizerin geheiratet, die er auf seinem voruniversitären Interrail-Trip im Zug kennen gelernt hatte, und mit ihr zwei Kinder bekommen – zog von Holland nach Deutschland, und der junge Vater übernahm gleich mehrere Funktionen. Einerseits war er zuständig für Dienstleistungen im Bereich Oberflächenanalytik, andererseits leitete er eine eigene Forschungsgruppe, mit der er chemische Prozesse und Phänomene an Ober- und Grenzflächen analysierte. Und das überaus erfolgreich: Die deutsche Gesellschaft für Materialkunde zeichnete Jeurgens' Arbeiten 2008 mit dem Masing-Gedächtnispreis aus. Ausserdem unterrichtete er an der Universität Stuttgart und der «Max Planck International School for Advanced Materials».

Doch ein Veränderungswunsch wurde zunehmend spürbar: Jeurgens wollte seine Kenntnisse in der Grundlagenforschung, wie sie am Max Planck Institut betrieben wird, wieder stärker für praktische Anwendungen in der Industrie nutzen. Denn: «Wir publizierten zwar unsere Forschungsergebnisse, bekamen aber nachher nie so richtig mit, was die Wirtschaft damit macht.»

Der Teamgedanke zählt

Da kam die Stellenausschreibung der Empa, die einen neuen Abteilungsleiter suchte, gerade recht. Noch dazu war die Aufgabenstellung sehr reizvoll: Es galt, die beiden Abteilungen «Fügetechnik» und «Korrosion» unter einem Dach zusammenzuführen. Für Jeurgens eine äusserst sinnvolle Idee: «In beiden Bereichen geht es schliesslich um Reaktionen an Grenzflächen.»

Die Arbeit mit Grenzflächen beschäftigt ihn nicht nur im Labor, sondern auch dann, wenn seine Fähigkeiten als Teamleiter gefragt sind: «Für mich zählt der Teamgedanke. Es gibt Leute hier im Labor,



«Wir publizierten unsere Forschungsergebnisse, aber bekamen nachher nie so richtig mit, was die Wirtschaft damit macht.»

die haben unglaublich viel Erfahrung. Auch ich bringe Erfahrung ein, und jetzt gilt es, das gesamte vorhandene Wissen aneinanderzukoppeln.» Heute arbeiten er und sein Team häufig mit Industriepartnern zusammen und entwickeln innovative Lösungen für den praktischen Einsatz – also genau so, wie er sich dies in seiner Zeit am Max Planck Institut vorgestellt hatte. In Kooperation mit Firmen aus der Medizintechnik entwickeln sie beispielsweise Oberflächenbehandlungen für Werkstoffe auf Magnesiumbasis zur Herstellung von bioabbaubaren Implantaten. Das Stichwort heisst Biokompatibilität.

Nano auch in der Fügetechnik

Eine grosse Herausforderung liegt für Lars Jeurgens heute in der Arbeit mit nanostrukturierten Lötfolien für Anwendungen in der Fügetechnik. Hier will er Methoden und Verfahren entwickeln, um unter anderem Nanomaterialien oder elektronische Komponenten bei immer niedrigeren Temperaturen löten zu können.

Mit herkömmlichen Methoden lassen sich solche wärmeempfindlichen Werkstoffe nicht gut fügen, sie würden bei den zu hohen Prozess-

temperaturen ihre Mikrostruktur verändern und somit ihre vorteilhaften mechanischen oder physikalischen Eigenschaften einbüßen. Der Trick: Jeurgens beschichtet die hitzeempfindlichen Werkstoffe mit einem nanostrukturierten metallischen Lotwerkstoff. So wird, zum Beispiel, nanokristallines Titan mit einem Schichtsystem aus nanoskaligem Kupfer und ultradünnen Aluminiumnitrid-Barrieren versehen. Die vom Aluminiumnitrid eingeschlossenen Kupferschichten sind mit einer Dicke von zehn Nanometer so dünn, dass sie bereits bei etwa 550 Grad Celsius schmelzen – anstelle von normalerweise 1083 Grad – und die Titanwerkstoffe miteinander verbinden.

Das Schmelzverhalten wird durch das empfindliche Gleichgewicht der Energiebeiträge von Volumen und Grenzflächen im nanoskaligen System bestimmt. Diese sensible Energiebilanz und somit das Schmelzverhalten können durch gezielte Änderungen der Grenzflächen und der Kupfer-Schichtdicke eingestellt werden. Was einfach klingt, ist in der Praxis herausfordernd. Daneben gilt es nämlich zu beachten, dass sich das Kupfer beim Schmelzen wie gewünscht durch die dünnen Barrierenschichten manövriert und dabei auch wie gewollt mit den Grundwerkstoffen reagiert. Dieses Verfahren könnte bald in innovativen Prozesstechnologien für die Herstellung von hitzeempfindlichen Komponenten und Nanomaterialien zum Einsatz kommen.

