IFNANO





JAHRESBERICHT 2022

Institut für Nanophotonik Göttingen e.V.

IFNANO

5



Institut für Nanophotonik Göttingen e.V.

Hans-Adolf-Krebs-Weg 1 37077 Göttingen

Tel.: +49 (0)551/5035-0 Fax: +49 (0)551/5035-99

E-Mail: info@ifnano.de

Impressum

Herausgeber Institut für Nanophotonik Göttingen e.V. (IFNANO)

Redaktion: apl. Prof. Dr. Alexander Egner (verantwortlich) Verfasser: Institutsdirektor apl. Prof. Dr. Alexander Egner, Tatjana Kasten, Verwaltung, zuständige Abteilungen

Koordination, Gestaltung und Layout: Tatjana Kasten

Bei Abdruck ist die Einwilligung der Redaktion erforderlich.

Inhaltsverzeichnis Contents

Vorwort	4
Leitbild	6
Institutsstruktur	8
Das Institut in Zahlen	10
Die Abteilungen	13
Optische Nanoskopie	14
Kurze Pulse / Nanostrukturen	30
Optik / Kurze Wellenlängen	48
Photonische Sensorik	62
Projekte	86
Publikationen	88
Buchbeträge	90
Patente	90
Konferenzbeiträge	92
Abschlussarbeiten	94
Ausgewählte Kooperationspartner	95
ZUSE-Gemeinschaft	96
Messen und Veranstaltungen	98

Preface4
Mission Statement6
Institute Structure 8
Statistics of the Institute10
The Departments 13
Optical Nanoscopy14
Short Pulses / Nanostructures
Optics / Short Wavelengths48
Photonic Sensor Technologies 62
Projects86
Publications88
Book Contributions90
Patents90
Conference Contributions92
Final Thesis94
Selected Cooperation Partners95
ZUSE-Gemeinschaft96
Exhibitions and Events98

Vorwort Preface

Liebe Leserinnen und Leser,

der explosionsartige Anstieg der Energiepreise und die Notwendigkeit, CO₂ in allen Bereichen einzusparen, haben im zurückliegenden Jahr einen gewichtigen Einfluss auch auf unsere Forschungsarbeit gehabt. Als Institut, das sich der Förderung optischer Technologien verschrieben hat, sind Photonen unser Werkzeug und Glas einer der wesentlichen Werkstoffe. Leider ist die Herstellung von Glas sehr energieintensiv und verursacht deutliche Mengen an CO₂. Das IFNANO hat daher ein regionales Bündnis aus insgesamt 15 Partnern aus den Bereichen Glasproduktion und -verarbeitung, Wasserstoff, Optik, Analytik, Messtechnik und Digitalisierung initiiert. Ziel des Verbundes ist es, mit Hilfe intelligenter Analytik die Glasherstellung nachhaltiger, klimafreundlicher und effizienter zu gestalten. Wir alle wollen durch Innovationen in unseren jeweiligen Fachgebieten entscheidende Beiträge für Wachstum und Nachhaltigkeit in der Glasbranche leisten und gleichzeitig die beteiligten Unternehmen aus der Region stärken. Das IFNA-NO beteiligt sich unter anderem an der Entwicklung spezieller optischer Sensoren für die Glasherstellung.

Einen Erfolg konnten wir bereits im Bereich der Glasbearbeitung bei der Herstellung farbiger und schwarzer Markierungen verzeichnen. Für farbige Glasmarkierungen nutzen wir das Absorptionsverhalten metallischer Nanopartikel, die oberflächennah mittels Laser-Transfer-Implantation in das Glas eingebracht werden. Schwarze Markierungen entstehen, wenn man titanoxidhaltiges Glas mit einem Kurzpulslaser bestrahlt, wodurch der Bereich direkt unter der Glasoberfläche geschwärzt wird.

Mit unseren Forschungen waren wir aber auch in vielen anderen Bereichen aktiv, darunter in der Entwicklung von photonischen Sensoren zur Verbesserung der Patientensicherheit. Um künftig Fehlmedikationen zu vermeiden, sollen die neuen Sensoren in Kontrollsystemen zum Einsatz kommen, die in der Lage sind, die chemische Zusammensetzung von Infusionen zu überwachen. Auf diese Weise können Medikationen anhand ihrer chemisch-physikalischen Eigenschaften schnell und hochspezifisch identifiziert werden - sowohl bereits im Vorfeld in der Apotheke als auch patientennah direkt an den Spritzenpumpen auf den Intensivstationen.

Dear Readers,

The explosive increase in energy prices and the need to reduce CO₂ emissions in all areas have had a significant impact on our research work in the past year. As an institute dedicated to promoting optical technologies, photons are our tool and glass is one of the essential materials. Unfortunately, glass production is very energy-intensive and generates significant amounts of CO₂. Therefore, IFNANO has initiated a regional alliance with a total of 15 partners from the glass production and processing, hydrogen, optics, analytics, measurement technology, and digitization sectors. The aim of the consortium is to make glass production more sustainable, climate-friendly, and efficient through intelligent analytics. We all want to make decisive contributions to growth and sustainability in the glass industry through innovations in our respective fields and, at the same time, strengthen the participating companies in the region. IFNANO is involved, among other things, in the development of special optical sensors for glass production.

We have already achieved success in the area of glass processing in the production of colored and black markings. For colored glass markings, we use the absorption behavior of metallic nanoparticles that are introduced into the glass surface using laser transfer implantation. Black markings are created by irradiating titanium oxide-containing glass with a short-pulse laser, which blackens the area directly under the glass surface.

But we have also been active in many other areas of research, including the development of photonic sensors to improve patient safety. In order to avoid future medication errors, the new sensors should be used in control systems that are capable of monitoring the chemical composition of infusions. In this way, medications can be identified quickly and highly specifically based on their chemical and physical properties, both in advance at the pharmacy and directly at the bedside of patients in intensive care units.

Vorwort Preface

Im Bereich der Röntgenabsorptionsspektroskopie wurde bei uns auf Basis einer kompakten Laborquelle ein hochauflösendes Labormesssystem entwickelt. Als Strahlquelle dient dabei ein breitbandig emittierendes laserinduziertes Krypton-Plasma. Mit dem kompakten Laborsystem ist es nun möglich, Spektral aufgelöste Messungen in annähernd vergleichbarer Qualität zu Messungen am Synchrotron durchzuführen.

Ein weiteres wichtiges Thema am IFNANO ist und bleibt natürlich die Weiterentwicklung und Verbesserung der superhochauflösenden Fluoreszenzmikroskopie. Mit unserem Kooperationspartner Abberior GmbH ist es uns in einem gemeinsamen Forschungsprojekt beispielsweise gelungen, die Auswahl an Markern für die STED-Bildgebung lebender Zellen zu erweitern und eine neue Serie von zellgängigen Fluoreszenzfarbstoffen zu entwickeln. Dies ermöglicht die hochspezifische Markierung von Zielproteinen bei kleinstmöglicher Größe des Markers mit dem Vorteil, dass dessen Einfluss auf die Proteinfunktion auf das notwendigste Minimum beschränkt wird. Ein Verfahren, dass künftig sicher verstärkt in der superhochauflösenden Fluoreszenzmikroskopie eingesetzt werden dürfte

Das IFNANO konnte mit einem Betriebshaushaltsvolumen von 4,43 Millionen Euro sein Ergebnis wiederum leicht steigern. Dabei konnten 60 Prozent durch Drittmittelprojekte und direkte Forschungsaufträge aus der Industrie erwirtschaftet werden. Besondere Erwähnung sollen auch in diesem Jahr wieder unsere 56 Mitarbeitenden finden, ohne deren überdurchschnittlichen Einsatz und Kompetenz die vielen wissenschaftlichen Durchbrüche und hervorragenden Projektergebnisse nicht zustande gekommen wären. Mein herzlicher Dank dafür!

Ich wünsche Ihnen nun eine anregende Lektüre und lade Sie herzlich zur Zusammenarbeit mit uns ein.

lhr

Alexander Egner

In the field of X-ray absorption spectroscopy, a high-resolution laboratory measurement system was developed based on a compact laboratory source. The source used is a broadband-emitting laser-induced krypton plasma. With the compact laboratory system, spectrally resolved measurements can now be carried out in almost comparable quality to measurements at the synchrotron.

Another important topic at IFNANO is, of course, the further development and improvement of super high-resolution fluorescence microscopy. With our cooperation partner Abberior GmbH, for example, we have succeeded in expanding the range of markers for STED imaging of living cells and developing a new series of cell-permeable fluorescence dyes. This enables the highly specific labeling of target proteins with the smallest possible marker size, with the advantage that its influence on protein function is limited to the necessary minimum. A method that is likely to be increasingly used in super high-resolution fluorescence microscopy in the future.

IFNANO was able to slightly increase its operative budget, again with a volume of 4.43 million euros. 60 percent of this was generated through third-party projects and direct research orders from industry. This year again, our 56 employees deserve special mention, without whose above-average commitment and expertise the many scientific breakthroughs and excellent project results would not have been possible. My sincere thanks to them!

I wish you an inspiring read and cordially invite you to collaborate with us.

Yours

Alexander Egner

Optische

Nanoskopie

Leitbild IFNANO Mission Statement



Nanoskaliges Strukturieren, Analysieren und Abbilden mit Licht

> Advanced Photonics

Leitbild IFNANO Mission Statement

Exzellenz durch Zusammenarbeit

Unsere Mission ist die anwendungsorientierte Grundlagenforschung auf dem Gebiet der optischen Technologien und der Technologietransfer von der Wissenschaft in die Wirtschaft mit stark regionalem Bezug. Wir setzen Licht als Werkzeug ein und sind Experten für nanoskaliges Strukturieren, Analysieren und Abbilden mit Licht. Hier gehören wir zu den weltweit führenden Einrichtungen.

Das Institut für Nanophotonik Göttingen betreibt interdisziplinäre Spitzenforschung in Kooperation mit regionalen, nationalen und internationalen Partnern aus Industrie und Forschung und entwickelt auf diese Weise kompetitive Produkte, Lösungen und Innovationen – zum Wohl der Gesellschaft und zur Stärkung der Wirtschaft.

Wir verstehen uns insbesondere als erster Ansprechpartner für den Mittelstand bei Fragestellungen aus dem Bereich der angewandten Nanophotonik. Mit unseren Kunden und Partnern arbeiten wir vertrauensvoll, schnell und effektiv zusammen.

Die regionale Wirtschaft profitiert von uns durch Wissenstransfer und exzellent ausgebildete Absolventen. Wir initiieren und unterstützen den Dialog und Erfahrungsaustausch über alle Themen der optischen Technologien.

Wir bieten eine industrienahe wissenschaftliche Ausbildung auf höchstem Niveau. Unser Erfolg basiert auf dem Wissen und dem Engagement unserer Mitarbeitenden. Ihre Fähigkeiten und ihre Begeisterung, ein offener Austausch und ein ausgezeichnetes Arbeitsumfeld schaffen die Grundlage für kreative Lösungen von wissenschaftlichen und technologischen Fragestellungen.

Excellence through Collaboration

Our mission is to conduct application-oriented basic research in the field of optical technologies and to transfer technology from science to industry with a strong regional focus. We use light as a tool and are experts in nanoscale structuring, analyzing, and imaging with light. In this field, we are one of the world's leading research facilities.

The Institute for Nanophotonics Göttingen conducts cutting-edge interdisciplinary research in collaboration with regional, national, and international partners from industry and research, and in doing so develops competitive products, solutions, and innovations – for the good of society and to strengthen the economy.

We primarily view ourselves as the first point of contact for small and medium-sized enterprises for all matters in the field of applied nanophotonics. We work with our customers and partners in a trusting, fast, and highly effective manner.

The regional economy benefits from our activities through the transfer of knowledge and exceptionally well-trained graduates. We initiate and facilitate dialog and knowledge sharing on all topics related to optical technologies.

We offer an industry-oriented scientific education of the highest caliber. Our success is based on the knowledge and dedication of our employees. Their skills and enthusiasm, a spirit of open communication, and an excellent working environment create the foundation for developing creative solutions to scientific and technological challenges.

Institutsstruktur **Institution Structure**

INSTITUT FÜR NANOPHOTONIK GÖTTINGEN E.V. (IFNANO)

Prof. Dr. S.W. Hel

Vorstandsmitglied

Max-Planck Gesellschaft

Trägerverein - Vorstand



Prof. Dr. J. Troe Vorstandsvorsitzender Universität



Dr. Bernd Stoffregen Schatzmeister Industrie

Institutsleitung



Institutsdirektor



Verwaltungsleiter

Kompetenzfelder



Apl. Prof. Dr. Alexander Egner Optische Nanoskopie



Peter Simon Kurze Pulse/Nanostrukturen



Claudia Geisler Optische Nanoskopie



Jürgen Ihlemann Kurze Pulse/Nanostrukturen



Carola Gregor Optische Nanoskopie



Dr Klaus Mann Optik/Kurze Wellenlängen



Hainer Wackerbarth Photonische Sensorik



Vorstandsmitglied Universität



Vorstandsmitglied Universität



KURATORIUM



Prof. Dr. Peter Loosen Vorsitzender Fraunhofer Institut für Lasertechnik Aachen



Prof. Dr. Philippe Bastiaens Kurator Max-Planck-Institut für molekulare Physiologie Dortmund



Dr. Dietmar Gnass Kurator Polytec GmbH Waldbronn



Prof. Dr. Thomas A. Klar Kurator Universität Linz Österreich



Prof. Dr. Andrea Koch Kuratorin HAWK Hochschule für angewandte Wissenschaft und Kunst Hildesheim/Holzminden/Göttingen



Prof. Dr. Sarah Köster Kuratorin Georg-August-Universität Göttingen

Das Institut in Zahlen Statistics of the Institute



Roland Becker Verwaltungsleiter

T +49 551/5035-33 F +49 551/5035-99 M roland.becker@ifnano.de

MITARBEITENDE / STAFF MEMBERS

Dirk Born Fenja Belosa Tatjana Kasten Uwe Lampe

Olaf Mädiger Andreas Spata Jutta Steckel Anette Zwingmann



IFNANO

Betriebshaushalt

Der Betriebshaushalt im Jahr 2022 hatte ein Volumen von 4,43 Millionen Euro. Die Grundfinanzierung als ein wichtiger Bestandteil wird als institutionelle Förderung vom Land Niedersachsen bereitgestellt. Der Finanzierungsanteil der eigenen Einnahmen am Betriebshaushalt lag bei 64,9 %. Die Einnahmen aus der Industrie trugen mit 11,3 % zur Finanzierung bei.

Investitionen

Im Jahr 2022 wurden Investitionen in die kontinuierliche Erweiterung der technologischen Ausstattung im Gesamtumfang von 0,38 Millionen Euro getätigt.

Personal

Am Institut für Nanophotonik Göttingen waren zum Stichtag 31.12.2022 insgesamt 56 Mitarbeiter beschäftigt, davon 41 Wissenschaftler und Techniker, was einem Anteil von 73,2 % an den Gesamtbeschäftigten entspricht. Die wissenschaftlichen Mitarbeiter verfügen mehrheitlich über einen Abschluss als M.Sc. Physik. Darüber hinaus arbeiten am Institut graduierte Photoniker, Chemiker, Informatiker und Kaufleute, die in interdisziplinären Forschungsgruppen tätig sind.

Ausbildung und Qualifikation

Das IFNANO bietet Studentinnen und Studenten die Möglichkeit, ihr Studium mit praktischer wissenschaftlicher Arbeit in den Laboren und Werkstätten des IFNANO zu verbinden. Zum Jahresende 2022 wurden neun wissenschaftliche und studentische Hilfskräfte betreut. Darüber hinaus konnten am IFNANO 2022 zwei Promotionen in Kooperation mit der Georg-August- Universität Göttingen abgeschlossen werden.



Operating budget

The operating budget in 2022 had a volume of 4.43 million euros. The basic funding as an important component, is provided by the German State of Lower Saxony as institutional grant. The financing share of own revenues at the operating budget was 64.9 %. Industry revenues contributed 11.3 % to the financing.

Investments

In 2022, a total of 0.38 million euros was invested in the continuous expansion of the technological equipment.

Staff

At year-end 2022, the Institut für Nanophotonik Göttingen had 56 employees, 41 of them scientists and technicians, which corresponds to 73.2 % of the total employees. Most of the scientific staff have a graduation as M.Sc. Physics. In addition, graduated photonics, chemists, computer scientists and business people work in interdisciplinary research groups.

Training and qualifications

The IFNANO offers students the opportunity to combine their studies with practical scientific work in the IFNANO laboratories and workshops. At the end of 2022, 9 students and research assistants were supported at the IFNANO. In addition, two doctoral candidates concluded their fellowship at the IFNANO in 2022 in cooperation with the Georg August University Göttingen.



Die Abteilungen The Departments



Optische Nanoskopie Optical Nanoscopy



Kurze Pulse / Nanostrukturen Short Pulses / Nanostructures



Optik / Kurze Wellenlängen Optics / Short Wavelengths



Photonische Sensorik Photonic Sensor Technologies

Berichte aus der Abteilung Departmental Reports



Apl. Prof. Dr. Alexander Egner Institutsdirektor Abteilungsleiter

T +49 551/5035-35 F +49 551/5035-99 M alexander.egner@ifnano.de

Dr. Claudia Geisler Abteilungsleiterin

T +49 551/5035-65 F +49 551/5035-99 M claudia geisler@ifnano.de

M claudia.geisler@ifnano.de



MITARBEITENDE / STAFF MEMBERS

Dr. Mark Bates Dr. Carola Gregor Dr. René Siegmund Theresa Brinker Debadrita Ghosh Parul Jain Ayiben Nuerbahati Lenny Reinkensmeier



Das Beobachten der Nanowelt im Inneren von (lebenden) Zellen eröffnet einmalige Möglichkeiten zum Verständnis der dort ablaufenden molekularen Prozesse. Dieser Erkenntnisgewinn ist einer der Schlüssel zum Verständnis von Krankheiten und zur Entwicklung neuer diagnostischer Verfahren, neuer Medikamente und ihrer therapeutischen Anwendung. Die konventionelle Lichtmikroskopie hat sich in den Lebenswissenschaften als ein unverzichtbares Instrument bewährt, leidet jedoch unter einer entscheidenden Einschränkung. Die durch die Wellennatur des Lichts auf 200-300 nm begrenzte Auflösung verschließt dem Betrachter die entscheidende Größenskala: Die Nanowelt bleibt verborgen.

Die hochauflösende Fluoreszenzmikroskopie umgeht diese Limitierung und bedient sich hierzu eines Tricks: Die Eigenschaften fluoreszierender Markermoleküle werden derart ausgenutzt, dass die Informationen, die sich innerhalb des Bereichs eines verwaschenen Lichtflecks befinden, sequenziell ausgelesen werden können. Die Auflösung des "optischen Nanoskops" ist dadurch nicht mehr durch die Beugung limitiert und der Blick in die Nanowelt der Zelle wird scharf. Für die Entwicklung der hochauflösenden Fluoreszenzmikroskopie wurden 2014 Stefan W. Hell, Eric Betzig und William E. Moerner mit dem Chemie-Nobelpreis ausgezeichnet. Die Abteilung "Optische Nanoskopie" befasst sich mit der anwendungsorientierten Grundlagenforschung auf diesem Gebiet und erweitert das Methodenspektrum innerhalb der hochauflösenden Fluoreszenzmikroskopie.

Taking a close look at the nanoworld within (living) cells provides fantastic possibilities for gaining insight into ongoing molecular processes. This knowledge is one of the keys to the understanding of diseases and developing new diagnostic tools, novel drugs, and their therapeutic uses. Conventional light microscopy has emerged as an indispensable tool in the life sciences; however, it suffers from one major drawback. The light microscope's resolution is limited to 200-300 nm due to the wave nature of light. Therefore, the crucial dimensions stay out of reach for the observer: the nanoworld remains hidden.

Superresolution fluorescence microscopy avoids this limitation by using a trick. The properties of fluorescent markers are used such that the information within a diffraction-limited spot is read out sequentially. As a result, the resolution of the "optical nanoscope" is no longer diffraction-limited and the nanoworld is revealed. In 2014, Stefan W. Hell, Eric Betzig, and William E. Moerner were awarded the Nobel Prize in Chemistry for the development of superresolution fluorescence microscopy. The department of "Optical Nanoscopy" places emphasis on basic research and applications in this field and develops new methods for high-resolution fluorescence microscopy.

Nanoskopie mittels stimulierter Emission: STED-Mikroskopie

Die STED-Mikroskopie ist die prominenteste Variante der ensemblebasierten Nanoskopiemethoden und erlaubt routinemäßig eine Auflösungssteigerung um mindestens eine Größenordnung. Sie nutzt den Prozess der stimulierten Emission, um Fluoreszenzmarker von einem hellen, fluoreszierenden in einen dunklen, nichtfluoreszierenden Zustand zu überführen. Typischerweise werden Fluorophore zunächst mit einem fokussierten Laserstrahl angeregt. Durch Überlagerung dieses Anregungsfokus mit einem weiteren Laserfokus werden angeregte Fluorophore durch stimulierte Emission am Fluoreszieren gehindert. Hat dieser so genannte STED-Laserfokus eine Ringform mit einer zentralen Intensitätsnull, so werden Moleküle am Rand ausgeschaltet, Moleküle im Zentrum aber nicht beeinflusst. Daraus ergibt sich eine räumliche Einengung des fluoreszierenden Bereichs, was gleichbedeutend mit einer Auflösungsverbesserung ist. Zur Bilderstellung wird dieser eingeengte fluoreszierende Bereich pixelweise durch das Bildfeld gerastert.

Nanoscopy using stimulated emission: STED microscopy

STED microscopy is the most prominent technique among the ensemble-based nanoscopy methods and routinely achieves a resolution increase of at least one order of magnitude. It uses stimulated emission to "switch" fluorescent markers from a bright, fluorescent state to a dark, nonfluorescent state. Typically, fluorophores are excited by a focused laser beam. By superimposing this excitation focus with another laser focus, the excited fluorophores are prevented from fluorescing by stimulated emission. If this so-called STED laser focus has a ring shape with a central intensity zero, molecules at the rim are switched off, while molecules in the center are not influenced. This results in a spatial narrowing of the fluorescent area, which is synonymous with an improvement in resolution. The STED image is recorded by scanning the confined fluorescent spot through the field of view pixel by pixel.



Konfokales (links) und STED-Bild (Mitte) von fluoreszierenden Kugeln. Die Einsatzbilder zeigen die jeweils verwendeten fokalen Intensitätsverteilungen (Anregung: cyan, STED: rot). Der Graph rechts veranschaulicht die Auflösungsverbesserung anhand von Intensitätsprofilen entlang der gestrichelten weißen Linien.

Confocal (left) and STED image (center) of fluorescent microspheres. The insets show the focal intensity distributions used in each case (excitation: cyan, STED: red). The graph (right) illustrates the resolution improvement with the help of intensity profiles along the dashed white lines.

Die Auflösung des STED-Bildes, die durch die Ausdehnung des fluoreszierenden Bereichs bestimmt wird, hängt somit von der Intensität des STED-Strahls und den photophysikalischen Eigenschaften der verwendeten Fluoreszenzmarker ab. Theoretisch kann die Auflösung beliebig gut werden und experimentell werden derzeit problemlos wenige zehn Nanometer erreicht. Für viele biologische Fragestellungen ist es interessant, die relative räumliche Verteilung zweier unterschiedlicher Proteinsorten in hoher Auflösung zu untersuchen. Aus einer farbkodierten Ortsdarstellung lassen sich dann Rückschlüsse auf die Funktion und Interaktion der Proteine ziehen. Unsere technische Realisierung eines entsprechenden STED-Mikroskops erreicht Hochauflösung in zwei Farbkanälen mit nur einem STED-Laser. Die Überlagerung beider Kanäle ist dadurch unabhängig von Justage und chromatischen Aberrationen. Zudem werden sie quasisimultan mit minimalem Übersprechen aufgenommen, wovon die Bildqualität und die Nutzerfreundlichkeit des Mikroskops deutlich profitieren.

The resolution of the STED image, which is given by the extent of the fluorescent area, therefore depends on the applied STED intensity and the photophysical properties of the fluorophore. Theoretically, the resolution can get as good as required, and experimentally, a few tens of nanometers can currently be achieved without any problem. For many biological questions, it is interesting to investigate the relative spatial distribution of two different types of proteins at high resolution. From the color-coded images, conclusions can then be drawn regarding the protein's function and interaction. Our technical implementation of a suitable STED microscope achieves high resolution in two color channels with only one STED laser. Thus, the overlap of both channels is independent of alignment and chromatic aberrations. Also, both are acquired quasi-simultaneously with minimal cross-talk, from which the image quality and user-friendliness benefit tremendously.



Zweifarbiges Mikroskopbild in konfokaler Auflösung (links) und in Hochauflösung (rechts). Gezeigt sind das Mikrotubuli-Netzwerk (cyan) und Clathrin (gelb-rot) in einer U2-OS-Zelle.

Two-color microscopy image in confocal (left) and in high resolution (right). Shown are the microtubule network (cyan) and clathrin (yellow-red) in a U2-OS cell.

Zweifarben-STED-Nanoskopie von lebenden Zellen mit zellgängigen organischen Fluorophoren

Die STED-Nanoskopie ermöglicht die direkte Beobachtung dynamischer Prozesse in lebenden Zellen und Geweben mit einer Auflösung deutlich jenseits der Beugungsgrenze. Obwohl fluoreszierende Proteine für die STED-Bildgebung verwendet werden können, ist deren Photostabilität, welche besonders für Zeitraffermessungen entscheidend ist, häufig schlechter als die von organischen Fluoreszenzfarbstoffen. Im Gegensatz zu fluoreszierenden Proteinen können organische Fluorophore allerdings nicht genetisch mit einem Zielprotein fusioniert werden, sondern erfordern andere Markierungsstrategien.

Das Ziel eines gemeinsamen Forschungsprojekts mit unserem Kooperationspartner Abberior war, die Auswahl an verfügbaren Markern für die STED-Bildgebung lebender Zellen zu vergrößern. Wir bauten hierfür auf unseren gemeinsamen Vorarbeiten zur Vorhersage der Zellgängigkeit von Farbstoffen mit Hilfe eines tiefen neuronalen Netzwerks auf und entwickelten eine neue Serie von zellgängigen Fluoreszenzfarbstoffen. Diese verknüpften wir mit einer auf der so genannten Click-Chemie basierenden Methode zur Proteinmarkierung, bei der der Fluorophor direkt an das zu untersuchende Protein bindet.

Two-color live-cell STED nanoscopy with cellpermeable organic fluorophores

STED nanoscopy allows the direct observation of dynamic processes in living cells and tissues with diffraction-unlimited resolution. Although fluorescent proteins can be used for STED imaging, these labels are often outperformed in photostability by organic fluorescent dyes. This feature is especially crucial for time-lapse imaging. However, unlike fluorescent proteins, organic fluorophores cannot be genetically fused to a target protein and require different labeling strategies.

The goal of a joint research project with our cooperation partner Abberior was to expand the choice of available markers for live-cell STED imaging. To this end, we built on our joint preliminary work on predicting the cellular permeability of dyes by means of a deep neural network and developed a new set of cell-permeable fluorophores. We combined these with a protein labeling method based on so-called click-chemistry, in which the fluorophore binds directly to the protein of interest.



