

# Elektronenmikroskop der Superlative an der TU Graz

## Top Electron Microscope at Graz University of Technology

Ferdinand Hofer, Gerald Kothleitner, Werner Grogger



Ferdinand Hofer ist Leiter des Instituts für Elektronenmikroskopie und Nanoanalytik an der Fakultät für Technische Mathematik und Technische Physik und ist stellvertretender Leiter des FoE „Advanced Materials Science“.

Ferdinand Hofer is head of the Institute for Electron Microscopy and Nanoanalysis at the Faculty of Technical Mathematics and Technical Physics. He is also head of the Graz Centre for Electron Microscopy and deputy spokesman of the FoE Advanced Materials Science.

**Moderne Materialien wären ohne Elektronenmikroskopie nicht denkbar. Mit hochenergetischen Elektronen können Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler detaillierte Einblicke in den atomaren Aufbau und in atomare Prozesse von Festkörpern und Biomaterialien gewinnen. Auf diesem topaktuellen Forschungsgebiet kann die TU Graz mit dem im Jahr 2011 installierten Hochauflösungselektronenmikroskop ASTEM des Zentrums für Elektronenmikroskopie Graz (ZFE) im vordersten Bereich der Materialforschung mitmischen und bildet damit das österreichische Zentrum für atomar auflösende Elektronenmikroskopie und -spektroskopie auf international höchstem Niveau.**

*Electron microscopy is one of the key methods in materials science. By using high-energy electrons, scientists acquire detailed insights into the atomic structure and atomic processes in solids and biomaterials. The installation of the Austrian Scanning Transmission Electron Microscope (ASTEM) at Graz University of Technology in 2011 opened a new path at the forefront of nanoscience research. In cooperation with the Graz Centre for Electron Microscopy, Graz University of Technology now hosts the leading Austrian centre for atomically resolved electron microscopy and spectroscopy with international visibility.*

In einer berühmt gewordenen Rede vor der American Physical Society am 29. Dezember 1959 legte der amerikanische Physiker Richard P. Feynman seine Überlegungen zur Miniaturisierung der Naturwissenschaften und der Technik dar. Feynman erkannte, dass der Schlüssel dazu in einer entscheidenden Verbesserung der Elektronenmikroskope liegt. Er vertrat die Meinung, dass eine hundertfache Verbesserung der elektronenmikroskopischen Auflösung es möglich machen müsste, die einzelnen Atome klar und deutlich zu sehen. Zu diesem Zeitpunkt war bereits bekannt, dass elektromagnetische Rundlinsen, die in Elektronenmikroskopen verwendet werden, eine nachteilige Eigenschaft besitzen, die das Auflösungsvermögen der Elektronenmikroskope über Jahrzehnte deutlich einschränkte, und zwar die sogenannte sphärische Aberration (Öffnungsfehler). Elektronen, die die strahlformenden Linsen fern der optischen Achse durchlaufen, werden zu stark abgelenkt und bewirken „unscharfe“ Bilder. Erst aufgrund von bahnbrechenden Arbeiten von Harald Rose, Max Haider und Knut Urban in den Neunzigerjahren (hono-

In his famous talk to the American Physical Society on December 29, 1959, physicist Richard P. Feynman expounded his ideas on the future of miniaturization in the natural sciences and technology. He recognized that the key to this development lies in an essential improvement of electron microscopy. So he posed a challenge to physicists: "... is there no way to make the electron microscope 100 times better?" It was already realized at this time that the resolution of electron microscopes was mainly limited by the spherical aberrations of the electromagnetic round lenses which are normally used in electron microscopes. Electrons which run far off the centre of the beam-forming lenses are more strongly bent back to the axis. As a result, the resolution of the electron microscope is degraded by the imaging process, thus delivering "unsharp" images. This situation could not be improved over several decades. It was only due to the ground-breaking work of Harald Rose, Max Haider and Knut Urban in the 1990s that this important limitation could be solved by developing an electron-optical spherical aberration corrector (awarded the Wolf Prize in Physics in 2011). It thus became possible to

Abb. 1: Das ASTEM-Mikroskop FEI Titan 60–300 im Haus Steyrergasse 17 mit den Mitarbeitenden, die am Projekt maßgeblich beteiligt waren: Gerhard Birnstingl, Gerald Kothleitner, Ferdinand Hofer, Ulrike Stürzenbecher, Werner Grogger und Evelin Fisslthaler (v. l. n. r.).