Mit seinen Forschungsarbeiten im Nanobereich beschreitet Lars Jeurgens Neuland. Man kennt erst wenige der Gesetze, die in der Welt der Nanomaterialien gelten. Der Empa-Forscher will helfen, dieses unbekanntes Terrain der Materialwissenschaften für die Industrie zu erschliessen. //

Morgens duschen, abends lüften



Altbauten mit neuen Isolierfenstern haben oft ein Problem: Zu hohe Luftfeuchtigkeit. Die Feuchtigkeit aus Küche, Bad und Schlafzimmer kann nicht mehr entweichen; an kalten Mauerstücken stockt und modert es. Ein neuer Feuchtespeicherputz, entwickelt von der Empa und dem Industriepartner Sto, kann dazu beitragen, dieses Problem zu entschärfen.

TEXT: Rainer Klose / BILDER: Empa / GRAFIK: Wilhelm Busch

Wie viel Wasserdampf in einer Wohnung erzeugt wird, das konnten unsere Grosseltern noch deutlich sehen: An der Einfachverglasung in Omas Küche schlug sich der Dampf nieder, der beim Kartoffelkochen und Fleischbraten entstand. Und wenn im Badezimmer die Wanne gefüllt war, fehlte passenderweise der Durchblick aus dem Badezimmer. Das Fenster war beschlagen, die Privatsphäre blieb gewahrt.

Heute ist es schwerer einzuschätzen, wie feucht eine Wohnung ist: Ein gutes, dreifachverglastes Isolierfenster beschlägt kaum noch – und gaukelt damit optimale Verhältnisse vor. Doch der Dampf ist da. Er dringt aus dem Spaghettitopf, dunstet aus der nassen Winterjacke an der Garderobe, quillt aus der soeben benutzten Dusche und verteilt sich aus dem Schlafzimmer. In dem hatten die Eheleute soeben noch acht Stunden lang friedlich geschnarcht – doch das Lüften ging wieder einmal vergessen.

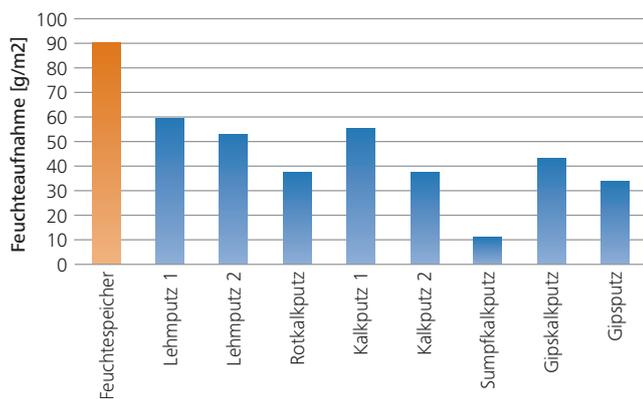
Nun legt sich der Dampf auf die Wände und kann dort kondensieren. Speziell da, wo eine Wärmebrücke zur Aussenhaut die Wand abkühlen lässt, steigt die Luftfeuchtigkeit lokal auf über 80 Prozent. Ein solches Sauna-Klima lässt Pilze und Mikroben gedeihen und ist für Wohnräume eindeutig nicht wünschenswert.

Der Feuchtespeicherputz

Bei vielen Neubauten und noch mehr renovierten Altbauten würde es helfen, wenn die Luftfeuchtigkeit besser reguliert werden könnte. Wenn irgendein kluges Material an der Wand die Feuchtigkeit absorbiert und beim nächsten Durchlüften wieder abgibt. Dies war der Wunsch, mit dem die Firma Sto AG, ein Wärmedämmungs- und Putzspezialist aus Deutschland, an die Empa herantrat. Der Empa-Bauphysiker Thomas Stahl ging an die Arbeit. Dann fiel die Entscheidung, nicht auf spezielle Speicherplatten zu

Feuchtespeichermessung mit dem «Nordtest»

Die Nordtestmethode wurde an der Technischen Universität von Dänemark (DTU) und anderen Hochschulen entwickelt, um einen aussagekräftigen und einheitlichen Wert für das Feuchtespeicherverhalten von Innenraummaterialien zu definieren. Die Materialien werden 8 Stunden bei 75% relativer Luftfeuchte und 23 °C gelagert. Dann sinkt die relative Luftfeuchte für 16 Stunden auf 33% relativer Luftfeuchte. Danach wird die Luftfeuchte wieder für acht Stunden auf 75% erhöht. Eine Waage zeichnet auf, wie viel Feuchtigkeit das Material aufnimmt oder abgibt. Gemessen werden unter anderem Werte wie der «Moisture Buffer Value» (MBV) – eine wichtige anwendungsorientierte Grösse. Der Wert ist eine direkte Messgrösse der Menge des Feuchtetransports in bzw. aus einem Material heraus bei der vorgegebenen Belastung und ist hauptsächlich eine Materialeigenschaft.