Zeitserie von STED-Aufnahmen von lebenden CV-1 Zellen, in denen Aktinfilamente mit der Click-Chemie-basierten Methode fluoreszenzmarkiert wurden. Es wurden insgesamt zehn Bilder mit einem Intervall von einer Minute aufgenommen, von denen hier vier dargestellt sind.

Time series of STED images of living CV-1 cells, in which the actin filaments were fluorescently stained by click-chemistry-based labeling. In total, ten frames with an interval of 1 min were recorded, four of which are shown here.

Diese Strategie ermöglicht die hochspezifische Markierung des Zielproteins bei kleinstmöglicher Größe des Markers und hat daher den Vorteil, dass dessen Einfluss auf die Proteinfunktion auf das notwendigste Minimum beschränkt wird.

Unter Verwendung der neuen Farbstoffserie und der Click-Chemie-basierten Markierungsmethode führten wir nicht nur erfolgreich Zeitraffer-STED-Messungen in lebenden Zellen durch, sondern demonstrierten auch Zweifarben-STED-Nanoskopie verschiedener Strukturen, indem wir unsere Markierungsstrategie mit anderen orthogonalen und hochspezifischen Markierungsmethoden kombinierten. Wir konnten auf diese Weise zeigen, dass auch in lebenden Proben eine langzeitige STED-Bildgebung verschiedener Zielstrukturen möglich ist.

Unsere Ergebnisse stellen eine wichtige Erweiterung des "Markierungsbaukastens' dar und wir gehen davon aus, dass die Click-Chemie-basierte Markierungsmethode in Zukunft verstärkt für die superhochauflösende Fluoreszenzmikroskopie eingesetzt werden wird, da aufgrund der jüngsten Entwicklung auf diesem Gebiet, wie z. B. MINFLUX, die Verfügbarkeit kleinster Marker mit minimalem Abstand zum Zielprotein aktuell immens an Bedeutung gewinnt. This strategy enables the highly specific labeling of the target protein with the smallest possible label and thus has the advantage that the influence of the label on protein function is kept at the necessary minimum. Using the set of new fluorophores and click-chemistry-based labeling, we not only successfully performed time-lapse STED measurements inside living cells, but also demonstrated two-color STED nanoscopy of different structures by combining our labeling strategy with other orthogonal and highly specific labeling methods. We have thus been able to show that long-term STED imaging of different target structures is also possible in living specimens.

Our results represent an important expansion of the 'labeling toolbox' and we expect that click-chemistry-based labeling will become more widely used for super resolution fluorescence microscopy in the future, since due to recent developments in this field, such as MINFLUX, the availability of small labels with minimal offset to the target protein is becoming increasingly important.



Zweifarbige STED-Aufnahmen von lebenden CV-1-Zellen. Die folgenden zellulären Strukturen wurden fluoreszenzmarkiert, wobei die erste im Bild grün und die zweite magentafarbig dargestellt ist: (A) Aktin (LIVE 550 click), Mitochondrien (LIVE 610 SNAP), (B) Aktin (LIVE 550 click), Mikrotubuli (LIVE 610 Tubulin), (C) Aktin (LIVE 590 click), Plasmamembran (STAR RED Membran). In Klammern sind die jeweils verwendeten Fluorophore genannt.

Two-color STED images of living CV-1 cells. The following cellular structures were fluorescently labeled, with the first shown in green and the second in magenta in the image: (A) actin (LIVE 550 click), mitochondria (LIVE 610 SNAP), (B) actin (LIVE 550 click), microtubules (LIVE 610 tubulin), (C) actin (LIVE 590 click), plasma membrane (STAR RED membrane). The fluorophores used in each case are listed in parentheses.

MINFLUX-Nanoskop der nächsten Generation für die Bakteriologie

Das ultimative Ziel der biomedizinischen Bildgebung ist die dreidimensionale Bildgebung in lebenden Zellen auf Längenskalen, die mit denen einzelner funktioneller Einheiten innerhalb biologischer Makromoleküle vergleichbar sind. Die neueste Nanoskopie-Entwicklung MINFLUX erreicht dies und ermöglicht die Abbildung spezifischer Proteine oder sogar Epitope innerhalb von Proteinen mit einer Auflösung von bis hinunter zu 1 - 3 nm.

Das MINFLUX-Prinzip basiert darauf, dass einzelne Farbstoffmoleküle zufällig in ihren fluoreszenzfähigen Zustand geschaltet werden. Anschließend wird ein Anregungsfokus mit einer zentralen Intensitätsnullstelle in einem iterativen Verfahren durch das Volumen um das aktivierte Farbstoffmolekül gerastert und das jeweilige Fluoreszenzsignal aufgenommen. Je näher die Nullstelle des Anregungsfokus an der Position des Moleküls ist, desto geringer ist das detektierte Signal. Dieser Ansatz hat den Vorteil, dass keine hohen Lichtintensitäten benötigt werden, weswegen MINFLUX inhärent lebendzellkompatibel ist.

Gemeinsam mit Partnern aus Schweden, der Schweiz und Deutschland arbeiten wir im Rahmen des EU-geförderten Projekts NanoVIB an der methodischen Weiterentwicklung der MINFLUX-Mikroskopie.

Next-generation MINFLUX nanoscope for bacteriology

The ultimate goal of biomedical imaging is three-dimensional imaging in living cells at length scales comparable to those of individual functional units within biological macromolecules. The latest development in the field of nanoscopy MINFLUX realizes this goal and enables imaging of specific proteins or even epitopes within proteins with a resolution down to 1 - 3 nm.

The MINFLUX principle is based on randomly switching individual dye molecules to their fluorescent state. Then, an excitation focus with a central zero-intensity position is scanned through the volume around the activated molecule in an iterative procedure and the respective fluorescence signal is recorded. The closer the zero-intensity position of the excitation focus is to the position of the molecule, the lower is the detected signal. This approach has the advantage that it does not require high light intensities, which makes MINFLUX inherently livecell compatible.

In cooperation with partners from Sweden, Switzerland and Germany, we are working on the further methodological development of MINFLUX microscopy as part of the EU-funded NanoVIB project.



Prinzip der MINFLUX-Mikroskopie. Ein einzelnes Molekül wird zunächst zufällig in einen fluoreszenzfähigen Zustand geschaltet. Anschließend wird ein ringförmiger Anregungsfokus iterativ um das angeschaltete Molekül herum positioniert. Die Molekülposition kann daraufhin berechnet werden, da das jeweils detektierte Fluoreszenzsignal sich mit dem Abstand der Intensitätsnullstelle des Fokus von der Molekülposition ändert.

Concept of MINFLUX microscopy. First, an individual molecule is switched to its fluorescent state. Then, a ring-shaped excitation focus is iteratively positioned around the activated molecule. The molecule position can now be calculated since the fluorescence signal detected in each case changes with the distance of the zero-intensity position of the focus from the molecule position.

Ziel des Projekts ist die Entwicklung einer Nanoskopie-Plattform, die für die Untersuchung der Mechanismen, die bakteriellen Krankheiten wie z. B. Pneumokokken-Infektionen zugrunde liegen, optimal geeignet ist. Diese bakteriellen Infektionen verursachen weltweit eine erhebliche Morbidität und Mortalität. Dazu wird ein kommerzielles MIN-FLUX-Nanoskop erweitert, um Bildgebung im nahen Infrarotbereich, einem bisher für die Fluoreszenznanoskopie unzugänglichen Spektralbereich, zu ermöglichen und um ein zusätzliches Spektralfenster für Mehrfarbenbildgebung zu bieten. Zusätzlich werden komplementäre Bildgebungsmethoden, die auf Zwei-Photonen-Anregung und stimulierter Raman-Streuung (SRS) basieren, integriert. Dies ermöglicht die Korrelation von MINFLUX-Daten mit morphologischen, biochemischen und metabolischen Informationen, wodurch eine Einordnung der durch MINFLUX erhaltenen nanometergenauen Proteinlokalisationen in den zellulären Kontext erfolgen kann.

Die neue Nanoskopie-Plattform soll perspektivisch einen entscheidenden Schritt hin zu einer besseren Diagnostik, wirksamen Behandlung und Vorbeugung von schweren bakteriellen Infektionen ermöglichen. Außerdem erwarten wir, dass die komplementäre Herangehensweise neue Wege zum Verständnis, zur Diagnose und zur Vorbeugung vieler anderer Krankheiten eröffnen wird. The goal of the project is the development of a nanoscopy platform that is ideally suited for studying the mechanisms underlying bacterial diseases, such as pneumococcal infections. These bacterial infections cause significant morbidity and mortality world-wide. For this purpose, a commercial MIN-FLUX nanoscope is extended to enable imaging in the near-infrared range, a spectral region previously inaccessible to fluorescence nanoscopy, and to provide an additional spectral window for multi-color imaging. In addition, complementary imaging methods based on two-photon excitation and stimulated Raman scattering (SRS) are integrated. This will enable correlation of MINFLUX data with morphological, biochemical, and metabolic information, allowing the nanometer-precise protein localizations obtained by MINFLUX to be placed into the cellular context.

The new nanoscopy platform is expected to provide a decisive step towards better diagnosis, effective treatment, and prevention of serious bacterial infections. In addition, the complementary approach is believed to open new means to understand, diagnose and prevent many other diseases.





Vergleich von konfokalen und MINFLUX-Aufnahmen von Strukturen, die mit Hilfe von fluoreszierenden Nanokügelchen erzeugt wurden. Aufgrund der ca. zwei Größenordnungen besseren Auflösung von MINFLUX sind die Strukturen im MINFLUX-Bild erkennbar.

Comparison of confocal and MINFLUX images of structures generated using fluorescent nanospheres. Due to the approx. two orders of magnitude better resolution of MINFLUX, the structures are recognizable in the MINFLUX image.

Aberrationskorrektur für die Fluoreszenz-Korrelations-Spektroskopie

Die Fluoreszenz-Korrelations-Spektroskopie (FCS) ist ein optisches Messverfahren, das häufig in den Lebenswissenschaften eingesetzt wird. Sie ist in der Lage, die Dynamik einzelner Moleküle berührungslos zu erfassen, was insbesondere für die Entwicklung von Medikamenten von entscheidender Bedeutung ist. Um zu zeigen, dass ein potenzieller Wirkstoff ein bestimmtes Zielprotein in einer Zelle oder einem Gewebe besetzt und darüber seine Wirksamkeit entfaltet, müsste diese Interaktion idealerweise direkt in dieser Umgebung verfolgt werden. Bei Messungen in Zellen oder Gewebe verfälschen jedoch probeninduzierte Abbildungsfehler sehr häufig die Ergebnisse und verhindern somit eine genaue Analyse. Aus diesem Grund werden potenzielle Wirkstoffe meist nur in einem biochemischen Modellsystem aus funktionalisierten Derivaten untersucht. Aus dem Kontext der Zelle gerissen sind diese isolierten und gereinigten Komponenten bezüglich Interaktion und Bindungskinetik experimentell zwar gut zugänglich, doch werden so die In-vivo-Verhältnisse nicht realitätsgetreu widergespiegelt.

Aberration correction for fluorescence correlation spectroscopy

Fluorescence correlation spectroscopy (FCS) is an optical measurement technique that is frequently used in the life sciences. It is capable of contactless detection of the dynamics of single molecules, which is particularly important for drug development. In order to show that a potential agent binds to a specific target protein in a cell or tissue, and thereby demonstrates its effectiveness, this interaction would ideally have to be monitored directly in this environment. However, in the case of measurements in cells or tissue, sample-induced aberrations very often distort the results and thus prevent an accurate analysis. For this reason, potential agents are usually only investigated in a biochemical model system consisting of functionalized derivatives. Taken out of the cellular context, these isolated and purified systems are experimentally well accessible with respect to interaction and binding kinetics, but they do not realistically reflect the in vivo conditions.



Beeinträchtigung des Laserfokus durch Aberrationen, die durch einen nichtangepassten Brechungsindex entstehen, in Abhängigkeit von dem Brechungsindexunterschied und der Tiefe in der Probe für Licht der Wellenlänge λ (Simulation). (a) Schema und beispielhafte fokale Intensitätsverteilungen. (b) Das Fokusvolumen nimmt mit größerem Brechungsindexunterschied und größerer Tiefe in der Probe deutlich zu.

Deterioration of the laser focus due to aberrations caused by a refractive index mismatch, depending on the refractive index difference and the depth in the sample for light of wavelength λ (simulation). (a) Schematic and exemplary focal intensity distributions. (b) The focal volume increases significantly with larger refractive index difference and greater depth in the sample.

Um dieses Problem zu lösen und den molekularen Blick in die Zelle für die FCS zu schärfen, forschen wir gemeinsam mit der Ionovation GmbH im Rahmen eines Projekts, das aus Mitteln des Europäischen Fonds für regionale Entwicklung gefördert wird, an einer Methode zur Korrektur von Abbildungsfehlern. Wir verwenden dafür verformbare Spiegel, die bereits in der Mikroskopie und Nanoskopie erfolgreich eingesetzt werden und in der Lage sind, Abbildungsfehler computergesteuert und in Echtzeit zu korrigieren. Der FCS-Laserstrahl wird zunächst von der Oberfläche des verformbaren Spiegels reflektiert, bevor er in die Probe fokussiert wird, um Fluoreszenz anzuregen. Durch feedbackgesteuerte gezielte Verformung der Spiegeloberfläche wird die Wellenfront des Laserstrahls derart modifiziert, dass probeninduzierte Aberrationen kompensiert werden und ein optimaler, beugungslimitierter Fokus in der Probe entsteht.

Perspektivisch sollen dadurch Messungen der Moleküldynamik in lebenden Zellen oder Gewebe ermöglicht werden und auch im Rahmen von industriellen Hochdurchsatz-Screenings eingesetzt werden können. In order to solve this problem and to sharpen the molecular view into the cell for FCS, we collaborate with lonovation GmbH on a research project on aberration correction that is funded by the European Regional Development Fund.

Deformable mirrors, which are already successfully applied in microscopy and nanoscopy and are capable of correcting aberrations in a computer-controlled manner and in real time, are used by us for this purpose. The FCS laser beam is first reflected by the deformable surface of the mirror, before it is focused into the sample to excite fluorescence. Feedback-controlled deformation of the surface modifies the laser wave front in such a way that sample-induced aberrations are compensated and an optimal, diffraction-limited focus is generated in the sample. In the future, this should enable measurements of molecular dynamics not only in living cells or tissue, but also in the context of industrial high-throughput screening.



Prinzip der Aberrationskorrektur und Anwendung auf FCS. (a) Ein verformbarer Spiegel im Strahlengang kompensiert die probeninduzierten Aberrationen, so dass die Wellenfront in der Probe nicht gestört ist und ein optimaler Fokus entsteht. (b) Aus FCS-Messungen ermittelte Fluorophoranzahl im Fokus ohne (blau) und mit (rot) Aberrationskorrektur für einen Brechungsindexübergang von Öl zu Wasser.

Principle of aberration correction and application to FCS. (a) A deformable mirror in the beam path compensates sample-induced aberrations so that the wave front in the sample is not distorted and the optimal focus is generated. (b) Number of fluorophores in the focus determined from FCS measurements without (blue) and with (red) aberration correction for a refractive index transition from oil to water.

Quantitative Nanoskopie: Bestimmung der Molekülanzahl

Mit der Erfindung der superhochauflösenden Fluoreszenzmikroskopie können subzelluläre Strukturen innerhalb von (lebenden) Zellen mit einer bisher unerreichten Genauigkeit abgebildet werden. Die Nanoskopie gewinnt daher als Analysewerkzeug in den Lebenswissenschaften immer mehr an Bedeutung, obwohl den Aufnahmen üblicherweise die Information über die Anzahl der abgebildeten Moleküle fehlt. Um solche quantitativen Informationen aus den Messdaten zu extrahieren, ist es entscheidend, die zeitliche und räumlich Verteilung der beobachteten Fluoreszenzphotonen zu analysieren. Diese hängt nicht nur von den photophysikalischen Eigenschaften der Fluoreszenzmoleküle ab, sondern auch von der Art und Weise, wie diese ausgelesen werden: räumlich gezielt wie bei der STED-Mikroskopie oder räumlich stochastisch wie bei der SMS-Mikroskopie. Bei der zweiten Methode werden einzelne Fluorophore zufällig zum Aufleuchten gebracht und anschließend wieder ausgeschaltet. Anhand von Kameraaufnahmen solcher so genannter Blinkereignisse können die jeweiligen Molekülpositionen in der Regel mit einer Genauigkeit von einigen 10 nm bestimmt werden. Wenn dieser Prozess genügend oft wiederholt wird, ergibt das Histogramm der Molekülpositionen eine hochaufgelöste Darstellung der zugrundeliegenden Fluorophorverteilung. Obwohl im Rahmen dieses Schemas einzelne Fluorophore lokalisiert werden, ist das Zählen der Fluorophore nicht so einfach, wie es scheint.

Quantitative nanoscopy: molecule counting

With the advent of super resolution fluorescence microscopy, subcellular structures within (living) cells can be imaged with unprecedented precision. Nanoscopy is therefore gaining importance as an analytical tool in the life sciences, despite the fact that the recordings typically lack information on the number of imaged molecules.

To extract such quantitative information from the measurement data, it is crucial to analyze the temporal and spatial distribution of the observed fluorescence photons. This not only depends on the photophysical properties of the fluorescent molecules, but also on the way in which they are read out: spatially targeted as in STED microscopy or spatially stochastic as in SMS microscopy.

In the latter method, individual fluorophores are randomly caused to light up and are subsequently switched off. Based on camera recordings of such so-called blinking events, the respective molecule positions can typically be determined with a precision of a few tens of nanometers. If this process is repeated often enough, the histogram of molecule positions provides a highly resolved representation of the underlying fluorophore distribution. Although individual fluorophores are localized within this scheme, counting the them is not as straightforward as it seems.





SMS-Bildgebung. Links: SMS- und Weitfeldaufnahme (WF) eines fluoreszenzmarkierten Mikrotubuli-Netzwerks. Rechts: Intensitätsspur mit Blinkereignissen (aus dem links im Einsatzbild gestrichelt markierten Bereich).

SMS imaging. Left: SMS and widefield (WF) image of fluorescently-labeled microtubular network. Right: Intensity trace with blinking events (from the area marked by dashed lines on the left in the inset image).

Die Anzahl der Moleküle kann aufgrund des gleichzeitigen Aufleuchtens mehrerer dicht beinanderliegender Fluorophore oder des mehrfachen Blinkens desselben Fluorophors unter- oder überschätzt werden.

Gemeinsam mit unseren Partnern vom Institut für Mathematische Stochastik haben wir einen vollständig datenbasierten Ansatz zum Zählen von Fluorophoren entwickelt. Dieser basiert auf der Analyse von Zeitspuren der Fluoreszenzintensität und beschreibt die Zustandsänderung der Fluorophore auf zwei Zeitskalen: einer schnellen innerhalb einer Kameraaufnahme und einer langsamen zwischen verschiedenen Kameraaufnahmen. Wir validierten unser Modell anhand von Einzelmolekülexperimenten und konnten darüber hinaus für DNA-Origamistrukturen mit bekannter Anzahl an Bindestellen erfolgreich die Anzahl der gebundenen Fluorophore ermitteln.

Der Vorteil unserer Methode besteht darin, dass sie den Bildgebungsprozess vollständig statistisch modelliert und nicht auf der Analyse von - möglicherweise fehlerhaft identifizierten - Blinkereignissen basiert. Daher stellt sie einen vielversprechenden Ansatz dar, um die Anzahl an Fluorophoren auch in biologischen Proben erfolgreich zu bestimmen und dann - bei bekannter Effizienz und Stöchiometrie der Fluoreszenzmarkierung - Rückschlüsse auf die räumliche Organisation und die Funktionalität der markierten Strukturen zu ziehen. The number of molecules can be underestimated or overestimated due to the simultaneous blinking of several closely spaced fluorophores or the multiple blinking of the same fluorophore.

In collaboration with our partners from the Institute of Mathematical Stochastics, we have developed a fully data-driven approach for counting fluorophores. This is based on the analysis of time traces of the fluorescence intensity and describes the fluorophore dynamics on two timescales: a fast one within a camera frame and a slow one between different camera frames. We validated our model using single molecule experiments and were able to successfully determine the number of fluorophores bound to DNA origami structures with a known number of binding sites.

The advantage of our method is that it models the imaging process completely statistically and does not rely on the analysis of - potentially misidentified - blinking events. It therefore represents a promising approach to also successfully determine the number of fluorophores in biological samples and to draw conclusions about the spatial organization and functionality of the labeled structures - given knowledge of the efficiency and stoichiometry of the fluorescence labeling.



Einzelmolekülexperimente. a) Einzelne Kameraaufnahme. b) Beispiele von Intensitätsspuren einzelner Fluorophore. c) Summe von sechs Einzelmolekülspuren. d) Schätzergebnis für die Molekülanzahl für 45 aufaddierte Spuren, denen jeweils sechs zufällig ausgewählte Einzelmolekülspuren zugrunde liegen.

Single-molecule experiments. a) Single camera frame. b) Examples for single-molecule intensity traces. c) Sum of six single-molecule traces. d) Estimated number of molecules for 45 added traces, each being the sum of six randomly selected single-molecule traces.

Biolumineszierende Bakterien mit verbesserter Helligkeit

Lebende Zellen können unter Verwendung des Prozesses der Biolumineszenz eigenständig Licht erzeugen. Dieser Vorgang findet in der Natur in einer Vielzahl verschiedener Lebewesen wie beispielsweise Glühwürmchen statt und kann auch zur Abbildung von Zellen in der Mikroskopie genutzt werden. Im Gegensatz zur Fluoreszenzmikroskopie und zu anderen lichtmikroskopischen Verfahren ist bei der Biolumineszenz-Bildgebung kein externes Licht erforderlich, so dass lebende Zellen auch über lange Zeiträume ohne Photobleichen und phototoxische Effekte beobachtet werden können.

Das Biolumineszenzlicht wird in den Zellen durch die Oxidation eines Substrats erzeugt, welches als Luciferin bezeichnet wird. Bei dieser Reaktion entsteht ein Produkt in einem elektronisch angeregten Zustand, das beim Übergang in den Grundzustand ein Photon, d. h. das Biolumineszenzlicht, emittiert. Für die Reaktion ist außerdem ein Enzym erforderlich, das als Luciferase bezeichnet wird. Während in der Natur das Luciferin in der Regel von den Zellen selbst produziert wird, wird es bei der Bildgebung im Labor meist von außen zugegeben.

Bioluminescent bacteria with enhanced brightness

Living cells can generate light on their own using the process of bioluminescence. This process takes place in nature in a large number of different organisms, such as fireflies, and can also be used to image cells in microscopy. In contrast to fluorescence microscopy and other light microscopy techniques, no external light is required with bioluminescence imaging, and living cells can be observed even over long time periods without photobleaching and phototoxic effects.

The bioluminescence light is generated in the cells by the oxidation of a substrate called luciferin. This reaction creates a product in an electronically excited state that emits a photon that is the bioluminescence light, on transition to the ground state. An enzyme called luciferase is also required for the reaction. While in nature the luciferin is usually produced by the cells themselves, for imaging in the laboratory it is typically supplied externally.



Biolumineszenz von Bakterien: A) Fotografie von Petrischalen mit biolumineszierenden Bakterienkolonien. B) Biolumineszenz einzelner Bakterien, die eine bereits etablierte Version des Systems (links) bzw. das verbesserte System (rechts) enthalten. Bioluminescence of bacteria: A) Photograph of petri dishes with bioluminescent bacterial colonies. B) Bioluminescence of individual bacteria containing an established version of the system (left) and the improved system (right).

Dies erhöht den Aufwand bei der Probenvorbereitung und erschwert darüber hinaus die Quantifizierung des Signals bei Langzeitmessungen, da das Luciferin durch die Biolumineszenzreaktion verbraucht wird und dadurch seine Konzentration mit der Zeit abnimmt.

Durch Verwendung des Biolumineszenzsystems aus Bakterien kann die Luciferinzugabe umgangen werden. Da beim bakteriellen System alle Enzyme für die zelluläre Produktion des Luciferins bekannt sind, können diese zusammen mit der Luciferase in beliebige Zellen eingebracht und die Zellen dadurch kontinuierlich zum Leuchten gebracht werden.

Mit Hilfe eines optimierten Mutagenese-Verfahrens konnten wir die beteiligten Enzyme verbessern, sodass die Lichtemission stabil markierter biolumineszenter Bakterienstämme deutlich gesteigert werden konnte. Dies kann beispielsweise genutzt werden, um einzelne Bakterien mittels Biolumineszenz-Mikroskopie abzubilden oder um das Wachstum von Bakterien auf Lebensmittelproben zu untersuchen. This increases the effort required for sample preparation and also makes it more difficult to quantify the signal in long-term measurements, because the luciferin is consumed by the bioluminescence reaction and its concentration thus decreases over time.

By using the bioluminescence system from bacteria, the addition of luciferin can be bypassed. Since all enzymes for the cellular production of the luciferin are known for the bacterial system, they can be introduced into any cells together with the luciferase, thereby causing the cells to emit light continuously.

Using an optimized mutagenesis method, we were able to improve the enzymes involved, so that the light emission of stably labeled bioluminescent bacterial strains could be significantly increased. This can be used, for example, to image individual bacteria using bioluminescence microscopy or to examine the growth of bacteria on food samples.



Wachstum stabil biolumineszierender Bakterien auf unterschiedlichen Lebensmittelproben (von oben nach unten: rohe Kartoffel, Kartoffelbrei, Milch). Growth of stably bioluminescent bacteria on different food samples (from top to bottom: raw potato, mashed potatoes, milk).

Reflexionsnanoskopie an opaken Proben mittels Absorptionsmodulation

Die Lichtmikroskopie ist eine der am häufigsten verwendeten Techniken zur Analyse kleinster Strukturen im Größenbereich bis hinunter zu einigen hundert Nanometern. Sind die zu untersuchenden Objekte lichtundurchlässig, wie es z. B. Metalle, Keramiken, viele Polymere, Halbleiter oder eine Vielzahl von Verbundwerkstoffe sind, so wird üblicherweise in Reflexion gemessen, d.h. dass das von der Probenoberfläche zurück reflektierte Licht analysiert wird. Für Strukturen im Bereich unter 250 nm muss jedoch aufgrund der durch Beugung begrenzten Auflösung auf komplexere Mikroskopieverfahren wie die Rasterelektronenmikroskopie zurückgegriffen werden. Um die Auflösung der Lichtmikroskope bei Reflexionsmessungen zu steigern, kann das STED-Prinzip nicht direkt angewendet werden, da die Struktur der Probenoberfläche üblicherweise nicht mit Farbstoffen markiert werden kann. Aus der optischen Lithographie ist jedoch bekannt, dass eine Auflösungserhöhung mit Hilfe der Absorptionsmodulation von photochromen Dünnschichten erreicht werden kann. Dies wurde ebenfalls für die Transmissionsmikroskopie experimentell bestätigt, jedoch noch nicht für Messungen in Reflexion.