Fig. 1: The ASTEM Microscope FEI Titan 60-300 in the basement of the building at Steyrergasse 17 with the key role players in the ASTEM project: Gerhard Birnstingl, Gerald Kothleitner, Ferdinand Hofer, Ulrike Stürzenbecher, Werner Grogger and Evelin Fisslthaler, from left to right.

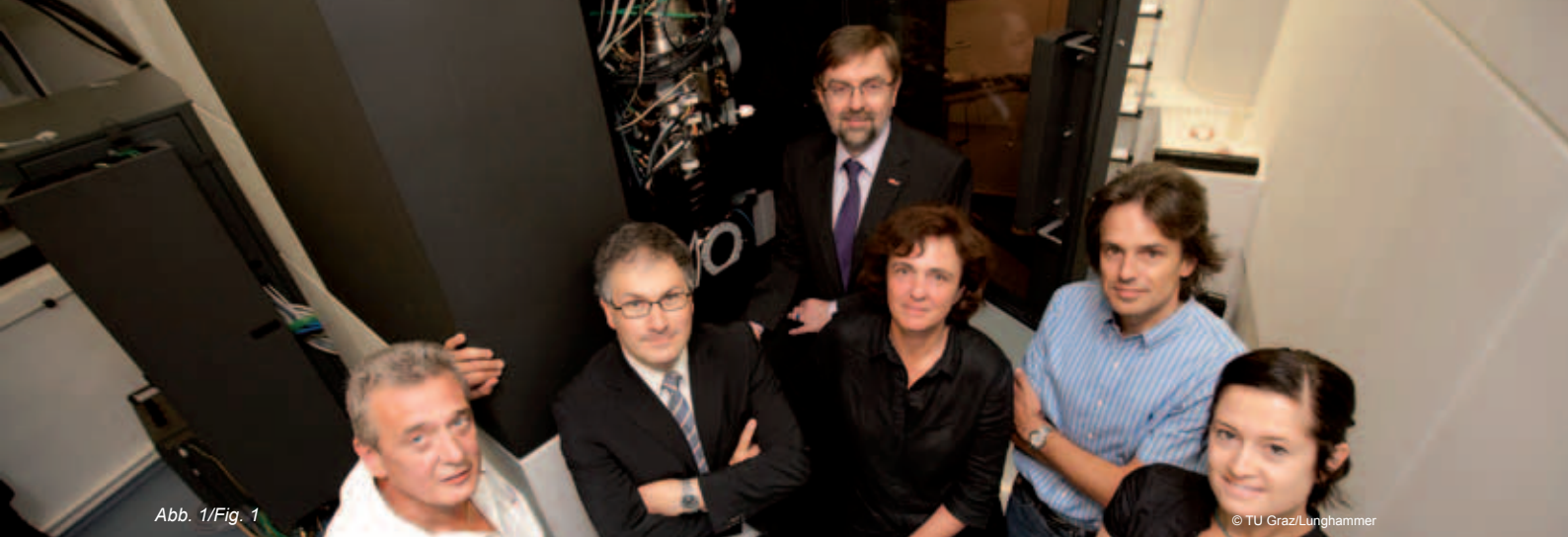


Abb. 1/ Fig. 1

© TU Graz/Lunghammer

riert mit dem Wolf-Preis für Physik 2011) konnte der Öffnungsfehler elektronenoptisch korrigiert und damit eine Auflösung von weniger als 0,1 Nanometer (1 Zehnmillionstel Millimeter) erzielt werden. Die aberrationskorrigierte Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) verbreitete sich weltweit sehr rasch, die ersten kommerziellen Geräte wurden vor etwa neun Jahren ausgeliefert. Inzwischen wurden bereits mehr als 300 aberrationskorrigierte Elektronenmikroskope weltweit installiert.