Rechenbeispiel: Speicherkapazität der Raumluft vs. absorptiv wirksames Material

- Raum mit den Abmessungen 5 m × 5 m × 2,5 m = 62,5 m³
- Wand- und Deckenflächen (4 × (5 m × 2,5 m)) + (5 m × 5 m) = 75 m² abzüglich Tür (2 m²) und Fenster (3 m²) Wand- und Deckenflächen = 70 m²
- Material mit einer Feuchteaufnahme von 30 g/m²
- Feuchteerhöhung in der Raumluft von 40% auf 80% relativer Luftfeuchte
- Temperatur konstant 21 °C

Feuchtegehalt der Raumluft bei 21 °C und 40% relativer Luftfeuchte = 7,3 g/m³
 Feuchtegehalt der Raumluft bei 21 °C und 80% relativer Luftfeuchte = 14,7 g/m³
 Differenz = 7,4 g/m³ × 62,5 m³ = 463 g

Die Feuchteaufnahme des Materials beträgt 30 g/m² × 70 m² = 2100 g
 Bereits diese vereinfachte Rechnung lässt erkennen, welches enorme Potenzial eine geplante zusätzliche Verbesserung der Feuchteaufnahmeigenschaften mit sich bringen würde.



setzen, die passgenau zugeschnitten werden müssen, sondern ein Putzsystem zu entwickeln, das sich problemlos auch an verwinkelten Wandstücken anbringen lässt. Dieses Feuchtespeicherputz-System wurde im Rahmen des Forschungsprojekts SuRHiB (Sustainable Renovation of Historical Buildings) entwickelt – ein Hinweis darauf, dass besonders renovierte Altbauten von dieser Technologie profitieren.

Vergleichen und mischen

Stahl besorgte zunächst diverse Handelsprodukte, die als besonders gut feuchtespeichernd beworben wurden: Lehmputze, Kalkputze, Sumpfkalkputz und Gipsputz. All diese Referenzproben wurden nach Herstellervorschrift zubereitet und im Empa-Klimaschrank und in den Labors der Sto AG getestet. Dann gingen Stahl und die Sto AG daran, eigene Mischungen zu entwickeln. Gefordert war ein Putz mit extrem hohem Wasseraufnahmevermögen und extrem hoher Diffusionsoffenheit. Er sollte feuchteregulierend, mineralisch gebunden und dazu leicht von Hand und per Maschine zu verarbeiten sein. Last but not least sollten die Zutaten den Putz nicht übermässig verteuern. Denn Bauherren schauen aufs Geld.

Schliesslich fanden Stahl und das Sto-Labor eine auf hydraulischem Bindemittel und Kalkhydrat basierende Mischung, die sie in mehreren Versuchsreihen optimierten. Die finalen Tests ergaben eine Überraschung. Das neu entwickelte Feuchtespeicherputz-System übertraf die ursprünglich gestellten Anforderungen bei weitem und zeigte selbst im Vergleich zum besten Lehmputz eine um ein

Drittel höhere Feuchteaufnahme. Die Speicherwirkung und die bei abfallender Raumluftfeuchtigkeit einsetzende Feuchtigkeitsabgabe ist dreimal besser als die von normalem Kalkputz. Das schlechteste Vergleichsprodukt wurde gar ums Neunfache übertroffen.

Das Feuchtespeicherputz-System besteht aus mehreren Produkten mit den Handelsnamen StoLevell Calce RP, StoLevell Calce FS und Calcelith und kommt ab 3. Quartal 2013 sukzessive auf den Markt. Für die gewünschte Wirkung reicht eine Auftragsstärke von einem bis zwei Zentimetern, denn der Austausch der Feuchtigkeit findet in den oberen Schichten am effizientesten statt. Die speziell für das System entwickelten und abgestimmten Oberputze sorgen dafür, dass das Feuchtigkeitsaufnahmevermögen des Grundputzes nicht beeinträchtigt wird. Wichtig sei, betont Bauphysiker Thomas Stahl, dass am Schluss auch eine passende, dampfdurchlässige Farbe auf den Putz gestrichen werde: «Wenn Sie Ölfarbe nehmen, können Sie die Wirkung vergessen.»