Reflection nanoscopy of opaque samples using absorbance modulation

Light microscopy is one of the most widely used techniques to study tiny structures in the size range down to a few hundred nanometers. For examining nontransparent objects such as metals, ceramics, many polymers, semiconductors, or a wide variety of composite materials, this generally involves the detection of the light reflected from the sample surface. However, for structures in the range below 250 nm, more complex microscopy techniques such as scanning electron microscopy must be used due to the resolution limit imposed by diffraction.

In order to improve the resolution of light microscopes for reflection measurements, the STED principle cannot be directly applied, because the structure of the sample surface cannot usually be labeled with fluorescent markers. However, it is known from optical lithography that an increase in resolution can be achieved with the aid of absorbance modulation of thin photochromic films. This has also been confirmed experimentally for transmission microscopy, but not yet for measurements in reflection.



Schema zur Erzeugung einer reversiblen Blende in einer dünnen photochromen Schicht. Licht der Wellenlänge λ1 (blau) schaltet die Photochrome (Kreise) von einem für die Messwellenlänge λ2 (rot) transparenten Zustand A in einen für λ2 opaken Zustand B. Das Rückschalten erfolgt durch die Messwellenlänge λ2.

Scheme for the generation of a reversible aperture in a thin photochromic layer. Light with wavelength $\lambda 1$ (blue) switches the photochromic molecules (circles) from state A, which is transparent for the measurement wavelength $\lambda 2$ (red), into state B, which is opaque for $\lambda 2$. The reverse transition is induced by the measurement wavelength $\lambda 2$.

Im Rahmen eines DFG-geförderten Verbundprojekts arbeiten wir zusammen mit unseren Kooperationspartnern von der TU Clausthal und dem MPI-NAT an der experimentellen Realisierung dieses Ansatzes für die Reflexionsmikroskopie. Das Messprinzip funktioniert dabei wie folgt: Die zu untersuchende Substratoberfläche wird zunächst mit einer dünnen photochromen Schicht versehen, die unter Beleuchtung mit Licht ihre Absorptionseigenschaften reversibel ändern kann. In diese Schicht werden dann reversible Nahfeldblenden eingeschrieben und dadurch der reflektierende Bereich der Oberfläche räumlich eingeengt. Wir konnten auf diese Weise bereits eine 2,4-fache Auflösungserhöhung im Vergleich zum Beugungslimit demonstrieren und erbrachten unseres Wissens nach damit zum ersten Mal den experimentellen Nachweis, dass es möglich ist, die Beugungsgrenze in der optischen Reflexionsmikroskopie mit Hilfe des Prinzips der Absorptionsmodulation zu umgehen.

In unserem interdisziplinären Verbund, in dem Expertisen aus den Bereichen organische und physikalische Chemie, Materialtechnik, Optik sowie Mikroskopie vereint sind, forschen wir derzeit an der weiteren Verbesserung der superauflösenden Reflexionsmikroskopie, um sie zu einer leistungsfähigen Methode für die Untersuchung von Oberflächen lichtundurchlässiger Materialien bis hinunter zu einigen zehn Nanometern weiterzuentwickeln.

Reflexionsnanoskopie an einem Liniengitter (mit 500 nm Linienabstand) als Beispiel für eine ausgedehnte Struktur. (a, b) Schema ohne (a) und mit (b) Nahfeldblende. (c) Der Vergleich von ohne (rot) und mit (blau) Nahfeldblende mit einer Numerischen Apertur von 0,65 gemessenen Linienprofilen zeigt, dass die Gitterlinien nur aufgelöst werden können, wenn die Nahfeldblende verwendet wird.

Within the framework of a DFG-funded joint project, we are working on the experimental realization of this approach for reflection microscopy in cooperation with our partners from TU Clausthal and the MPI-NAT. The applied measurement principle works as follows: First, the surface under investigation is coated with a thin photochromic layer that can reversibly change its absorption properties upon illumination with light. Then, reversible near-field apertures are inscribed in this layer, thereby spatially confining the reflective area of the surface. In this manner, we have already demonstrated a 2.4-fold resolution enhancement over the diffraction limit and. to our knowledge, thus provided the first experimental evidence that the resolution limit in optical reflection microscopy can be circumvented using the principle of absorption modulation.

In our interdisciplinary alliance, which combines expertise from the fields of organic and physical chemistry, materials technology, optics, and microscopy, we are currently investigating the further improvement of superresolution reflection microscopy in order to advance it towards a powerful method to study surfaces of opaque materials down to the scale of a few tens of nanometers.



Reflection nanoscopy of a line grid (with line spacing of 500 nm) as an example for an extended structure. (a, b) Scheme without (a) and with (b) near-field aperture. (c) Comparison of line profiles measured without (red) and with (blue) near-field aperture and using a numerical aperture of 0.65 shows that the grid lines can only be resolved when using the near-field aperture.

Berichte aus der Abteilung Departmental Reports



Dr. Peter Simon Abteilungsleiter

T +49 551/5035-21 F +49 551/5035-99 M peter.simon@ifnano.de

Dr. Jürgen Ihlemann Ansprechpartner für Nanostrukturtechnologie

T +49 551/5035-44 F +49 551/5035-99 M juergen.ihlemann@ifnano.de



MITARBEITENDE / STAFF MEMBERS

Dr. Clemens Beckmann Dr. Jörg Meinertz Dr. Jens Oltmanns Laura Fütterer

Jay Jadvani Frederick Kleinwort Jan-Hendrik Klein-Wiele Lukas Janos Richter Hendrik Wrigge Andreas Röben



Die Laserstrukturierung von Oberflächen eröffnet die Möglichkeit, neue, besondere Materialeigenschaften durch Oberflächenfunktionalisierung zu generieren. Diese umfassen mikrofluidische, tribologische, medizintechnische oder optische Funktionalitäten, die zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten bieten. Laserablation und Lasermodifikation sind Schlüsseltechnologien zur Erzeugung der dafür notwendigen Mikro- und Nanostrukturen und besitzen den entscheidenden technologischen Vorteil, berührungslos und flexibel zu arbeiten.

Durch den Einsatz von speziellen, den Anwendungen angepassten Bestrahlungsstrategien, die Maskenprojektion mit scannendem Verfahren oder interferenzbasierter Strahlmanipulation kombinieren, wird bei geeigneter Laser-Wellenlänge und Pulsdauer sub-µm-Präzision routinemäßig erreicht. Dabei gewinnt der Einsatz ultrakurzer Pulse im Piko- und Femtosekundenbereich in immer mehr Anwendungsgebieten zunehmend an Bedeutung. Für die Qualitäts- und Effizienzsteigerung in bestehenden und für die Erschließung neuer Anwendungen ist die ständige Weiterentwicklung der laserbasierten Techniken unabdingbar. Dabei steht der Einsatz leistungsstarker kurzer und ultrakurzer Pulse für die Herstellung von periodischen Nanostrukturen auf technischen Oberflächen im Mittelpunkt.

Aktuelle Themen sind die zeitaufgelöste Messung der Reflektivität von Metallen und Halbleitern, die Untersuchung der Entstehung periodischer Oberflächenstrukturen nach Ultrakurzpuls-Laserbestrahlung, die diffraktive Laserbeschriftung von 3D-Freiformflächen und die Entwicklung von Methoden zur Erzeugung hochaufgelöster individualisierbarer computergenerierter Hologramme. Weitere Arbeiten befassen sich mit der Erzeugung und Anordnung von plasmonischen Nanopartikeln und Silizium-Nanokristallen. Darüber hinaus werden die laserbasierte Herstellung optischer Komponenten und die Formgebung und Formkorrektur von Glassubstraten für optische Anwendungen untersucht. Laser structuring of surfaces opens up the possibility of generating new, special material properties through surface functionalization. These include microfluidic, tribological, medical, or optical functionalities that offer numerous possible applications. Laser ablation and laser modification are key technologies for creating the necessary microand nanostructures and have the great advantage of providing a contact-free and flexible fabrication technology.

By using special irradiation strategies adapted to the specific applications, combining mask projection with scanning methods or interference-based beam manipulation, sub-µm precision is routinely achieved at suitable laser wavelength and pulse duration. The use of ultra-short pulses in the pico- and femtosecond range is becoming increasingly important in more and more fields of application. For the sustainable growth of this technology field, it is essential to further develop various short-pulse-based techniques. This is one of the main objectives of our department. A special emphasis is put on the utilization of high-power short and ultrashort pulses for the fabrication of periodic nanostructures on technical surfaces.

Current topics are time-resolved reflectivity measurements on metals and semiconductors, the investigation of the formation of periodic surface structures after ultrashort-pulse laser irradiation, the diffractive marking of 3D-free-form surfaces, and the development of laser processing techniques for the fabrication of computer-generated holograms. Additional research is focused on the generation and arrangement of plasmonic nanoparticles and silicon nanocrystals. Furthermore, laser-based fabrication of optical components as well as figure correction and shape correction of glass substrates for optical applications are investigated.

Pump-Probe-Aufbau zur breitbandigen, zeitaufgelösten Messung der Reflektivität von Metallen und Halbleitern

Bis heute fehlt ein vollständiges Verständnis der Interaktion von ultrakurzen Pulsen im Femtosekundenregime mit metallischen Oberflächen auf kleinen Zeitskalen. Eine Möglichkeit, sich dem Problem experimentell zu nähern, ist mit Hilfe eines Pump-Probe-Aufbaus, bei welchem die Probenoberfläche mit einem kurzen Puls angeregt und einem zweiten, kürzeren und vorzugsweise breitbandigen Puls zu verschiedenen Zeitpunkten abgetastet wird. Somit kann eine Zeitabtastung der momentanen Reflektivität beim Anregungsprozess realisiert werden. Das damit verfolgte Ziel der zeitaufgelösten breitbandigen Messung der Reflexionseigenschaften während und nach der Anregung durch einen ultrakurzen Lichtpuls ist mit großen technischen Herausforderungen verbunden. Entsprechend unterliegt der zugrundeliegende experimentelle Aufbau einem kontinuierlichen Entwicklungsprozess.

Broadband pump-probe setup for time-resolved reflectivity measurement on metals and semiconductors

To date, the understanding of the interaction of ultrashort pulses with metallic surfaces on the femtosecond timescale is incomplete. One way to approach the problem experimentally is by using a pump-probe setup, in which the sample surface is excited with an energetic short pulse, and is probed by an even shorter, preferably broadband pulse at different time delays. The realization of time-resolved broadband measurement of the reflectivity during and after excitation by an ultrashort light pulse is technically very challenging. Therefore, the corresponding experimental setup is subject to a continuous development process.



Die mehrstufige Pulserzeugung ist in der Lage, mit einer weiteren Kompressionsstufe den erzeugten breitbandigen Probepuls so zu formen, dass er am Ort der Probe eine Länge von unter 10 fs aufweist. Dabei müssen die Eigenschaften aller durchquerten Medien auf die Pulslänge mit einbezogen werden, wobei insbesondere die verwendeten Kammerfenster der zur Pulserzeugung eingesetzten Hohlfasern einen großen Einfluss auf die Pulslänge haben. Die hohe spektrale Bandbreite des Pulses im Bereich von 480 nm - 1.000 nm stellt dabei hohe Anforderungen an die Nachkompression.

Da der Pumppuls die bestrahlte Stelle der Probe bei jeder Anregung ablatiert, das heißt unwiederbringlich zerstört, ist es von großer Bedeutung, die Anzahl von Fehlmessungen zu minimieren. Zu diesem Zweck wurde eine Microcontroller-Steuerung zur Synchronisierung des Lasertaktes mit dem Shutter des Experiments und den beteiligten Spektrometern entwickelt. Diese gewährleistet, dass bei jedem Messzyklus nur genau ein Probe- und ein Pumppuls die Probe erreichen können. Durch die Synchronisierung kann die Belichtungszeit des Spektrometers stark reduziert werden, was zu einer Verbesserung des Rauschverhaltens führt. The multistage pulse generation system is capable of reaching a pulse duration of less than 10 fs at the sample surface by applying an additional compression stage after generating the broadband probe pulses. Group velocity dispersion introduced by the traversed media must be taken into account. In particular, the chamber windows of the hollow fibers used for pulse shortening have a major influence on the pulse length. The large spectral bandwidth of the pulses covering the range of 480 nm - 1,000 nm places high demands on the post-compression.

Since the pump pulse ablates the irradiated area of the sample upon each excitation, that is destroys it locally, it is of great importance to minimize the number of erroneous measurements. For this purpose, a microcontroller steering system was developed to synchronize the laser tact with the shutter of the experiment and the spectrometers involved. This ensures that only exactly one probe pulse and one pump pulse can reach the sample during each measurement cycle. The synchronization allows the exposure time of the spectrometer to be greatly reduced, which leads to an improved signal-to-noise ratio of the measurement.

Abbildung 1: Pump-Probe-Aufbau zur zeitaufgelösten Reflektivitätsmessung. Rechts im Bild (blaue Box) ist die an einer x-y-z-Stage angebrachten Probenhalterung mit eingespannter Goldprobe zu sehen. Auf diese Probe werden koaxial der Pump- und Probe-Puls geleitet. Das von der Probe reflektierte Licht wird von den Anteilen des Pumppulses bereinigt und mit einem Spektrometer gemessen. In der oberen rechten Bildecke (rote Box) sind die zur Erzeugung des breitbandigen, ultrakurzen Probepules benötigten Hohlfasern zu sehen. Der in den Hohlfasern verbreiterte Puls wird mit dem Chirped-Mirror Array in der linken Bildmitte (gelbe Box) auf unter 10 fs komprimiert. In der linken unteren Bildecke (grüne Box) ist die Delaystage zu sehen, welche den Pumppuls relativ zum Probepuls über eine Wegstreckenänderung verzögert.

Figure 1: Pump-probe setup for time-resolved reflectivity measurement. On the right (blue box), the sample holder with a gold sample can be seen mounted on an x-y-z stage. The pump and probe pulses are directed coaxially onto the sample. The probe beam reflected from the sample is recorded by a spectrometer. In the upper-right corner of the image (red box), the hollow fibers for the broadband, ultrashort probe pulse generation can be seen. The probe pulse, which is spectrally broadened in the hollow fibers, is compressed to below 10 fs with the chirped-mirrors seen in the left center of the image (yellow box). In the lower-left corner of the image (green box), the delay stage can be seen which varies the delay between the pump and probe pulses.

Periodische Oberflächenstrukturen unter einer transparenten Deckschicht

Bei der Erzeugung periodischer Oberflächenstrukturen durch Laserbearbeitung entsteht wie allgemein beim laserinduzierten Materialabtrag häufig eine Verunreinigung der resultierenden Strukturen. Neben der Redeposition des entfernten Materials kommt es insbesondere bei Metallen häufig zur Bildung von tröpfchenförmigen Schmelzspuren auf der Oberfläche, welche die Funktionalität der Strukturen beeinträchtigen können. Eine Möglichkeit, derartige Verunreinigungen zu umgehen, ist das Auftragen einer transparenten Deckschicht auf die Oberfläche, die die Materialausbreitung dämpft, um so die Tröpfchenbildung an der bearbeiteten Oberfläche stark zu reduzieren. Wir untersuchten den Einfluss einer Deckschicht auf die entstehenden Oberflächenstrukturen, unter Variation einer Vielzahl von Parametern, wie Pulsdauer des Lasers und Aggregatzustand sowie Dicke der Deckschicht.

Bei den applizierten Fluenzen (Ablationsbedingung) lässt sich eine Wechselwirkung zwischen Laserpuls und Deckschicht nicht verhindern. Um einen möglichst geringen Einfluss der Deckschicht auf die Strahlausbreitung zu erreichen, soll die Schichtdicke möglichst klein gehalten werden (~/< 1µm).

Periodic surface structures under a transparent confinement layer

The creation of periodic surface structures by laser processing is often accompanied by contamination of the resulting structures, as is generally the case with laser-induced material removal. In addition to the redeposition of the removed material, guite often molten droplets form on the surface, especially in the case of metals, which can impair the desired functionality of the structures. One possible way of avoiding such contamination is to apply a transparent confinement layer to the surface, which suppresses material spreading and thus greatly reduces the formation of droplets on the processed surface. We investigated the influence of a confinement layer on the resulting surface structures by varying various parameters, such as the pulse duration and the aggregation state, as well as the thickness of the confinement layer.

At the applied fluences (ablation condition), an interaction between the laser pulse and the confinement layer cannot be prevented. In order to minimize the influence of the layer on beam propagation, the layer thickness should be kept as small as possible (\sim /< 1µm).



Abbildung 1: Die Abbildung zeigt Strukturen mit einer Periode von 500 nm auf einer Goldoberfläche, die bei der Bestrahlung durch Zweistrahlinterferenz mit 200-fs-Pulsen bei 343 nm entstehen. Dabei ist die Oberfläche mit keiner (links), einer flüssigen (Mitte) und einer festen (rechts) Deckschicht bedeckt.

Figure 1: The figure shows structures with a period of 500 nm on a gold surface, which result from irradiation by two-beam interference with 200 fs pulses at 343 nm. The surface is covered with no (left), a liquid (middle), and a solid (right) confinement layer.
Bei flüssigen Deckschichten ist zudem eine gute Benetzung der Oberfläche erforderlich, was die Auswahl der möglichen Flüssigkeiten einschränkt.

In den Experimenten wurde die Ablation von Gold untersucht in Kombination mit Ethanol als flüssiger und SiO₂ als fester Deckschicht. Es hat sich gezeigt, dass die Strukturen unter der Deckschicht zwar weniger stark ausgeprägt sind, aber deutlich weniger Verunreinigungen aufweisen. In Abbildung 1 sind die mit einem 200 fs langen Laserpuls erzeugten Strukturen ohne Schicht (links), mit flüssiger Schicht (Mitte) und mit fester Deckschicht (rechts) zu sehen. Neben der reduzierten Höhe der Strukturen ist für die flüssige Schicht eine Ungleichverteilung der Strukturen zu erkennen, da das Material im Zentrum des Bearbeitungsspots offenbar stärker an der Ausprägung gehindert wird. Dieses Phänomen tritt weder ohne Schicht noch mit einer festen Schicht auf.

Zum Vergleich zeigt Abbildung 2 die mit 8 ps langen Laserpulsen erzeugten periodischen Strukturen ebenfalls ohne Schicht (links), mit flüssiger (Mitte) und fester (rechts) Schicht. Die Strukturen sind hier auch weniger ausgeprägt, aber in diesem Fall ist für die flüssige Schicht keine inhomogene Ausprägung der Strukturen zu erkennen. Für die feste Schicht ergeben sich kaum Unterschiede durch die veränderte Pulsdauer. In the case of liquid layers, good wetting of the surface is required, which limits the choice of possible liquids.

In the experiments, the ablation of gold was examined in combination with ethanol as a liquid and SiO_2 as a solid confinement layer. It has been shown that the structures under the layer are less pronounced, but have significantly reduced debris. Figure 1 shows the structures produced with a 200 fs long laser pulse without a layer (left), with a liquid layer (middle) and with a solid layer (right). In addition to the reduced height of the structures, a nonuniform distribution of the structures can be seen for the liquid layer, as their expression in the center of the processed area is apparently strongly suppressed. This phenomenon occurs neither without a layer nor with a solid layer.

For comparison, Figure 2 shows the periodic structures generated with 8 ps long laser pulses, also without a layer (left), with a liquid (middle), and a solid (right) layer. The structures are also less pronounced here, but in this case no inhomogeneous expression of the structures can be seen for the liquid layer. In the case of the solid layer, a change of the pulse duration has a negligible effect on the structure formation.



Abbildung 2: Strukturen mit einer Periode von 500 nm auf einer Goldoberfläche, die mit 8 ps Pulsen bei 355 nm bei der Bestrahlung durch Zweistrahlinterferenz entstehen. Dabei ist die Oberfläche mit keiner (links), einer flüssigen (Mitte) und einer festen (rechts) Deckschicht bedeckt.

Figure 2: Structures with a period of 500 nm on a gold surface resulting from irradiation by two-beam interference with 8 ps pulses at 355 nm. The surface is covered with no (left), a liquid (middle) and a solid (right) confinement layer.

Hochauflösende optische Messmethode zur genauen Erfassung von Komponentenbewegungen

Im Rahmen des vom BMWi geförderten ZIM-Projekts "Z-Shifter zur diffraktiven Beschriftung gekrümmter Werkstoffflächen" musste die Bewegung eines Phasengitters senkrecht zu den Gitterlinien präzise erfasst werden. Das Gitter soll entlang der Strahlachse in 25-µm-Schritten über eine Strecke von 2,5 mm bewegt werden, wobei senkrecht zu den Gitterlinien die Verschiebung der Linien kleiner als 100 nm pro Schritt bleiben muss. Hierzu wurde vom Projektpartner deineMaschine GmbH eine spezielle Mechanik für das Gitter entwickelt, deren Bewegung es für die Testung und Justage nun zu vermessen galt. Hierfür wurde ein optischer Messaufbau mit einem 63X-Mikroskopobjektiv und einer Kamera realisiert, um die 1-µm-Periode des Gitters abzubilden. Die Kamera wird dabei über den gesamten Zeitraum eines Bewegungsschrittes belichtet.

High-resolution optical measurement method for precise detection of component movements

As part of the BMWi-funded ZIM project "Z-Shifter for diffractive marking of curved material surfaces", the movement of a phase grating perpendicular to the grating lines had to be precisely detected. The grating is to be moved along the beam axis in 25 µm steps over a distance of 2.5 mm, whereby the displacement of the lines perpendicular to the grating lines must remain smaller than 100 nm per step. For this purpose, our project partner deineMaschine GmbH developed a special assembly for the grating, the movement of which now had to be measured for testing and adjustment. Therefore an optical measurement setup with a 63X microscope lens and a camera was realised to image the 1 µm period of the grating. The camera is exposed over the entire period of a movement step.



Abbildung 1: Schematischer Aufbau der Messmethode: Mit Hilfe des Scanners werden verschiedene Bereiche des Kamerachips während der Bewegung des Gitters ausgeleuchtet, sodass die gesamte Verschiebung der Gitterlinien senkrecht zur Bewegungsrichtung in einem Bild erfasst wird.

Figure 1: Schematic of the measuring method: With the help of the scanner, different areas of the camera chip are illuminated during the movement of the grating, so that the entire displacement of the grating lines perpendicular to the direction of movement is captured in one image.

Mit einem gepulsten Laser werden dann Momentaufnahmen des Gitters während der Bewegung auf verschiedenen Bereichen des Kamerachips abgelichtet.

Dazu wird der Laserstrahl mit einem Scanner auf unterschiedliche Positionen auf dem Kamerachip gelenkt (Abb. 1). Durch einen absichtlich eingeführten starken Astigmatismus wird dabei ein Linienfokus erzeugt. Damit die komplette Bewegung mit Ausgangsposition und Endposition korrekt erfasst wird, erfolgt die erste Beleuchtung mit dem Laser vor und die letzte ca. 1.000 ms nach Ende der Bewegung des Gitters. Dazwischen wurden elf Positionen während der Bewegung erfasst. Die Verschiebung der Linien von unten nach oben auf dem Kamerabild entspricht dann der zeitlichen Bewegung der Linien beim Verfahren des Gitters.

Mit dieser Messmethode konnte festgestellt werden, dass die vorgesehene Motorverbindung der Mechanik nicht geeignet war, da sie zu große Querkräfte aufwies, was Bewegungen von >200 nm der Linien pro Einzelschritt des Gitters zur Folge hatte.



A pulsed laser is then used to take snapshots of the grating during the movement on different areas of the camera chip.

For this, a scanner is used to direct the laser beam to different positions on the camera chip (see Figure 1). A strong astigmatism is intentionally introduced to create a line focus. To ensure that the complete movement with initial position and final position is correctly recorded, the first illumination with the laser takes place approx. 1,000 ms before and the last approx. 1,000 ms after the end of the movement of the grating. In between, eleven positions are captured during the movement. The displacement of the lines from bottom to top on the camera image then corresponds to the temporal movement of the lines during the movement of the grating.

With this measurement method, it could be determined that the currently implemented motor connection of the mechanics was not suitable, as it had apparently too large lateral forces, which resulted in movements of >200 nm of the lines per single step of the grating.

◄ Abb. 2: Kamerabild zur Erfassung der Gitterbewegung. Eine transversale Verschiebung der Gitterlinien um ca. 250 nm bei Bewegung des Gitters um 25 µm kann festgestellt werden: Die Präzision der Bewegungseinheit ist noch nicht ausreichend.

Figure 2: Camera image representing the grating movement. Lateral displacement of the grating lines by approx. 250 nm when the grating is moved by 25 μ m is detected: the precision of the movement unit is not yet sufficient.

Weiterentwicklung der Technologie zur Erzeugung hochaufgelöster individualisierbarer computergenerierter Hologramme (CGH) auf Metallen durch direkte Kurzpulslaser-Ablation

Vor dem Hintergrund der immer strenger werdenden Richtlinien zur genauen Nachverfolgbarkeit von Produkten und der ebenfalls zunehmenden Anzahl von Fälschungen besteht ein hoher Bedarf an geeigneten Produktmarkierungen.

Hier bieten auf der Produktoberfläche direkt geschriebene computergenerierte Hologramme (CGH) besonders gute Möglichkeiten, da sie zum einen nur schwer zu fälschen sind und zum anderen umfangreiche verdeckte Informationen enthalten können, die nur bei Beleuchtung mit einer geeigneten kohärenten Lichtquelle ausgelesen werden können. Zudem lässt sich die Information redundant auf der gesamten Fläche verteilen, wodurch solche Markierungen besonders resistent gegen teilweise Beschädigungen sind. Dabei sollte die beschriebene Fläche im mm²-Bereich liegen und eine hohe Datendichte, einen hohen Kontrast und eine geringe Schädigungstiefe aufweisen. Dies lässt sich durch die aktuell verwendeten klassischen Beschriftungstechnologien nicht realisieren. Das Institut für Nanophotonik entwickelt zusammen mit der DIOPTIC GmbH eine entsprechende Schreibtechnologie sowie das dazugehörige kompakte Lesegerät. Angesichts des immensen Marktvolumens bestehen in dieser Hinsicht sehr gute Erfolgsaussichten.



Further development of the technology for generating high-resolution individualizable computer-generated holograms (CGH) on metals by direct short-pulse laser ablation.

The increasingly strict guidelines for a detailed traceability of products and the constantly increasing number of counterfeits mean that there is a high demand for suitable anti-counterfeit product markings.

Computer-generated holograms (CGH) generated directly on the product surface offer particularly good opportunities, since they are difficult to forge and can also contain extensive hidden information that can only be read when illuminated by a suitable coherent light source. In addition, the information can be distributed redundantly over the entire surface, making such markings particularly resistant to partial damage. The marking should have a size in the mm² range that has a high data density, a high contrast, and a low damage depth. This cannot be realized by the currently used classical marking technologies. Together with DIOPTIC GmbH, the IFNANO is developing an appropriate laser-writing technology and the corresponding compact reading device. In view of the immense market volume, there are very good prospects for success in this respect.

Abbildung 1: Strahlprofil im Fokus ohne Wellenfrontkorrektur. Der minimale Fokusdurchmesser ist aufgrund der starken Phasenfrontverzerrung höherer Ordnung auf ca. 15 µm (FWHM) begrenzt.

Figure 1: Beam profile in focus without wave front correction. The minimum focus diameter is limited to about $15 \,\mu$ m (FWHM) due to the strong higher order phase front distortion.