#### Das ASTEM

Die Bedeutung und die Vorteile der neuen Technologie wurden natürlich auch an der TU Graz erkannt und daher begann man bereits vor acht Jahren mit den Planungsarbeiten. Ein erster Projektantrag im Jahre 2008 wurde mit dem Argument abgelehnt, dass in Österreich zu wenig Bedarf an einem modernen Hochauflösungselektronenmikroskop bestehe. Da die aberrationskorrigierte Elektronenmikroskopie zu diesem Zeitpunkt aber bereits Stand der Technik war, wurde von den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des FELMI/ZFE eine weitere Initiative gestartet. Im Jahr 2008 wurde ein Projekt über die Förderungsschiene COIN-Aufbau der FFG eingereicht und mit Unterstützung der Austrian Cooperative Research (ACR) konnte die erste Ausbaustufe eines aberrationskorrigierten Transmissionselektronenmikroskops tatsächlich realisiert werden (Titan 60–300 der Firma FEI Company in Eindhoven, Niederlande). In rascher Folge konnte das Mikroskop mit weiteren Projektförderungen durch das Land Steiermark, die Steirische Wirtschaftsförderung, die Sparte Industrie der Wirtschaftskammer Steiermark und mit Mitteln des Vereins zur Förderung der Elektronenmikroskopie, der TU Graz und des Ministeriums für Wirtschaft, Familie und Jugend zu einem der weltbesten Transmissionselektronenmikroskope ausgebaut wer-

record electron microscopy images with a resolution of less than 0.1 nanometer (10 millionth millimeter), thus providing true atomic resolution. Given the high scientific potential of the new technique, several companies immediately developed microscopes with aberration correctors. The first commercial transmission electron microscopes (TEM) could be delivered about nine years ago and in the meantime, more than 300 aberration-corrected TEMs have been installed world-wide.

#### The ASTEM

The power and the advantages of aberration-corrected microscopes were also rapidly recognized at Graz University of Technology. Consequently, the first plans and discussions started more than eight years ago and resulted in a project proposal to establish such an advanced microscope in Graz in 2008. However, the proposal was rejected with the argument that there was not enough need in Austria for such an expensive instrument. At this time aberration-corrected TEMs were already state-of-the-art and therefore we developed a new project proposal. Finally in 2009, the FFG in Vienna funded our project application in "COIN-Aufbau", and with the support of Austrian Cooperative Research (ACR) it was possible to establish an aberration-corrected transmission electron microscope (Titan 60-300 by FEI Company, Eindhoven, The Netherlands). This microscope was rapidly extended by further project funding from the Styrian Provincial Government, the Styrian Business Promotion Agency (SFG), the Chamber of Commerce of Styria (industry section), the "Verein zur Förderung der Elektronenmikroskopie", Graz University of Technology and the Federal Ministry of Economy, Family and Youth in Vienna. This broad support helped to establish one of the best transmission electron microscopes in the world (Fig. 1). Due to the high investment sum of more than four million euros, it



*Gerald Kothleitner ist Leiter der Arbeitsgruppe für analytische Transmissionselektronenmikroskopie. Seine Forschungsarbeiten konzentrieren sich auf methodische Entwicklungen im Bereich der spektroskopischen Analytik und deren Anwendung auf materialwissenschaftliche Problemstellungen mit atomarer Auflösung, der Elektronentomographie sowie der Designverbesserung von Geräten.*

*Gerald Kothleitner is head of the working group for analytic transmission electron microscopy. His research includes methodological developments in the field of spectroscopic analysis and their application at atomic resolution in problems of materials science, electron tomography and the improvement of design of appliances.*

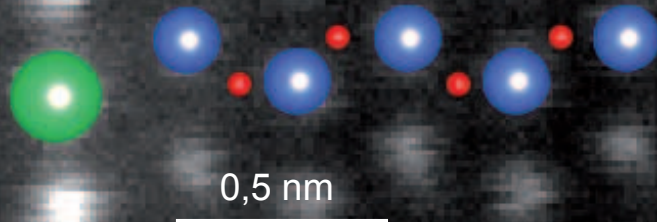


Abb. 2/Fig. 2

© Velimir Radmilovic



Werner Grogger leitet die Arbeitsgruppe für bildgebende Verfahren der Transmissionselektronenmikroskopie. Seine Forschungsinteressen gelten der Strukturaufklärung mittels Phasenkontrast- und Beugungsverfahren, der Energiefilterung, der Bildsimulation und der Kryo-Elektronenmikroskopie.

Werner Grogger is head of the working group for imaging techniques in transmission electron microscopy. His research interests include structural elucidation using phase contrast microscopy and diffraction techniques, energy filtering, image simulation and cryo-electron microscopy.

den (Abb. 1). Aufgrund der hohen Investitionskosten von mehr als vier Millionen Euro handelt es sich um eine der größten Investitionen in wissenschaftliche Infrastruktur in Österreich.