Wohlfühlen und dabei Energie sparen

Neben dem wirtschaftlich wohl wichtigsten Vorteil – der Schimmelprävention – hilft der Einsatz von Feuchtespeicherputz auch dem Wohlbefinden der Bewohner. Geringere Luftfeuchteschwankungen sind weniger belastend für Mensch und Einrichtungsgegenstände und stärken nachweislich die geistige Leistungsfähigkeit. Trockenere Luft braucht zudem weniger Heizwärme, um sie auf angenehme Temperatur zu bringen. Das spart auf lange Sicht Energie. Der Feuchtespeicherputz kann Luftfeuchtigkeit gewissermassen abfangen und so das Risiko mindern, dass sich an kühlen Wandstücken Kondenswasser niederschlägt. Schliesslich leiden auch und besonders Kulturgüter in Museen und Kirchen unter stark schwankendem Feuchtigkeitsgehalt. «Überlegen Sie nur, wie gemeinhin eine Kirche benutzt wird», sagt Stahl. «Von Montag bis Samstag steht sie kühl und unbenutzt herum. Am Samstagabend wird für den Gottesdienst eingeeheizt – die Luftfeuchtigkeit sinkt. Am Sonntag kommen hundert Leute in nassen Wintermänteln und mit Schnee an den Schuhen. Es dampft. Hinterher kühlt die Kirche in ein paar Stunden wieder aus.» Für hölzerne Altäre, Statuen und Bilder ist solch eine Schwankung die reinste Tortur, die Kunstwerke altern frühzeitig.

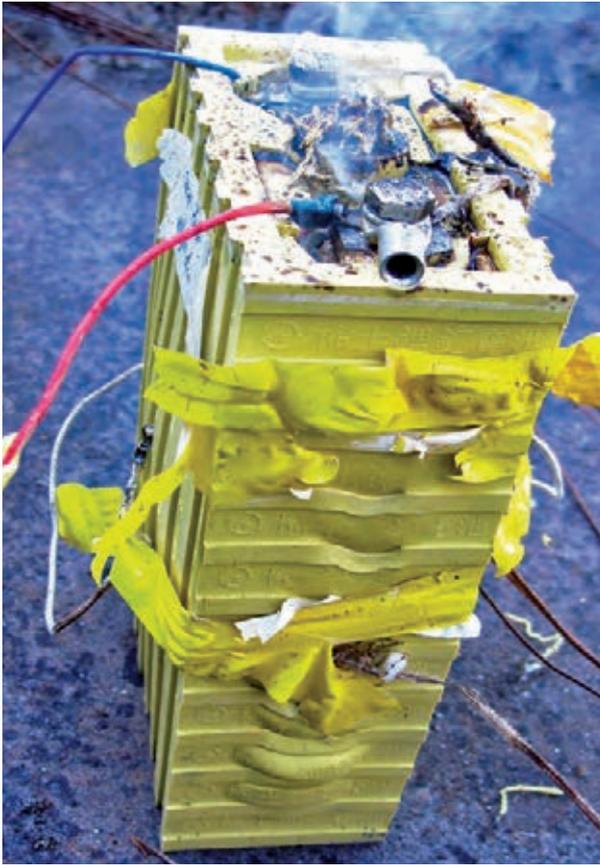
Leistungsfähige Feuchtespeicherputz-Systeme könnten hier Abhilfe schaffen. Der von der Empa und Sto entwickelte Feuchtespeicherputz absorbiert im alltagsnahen «Nordtest» der Technischen Universität von Dänemark (siehe Kasten) 90 Gramm Wasserdampf pro Quadratmeter. Ein verputztes Stück Wand in der Kirche von 100 Quadratmetern Grösse kann also neun Liter Wasserdampf schlucken und damit steigende Raumfeuchtigkeit wirkungsvoll zwischenlagern.

Regeneration nötig

Da sich die Wand irgendwann vollsaugt wie ein Schwamm und gewissermassen absäuft, muss sie die Gelegenheit haben, sich zu regenerieren. Eine Durchlüftung mit trockenerer Aussenluft hilft. Es ist aber auch möglich, den Raum zunächst mit Frischluft zu füllen und diese dann aufzuheizen. So regeneriert sich der Speicherputz und steht für die nächste Dampfattacke bereit. //



Bauphysiker Thomas Stahl mit Feuchtespeicherputz. Wo Menschen schlafen, kochen und duschen, entsteht Luftfeuchtigkeit, die sich sich an kalten Wandstücken niederschlagen kann. Die Empa-Erfindung kann das verhindern.



So sieht ein Lithium-Eisenphosphat-Akku aus, nachdem ihn ein Nagel durchbohrt hat: Der innere Kurzschluss lässt den Akku heiss werden. Oben entweichen Rauchgase; das Gehäuse wird weich und beult sich an manchen Stellen aus. Aber der Akku brennt nicht.