Der Schwerpunkt der Weiterentwicklung lag dabei auf der Erhöhung der Datendichte: Angestrebt ist 1 Megapixel pro mm². Diese kann, unter Ausnutzung des Schwellenverhaltens der Laserablation, erreicht werden, wenn der Fokusdurchmesser des Schreibstrahls weniger als 3 µm beträgt. Aufgrund der im Laserstrahl vorhandenen starken Phasenverzerrung höherer Ordnung war der minimale Fokusdurchmesser bisher auf ca. 15 µm begrenzt (siehe Abbildung 1). Eine weitere Reduktion um den Faktor sieben konnte nun mit Hilfe eines Wellenfront-Korrektursystems, basierend auf einem deformierbaren Spiegel, erreicht werden (Abbildung 2). Damit ist es nun möglich, diffraktive Markierungen mit einer Auflösung von 1 Megapixel pro mm² zu erzeugen, wie in Abbildung 3 am Beispiel eines in Edelstahl geschriebenen, hochaufgelösten QR-Codes gezeigt.

The focus of further development was put on increasing the data density aiming at a target value of 1 megapixel per mm². This can be achieved by taking advantage of the threshold behavior of laser ablation if the focus diameter of the writing beam is less than 3 μ m. Due to the strong higher order phase front distortion present in the laser beam, the minimum focus diameter was previously limited to about 15 μ m (see Figure 1). A further reduction by a factor of seven could be achieved using a wave front correction system based on a deformable mirror (Figure 2). This makes it possible to generate diffractive markings with a resolution of 1 megapixel per mm², as shown in Figure 3 using the example of a high-resolution QR code written in stainless steel.



Abbildung 2: Strahlprofil im Fokus mit Wellenfrontkorrektur durch einen deformierbaren Spiegel. Es lässt sich ein nahezu beugungsbegrenzter Fokusdurchmesser von 2 µm erreichen.

Figure 2: Beam profile in focus with wave front correction using a deformable mirror. A nearly diffraction limited focus diameter of almost 2 μ m can be achieved.



Abbildung 3: Lichtmikroskop-Aufnahme eines lasergeschriebenen, diffraktiven QR-Codes mit Korrekturlevel H, einer Kantenlänge von 1 mm und einer Auflösung von 1 µm. Figure 3: Light microscope image of a laser-written, diffractive QR code with correction level H, an edge length of 1 mm, and a resolution of 1 µm.

Excimerlaser-Markierung von Glasoberflächen

Für viele Anwendungsbereiche wie Produktschutz, Fälschungssicherheit, Rückverfolgbarkeit oder auch als Dekormerkmale sind kontrast- und detailreiche Markierungen auf Glas sehr gefragt. Durch Verwendung von Laser-Wellenlängen im UV sind Strukturauflösungen bis in den µm-Bereich möglich, die mit sonst standardmäßig zur Markierung verwendeten CO₂-Lasern nicht erreichbar sind. Drei Varianten der Excimerlaser-basierten Glasmarkierung wurden realisiert:

Diffraktive Markierung: ArF-Excimerlaserstrahlung wird aufgrund der kurzen Wellenlänge von 193 nm im ultravioletten Spektralbereich von den meisten Gläsern stark absorbiert, was eine abtragende Materialbearbeitung mit hoher Präzision ermöglicht. Bei der diffraktiven Markierung wird das Glaswerkstück mit einem Interferenzmuster bestrahlt, das bei hinreichender Laserfluenz zum Materialabtrag und damit zur Ausbildung eines regelmäßigen Mikroreliefgitters führt. Bei Beleuchtung ruft diese Oberfläche brillante Spektralfarben hervor. Wählt man unterschiedliche Perioden des Mikroreliefs für verschiedene Bereiche der Markierung, so wird die Farbvielfalt weiter erhöht.

Excimer laser marking of glass surfaces

High-contrast and detailed markings on glass are in great demand for many areas of application such as brand protection, traceability, protection against counterfeiting, or as decorative features. By using laser wavelengths in the UV, structure resolutions down to the μ m range are possible, which cannot be achieved with CO₂ lasers that are otherwise used as standard for marking. Three methods for excimer laser-based glass marking have been developed:

Diffractive marking: Due to its short wavelength of 193 nm in the ultraviolet spectral range, ArF excimer laser radiation is strongly absorbed by most glasses, which enables material machining with high precision. With diffractive marking, the glass workpiece is irradiated with an interference pattern which, if the laser fluence is sufficient, leads to material removal and thus to the formation of a regular micro relief. When illuminated, this produces brilliant spectral colors. If different periods of the micro relief are chosen for different areas of the marking, the variety of colors is further increased.



Abbildung 1: Diffraktive Markierung in Form des IFNANO-Logos. Die unterschiedliche Farbwirkung wird durch die gewählte Strukturperiode des jeweiligen Bereichs bestimmt.

Figure 1: Diffractive marking in the form of the IFNANO logo. The different color effects are determined by the selected structure period of the respective area.

Plasmonische Markierung: Zur Herstellung farbiger Markierungen kann auch das Absorptionsverhalten metallischer Nanopartikel genutzt werden, die oberflächennah in das Glas eingebracht werden. Bei der Laser-Transfer-Implantation (LTI) wird z.B. eine goldbeschichtete transparente Kunststoff-Folie auf das Glasobjekt aufgedrückt und von der Rückseite mit einem gepulsten KrF-Excimerlaser (Wellenlänge 248 nm) bestrahlt. Dadurch bilden sich Goldpartikel, die in die gleichzeitig durch die Laserstrahlung erwärmte Glasoberfläche eindringen. Je nach den verwendeten Bestrahlungsparametern bewirkt die Plasmonenabsorption der Nanopartikel einen von Braun und Rot über Violett bis Blau variierenden Farbeindruck. Mit Hilfe geeigneter Maskentechnik oder Scan-Verfahren können so nahezu beliebige Markierungen ins Glas eingebracht werden.

Schwarze Markierung: Die Bestrahlung von TiO_2 -haltigem Glas mit einem ArF-Excimerlaser (193 nm) mit einer Laserfluenz nahe der Ablationsschwelle bewirkt nahe der Glasoberfläche eine Phasenseparation von Si-reicher und Ti-reicher Phase. Es entsteht eine hügelige Oberflächen-Mikrostruktur, und eine Reduktion von TiO_2 zu TiO_x mit x <2 bewirkt eine Schwärzung der Glasoberfläche. Viele hochbrechende Gläser, die zur Vermeidung von Gesundheitsgefahren unter Verwendung von Titanoxid statt Bleioxid hergestellt werden, können mit dieser Methode markiert werden. Plasmonic marking: The absorption behavior of metallic nanoparticles, which are introduced into the glass close to the surface, can also be used to produce colored markings. In laser transfer implantation (LTI), for example, a gold-coated transparent plastic film is pressed onto the glass object and irradiated from the back side with a pulsed KrF excimer laser (wavelength 248 nm). As a result, gold particles form, which penetrate into the glass surface which is simultaneously heated by the laser radiation. Depending on the irradiation parameters used, the plasmon absorption of the nanoparticles causes a color impression that varies from brown and red to violet and blue. With the help of suitable mask technology or scanning processes, almost any marking can be applied to the glass.

Black marking: Irradiating TiO_2 -containing glass with an ArF excimer laser (193 nm) with a laser fluence close to the ablation threshold causes a phase separation of Si-rich and Ti-rich phases near the glass surface. This creates a hilly surface microstructure and causes a reduction of TiO_2 to TiO_x with x <2, which leads to a blackening of the glass surface. Many high refractive index glasses containing titanium oxide instead of lead oxide to avoid health hazards can be marked with this method.



Abbildung 2: Vergleich der Glasmarkierungen: diffraktiv (links), plasmonisch (Mitte), schwarz (rechts). Figure 2: Comparison of glass markings: diffractive (left), plasmonic (middle), black (right).

Nanogitter auf Quarzglas

Silizium-Suboxid (SiO, x <2) ist ein vielseitig einsetzbares Schichtmaterial. Es kann aufgrund seiner starken UV-Absorption mit einem Excimerlaser präzise bearbeitet und anschließend durch Oxidation in transparentes SiO₂ überführt werden. Auf diese Art und Weise können optische Komponenten oder Funktionalitäten auf Quarzglasbasis hergestellt werden. Die Herstellung periodischer Oberflächenstrukturen mit Perioden <300 nm ist allerdings auch auf diesem Weg nicht leicht realisierbar. Um derartige Nanogitter herzustellen, wurde daher in Kooperation mit der Tokyo University of Agriculture and Technology (Prof. G. Miyaji) ein anderer Weg unter Verwendung eines Femtosekundenlasers (800 nm, 100 fs) beschritten. Es ist bekannt, dass fs-Laserbestrahlung vieler Materialien zur Bildung von "Laserinduzierten periodischen Oberflächenstrukturen" (LIPSS) führt, die sich zwar periodisch, aber recht unregelmäßig ausbilden.

Nanogratings on fused silica

Silicon suboxide (SiO, x <2) is a versatile thin film material. Due to its strong UV absorption, it can be precisely processed with an excimer laser and then converted into transparent SiO, using oxidation. In this way, optical components or functionalities based on guartz glass can be produced. However, it is not easy to generate periodic surface structures with periods <300 nm in this way. In order to fabricate such nano gratings, another approach was taken in cooperation with the Tokyo University of Agriculture and Technology (Prof. G. Miyaji) using a femtosecond laser (800 nm, 100 fs). It is known that fs laser irradiation of many materials leads to the formation of so-called "laser-induced periodic surface structures" (LIPSS), which are periodic but quite irregular. This is also the case with SiO, (see Annual Report 2019).



Abbildung 1: Rasterelektronenmikroskopische (oben) und atomkraftmikroskopische (Mitte) Aufnahmen von SiO -Oberflächen, die mit fs-Laserpulsen bestrahlt wurden, und die entsprechenden Ortsfrequenzspektren (unten). Der Bestrahlungsvorgang ist in der obersten Zeile angegeben. Bei dem Gitter ganz rechts wird eine Periode von 244 nm erreicht. Figure 1: Scanning electron microscope (top) and atomic force microscope (middle) images of SiO, surfaces irradiated with fs laser pulses, and the corresponding spatial frequency spectra (bottom). The irradiation procedure is indicated in the top line. A period of 244 nm is achieved for the grating on the far right.

Dies ist auch bei SiO, der Fall (siehe Jahresbericht 2019). Wir haben nun ein Verfahren entwickelt, das die Regelmäßigkeit dieser Strukturen signifikant erhöht. Dabei wird zunächst durch Zweistrahlinterferenz eine sehr regelmäßige, aber grobe Vorstruktur (Periode $\Lambda \approx 1 \ \mu m$) erzeugt. Die Bestrahlung dieser Vorstruktur mit weiteren Pulsen eines (unstrukturierten) fs-Einzelstrahls führt dann zur Bildung von LIPSS, die sich präzise an der Vorstruktur ausrichten, also auch sehr regelmäßig sind. Dies kann durch Erzeugung von stehenden Oberflächenplasmon-Polariton-Wellen zwischen den Linien der Vorstruktur erklärt werden, die mit zunehmender Pulszahl Strukturperioden von Λ/q , q = 2, 3, 4 ... hervorbringen. So wurden Strukturen mit Perioden bis hinunter zu 240 nm erreicht, die auch bei der Hochtemperatur-Oxidation zu SiO, stabil sind. Auf diese Art können beispielsweise Antireflexoberflächen auf Quarzglas hergestellt werden.

We have now developed a process that significantly increases the regularity of these structures. In this case, a very regular but coarse pre-structure (period $\Lambda \approx 1 \ \mu m$) is first generated by two-beam interference. The irradiation of this preliminary structure with further pulses of a single (unstructured) fs beam then leads to the formation of LIPSS, which are precisely aligned with the preliminary structure, such that they are also very regular. This can be explained by the generation of surface plasmon polariton standing waves between the lines of the pre-structure, which generate structure periods of Λ/q , q = 2, 3, 4... with an increasing number of pulses. In this way, structures with periods down to 240 nm have been achieved, which are also stable during high-temperature oxidation to SiO₂. In this way, for example, anti-reflection surfaces can be produced on fused silica.



Abbildung 2: (a) Reflexionsvermögen und (b) Transmission getemperter Proben (Quarzglas) mit homogenen Nanostrukturen, aufgetragen als Funktion der Periodizität. Die obere Reihe zeigt mikroskopische Aufnahmen der zugehörigen Bereiche. Die gestrichelten Linien repräsentieren das Reflexionsvermögen und die Transmission der unstrukturierten Probe. Figure 2: (a) Reflectivity and (b) transmittance of annealed samples (fused silica) having homogeneous nanostructures plotted as a function of the periodicity. The upper row shows microscopic images of the corresponding areas. The dashed lines represent the reflectivity and transmittance of the non-irradiated sample.

Formgebung von Borosilikatglassubstraten mittels einer laserstrukturierten Spannungsschicht und viskosem Fließen

Freiformoberflächen ermöglichen die Vereinfachung optischer Aufbauten, Verbesserung ihrer Leistung und Realisierung gänzlich neuer Konzepte. Freiformoptiken werden üblicherweise durch mechanischen oder Laser-Materialabtrag oder Abformen hergestellt. Hierbei muss die freigeformte Oberfläche nachträglich aufwendig poliert werden oder es bedarf der Herstellung eines Negativs. Shaping of borosilicate glass substrates using a laser-patterned stressed film and viscous flow

Free-form surfaces allow for the simplification of optical structures, improvement of their performance, and realization of completely new concepts. Freeform optics are usually manufactured by mechanical or laser material removal or molding. The free-form surface has then to be polished afterwards, which is time-consuming, or a negative has to be produced.



Abbildung 1: Flussdiagramm des angewandten Prozesses. Figure 1: Flowchart of the applied process.

Bei der von uns verfolgten Methode wird ein planes und bereits poliertes Glassubstrat im heißen Zustand über eine zuvor aufgebrachte und laserstrukturierte dünne Schicht kontrolliert und irreversibel verformt. Hierdurch entfällt die nachträgliche Politur der Freiformoberfläche und der Prozess ist flexibel, weil kein Negativ benötigt wird. Der angewendete Prozess zur Formgebung von Borosilikatglassubstraten (hier am Beispiel des sehr gebräuchlichen optischen Glases Schott N-BK7) ist in Abbildung 1 dargestellt. Es wird eine dünne Schicht aus einem substöchiometrischen Siliziumoxid (SiO_x) auf die Rückseite des Substrats aufgebracht und mit einem Excimerlaser binär strukturiert. In the method we are pursuing, a planar and already polished glass substrate is controllably and irreversibly deformed in a hot condition using a previously applied and laser-structured thin film. This eliminates the subsequent polishing of the free-form surface and the process is flexible because no negative is required. The process used to shape borosilicate glass substrates (here using the example of the very common optical glass Schott N-BK7) is shown in Figure 1. A thin film of substoichiometric silicon oxide (SiO) is applied to the back side of the substrate and ablatively structured with an excimer laser. During an annealing step close to the glass transition temperature, film stress is generated and the viscosity of the substrate is lowered to such an extent that viscous deformation occurs due to this film stress in a way determined by the ablation pattern.

Während eines Temperschritts nahe der Glasübergangstemperatur entsteht eine Schichtspannung, und die Viskosität des Substrats wird so weit herabgesetzt, dass es zu einer viskosen Verformung aufgrund dieser Schichtspannung in einer durch das Ablationsmuster bestimmten Weise kommt. Im Gegensatz zum bisher behandelten Quarzglas (siehe Jahresbericht 2021), das bei Temperaturen um 1.100°C verformt wurde, erweicht Borosilikatglas schon bei 500-600°C.



Hier findet noch keine substantielle Oxidation der SiO_-Schicht statt, die eine Druckspannung aufbauen könnte. Stattdessen führt eine Zugspannung, die vermutlich größtenteils durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten von SiO, und Glassubstrat bewirkt wird, bei durchgehenden oder nur grob strukturierten Schichten zu einer negativen Krümmung. Bei einer sehr fein strukturierten Schicht kehrt sich die Wirkung allerdings um, und es resultiert eine Druckspannung (Abbildung 2). So kann bei Einbringen eines Linienmusters durch Abstimmung von Linienbreite und Temperzeit das Verhältnis der Krümmung senkrecht zu den Linien zur Krümmung parallel zu den Linien auf null gesetzt werden (zylindrische Oberfläche, Abbildung 3 (a)) oder sogar negativ werden (Satteloberfläche, Abbildung 3 (b)).

www.ifnano.de

In contrast to the previously treated quartz glass (see Annual Report 2021), which was deformed at temperatures of around 1,100°C, borosilicate glass already softens at 500-600°C. Here, no substantial oxidation of the SiO_x film takes place, which could build up compressive stress. Instead, a tensile stress, which is probably largely caused by the different expansion coefficients of SiO_x and glass substrate, leads to negative curvature in the case of continuous or only coarsely structured films.

Abbildung 2: Zeitentwicklung des Verhältnisses k_x/k_p der Krümmungswerte quer zu den (ks) und entlang der (kp) Linien beim Tempern von Proben mit linienstrukturierten SiO_x-Schichten unterschiedlicher Linienbreite bei 557°C. Figure 2: Annealing time evolution of the ratio k_s/k_p of the curvature values in direction across (ks) and in direction along (kp) the lines in the case of samples with line patterned SiO_x films of different line width at 557°C.

With a very finely structured film, however, the effect is reversed and compressive stress results (Figure 2). Thus, when introducing a line pattern, by tuning the line width and annealing time, the ratio of the curvature perpendicular to the lines to the curvature parallel to the lines can be set to zero (cylindrical surface, Figure 3 (a)) or even negative (saddle surface, Figure 3 (b)).



Abbildung 3: 3-D-Darstellungen der unbeschichteten Oberflächen von Proben mit linienstrukturierten SiO_x-Schichten bei unterschiedlicher Linienbreite: (a) 200 µm Linienbreite, 21 h Tempern bei 557°C, (b) 40 µm Linienbreite, 18 h Tempern bei 557°C. Figure 3: 3-D plots the of the non-coated surfaces of samples with line patterned SiO_x films at different line widths: (a) 200 µm line width, 21 h annealing at 557°C, (b) 40 µm line width, 18 h annealing at 557°C.

Oberflächenvermessung von geformten Glassubstraten mittels Hartmann-Shack-Sensor

Die Möglichkeit, formgenaue Oberflächen optischer Substrate zu erzeugen, erlaubt es, Optiken hoher Güte herzustellen. In diesem Zusammenhang wurden in den letzten Jahren Methoden zur Formkorrektur von Spiegelsubstraten erarbeitet, die darauf basieren, im oberflächennahen Bereich der Rückseite des Substrats ebene Spannungsfelder einzubringen. Diese eingebrachten Spannungsfelder erzeugen eine messbare elastische Verformung des Substrats.

Surface measurement of shaped glass substrates using Hartmann-Shack sensor

The possibility of producing surfaces of optical substrates with a precise shape allows for the production of high-quality optics. In this context, methods for correcting the shape of mirror substrates have been developed in recent years, which are based on introducing plane stress fields in the near-surface area of the back side of the substrate. These applied stress fields produce a measurable elastic deformation of the substrate.





Um diese Verformungen im Experiment zu validieren, wurde bisher auf die Messmethode der taktilen Profilometrie zurückgegriffen. Bei diesem Verfahren wird die Probenoberfläche mechanisch mit Hilfe einer Messspitze gerastert und jeder lateralen Position eine Höhe zugeordnet. Diese Methode ist allerdings sehr langsam.

Um den Messprozess effizienter zu gestalten, haben wir ein neues optisches Messverfahren implementiert, das auf der Verwendung eines Hartmann-Shack-Sensors basiert (Abb. 1). In order to validate these deformations in experiments, the measurement method of tactile profilometry has been used so far. With this method, the sample surface is scanned mechanically with the help of a measuring tip and a height is assigned to each lateral position. However, this method is very slow. To make the measurement process more efficient, we implemented a new optical measurement method based on the use of a Hartmann-Shack sensor (Fig. 1).

Dieser Sensor besteht aus einer kommerziellen Kamera mit vorgeschaltetem Mikrolinsenarray, das eine einfallende Wellenfront in individuelle Teilstrahlen auftrennt und diese anschließend auf den Chip der Kamera fokussiert.

Mit Hilfe der Verschiebungen der Fokuslagen einer beliebigen Wellenfront im Vergleich zu den Fokuspositionen einer ebenen Wellenfront kann der lokale Abstrahlwinkel und somit der Gradient der Wellenfront bestimmt werden. Dies ermöglicht dann, die Wellenfront über numerische Integration zu rekonstruieren. Um nun eine Probenoberfläche zu vermessen, wird die von dieser Oberfläche reflektierte Wellenfront in den Hartmann-Shack-Sensor eingekoppelt und rekonstruiert und daraus die Oberflächenform ermittelt. Durch eine Referenzmessung mit einer optischen Planplatte werden Abbildungsfehler des optischen Systems eliminiert. Abb. 2 zeigt eine hervorragende Übereinstimmung der mit taktiler Profilometrie und mit Wellenfrontmessung ermittelten Höhenkarten.

This sensor consists of a commercial camera with an upstream micro lens array, which separates an incident wavefront into individual partial beams and then focuses them onto the camera chip.

Using the shifts in the focal positions of an arbitrary wave front compared to the focal positions of a plane wavefront, the local beam angle and thus the gradient of the wavefront can be determined. This then allows the wavefront to be reconstructed via numerical integration. In order to measure a sample surface, the wavefront reflected from this surface is coupled into the Hartmann-Shack sensor and reconstructed, and the surface shape is determined from this. A reference measurement with an optical plane plate eliminates imaging errors in the optical system. Fig. 2 shows an excellent agreement between the height maps determined with tactile profilometry and with wave front measurement.





Fig. 2: Height maps of a specifically shaped substrate surface recorded with tactile profilometry (left) and wave front measurement (right).

Berichte aus der Abteilung Departmental Reports



Dr. Klaus Mann Abteilungsleiter

T +49 551/5035-41 F +49 551/5035-99 M klaus.mann@ifnano.de

MITARBEITENDE / STAFF MEMBERS

Dr. Bernd Schäfer Dr. Lars Sölter Meike Schellhorn Sascha Bickhardt Jonathan Holburg Maik Lübbecke



Die Abteilung "Optik / Kurze Wellenlängen" des Instituts für Nanophotonik beschäftigt sich mit der Propagation von Laserstrahlung, d.h. einerseits mit dem Abstrahlverhalten von Lasern, andererseits auch mit der Charakterisierung von Hochleistungsoptiken zur Strahlführung. Der Schwerpunkt liegt auf den für die Halbleiter-Lithographie relevanten tiefen UV-Wellenlängen, alle anderen gebräuchlichen Laser-Wellenlängen sind aber ebenso verfügbar.

Es werden Messapparaturen zur umfassenden Bewertung der Qualität und der Strahlungsstabilität optischer Komponenten betrieben. Damit lassen sich u.a. deren Absorption, thermische Linseneffekte, Zerstörschwellen sowie das Langzeit-Degradationsverhalten präzise ermitteln. Zusätzlich werden auch die Propagations- und Kohärenz-Eigenschaften von Laserstrahlung vermessen, u.a. mit verschiedenen hochauflösenden Wellenfrontsensoren.

Außerdem wird an der Weiterentwicklung kompakter Quellen für EUV- und weiche Röntgenstrahlung gearbeitet; diese ermöglichen bereits jetzt diverse messtechnische Anwendungen (Absorptionsspektroskopie zur chemischen Analytik (NEXAFS), Reflektometrie, Röntgenmikroskopie im "Wasserfenster"). Die Fokussierung der kurzwelligen Strahlung mit geeigneten Optiken gestattet zudem Stabilitätstests auch an EUV-optischen Materialien und Sensoren bei der Wellenlänge 13,5 nm. The Optics / Short Wavelengths department of the Institut für Nanophotonik is concerned with the characterization of laser sources as well as high-quality optics for beam steering and shaping. Our Main focus is put on the deep UV wavelengths relevant for semiconductor microlithography. Other common laser wavelengths are also available.

Various measuring devices for assessment of the efficiency and stability of heavily loaded optical components are employed. This allows, among others, at-wavelength determination of laser-induced damage thresholds, thermal lensing, and the monitoring of absorption and degradation behavior. In addition, the propagation and the coherence properties of laser radiation are precisely characterized with the help of specially designed Hartmann-Shack wavefront sensors.

Furthermore, compact EUV / XUV sources for metrological applications with soft X-rays are being developed (optics testing, reflectometry, NEXAFS for chemical analysis, "water window" microscopy). Stability tests of EUV optics and sensors at 13.5 nm are accomplished by focusing the short wavelength radiation with the help of appropriate optical elements.

Charakterisierung von Laseroptiken

Ziel der über 20-jährigen Aktivitäten zur Optik-Charakterisierung ist es, durch ein tieferes Verständnis der Wechselwirkungsmechanismen zwischen intensiver Laserstrahlung und optischen Materialien eine Optimierung der Herstellungs- und Beschichtungsverfahren zu ermöglichen. Während dabei früher aufgrund akuter Materialprobleme die Messung der makroskopischen Zerstörschwelle (engl. LIDT-Messungen, siehe Abb. 1) im Vordergrund stand, ist jetzt die Degradation optischer Materialien bei den für die Halbleiter-Lithographie relevanten DUV-Wellenlängen (z. B. durch Farbzentrenbildung oder nichtlineare Effekte) von großer Bedeutung. Zusätzlich spielt angesichts stetig steigender mittlerer Laserleistungen die Deformation der Wellenfront aufgrund thermischer Effekte in den Optiken eine immer größere Rolle.

Characterization of laser optics

The aim in the area of the activities on optics characterization over the last 20 years now is to provide a deeper understanding of the basic mechanisms of interaction between intense laser radiation and optical materials, in order to optimize the manufacturing and coating processes. While in earlier times a major focus had to be put on measuring of short-term damage thresholds (LIDT tests, see Fig. 1), now the degradation of UV optical materials, for example, by color center formation or nonlinear effects is of great importance, especially for the semiconductor lithography wavelengths 248 and 193 nm. In addition, due to steadily increasing laser powers, the thermally induced wavefront deformation in laser optics has become an issue of increasing relevance.



Abbildung 1: (links) Kompaktierung einer Quarz-Probe durch ArF-Excimerlaser-Bestrahlung (108 Pulse, Weißlicht-Interferogramm) und (rechts) morphologische Schädigungen optischer Komponenten bei der LIDT-Bestimmung. Figure 1: (left) Compaction of a quartz sample under ArF excimer laser irriadation (108 pulses, white light interferogram) and (right) morphological damage of optical components after LIDT testing.

Als Schlüsselparameter für die Stabilität optischer Materialien ist die Absorption anzusehen: Die im Volumen und vor allem an der Oberfläche bzw. der Beschichtung von Optiken absorbierte Laserstrahlung führt zu einer inhomogenen Temperaturverteilung, die infolge thermischer Ausdehnung sowie Brechungsindexgradienten und inneren Spannungen im Material mit dem Auftreten einer "thermischen Linse" verbunden ist. Dieser unerwünschte Effekt lässt sich zur quantitativen Bestimmung der Absorption optischer Materialien nutzen. Hierzu wurde ein auf Wellenfrontmessungen mit einem hochempfindlichen Hartmann-Shack-Sensor basierendes photothermisches Messsystem entwickelt und in den letzten Jahren zur Absorptionsmessung bei zahlreichen relevanten Laser-Wellenlängen im NIR-, Vis- und UV-Bereich eingesetzt (siehe Abb. 2). Der experimentelle Aufbau wurde zuletzt um ein Probenpositioniersystem erweitert, sodass die Absorption nun auch ortsaufgelöst erfasst werden kann (siehe Konturdarstellungen).