### Was leistet das ASTEM?

Das ASTEM ermöglicht die Charakterisierung nanoskaliger Strukturen in Materialien, Werkstoffen und Baumaterialien – einschließlich ihrer Kristallographie und chemischen Zusammensetzung sowie ihrer physikalischen Eigenschaften – bis in atomare Dimensionen. Der Einsatzbereich erstreckt sich von der Erforschung von Defekten, Korngrenzen und Grenzflächen in Werkstoffen, Keramiken, Legierungen und organischen und anorganischen Bauelementen bis zur Analytik von Nanoteilchen und Biomaterialien.

Dazu werden im ASTEM Elektronen auf 300.000 Volt beschleunigt, um dünne Proben mit einer Dicke von 10 bis 100 Nanometern zu durchstrahlen. Die Präparation dieser Proben erfordert Spezialwissen, das an der TU Graz über viele Jahre aufgebaut wurde. Das ASTEM wird hauptsächlich im Rastermodus betrieben. Hierbei tastet ein fast unvorstellbar feiner Elektronenstrahl die dünne Probe ab und die durch Wechselwirkung mit den Probenatomen gestreuten Elektronen werden von speziellen Detektoren aufgefangen. Durch die Aberrationskorrektur des ASTEM kann der Strahldurchmesser auf weniger als 0,1 Nanometer reduziert und der Strahlstrom gegenüber konventionellen Systemen gleichzeitig um den Faktor 10 erhöht werden. Damit können die Messzeiten und das Signal-zu-Rausch-Verhältnis in den Bildern und bei spektroskopischen Daten entscheidend verbessert werden (Abb. 2).

Ein großer Vorteil von Raster-TEMs liegt darin, dass sich Strukturinformation und chemische Information mit hoher Auflösung kombinieren lassen. Das ASTEM war das erste Mikroskop, das sowohl mit einem völlig neuen Röntgendetektor

is probably one of the most expensive scientific items of infrastructure in Austria.

### The achievements of the ASTEM

The Austrian Scanning Transmission Electron Microscopy (ASTEM, Titan 60-300) will be used for the detailed characterization of nanoscale structures in all kinds of materials down to atomic resolution – including crystallography, chemical composition and physical properties. The application fields range from the analysis of defects, grain boundaries and interfaces in materials, ceramics, alloys and organic and inorganic circuits to structural studies of nanoparticles and biomaterials.

The electrons in the ASTEM are accelerated to 300,000 volts in order to provide better transmission through thin specimens. The preparation of specimens with thicknesses between 10 to 100 nanometers needs highly developed procedures which are already available at the institute.

The ASTEM is mostly operated in scanning mode, which means that a very finely focused beam of electrons moves across the specimen. Interactions between the beam electrons and specimen atoms generate scattered electrons which are collected with special electron detectors. The aberration corrector of the ASTEM reduces the beam diameter down to 0.1 nanometers and increases the beam current by 10 times when compared with conventional microscopes. This helps to improve the acquisition time and the signal-to-noise ratio in the images and spectra, thus providing superior data quality (Fig. 2). One of the principal advantages of the scanning TEM (STEM) is in enabling the simultaneous acquisition of signals such as scattered electrons, X-rays and energy-loss electrons.

The ASTEM was the first Titan microscope in the world to be equipped with both a completely new large-area x-ray detector from FEI Company and