Superspeicher oder Brandsatz?

Lithium-Ionen-Zellen verbreiten sich wegen ihrer kompakten Bauweise und hohen Energiedichte rasend schnell. Doch sind sie auch zuverlässig und sicher? Sind sie lange genug haltbar – und damit ihr Geld wert? Empa-Forscher untersuchen einzelne Zellen auf Herz und Nieren und analysieren Ausfall- und Alterungseffekte. Für Gross-Akkus haben sie eigens einen einzigartigen Schutzcontainer installiert.

TEXT: Rainer Klose / BILDER: Empa

Quizfrage: Was hat ein Boeing Dreamliner gemeinsam mit einem Kyburz DXP, dem Elektro-Dreirad der Schweizer Postboten? Antwort: Lithium-Ionen-Batterien unter dem Sitz. Und damit haben diese beiden höchst unterschiedlichen Verkehrsmittel auch ein gemeinsames Problem: Die Batterien können in Brand geraten.

Das wirft die Frage auf, wie gefährlich unser Alltagsleben zu werden droht, wenn sich die leistungsfähigen Energiespeicher weiter so rasant verbreiten wie bisher – in Autos, Laptops, Handys, in tonnenschweren Airlinern und in Spielzeug für die Kleinsten. Was passiert, wenn diese Akkus falsch geladen oder mechanisch beschädigt werden? Und wie lange halten sie?

Mysteriöse Selbstentzündung eines Post-Dreirads

Marcel Held betreibt die neu eingerichtete Batterieteststation der Empa und widmet sich systematisch diesen Fragen – entweder im Rahmen von Forschungsprojekten oder im Auftrag von Industriekunden. Noch ist die Firma Boeing nicht bei der Empa vorstellig geworden, der Schweizer Fahrzeugbauer Kyburz indes schon. Es ging um ein gravierendes Problem: Eines der DXP-Post-Dreiräder hatte eines Nachts Feuer gefangen. Knapp 2000 Stück davon waren zum Zeitpunkt der Havarie in der Schweiz im Einsatz, 1000 weitere bestellt. Auch die Post in Deutschland, Frankreich, Norwegen, Liechtenstein und Luxemburg nutzt den DXP; in Belgien, Schweden, Dänemark und Slowenien läuft die Evaluation. Sollte der DXP nachts von selbst in Flammen aufgehen, stände im Prinzip der ganze Fuhrpark unter Gefahr. Bei einem solchen Risiko würden die Grosskunden abspringen; das Geschäft wäre auf einen Schlag gestorben.

Man kann sich vorstellen, dass ein gewisser Erfolgsdruck auf dieser Untersuchung lastete. Held und seine Kollegen begannen, die im Kyburz DXP eingebaute Lithium-Ionen-Batterie zu untersuchen und gezielte Tests durchzuführen. Eine Zelle wurde voll geladen, dann fünf Stunden lang mit 10 Ampère weitergeladen; eine Zelle wurde geladen, dann mit einem Nagel durchbohrt, um einen internen Kurzschluss zu provozieren; und ein ganzer Batteriepack (8 in Reihe geschaltete Zellen) wurden im DXP geladen, dann eine Zelle mit dem Nagel durchbohrt.

Der durchbohrte Akku brennt zunächst nicht

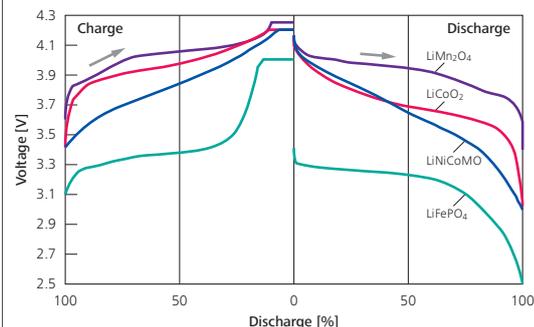
Die Reaktion des Energiespeichers auf die ersten beiden Tests war relativ harmlos. Bei der Überladung mit 10 Ampère wurde der Li-Ionen-Akku zwar 85 Grad Celsius heiss, blieb aber äusserlich intakt. Erst als mit 20 Ampère weitergeladen wurde, kam es zum so genannten «thermal runaway»: Das Innenleben der Batterie schmolz, über ein Loch im Gehäuse traten 300 Grad heisse, möglicherweise gesundheitsschädliche Gase aus. Doch es kam weder zu einem Brand noch zu einer Explosion. Genauso reagierte die Zelle, als sie mit einem Nagel durchbohrt und damit ein interner Kurzschluss herbeigeführt wurde. Sofort begann die Erhitzung, Gase traten aus. Doch die Batterie entzündete sich nicht.