A key parameter for the stability of optical materials is the absorption: The absorbed laser radiation in the bulk and especially on the surface or coating of optics leads to an inhomogeneous temperature distribution that is due to thermal expansion, refractive index gradients, and internal stresses in the material, associated with the occurrence of a "thermal lens". This undesirable effect can, however, be employed for a quantitative determination of the absorption of optical materials. For this purpose, a photothermal measuring system based on wavefront measurements with a high-sensitivity Hartmann-Shack sensor was developed and applied in recent years for absorption measurements at several relevant laser wavelengths in the NIR, Vis, and UV range (see Fig 2). Recently, the experimental setup was extended by a sample positioning system that allows the measurement of spatially-resolved absorption (see contour plots).



ldung 2

Abbildung 2: Aufbau des photothermischen Messsystems zur quantitativen Auswertung des "Focus Shift"-Effekts und der induzierten Aberrationen. Figure 2: Setup of the photothermal measuring system for quantitative evaluation of the focus shift effect and the induced aberrations.

Hyperspektralmessung zur Charakterisierung von Schichtuniformitäten

Im BMBF-Projekt "EPIC-Lens" wird ein Messsystem zur Uniformitätskontrolle optischer Präzisionsbeschichtungen auf der Grundlage hyperspektraler Messtechnik entwickelt. Projektziel ist es, eine Insitu-Messtechnik mit hoher örtlicher sowie spektraler Auflösung zu entwickeln, die bereits während der Beschichtung von Planoptiken zur Qualitätskontrolle eingesetzt werden kann.

Optische Strahlführung, die automatisierte Datenaufnahme und -auswertung, insbesondere die Verarbeitung der hyperspektralen Messdaten, sind essentielle Bestandteile zur Umsetzung des Messsystems, das bereits erfolgreich im Ex-situ-Laboraufbau getestet wurde. Die Hyperspektralkamera erzeugt aufgrund wellenlängensensitiver Bänder (B) spektralaufgelöste Transmissionsbilder (T) entlang einer Ortskoordinate.

Characterization of coating uniformities using a hyperspectral measurement technique

Within the BMBF project EPIC-Lens, starting in 2018, the Optics / Short Wavelengths department has been developing a new in situ diagnostic system based on a hyperspectral measurement technique in order to detect inhomogeneities in optical coating processes with high spectral and spatial resolution. The automated data acquisition and data analysis are an essential part of this diagnostics system and could already be demonstrated in ex situ measurements (see Fig. 1). Due to wavelength-sensitive bands (B), the hyperspectral camera generates spectrally resolved transmission images (T) along one spatial coordinate. The progressive feed of the sample sequentially yields the second spatial coordinate. As a result, a 3D data cube (x, y, T) is generated.



Abbildung 1: (links) Spektrale Transmission aus unkorrigiertem Kamerabild (T*_{Nom}) in Abhängigkeit von der Bandinformation an einer beliebigen Ortskoordinate (oben) sowie korrigiertes Kamerabild (T*_{Nom}) im Vergleich zu Spektrometerdaten. (rechts) Oberer Arm der hyperspektralen Messanordnung, installiert an der Bedampfungsanlage der BTE-Bedampfungstechnik GmbH. Figure 1: (left) Spectral transmission from an uncorrected camera image (T*_{Nom}) dependent on band information in comparison to the spectrally corrected image (T*_{Nom}) and corresponding spectrometer data. (right) The upper part of the hyperspectral setup installed at BTE-Bedampfungstechnik GmbH.

Über den Vorschub der Probe wird sequenziell die zweite Ortskoordinate vermessen. Auf diese Weise wird ein 3D-Datenwürfel (x, y, T) generiert. Die reine Bandinformation kann jedoch nicht unmittelbar mit der spektralen Information gleichgesetzt werden, da die Bänder zum Teil für mehrere Wellenlängen aktiv sind und zunächst über numerische Optimierungsverfahren korrigiert werden müssen (siehe Abb. 1). Je nach Fragestellung können letztlich unterschiedliche Abhängigkeiten mit dem Datenwürfel betrachtet werden. Anhand einer x-y-Oberflächendarstellung (siehe Abb. 2) kann beispielsweise die örtliche spektrale Homogenität überprüft und der Beschichtungsprozess entsprechend optimiert werden. However, spectral camera bands may be sensitive to more than one wavelength. Therefore, the band information is not directly comparable to spectral information, requiring additional numerical optimization processes (see Fig. 1). With the wavelengthcorrected data cube, different sample properties can be addressed.

For example, on an x-y surface plot, local spectral coating inhomogeneities can be visualized (see Fig. 2), qualifying the actual coating process.



Abbildung 2: Transmission eines gemessenen "Regenbogen"-Spektralfilters für fünf verschiedene Wellenlängen. Die örtliche Variation der spektralen Transmission in x-Richtung ist deutlich zu erkennen. Das rechte Diagramm zeigt den spektralen Transmissionsverlauf an vier verschiedenen x-Positionen.

Figure 2: Laterally resolved transmission of a measured "rainbow" spectral filter for five different wavelengths. Strong horizontal variations of spectral transmission are evident. The diagram on the right shows transmission spectra at four different x-positions.

Röntgenabsorptionspektroskopie (NEXAFS-Spektroskopie)

X-ray absorption spectroscopy (NEXAFS)

Auf Basis einer kompakten Laborquelle wurde ein hochauflösendes Labormesssystem zur Röntgenabsorptionsspektroskopie (NEXAFS = Near Edge X-ray Absorption Fine Structure) für den Wellenlängenbereich $\lambda = 1 - 5$ nm entwickelt (siehe Abb. 1). Als Strahlquelle wird ein breitbandig emittierendes laserinduziertes Krypton-Plasma genutzt. Dünne Proben lassen sich in Transmission an verschiedenen Absorptionskanten elementspezifisch untersuchen (z.B. C, N, O, Ca, Ti, Mn, Fe, Ni, Cu). Die Feinstruktur an den Absorptionskanten enthält qualitative sowie quantitative Informationen über Bindungszustände der Probe und kann daher für die chemische Analyse genutzt werden. Based on a compact soft X-ray source, a high-resolution tabletop system for X-ray absorption spectroscopy (NEXAFS = Near Edge X-ray Absorption Fine Structure) was developed for the wavelength range of $\lambda = 1 - 5$ nm (see Fig. 1). A broadband-emitting laser-induced krypton plasma is used as the beam source. Thin samples can be measured in transmission and investigated element-specifically at different absorption edges (e.g. C, N, O, Ca, Ti, Mn, Fe, Ni, Cu). The fine structure at the absorption edges contains information about the bonding states of the absorbing sample and can therefore be used for chemical analysis.



Abb. 1: (a) Schematisches Prinzip des Röntgenabsorptionsspektrometers und (b) Foto des kompakten Laborsystems. (c) zeigt das erzeugte Krypton-Emissionsspektrum mit ausgewählten Absorptionskanten in diesem Spektralbereich. Fig. 1: (a) Schematic principle of the X-ray absorption spectrometer and (b) photograph of the compact laboratory system. (c) shows the generated krypton emission spectra with selected absorption edges in this spectral range.

Die Proben können dabei entweder im Vakuum oder an einer eigens für das kompakte Spektrometer entwickelten Helium-Probenkammer unter Atmosphärendruck untersucht werden. Im Rahmen des DFG-Projekts NEXAFS konnte die Brillanz der Röntgenquelle deutlich verbessert werden, sodass qualitativ hochwertige Spektren in wenigen Minuten erzeugt werden können. Zudem wurde die Auflösung des Spektrometers um einen Faktor 3 gesteigert, sodass nun mit dem kompakten Laborsystem Spektren in vergleichbarer Qualität zu Messungen am Synchrotron durchgeführt werden können (siehe Abb. 2). The samples can be analyzed either in a vacuum or at atmospheric pressure in a specially developed helium sample chamber for the compact spectrometer. Within the DFG NEXAFS project, the brilliance of the X-ray source was significantly improved so that high-quality spectra can be generated in a few minutes. In addition, the resolution of this spectrometer was increased by a factor of more than 3, so that spectral investigations of comparable quality to measurements at the synchrotron can now be performed with our compact tabletop setup (see Fig. 2).



Abb. 2: Röntgenabsorptionsspektren für dünne Fe-, Ni- und Cu-Schichten auf Si₃N₄-Membranen, untersucht an ihren L-Absorptionskanten und an der Sauerstoff-K-Kante (akkumuliert über 750 Pulse). Zum Vergleich sind Messungen am Synchrotron dargestellt, welche die Gesamtelektronenausbeute von Eisen und Nickel zeigen. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung festzustellen. Fig. 2: X-ray absorption spectra for thin Fe, Ni, and Cu films on Si₃N₄ membranes, investigated at their L-absorption edges and at the oxy-gen K-edge (accumulated over 750 pulses). For comparison, synchrotron data are displayed showing the total electron yield of iron and nickel (redrawn from Giménez-Marqués et al., Small 14(40), 1801900 (2018) and Chang et al., J. Appl. Phys. 87(3), 1312-1317 (2000), respectively). The measured data is in very good agreement with the synchrotron data.

Automatisierte Justage von FEL-Fokussieroptiken mit Hilfe von "machine-learning"- Algorithmen

Innerhalb des im Oktober 2022 begonnenen BMBF-Projekts "FELFocus" wird in Kooperation mit DESY und dem Institut für Numerische und Angewandte Mathematik der Universität Göttingen ein Mess- und Regelsystem zur automatisierten Justage der Kirkpatrick-Baez (KB)-Optik am Freie-Elektronen-Laser FLASH 2 / DESY entwickelt. Mit Hilfe dieses Systems sollen sowohl die Strahlgualität im Fokus verbessert als auch der Zeit- bzw. Personalaufwand für die Justage deutlich reduziert werden. Die Grundidee des Ansatzes (s. Abb. 1) besteht darin, die aktuellen Strahlparameter für einen gegebenen Satz von Aktorpositionen mit Hilfe eines Hartmann-Shack-Wellenfrontsensors zu berechnen und als Input eines selbstlernenden Algorithmus zur Lösung des inversen Problems einzusetzen.

Automated adjustment of the focusing optics of free-electron lasers with the aid of "machine learning" algorithms

Within the BMBF project "FELFocus" that started in October 2022, a measuring and control system for the automated adjustment of Kirkpatrick-Baez (KB) optics on the FEL beam from FLASH 2 shall be developed. The system is intended for the improvement of the "in-focus" beam quality. Furthermore, the time and personnel required for the adjustment shall be significantly reduced.

The basic idea of the approach (see Fig. 1) is to calculate the current beam parameters for a given set of actuator positions using a Hartmann Shack wave front sensor, and to use them as input to a self-learning algorithm in order to solve the inverse problem.



Abb. 1: Prinzip der automatisierten Justage von FEL-Fokussieroptiken am Beispiel der Kirkpatrick-Baez-Spiegelanordnung an FL24 / FLASH 2 mit 14 Aktuatoren. Ein beweglicher Planspiegel im FEL-Strahlengang ermöglicht die Aufnahme und Rekonstruktion von Wellenfront und Strahlprofil mit einem Hartmann-Shack-Wellenfrontsensor. Aus diesen Daten können Profil und Strahlparameter im Fokus berechnet und als Eingabeinformation für einen selbstlernenden Algorithmus zur Bestimmung der optimalen Aktorpositionen verwendet werden. Fig. 1: Planned procedure for the automated adjustment of FEL focusing optics, illustrated for the Kirkpatrick-Baez mirror system of FL24 / FLASH2 (14 actuators). By means of a plane mirror to be moved into the FEL beam path, its wave front can be registered by a Hartmann Shack wavefront sensor. This allows for evaluation of the beam profile in a plane conjugate to the focus, serving as input for a fast self-learning algorithm for controlling the actuators.

Die wesentliche Herausforderung liegt in der großen Anzahl von gekoppelten Freiheitsgraden (bis zu 14 für eine KB-Optik) und dem nichtlinearen Zusammenhang zwischen Spiegelstellung und Strahlparametern. Im Rahmen des IFNANO-Teilprojekts soll ein geeigneter EUV-Wellenfrontsensor mit besonders großer effektiver Sensorfläche entwickelt werden. Darüber hinaus sind eine physikalisch/optische Modellierung des KB-Systems, die Spezifizierung eines optimalen Parameterraums sowie die Programmierung der Schnittstelle zur Hardware am FLASH vorgesehen. Ferner sollen Messungen zum Test und zur Qualifizierung des Systems durchgeführt werden. Nach erfolgreicher Validierung sind zusätzlich Vorarbeiten zum Transfer des Systems an weitere Beamlines (z.B. European XFEL) bzw. Adaption an andere Optiken (Ellipsoid-Spiegel, adaptive Systeme) geplant.

The main challenge lies in the large number of coupled degrees of freedom (up to 14 for a KB optics) and the nonlinear relationship between mirror position and beam parameters. As part of the IFNANO sub-project, a suitable EUV wavefront sensor with a large detector area is to be developed. In addition, work is planned to specify an optimal parameter space as well as the physical/optical modeling of the KB system and the programming of the interface to the hardware on FLASH. Furthermore, from the second half of the project, measurements are to be carried out to test and qualify the system. After successful validation, additional preliminary effort is planned for transferring the system to other beamlines (e.g. European XFEL) or adapting it to other optics (ellipsoid mirrors, adaptive systems).



Abb. 2: Blockdiagramm der Teilsysteme und Abhängigkeiten innerhalb der Lösungsstrategie zur optimalen und automatisierten Justage der FEL- Fokussieroptik. Ausgehend von der experimentellen Anordnung und einer Modellierung des optischen Systems (Vorwärtsrichtung) soll ein optimaler Satz von Strahlparametern sowie ein Zielfunktional bestimmt und als Input eines selbstlernenden Algorithmus zur Lösung des inversen Problems verwendet werden.

Fig. 2: Block diagram of the subsystems and their dependencies in the planned solution strategy for the optimal and efficient adjustment of an FEL focusing optics. Starting from the experimental setup and a mathematical model of the system (forward direction) an optimum set of beam parameters and an appropriate functional target shall be determined in order to serve as input information to the "self-learning" algorithm for solution of the inverse problem.

Kodierung und Dekodierung von Bahndrehimpulszuständen

2021 startete zusammen mit dem Projektpartner Holoeye Photonics AG das ZIM-Kooperationsprojekt "Räumlicher Lichtmodulator (SLM) für die Freistrahlkommunikation bei 2,1 µm Wellenlänge inkl. Kodierung von Lichtpulsen über den Bahndrehimpuls (OAM)" – SLM4OAM. Projektziel ist die Entwicklung eines räumlichen Lichtmodulators (SLM) für den MIR-Spektralbereich, der eine hochauflösende und hochgenaue Phasenmodulation von MIR-Quellen gestattet. Es ist geplant, mit Hilfe dieses Elements Phasenvortizes unterschiedlicher topologischer Ladung zu erzeugen, als Grundlage für eine Freistrahl- Bahndrehimpuls-Kodierung der Photonen, die im Rahmen des Projekts realisiert und getestet werden soll.

Encoding and decoding of orbital angular momentum states

In 2021, IFNANO started, together with the project partner Holoeye Photonics AG, the ZIM cooperation project "Spatial light modulator (SLM) for free-beam communication at 2.1 µm wavelength including coding of light pulses via the orbital angular momentum (OAM)" - SLM4OAM. The aim of the project is to develop a spatial light modulator for the MIR spectral range, which allows high-resolution and highly accurate phase modulation of MIR sources. It is planned to use this element in order to generate phase vortices of different topological charges as the basis for a free-space communication line with orbital angular momentum encoding of photons, which is to be realized and tested within the framework of the project.



FR: Faraday-Rotator, PZ: Pockelszelle, T1-T3: Strahltaillen, PBS 1, 2: Polarisierender Strahlteiler

Abb. 1: Prinzip der "on-demand"- Erzeugung von Laserpulsen mit variabler topologischer Ladung. Ein Puls wird in den Resonator eingekoppelt und die topologische Ladung um eine Einheit je Reflexion am SLM erhöht. Die schnelle Ein- und Auskopplung erfolgt über eine Kombination aus RTP-Pockelszelle und Faraday-Rotator.

Fig. 1: Principle of the on-demand generation of orbital angular momentum states. A pulse is fed into the resonator and acquires via reflection from the SLM an increment of one topological charge unit per roundtrip. Fast seeding and dumping is realized using a combination of a low voltage RTP Pockels cell and a Faraday rotator.

Ein Teilziel des IFNANO-Vorhabens ist dabei der Aufbau des Kodier- und Dekodiermoduls zur "on demand"-Erzeugung von Strahlen mit definiertem Bahndrehimpuls. Das Kodiermodul besteht aus einem SLM zur Erzeugung einer topologischen Ladung von τ =1 als Endspiegel eines Resonators (s. Abb. 1). Je nach Anzahl der Pulsumläufe im Resonator kann so ein definierter Bahendrehimpulszustand erzeugt werden. Zur Ein- und Auskopplung der Pulse dient eine Kombination aus Pockelszelle und Faraday-Rotator. Der Dekodierer ist als astigmatisches Zylinderlinsen-teleskop auslegt, das einen Strahl mit topologischer Ladung τ in einen Strahl mit τ +1 Maxima transformiert. Die Anzahl der Maxima wird mit Hilfe eines linearen Photodiodenarrays detektiert. One topic of the IFNANO subproject is the layout and construction of encoder and decoder modules for the on-demand generation of laser pulses with a specific topological charge τ . The encoder consists of a SLM for generation of charge τ =1 as end mirror of a resonator (see Fig. 1). Depending on the number of roundtrips a defined τ -value can be obtained. A Pockels cell in combination with a Faraday rotator serves for feeds the pulse in and out of the resonator. The decoding module consists of an astigmatic telescope for transformation of a vortex beam with charge τ into a beam with τ +1 maxima, followed by a linear array of photodiodes for detection.



Abb. 2: Prinzip des Dekodiermoduls mit astigmatischer Zylinderlinsenkonfiguration zur Transformation eines Vortexstrahls mit topologischer Ladung τ in einen Strahl mit τ +1 Maxima. Das System erzeugt in der horizontalen Richtung eine 4f-Abbildung mit M=-1, während es vertikal eine Fourier-Transformation bewirkt. Dadurch kann der Twistparameter eliminiert und in eine laterale Modulation der Intensität überführt werden.

Fig. 2: Principle of the decoder module comprising an astigmatic configuration of cylindrical lenses. In the horizontal plane the system acts as a 4f pure magnifier (M=-1) whereas a perfect Fourier transform is performed in the vertical direction. This eliminates the twisted phase parameter, which is transformed into a lateral intensity modulation.

Propagation teilkohärenter FEL-Strahlung unter Einsatz von Wellenfrontdaten und Kohärenz-Modellen

Im Rahmen des BMBF-Verbundvorhabens PRO-WAVE wurde ein Verfahren zur effizienten numerischen Propagation der partiell kohärenten FEL-Strahlung am Freie-Elektronen-Laser FLASH entwickelt (siehe Abb. 1). Die Vorgehensweise basiert auf der Annahme der Quasihomogenität und verwendet die Messdaten eines Hartmann-Shack Wellenfrontsensors in Kombination mit Kohärenz-Modellverteilungen vom Gauß- bzw. Bessel-Typ, deren Parameter mit Hilfe von Young-Experimenten und durch Vergleich mit PMMA-Einbränden bestimmt werden. Propagation of partially coherent FEL radiation from Hartmann wavefront measurements and coherence model functions

A method for the efficient numerical propagation of the partially coherent FEL radiation at the free-electron laser FLASH2 was developed within the framework of the BMBF project PROWAVE (see Fig. 1). The procedure is based on the assumption of quasi-homogeneity and uses the output of a Hartmann Shack wavefront sensor in combination with coherence model distributions of Gauss or Bessel type, the parameters of which are determined with the help of Young experiments and by comparison with PMMA Imprints. Overall, there is excellent agreement with the PMMA data for a suitable parameter set.



Abb. 1: Prinzip der Propagation partiell kohärenter Strahlen. Die Fourier-Transformierte (FT) der mit Hilfe von Wellenfrontdaten an den Ort z propagierten kohärenten Verteilung entspricht einem α Schnitt durch die kohärente Ambiguitätsfunktion A bei z=0. Multiplikation von A mit der Kohärenz-Modellfunktion ergibt die FT der gesuchten Intensitätsverteilung in gleicher Weise als α-Schnitt der modifizierten A-Funktion.

Fig. 1: Principle of partially coherent beam propagation. The Fourier transform (FT) of the coherent distribution propagated to location z by using wave front data corresponds to a α -cut through the coherent ambiguity function A (@ z=0. Multiplication of A by the coherence model function results in the FT of the intensity distribution sought in the same way as a α -cut of the modified A-function.

Insgesamt ergibt sich für einen geeigneten Parametersatz eine hervorragende Übereinstimmung mit den PMMA-Daten. Allerdings berücksichtigt die Standard-Wellenfrontrekonstruktion keine Phasensingularitäten wie Vortizes oder Sprünge, obwohl diese Information z.T. in den originalen Gradientendaten enthalten ist.

Im Laufe des Jahres 2022 wurde das Verfahren daher auf Wellenfronten mit Vortex-Phasensingularitäten, wie sie z.B. bei Strahlen mit nicht verschwindendem Bahndrehimpuls auftreten, erweitert. However, phase singularities as vortices or jumps are inhibited by the standard wavefront reconstruction, although these information is partly contained in the original gradient data.

Therefore, in 2022, the propagation algorithm was extended to wave fronts obeying vortex-like phase singularities, as they appear, for example, in beams with nonvanishing orbital angular momentum.



Abb. 2: Wellenfrontverteilung (links oben) und Profil (rechts oben) eines Strahls mit zwei lateral versetzten Vortizes und topologischer Ladung τ =2. Die daraus numerisch berechneten Intensitätsverteilungen im Fokus ohne (mittleres Profil) und mit Berücksichtigung der Phasensingularität (unten) zeigen, dass eine Standard-Wellenfrontrekonstruktion zur Propagation solcher Strahlen unzureichend ist. Fig. 2: Wave front distribution (upper left) and beam profile (upper right) of a laser beam with two laterally displaced vortices and topological charge t=2. The numerically propagated intensity distributions near focus without (middle) and with phase singularity considered clearly show that a standard wavefront reconstruction is insufficient in such cases.

Berichte aus der Abteilung Departmental Reports



Dr. Hainer Wackerbarth Abteilungsleiter

- T +49 551/5035-58
- F +49 551/5035-99
- M hainer.wackerbarth@ifnano.de

MITARBEITENDE / STAFF MEMBERS

- Dr. Yamen AlSalka Dr. Georgios Ctistis Dr. Jan Geweke Dr. Christoph Lenth Dr. Sven Schwabe
- Christian Grünewald Tim Kutz Felix Müller Stefan Scholz

Jasmin Grünewald Jan Lukas Langer Oliver Nettelmann Pascal Schröder Junsung Kim Fabian Merker-Müller Christian Niklas Florian Wieduwilt



www.ifnano.de

Die Abteilung erforscht und entwickelt neuartige sensorische Messverfahren. Diese basieren überwiegend auf Ramanstreuung, Fluoreszenz, IR-Absorption, Laserinduzierter Plasmaspektroskopie, Fotometrie sowie Ionenmobilitätsspektrometrie. Zudem werden diese häufig mit spezifischen Probenvorbereitungsverfahren und chemometrischen Methoden kombiniert.

Die Stärken dieser Sensorverfahren liegen in den meist zerstörungsfreien, berührungslosen sowie schnellen Messungen. Weiterhin ermöglichen sie die Analyse von Elementen, Substanzen, Strukturen sowie komplexen Matrices und biologischen Systemen. Durch neue Kombinationen von den optischen Methoden mit der Mikrofluidik, der Nanotechnologie oder der Chemometrie ergibt sich ein sehr hohes Potenzial für innovative Anwendungen insbesondere in den Arbeitsfeldern Umweltanalytik, Pointof-Care-Testing, Vor-Ort-Analytik, Bioanalytik und Prozessanalytik.

Im Bereich der Umweltanalytik werden Sensoren entwickelt für die Detektion von konventionellen und chemischen Kampfstoffen auf der Basis von Fluoreszenzemission und Ionenmobilitätsspektrometrie. Mit diesen Sensoren sollen Taucher direkt im Einsatz vor TNT und Senfgas in Ost- und Nordsee gewarnt werden.

Im Bereich der Prozessanalytik werden in der Herstellung von Kautschukprodukten Ramanstreuung, IR-Absorption und Fotometrie genutzt, um die Rohstoffqualität zu überwachen. Die komplexe Matrix der Gummiprodukte hingegen wird mittels Laserinduzierter Plasmaspektroskopie untersucht. Mittels Datenfusion und Digitalisierung soll die Produktion optimiert und so die Reproduzierbarkeit der Produktqualität erhöht werden.

Neben der Erfassung der Daten bildet die Erforschung der automatisierten Datenauswertung bei komplexeren Informationen einen weiteren Schwerpunkt. Als Beispiele sind hier die Überwachung der Raumluft und Lithium-Ionen-Akkus mittels unterschiedlicher Gassensoren zu nennen. The department researches and develops novel sensory measurement methods. These are mainly based on Raman scattering, fluorescence, IR absorption, laser-induced breakdown spectroscopy, photometry, and ion-mobility spectrometry. In addition, these methods are often combined with specific sample preparation procedures and chemometric analysis methods.

The strengths of these sensory methods lie in the almost nondestructive, noncontact, and fast measurements. Furthermore, they enable the analysis of elements, substances, structures, and complex matrices and biological systems. New combinations of these optical methods with microfluidics, nanotechnology, or chemometrics have a very high potential for innovative applications, especially in the fields of environmental analysis, pointof-care testing, on-site analysis, bioanalysis, and process analysis.

In the field of environmental analysis, sensors are developed for the detection of conventional and chemical warfare agents on the basis of fluorescence emission and ion-mobility spectrometry. With these sensors, divers should be warned of TNT and mustard gas in the Baltic and North Seas while they are on duty.

In the field of process analysis, on one hand, Raman scattering, IR absorption, and photometry are used in the manufacture of rubber products in order to monitor the quality of the raw materials. The complex matrix of rubber products, on the other hand, is examined using laser-induced breakdown spectroscopy. By means of data fusion and digitization, production is optimized, thus increasing the reproducibility of product quality.

In addition to the collection of data, research into automated data evaluation for more complex information is another focus of the department. Examples here are the monitoring of the indoor air quality and lithium-ion batteries using different gas sensors.

Entwicklung von Sensoren für die Detektion von konventionellen und chemischen Kampfstoffen zur sicheren Unterwasserarbeit in Ost- und Nordsee

Selbst 75 Jahre nach Ende des Zweiten Weltkriegs liegen noch immer Unmengen an Munition in deutscher Nord- und Ostsee. Davon sind mindestens 212.000 Tonnen chemische Kampfmittel. Durch fortschreitende Korrosion der metallischen Hüllen steigt die Gefährdung durch austretende Kampfmittel wie TNT und S-Lost (Senfgas) immer weiter an. Hierdurch besteht nicht nur eine Gefahr für die Umwelt, sondern viele Menschen, die im Zuge der zunehmenden Nutzung des Meeres - beispielsweise Offshore-Windkraftanlagen und Pipelines - immer mehr Gefahr laufen, mit schädlichen Stoffen aus Munitionsrückständen in Kontakt zu kommen.

Die Abteilung Photonische Sensorik arbeitet an Analysenmethoden zur TNT- und Senfgasdetektion, die sich dazu eignen, eventuell Kontaminationen aufzuspüren, wobei zugleich der Schutz der Bergungstaucher, welche für die Untersuchung des Meeresbodens eingesetzt werden, im Vordergrund steht. Development of sensors for the detection of conventional and chemical warfare agents for safe underwater work in the Baltic and North Seas

Even 75 years after the end of World War II, there are still huge amounts of ammunition in the German North and Baltic Seas. Of these, at least 212,000 tons are chemical warfare agents. Due to progressive corrosion of the metallic shells, the risk of escaping explosive ordnance such as TNT and S-Lost (mustard gas) continues to increase. This not only poses a danger to the environment, but also to many people who, as a result of the increasing economic use of the sea, e.g. off-shore wind turbines and pipelines, are increasingly at risk of coming into contact with harmful substances from ammunition residues. The Photonic Sensors department is working on analysis methods for TNT and mustard gas detection that are suitable for detection of possible contamination, while at the same time protecting the divers examining the seabed.



Warnsystem für Taucher beim Umgang mit Munition. Warning system for divers when handling ammunition.



Schematische Darstellung des Lab-on-a-Chip-basierten Fluoreszenzsensors. Schematic of the lab-on-a-chip based fluorescence sensor.

TNT ist ein Sprengstoff und zugleich eine giftige Chemikalie, die als krebserregend eingestuft ist. In verschiedenen Studien sind negative Effekte auf Meeresbewohner der Ostsee beschrieben. Entscheidend für die Gefährlichkeit ist die Konzentration von TNT, die in der Nähe von durchgerosteten Sprengkörpern gesundheitsschädigend für Menschen sein kann. Daher soll in dem Vorhaben ein Lanzen-Sensor entwickelt werden, der am Meeresboden fast in Echtzeit vor dieser Gefahr warnt. Alternativ kann der Sensor auf einem Unterwasserfahrzeug oder später am Taucher angebracht werden, um die TNT-Konzentration im Wasser anzuzeigen.

Dazu wird ein Lab-on-a-Chip-basierter Sensor entwickelt, dessen Detektion auf einer Fluoreszenzlöschung basiert. Diese wird mit einem durch ein Fluorophor markierten Aptamer durch das Andocken des TNT an diese Verbindung ausgelöst. Die Funktion des Messprinzips mit markierten Aptameren konnte mittels eines selbstgebauten Fluoreszenzmesskopfes in Mikrotiterplatten nachgewiesen werden. Im nächsten Schritt wird die Integration in ein stationäres Messsystem am Meeresboden durchgeführt. Eine weitere Miniaturisierung zu einem Detektor direkt am Taucher ist geplant. TNT is both an explosive and a toxic chemical classified as a carcinogen. Negative effects on sea creatures in the Baltic Sea have been described in various studies. The decisive factor for the danger is the concentration of TNT, which can be harmful to human health in the vicinity of rusted-through explosive devices. Therefore, the project aims to develop a lance sensor that warns of this danger on the seabed almost in real time. Alternatively, the sensor can be mounted on a submersible or later on the diver to indicate the TNT concentration in the water.

For this purpose, a lab-on-a-chip-based sensor is being developed, whose detection is based on fluorescence quenching. This is triggered by the docking of the TNT on an aptamer labeled with a fluorophore. The function of the measuring principle with labeled aptamers could be demonstrated using a homemade fluorescence measuring head in microtiter plates. As a next step, the integration into a stationary measuring system on the sea floor will be carried out. A further miniaturization to a detector directly on the diver is planned.



Die integrierte TNT-Sensoreinheit in einem stationären Messsystem für den Meeresboden. The integrated TNT sensor unit in a stationary seabed measurement system.



Der selbstkonstruierte und gebaute Messkopf für Messungen in Mikrotiterplatten. The self-designed and built measuring head for measurements in microtiter plates.

Ebenfalls im Zuge des Projektes wird eine Analysenmethode zur sicheren Detektion von S-Lost entwickelt. Dieser Kampfstoff verursacht schon bei sehr geringen Konzentrationen schwerste Haut- und Lungenverletzungen, wenn er an die Luft gelangt. Um die Verbringung von kontaminierten und somit gefährlichen Proben an die Luft zu vermeiden, wird ein Probenahmeverfahren auf Basis einer Penetrationssonde entwickelt. Diese wird in den Meeresboden gesteckt, um das Porenwasser zu beproben. An einem mit Adsorptionsmittel beschichten Prüfkörper werden das als S-Lost oder Senfgas bekannte Bis(2-chlorethyl)sulfid und dessen Abbauprodukte wie Dithian und Thioxan angelagert. Der Prüfkörper wird unter Wasser von Sedimentresten befreit und in einem verschlossenen Gefäß der Vor-Ort-Analytik zugeführt. Die Analyse erfolgt mit einem für Vor-Ort-Messungen geeigneten Gaschromatographen mit Ionenmobilitätsspektrometer als Detektor (GC-IMS-System). Die Überführung in den Gaschromatographen erfolgt über die Umlagerung auf eine mit Adsorptionsmittel beschichtete Faser, die in einen Standard-Splitless-Injektor des Gaschromatographen überführt wird.

Also in the course of the project, an analysis method for the reliable detection of S mustard is being developed. Even at very low concentrations, this warfare agent causes severe skin and lung injuries if it gets into the air. A sampling method based on a penetration probe is being developed to prevent contaminated and therefore dangerous samples from being released into the air. This is inserted into the seabed to sample the poor water. Bis (2-chloroethyl) sulfide, known as sulfur mustard or mustard gas, and its degradation products such as dithiane and thioxane are deposited on a test specimen coated with an adsorbent. Sediment residue is removed from the test specimen underwater and placed in a sealed vessel for on-site analysis. The analysis is carried out using a gas chromatograph with an ion mobility spectrometer as a detector (GC-IMS system) suitable for on-site measurements. Transfer to the gas chromatograph occurs via transfer onto an adsorbent-coated fiber, which is transferred to a standard gas chromatograph splitless injector.



Prinzip der sicheren Detektion von Senfgas in Meeresböden. Principle of the safe detection of mustard gas in sea floors.

Diese Technik wird auch als Festphasenmikroextraktion bezeichnet. Die Eignung der Festphasenmikroextraktion in dem GC-IMS-System wurde zunächst durch direkte Beprobung von künstlich mit Senfgasabbauprodukten kontaminierten Sedimentproben und Reinsubstanzstandards nachgewiesen, wobei für die eindeutige Substanzidentifikation parallel ein Labor-Gaschromatograph mit Massenspektrometer-Ankopplung (GC-MS) genutzt worden ist. Die Prüfkörper für die Penetrationssonde sind in der Entwicklung, wie auch eine geeignete Ausheizvorrichtung zur Umlagerung auf die Faser. This technique is also referred to as solid phase microextraction. The suitability of solid-phase microextraction in the GC-IMS system was initially demonstrated by direct sampling of sediment samples artificially contaminated with mustard gas degradation products and pure substance standards, with a laboratory gas chromatograph coupled to a mass spectrometer (GC-MS) being used in parallel for the clear identification of the substance. The test specimens for the penetration probe are in development, as is a suitable heating device for transfer to the fiber.



Ergebnis einer Reinsubstanzmessung von S-Lost-Abbauprodukten und Chlorbenzol als Begleitsubtanz mittels eines GC-IMS-Systems. Result of a pure substance measure-

ment of sulfur mustard degradation products and chlorobenzene as an accompanying substance using a GC-IMS system.

Ergebnis der Untersuchung der Eignung einer Carboxen-PDMS-Mischung als Adsorptionsmittel für die Festphasenmikroextraktion von Senfgasabbauprodukten nebst der Begleitsubstanz Chlorbenzol bei verschiedenen Sedimenttemperaturen mittels GC-MS.

Result of the investigation of the suitability of a carboxene-PDMS mixture as an adsorbent for the solid-phase microextraction of mustard gas degradation products together with the accompanying substance chloroben zene at different sediment temperatures using GC-MS.

Digitalisierung der Qualitätskontrolle von Rohkautschuk

Da die Produktqualität in der Gummiverarbeitung von der Qualität der Rohstoffe und den Prozessparametern abhängt, ist dies ein idealer Bereich für die Anwendung von maschinellem Lernen. Die Korrelation von Daten aus verschiedenen spektroskopischen und photometrischen Verfahren erlaubt Vorhersagen über die Produktqualität aus einem "digitalen Zwilling". Ziel ist die Qualitätssicherung durch Anpassung von Prozessparametern an die gegebenen Rohstoffeigenschaften. Dieses Vorhaben ist Teil der Plattform MaterialDigital, der eine besondere strategische Bedeutung für den Wirtschaftsstandort Deutschland bei der Digitalisierung von Materialien zukommt.

Am IFNANO werden mehrere sensorische Verfahren zur Charakterisierung der Rohstoffe angewandt und anschließend mit chemometrischen Methoden ausgewertet, wie z.B. einer linearen Diskriminanzanalyse. Zuerst werden von den Rohstoffen über ein standardisiertes Verfahren Proben genommen.

Digitizing the quality control of raw rubber

Since the product quality in rubber processing depends on the quality of the raw materials and the process parameters, this is an ideal area for the application of machine learning. The correlation of data from various spectroscopic and photometric methods allows predictions about the product quality from a "digital twin". The aim is quality assurance by adapting process parameters to the given raw material properties. This project is part of the MaterialDigital platform, which is of particular strategic importance for Germany as a business location when it comes to the digitization of materials.

At the IFNANO, several sensory methods are used to characterize the raw materials and then evaluated using chemometric methods, such as linear discriminant analysis. First, samples are taken from the raw materials using standartized procedure. These are first analyzed using photometry based on their colors and macroscopi strudural features.

Fotometrische Bestimmung verschiedener Kautschuke. (rechts) Fotos der standardisiert vorbereiteten Proben. (links) Schematische Darstellung der spektralen Auswertung einer fotografischen Aufnahme.

Photometric determination of various rubbers. (right) Photos of the standardized prepared samples. (left) Schematic representation of the spectral evaluation of a photograph.

Schematische Darstellung der automatisierten Prozesskontrolle durch das Konzept des digitalen Zwillings.

Schematic representation of the automated process control through the concept of a digital twin.

Diese werden zunächst über eine Fotometrie anhand ihrer Farben und der makroskopischen strukturellen Merkmale analysiert. Anschließend werden die gleichen Proben mittels Raman- und IR-Spektroskopie (ATR-FTIR) untersucht. Sämtliche Daten werden vorbehandelt, mittels Datenreduktion und Chemometrie ausgewertet und die Ergebnisse sollen schließlich über eine Datenbank dem Algorithmus des "digitalen Zwillings" zur Verfügung gestellt werden. Aktuell sind die Datenerfassungsmethoden ausgearbeitet und erste Datenreduktionsalgorithmen auf Basis einer Hauptkomponentenzerlegung getestet, werden aber noch verfeinert.

Der Kooperationspartner Deutsches Institut für Kautschuktechnologie sorgt zusätzlich für makroskopische Sensordaten wie Mooney-Viskosität, Zugfestigkeit oder Schmelzpunkt des Produktes. Auch Prozessparameter wie Temperatur und Druck während der Verarbeitung werden erfasst. All diese Sensordaten werden einer Datenreduktion unterzogen und anschließend mit den Produkteigenschaften korreliert, um ein neuronales Netz zu trainieren.

ATR-FTIR-Spektren verschiedener EPDM-Kautschukproben mit verschiedenem Anteil der Konstituenten. Deutlich sind die Unterschiede in den Spektren zu erkennen.

ATR-FTIR spectra of various EPDM rubber samples with different proportions of the constituents. The differences are clearly visible in the spectra.

The same samples are then examined using Raman and IR spectroscopy (ATR-FTIR).

All data will be pretreated, evaluated using data reduction and chemometrics, and the results will finally be made available to the "digital twin" algorithm via a database. The data acquisition methods have currently been worked out and the first data reduction algorithms based on a main component decomposition have been tested, but are still being refined. The cooperation partner German Institute for Rubber Technology also provides macroscopic sensor data such as the Mooney viscosity, tensile strength, or melting point of the product. Process parameters such as temperature and pressure during processing are also recorded. All of this sensor data is subjected to data reduction and then correlated with product properties to train a neural network.

Scores-Plot der PCA-Analyse für die verschiedenen Kategorien von Gummi-Rohproben, gemessen mit FTIR. Scores plot of the PCA analysis for the different categories of rubber raw samples measured with FTIR.

Quantitative Bestimmung der Verteilungsgüte von Vernetzungschemikalien in Kautschukmischungen

Bei der Herstellung von Kautschuk-Elastomeren ist die Vernetzung bzw. Vulkanisation ein entscheidender Schritt. Die Anzahl und Verteilung der Verknüpfungen der Polymerketten untereinander bestimmt die physikalischen Eigenschaften des Produktes, wie z.B. die Zugfestigkeit. Die Dichte und Homogenität dieser Verknüpfungen kann im Herstellungsprozess gezielt beeinflusst werden über die Verteilung und Konzentration von Vernetzungschemikalien wie Schwefel oder Zinkoxid. Quantitative determination of the distribution quality of cross-linking chemicals in rubber compounds

Cross-linking or vulcanization is a crucial step in the production of rubber elastomers. The number and distribution of the links between the polymer chains determines the physical properties of the product, such as tensile strength. The density and homogeneity of these links can be specifically influenced during the manufacturing process via the distribution and concentration of cross-linking chemicals such as sulfur or zinc oxide.

Schematische Darstellung des Effekts der Schwefelverknüpfungen auf die Stabilität von Kautschukelastomeren: (a) Polymer ohne Einfluss äußerer Kräfte und (b) unter Zug entlang einer Richtung. Mechanische Zugkräfte werden durch die Verknüpfungen unter den Polymerketten übertragen und verteilt. (c) Foto des strukturellen Versagens eines Elastomerproduktes unter Zug durch mangelnde Verknüpfungen.

Schematic representation of the effect of sulfur linkages on the stability of rubber elastomers: (a) polymer unaffected by external forces and (b) under tension along one direction. Mechanical tensile forces are transmitted and distributed through the linkages among the polymer chains. (c) Photograph of structural failure of an elastomeric product under tension due to lack of connectivity.

Zur Qualitätskontrolle und Prozesssteuerung muss daher die Verteilungsgüte solcher Vernetzungschemikalien bestimmt werden. Leider absorbieren sowohl die Kautschukmischung als auch das fertige Produkt sichtbares Licht sehr stark und sind damit vielen etablierten spektroskopischen Methoden nicht zugänglich. Eine für diese Aufgabe gut geeignete Methode ist die Laserinduzierte Plasmaspektroskopie (LIBS, Laser Induced Breakdown Spectroscopy), eine schnelle Technik der chemischen Elementanalyse. Dabei wird ein energiereicher Laserpuls auf die Probenoberfläche fokussiert, um Material zu verdampfen und daraus ein Plasma zu erzeugen. The distribution quality of such cross-linking chemicals must therefore be determined for quality control and process control. Unfortunately, both the rubber compound and the finished product absorb visible light very strongly and are therefore not accessible to many established spectroscopic methods. A method well suited for this task is Laser-induced Breakdown Spectroscopy (LIBS), a rapid technique for chemical element analysis. A high-energy laser pulse is focused on the sample surface to vaporize material and generate a plasma from it.
Beim Abkühlen dieses Plasmas entstehen elementspezifische Emissionslinien, welche spektroskopisch analysiert werden. Die Größe der von LIBS beprobten Flächen ist dabei kleiner als 1 mm und erlaubt so durch Rastermessungen eine Verteilungsbestimmung von chemischen Elementen. When this plasma cools down, element-specific emission lines are formed, which are analyzed spectroscopically. The size of the areas sampled by LIBS is less than 1 mm and thus allows the distribution of chemical elements to be determined by means of grid measurements.



Schematische Darstellung des LIBS-Prinzips am Beispiel der Untersuchung von Kautschukelastomeren. Ein Laser verdampft einen kleinen Teil der Probe und erhitzt die entstehende Wolke bis zu einem Plasma. Beim Abkühlen der Plasmawolke emittieren die atomaren Bestandteile charakteristische Linien, welche mit einem Spektrometer erfasst und analysiert werden. Schematic representation of the LIBS principle using the example of the investigation of rubber elastomers. A laser vaporizes a small portion of the sample and heats the resulting cloud into a plasma. As the plasma cloud cools, the atomic components emit characteristic lines, which are recorded and analyzed with a spectrometer.

Am IFNANO wird in Kooperation mit dem Deutschen Institut für Kautschuktechnologie genau diese Methode angewandt, um die Verteilungsgüte von Schwefel in Kautschukmischungen zu messen. Um diese Messungen quantitativ und reproduzierbar zu ermöglichen, wurden in beiden Instituten kommerzielle LIBS-Aufbauten erweitert. Dabei erlaubt die Integration eines jeweils zweiten Lasers die Anwendung der Doppelpulstechnik, welche die Emissionsintensität des Plasmas drastisch erhöht. Dadurch ist auch die Untersuchung von Signalen mit niedriger Quanteneffizienz ermöglicht, wie z.B. von Schwefel im Vakuum-UV-Bereich um 181 nm. At the IFNANO, in cooperation with the German Institute for Rubber Technology, this method is used to measure the distribution quality of sulfur in rubber mixtures. In order to make these measurements quantitative and reproducible, commercial LIBS setups were expanded in both institutes. The integration of a second laser allows the use of doublepulse technology, which drastically increases the emission intensity of the plasma. This also enables the investigation of signals with low quantum efficiency, such as sulfur in the vacuum-UV range around 181 nm.



(a und b) Ergebnisse von Rastermessungen an Probenkörpern unterschiedlicher Homogenität. (c und d) Die zugehörigen Analysenergebnisse zur Verteilungsgüte aus den Daten von (a) und (b). (a and b) Results of grid measurements on specimen of different homogeneity. (c and d) The associated analysis results for the distribution quality from the data from (a) and (b).

Temperaturbestimmung an plasmonischen Metall-Nanopartikeln

Thermometry of plasmonic metal nanoparticles

Aufgrund des Klimawandels und der Umweltverschmutzung kommt der Gasanalytik im zivilen und industriellen Bereich eine enorme Bedeutung zu. Zur Erreichung einer emissionsneutralen Industrie müssen Arbeitsprozesse optimiert und überwacht oder gar komplett überdacht werden.

Ein wichtiger Meilenstein hin zur grünen Industrie ist die Nutzung von grünem Wasserstoff als Ersatz fossiler Energieträger. Zur Herstellung von grünem H_2 kann beispielsweise die plasmonenunterstützte Photokatalyse verwendet werden. Bei dieser werden in metallischen Nanopartikeln plasmonische Schwingungen und lokale elektrische Felder durch eingehende Laserstrahlung erzeugt, welche wiederum als Katalysator für chemische Reaktionen genutzt werden können. Um den Erzeugungsprozess von H_2 effizienter zu machen, ist die Kenntnis der Temperatur in der Reaktion notwendig.

Schematische Darstellung des am Nanopartikel gebundenen Moleküls. Aus der Raman-Streuung lässt sich die Temperatur des Teilchens ermitteln.

Schematic representation of the molecule bound to the nanoparticle. The temperature of the particle can be determined from the Raman scattering.



Due to climate change and environmental pollution, gas analysis is of enormous importance in the civil and industrial sectors. In order to achieve an emission-neutral industry, work processes must be optimized and monitored or even completely rethought. An important milestone towards green industry is the use of green hydrogen as a substitute for fossil fuels. For example, plasmon-assisted photocatalysis can be used to produce green H_2 . In this case, plasmonic vibrations and local electric fields are generated in metallic nanoparticles by incoming laser radiation, which in turn can be used as a catalyst for chemical reactions. In order to make the H_2 production process more efficient, knowledge of the temperature in the reaction is necessary.



Anti-Stokes/Stokes-Verhältnis bei verschiedenen Temperaturen. Der gemessene Temperaturbereich umfasst nur moderate Temperaturen von maximal 90°C, da bei erhöhten Temperaturen die Nanopartikel ihre Form und dadurch Plasmonresonanz ändern. Hier ist die Abhängigkeit AS/S fast linear. Anti-Stokes/Stokes ratio at different temperatures. The measured temperature range only includes moderate temperatures of a maximum of 90°C, since the nanoparticles change their shape and thus the plasmon resonance at elevated temperatures. Here the dependency AS/S is almost linear.

Für die nichtinvasive Temperaturbestimmung bieten sich optische Verfahren an. Speziell bietet sich die Ramanspektroskopie zur Messung der Temperatur des Analyten bzw. die Fluoreszenzspektroskopie für die Messung der Temperatur der Nanopartikel an. Hierbei wird ein eigens gebautes konfokales Ramanmikroskop verwendet, um die Temperatur räumlich zu bestimmen.

Während bei der Ramanspektroskopie das Verhältnis der blauverschobenen Raman-Streuung (Anti-Stokes) zur rotverschobenen Raman-Streuung (Stokes) genutzt wird, kann bei der Fluoreszenz die Anti-Stokes-Lumineszenz zur Temperaturbestimmung verwendet werden. Diese beiden Methoden können daraufhin zur Korrelation von Analyt und Nanopartikel genutzt werden. In ersten Versuchen werden starke Raman Strahler, wie Thiole, anstelle von H_2 verwendet, um diese Korrelation zu bestimmen.

Zusätzlich werden diese Temperaturmessungen dafür verwendet, um zusammen mit unserem Partner von der Ben-Gurion-Universität in Israel eine theoretische Beschreibung der Temperaturfunktion von Metall-Nanopartikeln und einen Leitfaden zur Verwendung dieser Partikel für die plasmonengestützt Photokatalyse zu ermöglichen.

Schematischer Aufbau eines konfokales Raman-Mikroskops zur Messung der Photolumineszenz der Nanopartikel und der Raman-Signale.

Schematic setup for the confocal microscopy setup for the measurement of the Raman signal and the photoluminescence of nanoparticles.

Optical methods are available for noninvasive temperature determination. Raman spectroscopy is particularly suitable for measuring the temperature of the analyte and fluorescence spectroscopy for measuring the temperature of the nanoparticles. A specially built confocal Raman microscope is used to determine the temperature spatially.

While the ratio of the blue-shifted Raman scattering (anti-Stokes) to the red-shifted Raman scattering (Stokes) is used in Raman spectroscopy, anti-Stokes luminescence can be used in fluorescence to determine the temperature.

These two methods can then be used to correlate analyte and nanoparticle. In first attempts, strong Raman emitters such as thiols are used instead of H_2 to determine this correlation.

Additionally, these temperature measurements will be used to enable a theoretical description of the temperature function of metal nanoparticles and a guide to using these particles for plasmonassisted photocatalysis together with our partner from Ben-Gurion University in Israel.



Faserintegriertes Raman-Spektrometer zur Gasanalyse

Die Nachfrage nach preisgünstiger Sensorik steigt stetig und wird zurzeit durch die Digitalisierung und damit einhergehend Industrie 4.0 und auch Medizin 4.0 noch weiter angetrieben. Um die vielfältigen Bedürfnisse aus verschiedenen Industrien zu befriedigen, braucht es eine Technik, die gleichzeitig sowohl Prozesse überwachen als auch Produkte analysieren kann. Für die chemische Analyse bietet sich die Ramanspektroskopie an. Bereits vorhandene Raman-Geräte für die Prozesstechnik haben sich hier vor allem im oberen Preissegment angesiedelt. Für die Inline-Messung in einigen Branchen sind Raman-Geräte jedoch noch unrentabel und nicht genügend sensitiv.

Damit Raman-Sensoren konkurrenzfähig zu den momentan etablierten Halbleitersensoren werden, wie sie z.B. zur Gasanalyse eingesetzt werden, bedarf es der Verstärkung des Raman-Effekts selbst und einer Weiterentwicklung der bisher vorhandenen Raman-Spektrometer durch technische Verbesserungen und kostengünstigere Herstellung. Hier setzt das Projekt zusammen mit dem Projektpartner Fi-Sens GmbH an.

Fibre Bragg Raman spectrometer for gas analysis

The demand for inexpensive sensor technology has steadily increased and is currently being further increased by digitization and the associated Industry 4.0 and Medicine 4.0. In order to satisfy the diverse needs from different industries, a technology is needed that can monitor the processes as well as analyze the products at the same time. Raman spectroscopy is ideal for this task. Existing Raman devices for process technology have mainly settled in the upper price segment. For inline measurements in some industries, however, the existing devices are either too expensive or not sufficiently sensitive.

To make Raman sensors competitive with these currently established semiconductor sensors, such as those used for gas analysis, two targets have to be met: the amplification of the Raman effect itself and the further development of the existing Raman spectrometers through technical improvements and a more cost-effective production. This is where the project together with our partner FiSens GmbH starts.



Schematische Darstellung des Probenkopfes für die Ramanspektroskopie. Schematic of the probe head for Raman spectroscopy.



Schematische Darstellung der Aufbauten für die Faserverstärkte Ramanspektroskopie. Schematic of the setups for the fiber-enhanced Raman spectro-

scopy.

Aktuelle Spektrometer profitieren vor allem preistechnisch von der Massenproduktion von Detektoren und Lasern. In diesem Projekt wurde ein neuer Ansatz zur weiteren Preisminderung eines Raman-Spektrometers gewählt. Hier sollen spezielle Faser-Bragg-Gitter die Funktion des dispersiven Elementes übernehmen und auch den Kerbfilter ersetzen. In diesem Projekt wurde dafür zunächst eine Zelle zum Ein- und Ausleiten von Gaskompositionen in eine Hohlkern-Photonische Kristallfaser mit gleichzeitiger Einkopplung eines Lasers für Faserverstärkte Ramanspektroskopie (FERS) entwickelt. Anschließend konnten erste Messungen zur Bestimmung von Gasgemischen im Durchfluss erfolgreich durchgeführt werden. Nachfolgend wurden die Möglichkeiten von Anregungsverschobener Differenzramanspektroskopie (SERDS) ebenso getestet. Auch eine Sonde zur Analyse von flüssigen und festen Proben mittels Ramanspektroskopie konnte im Projekt konzipiert werden. Abschließend wurde eine Software, zugeschnitten auf die Spektrometer des Projektpartners, zur Datenaufnahme und -auswertung programmiert.

Current spectrometers benefit primarily in terms of price from the mass production of detectors and lasers. In this project, a novel approach was chosen to further reduce the price of a Raman spectrometer. Here, special fiber Bragg gratings are taken over the function of the dispersive element and also replace the notch filter. Additionally in this project, a cell was first developed for injecting and extracting gas compositions into a hollow-core photonic crystal fiber with simultaneous coupling of a laser for fiber-enhanced Raman spectroscopy (FERS). Subsequently, first measurements for the determination of gas mixtures in the flow could be successfully performed. The possibilities of excitation-shifted difference Raman spectroscopy (SERDS) were also tested. A probe for the analysis of liquid and solid samples by Raman spectroscopy was designed in the project. Finally, software specific to the spectrometers of the project partner was programmed for data acquisition and evaluation.