Im Fahrzeug selbst, einem für die Tests geopfertem Kyburz DXP, kam es dann schliesslich doch zu einem Brand. Und selbst nach einem Löschversuch entzündete sich das Feuer erneut. Schuld war – wie Held herausfand – das Batteriemangementsystem. Diese Elektronik ist in Form von offenen Platinen zwischen den Zellen angebracht und mit einem Kunststoffdeckel geschützt. Erfährt nun eine der Batteriezellen einen «thermal runaway», dann können die heissen Gase nicht entweichen. Unter dem Deckel verschmort die Elektronik, die immer noch unter Spannung steht. Funken entstehen; die austretenden Rauchgase entzünden sich – nach etwa 12 Minuten steht das Post-Dreirad in Flammen.

Silikon-«Implantate» lösen das Problem

Das Empa-Team schlug als Lösung vor, die Elektronik in Silikon einzugiessen und so die Funkenbildung zu vermeiden. Ein weiterer Test bestätigte die Wirksamkeit der Idee. In der Folge rüstete Kyburz innerhalb eines Monats fast 2000 Fahrzeuge um. Seitdem kam es zu keinen Bränden mehr. Mehr noch: Auch vor Verkehrsunfällen mit einer Beschädigung des Akkus brauchen sich die Postzusteller nun nicht mehr zu fürchten. //

Batterietests im Container



Ladezyklen verschiedener Li-Ionen-Akkus im Vergleich.

Der Extremtest mit Zerstörung der Batterie ist zwar machbar, bleibt jedoch die Ausnahme bei Untersuchungen. Weit interessanter für Industrie und Forschung ist die Leistung und Zyklenfestigkeit von Lithium-Ionen-Batterien. Verbesserte Ladealgorithmen, angepasst auf Einsatzzweck, Alter und Umgebungsbedingungen, sind wichtig, um das Potenzial der Speichertechnik besser zu nutzen und zugleich auf der sicheren Seite zu bleiben.

Zellentester

Die Empa Abteilung Elektronik / Messtechnik / Zuverlässigkeit arbeitet seit August 2012 mit einem 6-Kanal-Zellentester der Firma Maccor. Hier können einzelne Zellen mit bis zu 5 Volt Spannung und 300 A Stromstärke getestet und gemessen werden. Die Zellen stecken dabei in explosionsgeschützten Kammern von der Grösse eines Backofens. Der Test findet bei Bedarf unter Stickstoffatmosphäre statt. Temperaturprofile von -40 Grad bis +180 Grad können gefahren werden.



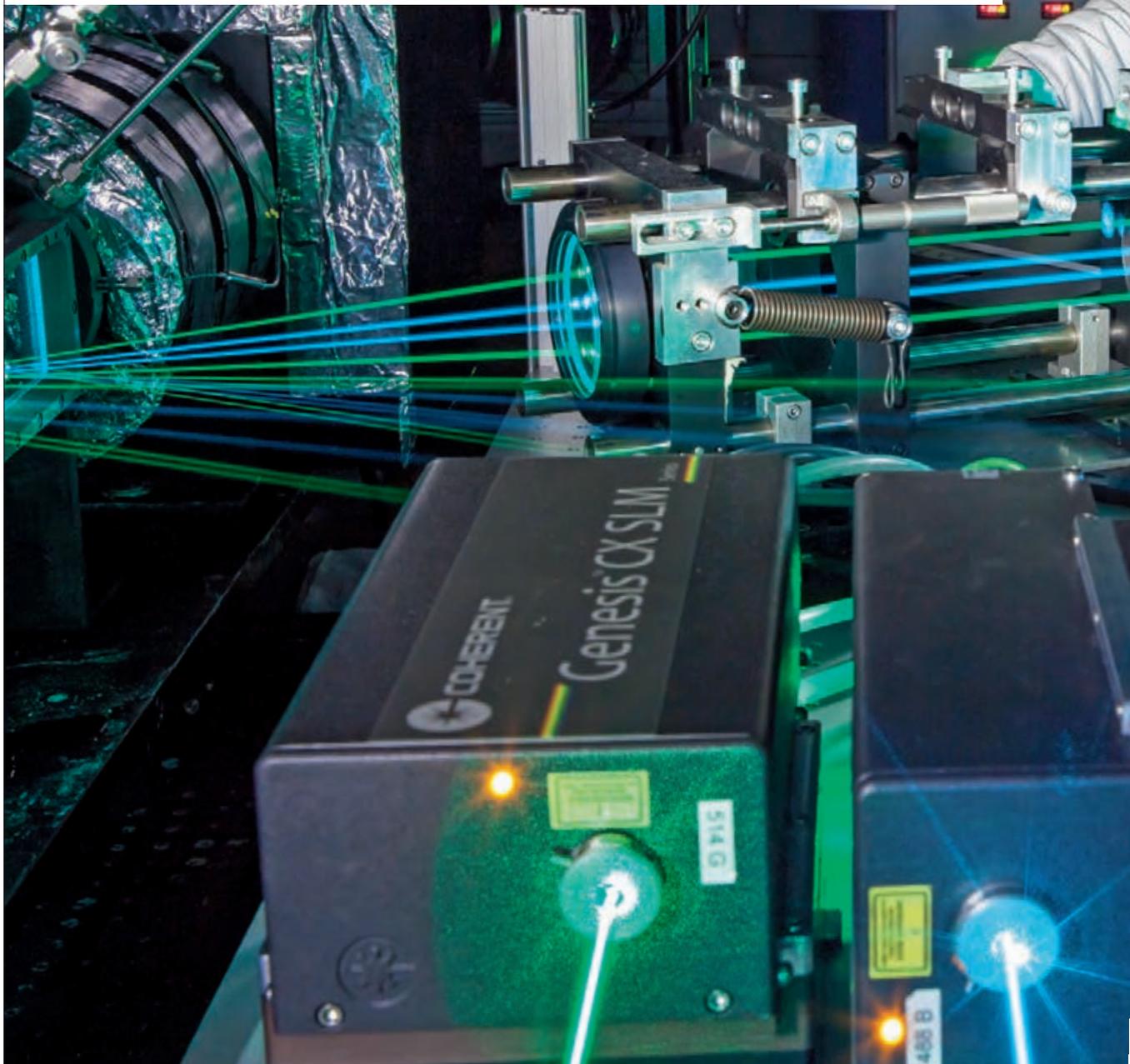
Empa-Forscher Marcel Held betreut den Batterietester.