Messung der Raman-Intensität von \triangleright N₂, O₂ und CO₂ bei Durchgang der einzelnen Gase durch die photonische Kristallfaser. Measurement of the Raman intensity of N₂, O₂, and CO₂ as each gas passes through the photonic crystal fiber.



Spectra

Sensorik zur Verbesserung der Patientensicherheit

Fehlmedikationen verursachen weltweit jedes Jahr Millionen von Komplikationen und stellen ein signifikantes Risiko für die Patientensicherheit dar. Die Bedeutung und das Ausmaß des Schadens werden deutlich, wenn man berücksichtigt, dass in Europa jedes Jahr mehr als 600 Millionen Infusionen intravenös an Patienten verabreicht werden. Abschätzungen zufolge sind davon 5 % fehlerbehaftet, was in Summe 30 Millionen Fehlmedikationen entspricht. Es gibt unterschiedliche Kontrollsysteme auf dem Markt, um fehlerhafte Medikationen zu vermeiden, jedoch ist keines dieser Systeme in der Lage, die chemische Zusammensetzung zu überwachen. Die große Herausforderung besteht in der Bandbreite der Verabreichungen, die von einfachen Elektrolytlösungen über sehr niedrig dosierte Katecholamine, bis zu recht hochkonzentrierten Glukoselösungen reicht. Schließlich werden Mischungen aus Trägerlösungen, Elektrolyt und weiteren Arzneimitteln verabreicht. Dazu soll ein Sensorsystem entwickelt werden, welches die Medikationen anhand ihrer chemisch-physikalischen Eigenschaften schnell identifizieren kann. Da eine praktikable analytische Technik alleine keine ausreichende Verifizierung ermöglicht, werden Sensoren auf der Basis von Brechungsindex, Ultraschall Absorption und Raman-Streuung untersucht.

Sensor technology to improve patient safety

An error in the preparation or administration of infusion solutions can have serious consequences. In the worst case, complications caused by this can lead to the death of the patient. The importance and extent of the damage becomes clear when one considers that in Europe more than 600 million infusions are administered intravenously to patients every year. According to estimates, 5% of these are error-prone, which corresponds to a total of 30 million incorrect medications.

There is no technical solution for infusion monitoring so far. We are exploring sensors that can significantly improve patient safety. For this purpose, a sensor system should be developed that can quickly identify the medications based on their chemical-physical properties. The medications are, for example, antibiotics, painkillers, insulin, and chemotherapy drugs that are administered in carrier solutions. To meet these demands, sensors based on refractive index, ultrasound, absorption, and Raman spectroscopy are being examined. Based on the investigations, a combination of sensors is selected for monitoring the infusions. The sensor system can be used as a point-of-care device close to the patient in combination with syringe pumps or as a stand-alone device in the pharmacies.



Foto einer Patientin, angeschlossen an diversen Überwachungsund Medikationssystemen.

Photograph of a patient, connected to several monitoring and medication systems.



Schematische Darstellung der überwachten Infusionsvergabe. Die Medikamentenvergabe wird direkt vor dem Patienten geprüft und gegebenenfalls wird ein Alarm ausgelöst. Schematic representation of monitored infusion administration. The administration of medication is checked directly in front of the patient and an alarm is triggered if necessary.

Basierend auf den Untersuchungen wird eine Kombination an Sensoren für die Überprüfung der Infusionen ausgewählt. In Zusammenarbeit mit dem Universitätsklinikum Göttingen wurden medizinische Lösungen mit klinischer Relevanz ausgewählt und hinsichtlich ihrer qualitativen und quantitativen Unterscheidbarkeit analysiert.

Durch eine Kombination aus UV/VIS-Spektroskopie und Brechungsindexdaten lassen sich fast alle untersuchten Infusionslösungen, darunter auch Mischungen, qualitativ und quantitativ unterscheiden. Zudem decken die eingesetzten Techniken einen weiten Konzentrationsbereich ab, so dass niedrig dosiertes Adrenalin erfasst werden kann, aber auch hochkonzentrierte Glukoselösungen.

Gegenwärtig werden die Messungen auf Zytostatika erweitert und ein Algorithmus für die Datenfusion entwickelt, der die Identifizierung von Infusionen durch einen Vergleich mit einer Datenbank ermöglicht. Dieser Ansatz kann für eine detaillierte und automatisierte Dokumentation in Krankenhäusern genutzt werden. Das Ziel ist die Entwicklung eines Point-of-Care-Sensorsystems (patientennahe Anwendung in Kombination mit Spritzenpumpen) und eines Stand-alone-Gerätes (Apotheke), um die Sicherheit im Krankenhaus zu erhöhen und dem Krankenhauspersonal die Arbeit auf der Intensivstation zu erleichtern.



Now, neither refractive index nor ultrasonic speed are suitable for a clear identification of solutions. Since only certain concentrations are used in the administration of infusions, we find clear assignments in our investigations, with single exceptions. Thus, these techniques can make an important contribution to the verification. A combination of two sensors seems promising: on one hand, UV-VIS absorption or Raman scattering and, on the other hand, refractometry or analysis of supersonic speed. For this purpose, the different sensors for use in intensive care medicine and in pharmacies were evaluated in this project. Based on these findings, suitable sensor combinations for the different applications are realized, and an automated data processing and database are being created in order to detect the infusions by means of a comparison.

		Refraktometrie	UV-Vis-
			Spektroskopie
Adrenalin	Nachweisgrenze	28,16	7,95
	Erfassungsgrenze	56,33	15,89
[µg/ml]	Bestimmungs- grenze	91,73	22,54
	Nachweisgrenze	31,61	4,31
Noradrenalin [µg/ml]	Erfassungsgrenze	63,21	8,62
	Bestimmungs- grenze	102,83	12,48

Tabelle mit den durch Refraktometrie und UV-Vis-Spektroskopie ermittelte Grenzwerte für Katecholaminmedikationen von Adrenalin und Noradrenalin.

Table of threshold values for the catecholamine medications of epinephrine and norepinephrine determined by refractometry and UV-Vis spectroscopy.

Schematische Darstellung der verwendeten Messmethoden (Refraktometrie und UV-Vis-Spektroskopie). Schematic representation of the employed measurement methods (Refractive Index and UV-Vis and spectroscopy).

Schnelle optische Messung der Glasspannung in drei Dimensionen

Glas ist zunehmend zu einem industriellen High-Tech-Produkt geworden. Die Anforderungen an beispielsweise Windschutzscheiben reichen heute von Sicherheitsaspekten bis hin zu Beheizbarkeit und eingebauten Assistenzsystemen. Daher erhöhen sich auch die Anforderungen an die Spannungsbelastung und die Vorspanngenauigkeit bei der Herstellung. Somit ist es entscheidend für industrielle Prozesse, die Glasspannungen schon innerhalb der Produktionskette präzise zu bestimmen, um ressourcenschonender zu arbeiten, indem Glasbruch vorgebeugt wird und Fehlproduktionen direkt unterbunden werden.

Um die bisher unerreichte Präzision von Messgeräten für Spannungen im Glas zu realisieren, hat sich ein Verbund mit Schmidt & Haensch, Saint-Gobain Sekurit und VW gebildet, in dem ein nichtinvasiver optischer Ansatz zur Messung der Eigenspannung von Fahrzeugverglasungen erforscht und entwickelt wird.

Fast optical measurement of glass tension in three dimensions

Glass has increasingly become a high-tech industrial product. The requirements on, for example, automotive windshields range from safety aspects to heating of the panes and integrated assist system. Thus, also the requirements on the stress loads and the accuracy of the built-in glass tension also increase. Therefore, the precise determination of the glass stress as an inline process of the production is crucial for resource-conservation by preventing glass breakage and avoiding manufacturing errors.

In order to achieve the previously unattainable precision of measuring devices for stresses in glass, a network with Schmidt & Haensch, Saint-Gobain Sekurit and VW has been formed in which a noninvasive optical approach for measuring the internal stress of vehicle glazing is being researched and developed.

The polarization of the light should be used for the measurement. The polarization state of the light reflected or backscattered by the glass pane is influenced by the prevailing tension in the glass.



Experimenteller Aufbau zur polarimetrischen Messung der Oberflächenspannung an einer Windschutzscheibe. Experimental setup for polarimetric measurement of surface tension in a windshield.



Zerborstene Frontscheibe im Auto. Broken windshield in a car.

Zur Messung soll hierbei die Polarisation des Lichtes genutzt werden. Der Polarisationszustand des von der Glasscheibe reflektierten oder rückgestreuten Lichtes wird dabei von der vorherrschenden Spannung im Glas beeinflusst. Die höchstpräzise Messung der Polarisation ermöglicht so, kontaktlos die Spannung des Glases zu bestimmen.

Bereits auf dem Markt erhältliche Messgeräte (meist Handgeräte) beruhen auch auf dem Prinzip der Polarimetrie. Sie weisen jedoch nicht die für Fahrzeugscheiben notwendige Auflösung und Genauigkeit auf und sind insbesondere nicht in der Lage, Eigenspannungen dreidimensional geformter Scheiben vollflächig und tiefenaufgelöst zu erfassen. The extremely precise measurement of the polarization enables the tension in the glass to be determined without contact.

Measuring devices already available on the market (mostly handheld devices) are also based on the principle of polarimetry. However, they do not have the resolution and accuracy required for vehicle windows and, in particular, are not able to detect residual stresses in three-dimensionally shaped windows over the entire surface and with depth resolution.



Ortsaufgelöste Messung einer Frontscheibe mit verschiedenen Detektionsmethoden: (a) Messung der Retardierung. (b) Messung des Auslöschungswinkels. (c) Messung der Differenz zwischen s- und p-polarisiertem Licht. Spatially resolved measurement of a windshield using different detection methods: (a) Measurement of retardation. (b) Measurement of extinction angle. (c) Measurement of the difference between s- and p-polarized light.

Das in diesem Verbundvorhaben zu entwickelnde Messsystem soll so diese Lücke schließen und die gesamte Frontscheibe schnell und ortsaufgelöst mit sehr hoher Genauigkeit vermessen.

Für die polarimetrischen Messungen können verschiedene Varianten der Eingangspolarisation und Messung der Ausgangspolarisation verwendet werden. Drei Methoden sind dabei getestet worden und haben für die Reflexion an der Scheibenrückseite, also den zweimaligen Materialdurchgang, bereits ähnliche Ergebnisse und somit eine Validierung der Methodik geliefert. The measuring system to be developed in this joint project is intended to close this gap and measure the entire windshield quickly and in a spatially resolved manner with very high accuracy.

For the polarimetric measurements several variations of the initial polarization and the detection of the outgoing polarization are possible. Three methods have been examined, all of them and delivered a validation for the methodology with similar results for all three methods for the reflection on the pane's back side, corresponding to passing the material twice.

Brandfrühwarnsystem für Lithium-Ionen-Akkumulatoren

Bestandteil des Maßnahmenpakets der Bundesregierung für die Energiewende ist der Ausbau der Elektromobilität mit dem Ziel, dass bis 2030 sieben bis zehn Millionen Elektrofahrzeuge in Deutschland zugelassen sein sollen. Hierfür werden Lithium-Ionen-Akkus benötigt. Wie alle neuen Techniken bringt auch diese Gefahren mit sich. So kann es bei Lithium-Ionen-Akkus zum thermischen Durchgehen kommen, die oft mit Selbstentzündung oder Explosion endet. Auslöser sind oft Unfälle, wobei der Zeitpunkt zwischen Havarie und Unfall mehrere Tage betragen kann. Aber auch beim Laden sind solche Vorfälle bekannt. Die Früherkennung der Akkuhavarie mit dem Ziel der Schadensbegrenzung ist Gegenstand des hier vorgestellten Projektes mit dem Partner Stöbich GmbH.

Von den in den Lithium-Ionen-Akkus hierbei ablaufenden komplexen Prozessen ist bekannt, dass flüchtige organische Verbindungen freigesetzt werden. Unsere Untersuchungen haben ergeben, dass die Freisetzung in zwei Stufen erfolgt:

1. Die erste Ausgasung bestehend aus verdampfenden Elektrolyten. Hierbei handelt es sich um Carbonsäureester.

2. Die Ausgasung, durch den eigentlichen Batteriebrand. Hier entstehen unkontrolliert viele Verbrennungsprodukte. Hervorzuheben ist hier Fluorwasserstoff (HF).



Schematischer Aufbau des Sensorsystems (EPD = elektronische Datenverarbeitung).

Scheme of the sensor system (EPD = electronic data processing).

Early fire warning system for lithium-ion batteries

Part of the German Federal Government's package of measures for the energy transition is the expansion of electromobility with the aim of having seven to ten million electric vehicles registered in Germany by 2030. Lithium-ion batteries are required for this. Like all new techniques, this one also brings with it dangers. Lithium-ion batteries can experience thermal runaway, which often ends in spontaneous ignition or an explosion. Accidents are often the trigger, and the time between the ignition and the accident can be several days. But such incidents are also known when charging. The early detection of battery damage with the aim of limiting damage is the subject of the project presented here with our partner Stöbich GmbH.

It is known that the complex processes taking place in lithium-ion batteries release volatile organic compounds. Our investigations have shown that the release occurs in two stages:

1. The first outgassing consisting of evaporating electrolyte. These are carboxylic acid esters.

2. Outgassing from the actual battery fire. Many combustion products are produced here in an uncontrolled manner. Hydrogen fluoride (HF) deserves a special mention here.



Bild eines Lithium-Iononen-Akkumulators während der Explosion nach einer Havarie. Image of a lithium-ion battery during the explosion after an accident.

Carbonsäureester können sehr gut mit Hilfe der lonenmobilitätsspektstrometrie detektiert werden. Hierbei konnte die Erkenntnis gewonnen werden, dass die Ionenmobilitätsspektstrometrie mit einer auf einem Betastrahler basierenden Ionenguelle ein erfolgversprechender Ansatz zur Detektion der Carbonsäureester ist. Diese Technologie basiert aber auf sehr teuren und aufwendig konstruierten Apparaturen und ist somit nur für zahlungskräftige Anwender eine Option. Daher erfolgte die Entwicklung einer Havarie-Monitoring-Sensorik auf Basis von erschwinglichen Halbleitersensoren (MOX-Sensoren). Hierbei wurde ein Dreifachsensor, dessen einzelne Sensormodule jeweils optimal auf leicht oxidierbare, schwer oxidierbare und gut reduzierbare Gasmoleküle ansprechen, getestet. Zudem wurde ein temperaturmodulierter Halbleitersensor evaluiert, der 48 Messkanäle mit substanzspezifischen Informationen bereitstellen kann. Die Sensorik wurde mit elektrochemischen Sensoren unter anderem für Fluorwasserstoff ergänzt. Mit diesem System ist das Monitoring von durch Überhitzung von Lithium-Ionen-Batterien ausgelösten Havarien gelungen.

Carboxylic acid esters can be detected very well using ion mobility spectrometry. Here the knowledge was gained that ion mobility spectrometry with an ion source based on a beta emitter is a promising approach for the detection of carboxylic acid esters. However, this technology is based on very expensive and elaborately constructed equipment and is therefore only an option for wealthy users. Therefore, an accident-monitoring sensor system based on affordable semiconductor sensors (MOX sensors) was developed. Here, a triple sensor was tested, the individual sensor modules of which respond optimally to easily oxidizable, difficult to oxidize and easily reducible gas molecules. In addition, a temperature-modulated semiconductor sensor was evaluated, which can provide 48 measurement channels with substance-specific information. The sensors were supplemented with electrochemical sensors for hydrogen fluoride, among other things. With this system, the monitoring of accidents caused by the overheating of lithium-ion batteries has been successfully tested.





using APCI:

< 10 ppb

Gaschromatogramm, erstellt mit einem Gaschromatographen mit IMS-Detektor. Gelungener Nachweis der in Lithium-Ionen-Batterien vorkommenden Carbonsäureester Dimethylcarbonat (A), Ethylmethylcarbonat (B), Diethylcarbonat (C) und Ethylcarbonat (D). Gas chromatogram created with a process gas chromatograph with IMS detector. Successful detection of the carboxylic acid esters dimethyl carbonate (A), ethyl methyl carbonate (B), diethyl carbonate (C), and ethylene carbonate (D) found in Li-ion batteries.

Verbesserung der existierenden Point-of-Care- Schnelltesttechnologie

In einem neu gestarteten Rubin Bündnis zur Stärkung der regionalen Wirtschaft haben sich mehrere Firmen und Institute aus dem Großraum Göttingen zusammengeschlossen, um die existierende Technik von Schnelltests zur Point-of-Care-Analyse durch innovative Konzepte deutlich über den Stand der Technik hinaus zu verbessern. Im Südniedersachsen Point-of-Care-Cluster (SNiPoCC) sollen Produktkonzepte für die Bereiche Human- und Veterinärmedizin sowie Forensik, Umwelt- und Gefahrstoffanalytik entwickelt werden (www.snipocc-projekt.de).

Das IFNANO ist dabei in zwei Teilprojekten vertreten und entwickelt neuartige Auslesetechnologien für die Point-of-Care (POC) Tests. Dazu sollen einerseits die Ramanspektroskopie und andererseits die Fluoreszenzspektroskopie zum Einsatz kommen. Darüber hinaus werden kamerabasierte Lösungen zum Multiplexing entwickelt sowie der Einsatz der Laserinduzierten Plasmaspektroskopie zur Detektion von Metallionen geprüft.

Improvement of existing point-of-care rapid testing technology

In a newly launched Rubin network for the strengthening of the regional economy, several companies and institutes from the greater Göttingen area have joined forces to improve existing rapid testing technology for point-of-care analysis through innovative concepts that are well beyond the state of the art, within the Südniedersachsen Point-of-Care Cluster (SNiPoCC), product concepts for the areas of human and veterinary medicine, as well as forensics, environmental, and hazardous substance analysis are to be developed (www.snipocc-projekt.de). The IFNANO is represented in two subprojects and developing novel readout technologies for the pointof-care (POC) tests. For this purpose, Raman spectroscopy and fluorescence spectroscopy will be used. In addition, camera-based solutions for multiplexing are being developed and the use of laser-induced plasma spectroscopy to detect metal ions is being tested.



Bild eines Lateral-Flow-Tests für die Veterinärdiagnostik. In diesem Test werden vier verschiedene Erreger diagnostiziert. Image of a lateral flow test for veterinary diagnostics. Four different pathogens are diagnosed in this test.



Im ersten Projekt wird an Fragestellungen aus dem Bereich der Tiermedizin geforscht werden, um Schnelltests als probates Mittel zur Diagnostik und frühzeitigen Behandlung einsetzen zu können. Konkret soll (a) ein qualitativer Nachweis von Interleuking 8 mittels eines Multiplex-Lateral-Flow-Test eine valide Aussage über die Gesundheit von Hunden getroffen werden, und (b) anhand der Bestimmung von Eisen-, Kupfer- und Zink-Ionen im Blut von Rindern auf deren Fruchtbarkeit mittels eines papierbasierten Tests geschlossen werden.

Im zweiten Projekt liegt das Hauptaugenmerk der Entwicklung auf der Verwirklichung eines echten optischen Multiplexings, bei dem es ermöglicht wird, zum einen mehrere Analyte gleichzeitig quantitativ zu detektieren und zum anderen auch mehrere Analyte auf einer Testlinie zu erfassen. Dazu soll ein Fluoreszenzreader auf Basis der Faser-Bragg-Technologie entwickelt werden und in einer zweiten Linie ein Fluoreszenzreader, der auf der hyperspektralen Aufnahme der Teststreifen basiert. In the first project, research will be carried out in the field of veterinary medicine in order to be able to use rapid tests as a tried and tested means of diagnosis and early treatment. Specifically, (a) a qualitative detection of interleukin 8 using a multiplex lateral flow test should make a valid statement about the health of dogs, and (b) the determination of iron, copper and zinc ions in the blood of cattle found during fertility can be determined using a paperbased test.

In the second project, the main focus of development is on the realization of real optical multiplexing, which makes it possible, on the one hand, to quantitatively detect several analytes at the same time and, on the other hand, to record several analytes on one test line. For this purpose, a fluorescence reader based on fiber Bragg technology is to be developed and, in a second line, a fluorescence reader based on the hyperspectral imaging of the test strips.

Aufbau einer Apparatur zur fotometrischen Bestimmung von Metallionen mittels papierbasierten analytischen Tests (PAD). Unten: LIBS als alternative Messmethode zur fotometrischen Bildanalyse.

Construction of an apparatus for the photometric determination of metal ions using a paper-based analytical test (PAD). Bottom: LIBS as an alternative measurement method to photometric image analysis.



Schematischer Aufbau eines hyperspektralen Fluoreszenzreaders. Der Teststreifen wird dabei komplett abgebildet und mit Hilfe eines dispersiven Elementes (hier einzelne Filter) spektral aufgespalten aufgenommen. Das Ergebnis ist ein spektraler Hyperkubus, bei dem zu jeder Frequenz / Wellenlänge ein komplettes Bild aufgenommen wird. Die einzelnen Analytsignale sind dann nur im dazugehörigen Frequenzband sichtbar.

Schematic setup of a hyperspectral fluorescence reader. The test strip is imaged in its entirety and spectrally split using a dispersive element (here individual filters). The result is a spectral hypercube in which a complete image is recorded for each frequency / wavelength. The individual analyte signals are then only visible in the associated frequency band.

Sensorgestützter Assistent zur Verbesserung der Luftqualität in Wohnräumen: von der Laboranalytik zur Vor-Ort-Sensorik

Eine schlechte Raumluftqualität kann sich direkt auf die Gesundheit der Bewohner auswirken und trägt daher entscheidend zur Wohn- und Lebensqualität bei. Das Projekt beschäftigt sich mit der Fragestellung, inwieweit sich die für die Prüfung der Raumluftqualität notwendige aufwendige Laboranalytik in eine Sensorik überführen lässt, die robust, einfach und bezahlbar ist. Hierfür wird eine auf künstlicher Intelligenz (KI) basierende Steuerung für Systeme zur Hausbelüftung zusammen mit unserem Partner Idencom Germany GmbH entwickelt. Sensor-assisted improvement of air quality in living spaces: from laboratory analysis to on-site sensors

Since poor indoor air quality can have a direct impact on the health of the tenants, it contributes significantly to the quality of life. The project deals with the question of how far the complex laboratory analysis required for testing the indoor air quality can be replaced by a sensor system that is robust, simple and affordable. An artificial-intelligencebased (AI) control system for home ventilation systems is therefore being developed together with our partner Idencom Germany GmbH.



Tagesverlauf ausgewählter Messwerte in einer Küche. Erkennbar ist die Zubereitung von Essen gegen Mittag und Abend. Selected sensor responses of a system placed in a kitchen over the course of a day. Peaks around lunch time and in the evening show cooking events.

Diese basiert auf einer neu erstellten Sensorplattform, die neben den üblichen Sensoren für CO₂, Luftfeuchtigkeit und Temperatur auch solche für verschiedene Arten flüchtiger organischer Verbindungen (kurz VOCs genannt, für volatile organic compounds), Stickoxide, CO und Feinstaub bereitstellt. Hierdurch und durch zusätzliche Daten von Wetterdiensten oder anderen Diensten, die lokale Feinstaubbelastungen, Pollenflug- oder Ozonkonzentrationen bereitstellen, wird die Datenbasis für eine effektive Beurteilung der Raumluftgualität anhand eines eigens entwickelten Gütekriteriums geschaffen. Die umfangreiche Datenbasis erfordert eine fortschrittliche Auswertung bis hin zu Methoden des überwachten Lernens und bietet die Chance, die Qualität der Raumluft zielgerichtet zu verbessern. Zum Beispiel wird das Aufreißen einer Verpackung - Feinstaub steigt - oder das Öffnen der Fenster - CO₂-Konzentration nimmt ab - anhand der Daten abgebildet. Dadurch können geeignete Gegenmaßnahmen effizient veranlasst werden. Das neue Verfahren wird somit eine neue Evolutionsstufe bei der Bewertung und Verbesserung der Raumluftqualität in Wohnräumen begründen.

Not only representative parameters of indoor air guality such as carbon dioxide concentration, temperature, and air humidity are recorded, but also other important parameters such as volatile organic compounds (VOCs), nitrogen oxides, carbon monoxide, and the amount of particulate matter. This and additional data from weather services or other services that provide local fine dust pollution, pollen counts or ozone concentrations create a database for an effective assessment of indoor air quality using a self-developed quality criterion. The large database requires advanced evaluation including methods of supervised learning and offers the opportunity to improve the quality of the indoor air in a targeted manner. For example, the opening of a package - rise in ambient particulate matter - or the opening of a window - decrease of CO₂ - is reported by the change in the sensor data. This allows counteractions to be taken much more effectively. The new method will thus create a new evolutionary stage in the assessment and improvement of indoor air quality in living spaces.



Unterschiedliche Sensorreaktion eines Multisensors bei verschiedenen Teststoffen. Different sensor responses when a sensor array is exposed to various test substances.

Projekte / Projects

Projekte Projects

Projekt ARIES:

Adaptive Optiken für die Fluoreszenz-Korrelations-Spektroskopie, gefördert von der EU (EFRE/Niedersachsen)

Projekt Biolumineszenz-Imaging:

Bioluminescence imaging of neurons and cardiomyocytes, gefördert von der DFG (Exzellenzcluster 2067 Multiscale Bioimaging)

Projekt CERS-Pro:

Resonatorverstärkte Raman-Spektroskopie für die Prozessanalytik, gefördert vom BMWK (WIPANO)

Projekt COST:

"Towards understanding and modelling intense electronic excitation", gefördert von der EU (COST Action CA17126)

Projekt DIGIT RUBBER:

Erforschung von Techniken zur Überwachung des Extrusionsprozesses mittels spektroskopischer Methoden, gefördert vom BMBF (MaterialDigital)".

Projekt EPIC-Lens

"Uniformitätskontrolle optischer Präzisionsbeschichtungen auf 2D- und 3D-Komponenten", gefördert vom BMBF (Photonik nach Maß)

Projekt FEL Focus:

Automatisierte Justage von FEL-Fokussieroptiken mit Hilfe von "machine-learning"-Algorithmen, gefördert vom BMBF

Projekt GlassPrint:

Digitaler 3D Laserdruck von festem Glas, gefördert von der DFG

Projekt KauLIBS:

Erweiterte Messtechnik zur sicheren und reproduzierbaren Detektion der Verteilungsgüte von Vernetzungschemikalien in Kautschukmischungen, gefördert vom BMWK (IGF).