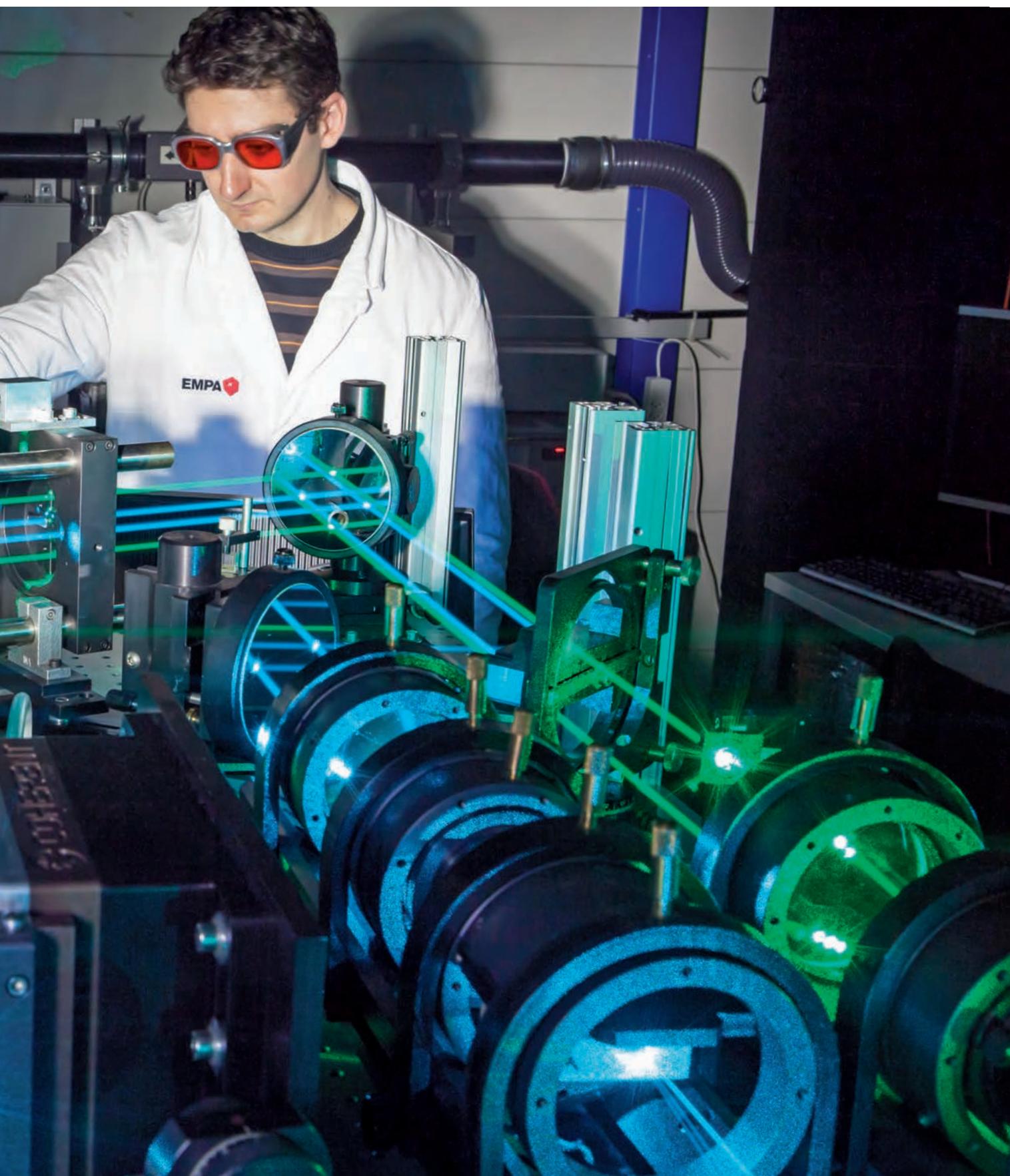
Batterietester

Der Batterietester ist der «grosse Bruder» des Zellentesters und einmalig in der Schweiz. Hier können verschaltete Batterieblöcke – etwa die von Elektroautos – von bis zu 500 V Spannung und bis zu 1000 A Stromstärke charakterisiert und getestet werden. Wegen des grösseren Sicherheitsrisikos ist dieser Tester im Freigelände der Empa in einem Kühlcontainer aufgestellt. Vor Bränden schützt bei Bedarf eine Stickstoff-Atmosphäre; dazu kann ein automatischer Sandkipper die Batterie unter Quarzsand begraben. Kameras, Gas-, Temperatur- und Flammendetektoren überwachen den Versuch.

2500 Tropfen pro Sekunde – und jeder einzelne vermessen

Mit einem Phasen-Doppler-Anemometer vermisst Alexander Spiteri einen Flüssigkeitsspray im Abgaslabor der Empa. Die Messung ist ein Teil der Forschungsarbeiten an einem simulierten Abgasstrang eines Diesel-Lastwagens oder -Stadtbusse (siehe EmpaNews Nr. 36, Seite 6). Um die krebserregenden Stickoxide aus dem Abgas zu eliminieren, wird schon heute Harnstofflösung (Handelsname: Adblue) ins Abgas eingespritzt. Empa-Forscher Spiteri untersucht, wie die Menge auf die jeweilige Motorlast und Abgastemperatur optimiert werden kann. Denn sprüht man zu wenig Adblue ein, bleiben Stickoxide im Abgas übrig. Sprüht man zu viel ein, kommt Ammoniak aus dem Auspuff – dann verbreitet sich hinter dem Fahrzeug ein stechender Geruch. Das Phasen-Doppler-Anemometer teilt die Strahlen von zwei Diodenlasern jeweils in zwei Strahlengänge auf. Die vier Laserstrahlen werden dann in einem Punkt fokussiert und bilden dort ein Interferenzmuster. Mit Hilfe dieses Musters kann Spiteri 10000 Spray-Tröpfchen vermessen, die innerhalb von 4 Sekunden durch die Messzone fliegen. Das Phasen-Doppler-Anemometer erkennt bei jedem einzelnen Tropfen die Geschwindigkeit, die Grösse und die Flugrichtung – und das mit 99prozentiger Trefferquote. Noch genauer kann man einen Sprühvorgang kaum analysieren.





Empa **News**

auf
iPad
und
Android

(Läuft nur auf Tablets, nicht auf Smartphones)



TOUCH THE SCIENCE



Veranstaltungen

5./12./19. Juni und 3. Juli 2013

Flottenmanagement ganzheitlich betrachtet

Info: www.empa.ch/flotten

Empa, Dübendorf

10. Juni 2013

Wissenschaftsapéro

Blasinstrumente – Auf der Suche nach den Klängen des 19. Jahrhunderts

Empa, Dübendorf

17. Juni 2013

Intelligente Materialien

– Unsere neuen Helfer im Alltag

Info: www.empa.ch/intmat

Empa, Dübendorf

20. Juni 2013

Materialforschung als Dienstleistung in Ihrer Nähe – Analytik, Entwicklung und geförderte Projekte

Zielpublikum: verarbeitende Industrie, Forschungs- und Entwicklungsabteilungen
Empa, St. Gallen

Details und weitere Veranstaltungen unter

www.empa-akademie.ch

Ihr Zugang zur Empa:



portal@empa.ch
Telefon +41 58 765 44 44
www.empa.ch/portal