Projekt LaDiVo:

Laserunterstützter Digitaldruck keramischer Farben auf vorgespanntem Glas, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt Laser-RedFrettCorr:

Inline-Verfahren zur Reduzierung der Anfälligkeit von Steckverbindern gegenüber Reibkorrosion durch lokale Laserstrukturierung der funktionsrelevanten Bereiche, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt Mark4Live:

Neue Generation von Markierungstechnologie für die Lebendzell-Nanoskopie, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt MUSIK:

Laser-direktgeschriebene multidirektionale, maschinenlesbare, holographische Sicherheitskennzeichnungen, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt NanoVIB:

Nanoscale Visualization to understand bacterial virulence and invasiveness - based on fluorescence nanoscopy and vibrational microscopy, gefördert von der EU (H2020-ICT-36-2020 Disruptive photonics technologies)

Projekt Nano Therm:

High resolution correlative thermometry, gefördert vom MWK (Forschungskooperation Niedersachsen-Israel)

86

Projekte Projects

Projekt NesSi - InGesWoh:

Sensorik und Gütekriterium für die Raumluftqualität, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt NesSi - SÜLa:

Brandfrühwarn- und Schutzsystem für das Überwachen von Lithiumakkumulatoren, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt NEXAFS:

Laboratory-scale NEXAFS spectroscopy for the investigation of Fe oxides and organic matter in soil, gefördert von der DFG

Projekt OMeGlas.3:

Erforschung eines schnellen, sensitiven Verfahrens zur Oberflächen- und tiefenselektiven Messung der Spannung von Verbundgläsern, gefördert vom BMBF (KMU-innovativ)

Projekt PaSiReRa:

Weiterentwicklung und Validierung einer Analysevorrichtung zur Überwachung von Infusionslösungen und anderen Medikationen auf Grundlage der Ramanspektroskopie und der Refraktometrie, gefördert vom BMWK (WIPANO)

Projekt PikolaS:

Pikosekundenlasergestützte Strahlquelle für die EUV-Messtechnik, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt ProWave:

Propagation partiell kohärenter Strahlung von FELs basierend auf Hartmann-Wellenfrontmessungen, gefördert vom BMBF

Projekt PPA-FiRa:

Entwicklung einer Gasküvette auf Basis photonischer Kristallfasern zur Raman-Messung an Gasen, gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt QPhot:

Räumlicher Lichtmodulator (SLM) für die Freistrahlkommunikation bei 2,1 µm Wellenlänge inkl. Kodierung von Lichtpulsen über den Bahndrehimpuls (OAM), gefördert vom BMWK (ZIM)

Projekt Ra_Nerv:

Exploring advanced Raman microscopy as a tool to Localize and Quantify Metabolites in Neural tissue, gefördert von der VolkswagenStiftung (Kurswechsel)

Projekt Rubin-qDigiPoC:

Erforschung von Fluoreszenz- und Auswerteverfahren für Lateral-Flow-Tests, gefördert vom BMBF (Innovation & Strukturwandel)

Projekt Rubin-AnaPOC:

Spektrale Auswerteverfahren für die Spurenanalytik gefördert vom BMBF (Innovation & Strukturwandel)

Projekt Smart STED-Mikroskopie:

Superresolution microscopy with smart and sample-specific scanning patterns, gefördert von der DFG (Exzellenzcluster 2067 Multiscale Bioimaging)

Projekte / Publikationen Projects / Publications

Projekt SiKoPla:

Laserbasierte Methoden zur Steigerung der Photolumineszenz von Si-Quantenpunkten durch Kopplung an plasmonische Partikel, gefördert von der DFG

Projekt ToxAR:

Analyse von Senfgas unter Berücksichtigung eines sicheren Probenumgangs und TNT-Sensor für Taucher und ROV/AUV, gefördert vom BMWK (Maritimes Forschungsprogramm)

Projekt TITULUS:

Translation der Interferenzebene zur diffraktiven Beschriftung mit ultrakurzen Laserpulsen bei unebenen Werkstückflächen, gefördert vom BMWK (WIPANO)

Projekt GlasForm:

Lasergestützte Glasbehandlung zur Formkorrektur von Substraten, gefördert vom BMWK (WIPANO)

Projekt Z-shifter:

Z-shifter zur diffraktiven Beschriftung gekrümmter Werkstoffflächen, gefördert vom BMWK (ZIM)

J. Kratz, C. Geisler, A. Egner:

ISM-assisted tomographic STED microscopy, Optics Express 30(2), 939 – 956 (2022)

M. Bates, J. Keller-Findeisen, A. Przybylski, A. Hüper, T. Stephan, P. Ilgen, A. R. Cereceda Delgado, E. D'Este, A. Egner, S. Jakobs, S. J. Sahl, S. W. Hell:

Optimal precision and accuracy in 4Pi-STORM using dynamic spline PSF models, Nature Methods 19(5), 603-612 (2022)

W. Wegner, H. Steffens, C. Gregor, F. Wolf, K.I. Willig:

Environmental enrichment enhances patterning and remodeling of synaptic nanoarchitecture as revealed by STED nanoscopy, eLife 11, e73603 (2022)

C. Gregor:

Generation of bright autobioluminescent bacteria by chromosomal integration of the improved lux operon ilux2, Scientific Reports 12, 19039 (2022)

C. Gregor, F. Grimm, J. Rehmann, C.A. Wurm, A. Egner:

Two-color live-cell STED nanoscopy by click labeling with cell-permeable fluorophores, BioRxiv, 2022, https://doi.org/10.1101/2022.09.11.507450

P. Wild, J. Holburg, K. W. Totsche, K. Mann, J. Thieme, K. Eusterhues:

Probenpräparation für Transmissions-NEXAFS Messungen mit weicher Röntgenstrahlung, Jahrestagung der DBG Trier (2022), https://www.conftool. net/dbg2021/

J. Holburg, M. Müller, K. Mann, P. Wild, K. Eusterhues, J. Thieme:

High-Resolution Table-Top NEXAFS Spectroscopy, Analytical Chemistry 94, 3510-3516 (2022)

Publikationen Publications

K. Golibrzuch, S. Schwabe, T. Zhong, K. Papendorf, A. M. Wodtke:

Application of an Event-Based Camera for Real-Time Velocity Resolved Kinetics, J Phys Chem A 126, 2142-2148 (2022)

K. Papendorf, K. Golibrzuch, T. Zhong, S. Schwabe, T. Kitsopoulos, A. M. Wodtke:

Velocity-resolved Laser-induced Desorption for Kinetics on Surface Adsorbates, Chem Methods 2, e202200017 (2022)

F. Wieduwilt, J. Grünewald, G. Ctistis, C. Lenth, T. Perl, H. Wackerbarth:

Exploration of an Alarm Sensor to Detect Infusion Failure Administered by Syringe Pumps, Diagnostics 12(4), 936-950 (2022)

M. Edakubo, L.J. Richter, Y. Haraguchi,

H. Aruga-Katori, J. Ihlemann, G. Miyaji:

Improvement of optical transmittance of SiO₂ surface by femtosecond-laser-induced homogeneous nanostructure formation, Optical Materials Express 12, 3982 (2022)

P.N. Terekhin, J. Oltmanns, A. Blumenstein, D.S. Ivanov, F. Kleinwort, M. E. Garcia,

B. Rethfeld, J. Ihlemann, P. Simon:

Key role of surface plasmon polaritons in generation of periodic surface structures following single-pulse laser irradiation of a gold step edge, Nanophotonics 11(2), 359–367 (2022)

C.M. Beckmann, L.J. Richter, J. Ihlemann:

Freeform shaping of fused silica substrates via viscous deformation induced by a laser patterned, stressed film, Optics Express 30, 6726 (2022)

J. Meinertz, A. Gödecke, L.J. Richter, J. Ihlemann: Fast fabrication of diffractive patterns on glass

by excimer laser ablation, Optics and Laser Technology 152, 108148 (2022)

J. Ihlemann, L.J. Richter, J. Meinertz,

J. Wunderlich, N. Schindler, A. Günther, B. Oberleiter, T. Rainer: Glass marking by laser transfer implantation (LTI) of plasmonic nanoparticles, Optics and Laser Technology 155, 108371 (2022)

L.J. Richter, C.M. Beckmann, J. Ihlemann:

UV laser generated micro structured black surface on commercial TiO₂-containing glass, Applied Surface Science 601, 154231 (2022)

L.J. Richter, J. Ihlemann:

Photoluminescence enhancement of silicon nanocrystals by excimer laser implanted gold nanoparticles, Applied Physics A 128, 764 (2022)

Buchbeiträge / Patente Book Contributions / Patents

C. Gregor:

Imaging of Autonomous Bioluminescence Emission from Single Mammalian Cells, In: Bioluminescence – Methods and Protocols Volume 1, Sung-Bae Kim (eds.), Methods in Molecular Biology 2524, Springer US (2022), ISBN: 978-1-0716-2452-4 (Hbk); 978-1-0716-2453-1 (pdf)



Patente Patents

P. Simon, A. Blumenstein, T. Nagy:

Lichtleiteranordnung und Verwendung eines hohlzylindrischen Kapillarabschnitts, DE 10 2018 126 791, 30.05.2022

J.-H. Klein-Wiele:

Informationsträger und Verfahren zu dessen Herstellung, DE 10 2018 119 706, 13.01.2022

J. Ihlemann, J. Meinertz, L.H. Stark

Ablative production device and method for a periodic line structure on a workpiece, EP 3 341 153 B1, 11.5.2022





Konferenzbeiträge Conference contributions

G. Ctistis:

Optische Messtechnik im Bereich der Agrarwirtschaft, Photonics4Farming, online (01.2022)

M. Bates:

Nanometer-scale 3D fluorescence imaging with 4Pi-STORM, Microscopy Club Lecture, Online (03.2022)

C. Lenth, A. Schumann, and H. Wackerbarth:

Neue Wege zur Kampfstoffanalytik mittels der Kopplung von Gaschromatographie und Ionenmobilitätsspektroskopie, 9. IMS-Anwendertreffen, Unna (03.2022)

F. Wieduwilt, G. Ctistis, T. Kutz, I. Aleknavičienė, H. Wackerbarth:

Evaluation of Stochastically Produced Plasmonic Surface Structures for SERS Application, CINSaT Spring colloquium 2022, Friedrichroda (03.2022)

T. Kutz, C. Niklas, H. Wackerbarth, G. Ctistis: Fibre enhanced Raman spectroscopy for detecting atmospheric and (climate) harmful gases, SPIE Photonics Europe, Strasbourg, France (04.2022)

L.J. Richter, J. Ihlemann:

Laser based methods for photoluminescence enhancement of silicon nanocrystals, 16th International Conference on Laser Ablation, COLA 2021/22, Matsue, Japan (04.2022)

G. Ctistis, C. Niklas, H. Wackerbarth:

Confocal Raman spectromicroscopy for submicron spatial temperature determination, SPIE Photonics Europe, Strasbourg, France (04.2022)

M. Edakubo, Y. Haraguchi, H. Aruga-Katori, G. Miyaji, L.J. Richter, J. Ihlemann:

Homogeneous Nanostructures on SiO₂ formed with Femtosecond Laser Pulses and Improvement of Optical Transmittance,

16th International Conference on Laser Ablation, COLA 2021/22, Matsue, Japan (04.2022)

M. Bates, J. Keller-Findeisen, A. Przybylski, A. Hüper, T. Stephan, P. Ilgen, A.R. Cereceda Delgado, E. D'Este, A. Egner, S. Jakobs, S.J. Sahl, S.W. Hell:

Optimal Precision and Accuracy in 4Pi-STORM using Dynamic Spline PSF Models, Focus on Microscopy 2022, Online (04.2022)

H. Wackerbarth:

Spectroscopic methods for on-site and point-ofcare analysis, Kick-Off Workshop- Molecular Pointof-Care System for rapid diagnostics of viral infections (Midi-Viral), online (05.2022)

P.N. Terekhin, J. Oltmanns, D.S. Ivanov, F. Kleinwort, M.E. Garcia, J. Ihlemann, P. Simon, B. Rethfeld:

Role of Surface Plasmon Polaritons in Nanophotonics and Nanostructuring, CLEO: Applications and Technology 2022, San Jose, USA (05.2022)

C. Gregor:

Autonomous bioluminescence microscopy of bacterial and mammalian cells, 21st International Symposium on Bioluminescence and Chemiluminescence and XIX International Symposium on Luminescence Spectrometry, Gijón, Spanien (06.2022)

Konferenzbeiträge Conference contributions

J. Ihlemann, L.J. Richter, C.M. Beckmann, J. Meinertz:

High resolution UV laser marking of glass surfaces, The 23rd International Symposium on Laser Precision Microfabrication – LPM2022, Dresden (06.2022)

A. Röben, C. Beckmann, J. Ihlemann:

Stress based figure correction and surfacemetrology of optical substrates, Humboldt meets Leibniz - Emerging Topics in Optics and Photonics, Hannover (06.2022)

J. Ihlemann, L.J. Richter, C.M. Beckmann, J. Meinertz:

High resolution UV laser marking of glass surfaces 26th International Congress on Glass (ICG), Berlin (07.2022)

C.M. Beckmann, L. Fütterer, L.J. Richter, J. Ihlemann:

Freeform shaping of silicate glass substrates via a viscous deformation and a laser patterned, stressed film, 26th International Congress on Glass (ICG), Berlin (07.2022)

M. Bates:

4Pi-STORM studies of Nuclear Pore Complex architecture, Single Molecule Localization Microscopy Symposium 2022, Paris (08.2022) (invited)

D. Ghosh, C. Geisler, A. Egner:

Photon-stream-based aberration correction for STED microscopy, DPG Tagung Regensburg 2022, Regensburg (09.2022)

A. Röben, C.M. Beckmann, J. Ihlemann:

Formkorrektur von Glassubstraten in der Dünnschichttechnologie, mittels ArF-Excimer-Laser Bestrahlung, 8. Arbeitskreistreffen des Photonic-Net-AK DUV/VUV-Optik, Alzenau (10.2022)

G. Ctistis:

Nanoparticles and plasmonics for sensing applications, CINSaT autumn colloquium 2022, Kassel (11.2022)

F. Wieduwilt, G. Ctistis, T. Kutz, I. Aleknavičienė, H. Wackerbarth:

Wavelength-dependent SERS hot spot localization of stochastically generated plasmonic nanostructures, CINSaT autumn colloquium 2022, Kassel (11.2022)

J. Ihlemann, L.J. Richter, C.M. Beckmann, J. Meinertz:

Laser based fabrication of photonic nanostructures and nanoparticles, CINSaT autumn colloquium, Kassel (11.2022)

C.M. Beckmann, A. Röben, J. Ihlemann:

Laserbasierte Spannungskompensation bei Glassubstraten in der Dünnschichttechnologie, F.O.M.-Konferenz 2022: Gemeinsamer Fortschritt durch IGF-Vorlaufforschung in Optik, Photonik und Medizintechnik, Berlin (11.2022)

J. Meinertz, L.J. Richter, C.M. Beckmann, J. Ihlemann:

UV-Laserbasierte Markierung von Glasoberflächen, Workshop Laserbearbeitung von Glaswerkstoffen, Nürnberg (12.2022)

Abschlussarbeiten Final Thesis

Parul Jain

High-Resolution Reflection Microscopy via Absorbance Modulation, **Dissertation**, Georg-August-Universität Göttingen (11.2022)

Jens Oltmanns

Investigation of laser-induced structures on metal surfaces produced via two-beam and laser-plasmon interference **Dissertation**, Georg-August-Universität Göttingen (12.2022)

Laura Fütterer

Viskoelastische Verformung von Glassubstraten durch laserstrukturierte Spannungsschichten **Masterarbeit,** Georg-August-Universität Göttingen (05.2022)

Ausgewählte Kooperationspartner Selected Cooperation Partners



INDUSTRIEFORSCHUNG IN BEWEGTEN ZEITEN JAHRESRÜCKBLICK 2022

Die Deutsche Industrieforschungsgemeinschaft Konrad Zuse e.V. (Zuse-Gemeinschaft) bildet die "Dritte Säule" der deutschen Forschungslandschaft. Mission ihrer gut 80 Mitglieder – gemeinnützige, privatwirtschaftliche Forschungseinrichtungen – ist die praxisorientierte Forschung für mittelständische Unternehmen. Sie sind Träger von Innovation und Transfer, leisten Beiträge zum Gelingen von Transformationsprozessen und tragen zur Konkurrenzfähigkeit des Mittelstands sowie zum Erhalt und zur Schaffung von Arbeitsplätzen in Zukunftstechnologien bei. Unser Institut ist Mitglied der Zuse-Gemeinschaft. Im zurückliegenden Jahr endete mit dem Angriff Russlands auf die Ukraine eine Periode des Friedens in Europa. Dieser Schock, die Nachwirkungen der Coronapandemie sowie die Defizite bei der digitalen, ökologischen und gesellschaftlichen Transformation führen dazu, dass sich Deutschlands Wissenschafts-, Technologie- und Innovationssystem erheblichen Herausforderungen stellen und neu ausrichten muss. Anerkannt wichtige Akteure wie die Institute der Zuse-Gemeinschaft sind stetig und vertrauensvoll einzubinden. Derzeit bleibt Deutschland hinter den von der OECD formulierten Mindestanforderungen zurück:



Funktionsmatrix des Clusters Digitalisierung und KI (Grafik: Zuse-Gemeinschaft / supstanz.com)



Die im Grundsatz robust aufgestellte, bewährte anwendungsorientierte Industrieforschung mit ihren Förderprogrammen INNO-KOM, Industrieller Gemeinschaftsforschung (IGF) und dem Zentralen Innovationsprogramm Mittelstand (ZIM) ist weiterhin nicht bedarfsgerecht finanziert; es mangelt an nachhaltigen Anreizsystemen für den Mittelstand zur Steigerung der Innovationskraft. Hinzu treten der monatelange Förderstopp sowie die verschärften Zugangsbedingungen bei ZIM. Mit der Idee einer Deutschen Agentur für Transfer und Innovation (DATI) formuliert die Politik zwar interessante Gedanken zur Steigerung der Innovationskraft, ignoriert aber geborene und erfahrene Garanten für erfolgreichen Transfer und Innovation wie die Institute der Zuse-Gemeinschaft.

Die Zuse-Gemeinschaft reagiert darauf mit einer Intensivierung des Austauschs im Netzwerk: Neu gegründet wurde der Cluster Digitalisierung und KI. Die Gründung eines Wasserstoff-Clusters ist in Vorbereitung. Mit dem Format "Business Talk" bietet der Verband seinen Institutsleitungen und Geschäftsführungen ein Forum zum informellen Austausch zu wirtschafts- und wissenschaftspolitischen sowie administrativen Fragen. Bei der Podiumsdiskussion "Mehr Transfer wagen" wagten wichtige Akteure des Innovationssystems aus Politik, Administration, Verbänden und Wirtschaft einen gemeinsamen Blick in die Zukunft.

Personelle Veränderungen gab es in Präsidium und Senat: Peter Steiger, Vorstand der Deutschen Institute für Textil- und Faserforschung Denkendorf (DITF), ist neues Mitglied des Präsidiums. Neu in den Senat gewählt wurden Ye-One Rhie MdB (SPD) und Melis Sekmen MdB (B'90/Grüne) sowie Dr. Sebastian Bolay, Bereichsleiter Energie, Umwelt und Industrie beim Deutschen Industrieund Handelskammertag (DIHK). Das Bundesminis-



Neu im Senat der Zuse-Gemeinschaft (von links nach rechts): Dr. Sebastian Bolay, Melis Sekmen MdB und Ye-One Rhie MdB.



DITF-Vorstand Peter Steiger verstärkt das Präsidium der Zuse-Gemeinschaft. (Foto: Zuse-Gemeinschaft)

terium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) vertritt künftig Dr. Daniela Brönstrup.

Die anstehenden Herausforderungen nimmt die Zuse-Gemeinschaft sehr ernst. Als Vertretung Ihrer Mitglieder gegenüber Politik und Administration setzt sie auf ein proaktives, konstruktives und partnerschaftliches Miteinander mit dem Ziel, bestmögliche Lösungen zu finden und zu realisieren.

Weitere Informationen finden Sie unter: www.zuse-gemeinschaft.de twitter.com/Zuse_Forschung

EXAMPLE ANKOMMT.



IFNANO

Laser World of Photonics 2022

Die Weltleitmesse der Laser- und Photonikindustrie fand vom 26. bis 29. April 2022 in München statt. Auf dieser Messe präsentierte unser Institut verschiedene innovative Technologien und Anwendungen im Bereich der Laser- und Photonikforschung:

Wir demonstrierten die Herstellung von Holografischen Strukturen auf Glas. Mit einem eigens entwickelten Verfahren können wir auf Glasoberflächen beugende Strukturen erzeugen, die Licht in seine Spektralfarben zerlegen. Diese Strukturen können als Sicherheitsmerkmale für Werkstücke dienen, zur Speicherung von Informationen wie QR-Codes oder zu dekorativen Zwecken genutzt werden.

Wir präsentierten auch eine gestreckte, flexible Hohlfaser, mit der ultrakurze Laserpulse komprimiert werden können. Durch die skalierbare Länge der Faser können wir große Kompressionsfaktoren erreichen. Zudem ermöglicht ein spezielles Kühlund Schutzkonzept den Betrieb auch bei extrem hohen Pulsleistungen.

Laser World of Photonics 2022

The world's leading trade fair for the laser and photonics industry took place from April 26th to 29th, 2022, in Munich. At this trade fair, our institute showcased various innovative technologies and applications in the field of laser and photonics research:

We demonstrated the production of holographic structures on glass. With a specially developed technique, we can create diffractive structures on glass surfaces that disperse light into its spectral colors. These structures can be used as security features for workpieces, for information storage (such as QR codes), or for decorative purposes.

We also presented a stretched, flexible hollow fiber that allows the compression of ultra-short laser pulses. The scalable length of the fiber enables us to achieve significant compression factors. Additionally, a special cooling and protection concept enables operation even at extremely high pulse powers.



Unser Institut hat eine Laborplasmaquelle entwickelt, mit der weiche Röntgen- und Extrem Ultraviolette (EUV) Strahlung erzeugt werden kann. Diese Quelle findet Anwendung in der Optikcharakterisierung mittels Reflektometrie sowie in der chemischen Analytik mittels Absorptionsspektroskopie.



Our institute has developed a laboratory plasma source capable of generating soft X-ray and extreme ultraviolet (EUV) radiation. This source can be used for optical characterization through reflectometry and chemical analysis via absorption spectroscopy.

In der Röntgenmikroskopie ermöglicht sie Auflösungen im Nanometerbereich. Zudem können wir mit geeigneten Optiken die Strahlung fokussieren und Stabilitäts- und Zerstörschwellmessungen an EUV-optischen Materialien und Sensoren im Zusammenhang mit der zukünftigen Halbleiterlithographie-Wellenlänge von 13,5 Nanometer durchführen. Mit dem Hartmann-Shack-Wellenfrontsensor des IFNANO können wir Laserstrahlen in Echtzeit Analysieren und deren Ausbreitungsverhalten prognostizieren. In X-ray microscopy, it enables resolutions in the nanometer range. Furthermore, with suitable optics, we can focus the radiation and perform stability and damage threshold measurements on EUV optical materials and sensors for future semiconductor lithography wavelength of 13.5 nanometers.

Using the IFNANO's Hartmann-Shack wavefront sensor, we can analyze laser beams in real-time and predict their propagation.



Des Weiteren präsentierten wir in München das STED-Prinzip, mit dem mikroskopische Aufnahmen mit einer Auflösung von nur wenigen zehn Nanometern im sichtbaren Spektralbereich erstellt werden können. Die Detailschärfe dieser Bilder ist bis zu zehnmal höher als bei der klassischen Fluoreszenzmikroskopie. Dadurch ist es möglich, molekulare Prozesse in lebenden Zellen zu untersuchen.



Additionally, we presented the STED (stimulated emission depletion) principle in Munich. It allows the creation of microscopic images with a resolution of just a few tens of nanometers in the visible spectral range. The level of detail in these images is up to ten times higher than that in classical fluorescence microscopy, thus enabling the study of molecular processes in living cells.

IFNANO

Messen und Veranstaltungen Exhibitions and Events



Das IFNANO auf der IdeenExpo 2022

Vom 02. – 10. Juli war es wieder soweit! Die Ideen Expo startete auf dem Messegelände in Hannover.

Es handelt sich um Europas größtes Jugend-Event zum Thema Technik und Naturwissenschaften. Auch das IFNANO war in diesem Jahr wieder mit einem neuen interaktiven Exponat dabei.

Im Jahr 2022 lautete das Motto: "Bist du so schnell wie das Licht?" Diese Frage konnten die Besucher beim Nano-Sprint beantworten.

IFNANO at the IdeenExpo 2022

From July 2nd to 10th, it was time again! The IdeenExpo started at the exhibition grounds in Hannover.

It is Europe's largest youth event dedicated to technology and natural sciences. The IFNANO was once again part of it this year with a new interactive exhibit.

In 2022, the theme was "Are you as fast as light?" Visitors had the opportunity to answer this question at the Nano-Sprint.







Die Schülerinnen und Schüler liefen auf einer Strecke von 4 Metern so schnell wie möglich, während das IFNANO-Team mithilfe optischer Sensoren die Beschleunigung und Geschwindigkeit maß. Sogar die jüngsten Besucher hatten großen Spaß und rannten, was das Zeug hielt. The pupils ran as fast as they could on a 4-meter track while the IFNANO team measured their acceleration and speed using optical sensors. Even the youngest visitors had lot of fun and ran as fast as they could.





Alle, die sich im Wettlauf gegen das Licht messen wollten, fanden den Nano-Sprint in Halle 9 im Themenbereich LifeScience Area. Anyone who wanted to compete against the speed of light could find the Nano-Sprint in Hall 9, in the LifeScience Area.





Das IFNANO auf dem Tag der Niedersachsen 2022

Mit dem "Tag der Niedersachsen" feiert das Land seine Kultur, Geschichte und Vielfalt. Alle zwei Jahre wird in einer anderen Stadt gefeiert. Vom 10. bis zum 12. Juni begingen die Niedersachsen das dreitägige Kulturfest unter dem Motto "Stadt.Land.Fest" rund um den Maschsee in der Landeshauptstadt Hannover. Auch das Institut für Nanophotonik Göttingen präsentierte sich auf der Innovationsmeile der interessierten Öffentlichkeit.

Neben der Vorstellung des Instituts lag der Schwerpunkt auf der Präsentation des Südniedersachsen Point-of-Care Clusters (SNiPoCC), an dem das IFNANO maßgeblich beteiligt ist.

The IFNANO at the Day of Lower Saxony 2022

With the "Tag der Niedersachsen" (Day of Lower Saxony), the state celebrates its culture, history, and diversity. It takes place every two years in a different city. From June 10th to June 12th, the people of Lower Saxony celebrated the three-day cultural festival under the theme "Stadt.Land.Fest" (City. State.Festival) around the Maschsee lake in the state capital, Hannover. The Institute of Nanophotonics Göttingen also presented itself to the interested public at the Innovation Mile.

In addition to introducing the institute, the focus was on presenting the Südniedersachsen Point-of-Care Cluster (SNiPoCC), in which IFNANO plays a leading role.







Für zukünftige Forscherinnen und Forscher hatte das IFNANO-Team Experimente vorbereitet, die spielerisch die Funktionsweise von Schnelltests vermittelten und gleichzeitig anschaulich das Prinzip der Trennung mittels Chromatographie erklärten. Diese Aktivitäten sorgten für staunende und freudige Augen der Kinder, die von den bunten Experimenten fasziniert waren. For the future researchers, the IFNANO team had prepared experiments that playfully explained the functionality of rapid tests and vividly demonstrated the principle of separation using chromatography. These activities left the children in awe and joy, as they were fascinated by the colorful experiments.