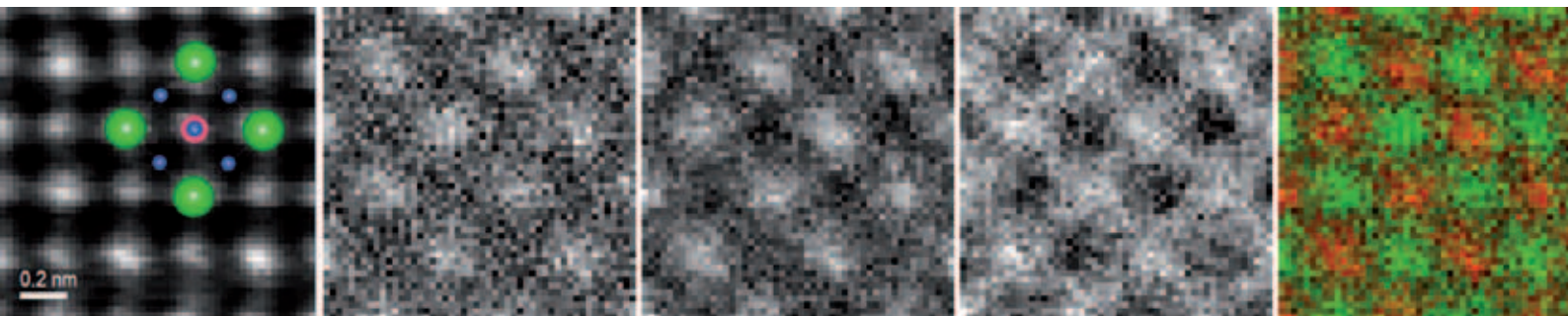


Abb. 3/ Fig. 3

© TU Graz/Kothleitner

von FEI Company als auch mit einem neu entwickelten abbildenden Energiefilter der US-amerikanischen Firma Gatan ausgestattet wurde. Aufgrund der engen Zusammenarbeit mit Gatan ist es weltweit zum ersten Mal gelungen, sowohl röntgenspektroskopische als auch elektronenspektroskopische Elementverteilungsbilder mit atomarer Auflösung und einer extrem hohen Rastergeschwindigkeit von mehr als 1.000 Spektren pro Sekunde aufzunehmen. Damit konnte die Arbeitsgruppe von Gerald Kothleitner atomar aufgelöste Elementverteilungsbilder eines  $\text{SrTiO}_3$ -Kristalls quantifizieren, d. h. die Anzahl der Atome in den einzelnen Atomsäulen exakt messen (Abb. 3). Die theoretische Interpretation dieser Ergebnisse erfolgt in Kooperation mit der Arbeitsgruppe von Professor Les Allen von der Universität Melbourne (Australien).

### Forschungskooperationen

Dank ASTEM ist die TU Graz nun auch im exklusiven Klub des Elektronenmikroskopie-Netzwerks ESTEEM (Enabling Science and Technology through European Electron Microscopy) vertreten. Das ESTEEM-Projekt vereinigt die Forschungsexpertise der 14 führenden elektronenmikroskopischen Labore in Europa und eröffnet europäischen Forschern den Zugang zu den besten Elektronenmikroskopen in Europa. Das Mikroskop wird bereits intensiv für Forschungsarbeiten im FoE „Advanced Materials Science“ und ebenso für Kooperationen mit der österreichischen Wirtschaft eingesetzt. ■

#### Literatur/References:

Toni Feder, *Electron microscope gets x-ray vision. Physics Today*, 64, 10 (2011) 28–29.

a newly developed energy-filter from the US-company Gatan. Due to our close collaboration with Gatan, it was also possible to establish a procedure for the simultaneous acquisition of elemental maps using X-rays and energy-loss electrons – for the first time at atomic resolution and at very high scanning rates (1000 spectra per seconds).

These developments have been essential for the group of Gerald Kothleitner to quantify atomically resolved elemental maps of a  $\text{SrTiO}_3$  crystal in order to capture the number of atoms in the atomic columns (Fig. 3). The theoretical interpretation of these results is done in collaboration with professor Les Allen from the University of Melbourne (Australia).

### Research cooperations

The launch of the ASTEM helped Graz University of Technology to become a member of the exclusive club of the electron microscopy network ESTEEM (Enabling Science and Technology through European Electron Microscopy). The ESTEEM project unites the research expertise of the 14 leading electron microscopy laboratories in Europe and provides access for the academic research community in the physical sciences to some of the most powerful microscopes. Additionally, the ASTEM is already intensively used for research work in the FoE Advanced Materials Science and also for collaborations with industrial partners. ■

Abb. 2: Hochaufgelöstes STEM-Bild eines Zinkoxid-Nanodrahtes, der mit Indium dotiert wurde, aufgenommen mit dem ASTEM im „high-angle annular dark-field“-Modus von Velimir Radmilovic. Zink-Atome bzw. Atomsäulen sind grau (blaue Markierung) und die Indiumatomsäulen erschienen hell (grüne Markierung).

Fig. 2: High resolution STEM-image of a zinc oxide nanowire doped with indium; recorded with the ASTEM in high-angle annular dark field mode by Velimir Radmilovic; zinc atom columns appear grey (marked in blue) and the indium rich atom columns appear bright (marked in green).

Abb. 3: Atomar aufgelöste Elementverteilungsbilder von Strontiumtitanat ( $\text{SrTiO}_3$ ); ASTEM-Untersuchung mit einem 0,1 nm Elektronenstrahl, die Elementverteilungsbilder wurden mit der Elektronenenergieverlustspektroskopie aufgenommen; STEM-Bild mit Strukturmodell, Strontium-Verteilungsbild, Titan-Verteilungsbild, Sauerstoff-Verteilungsbild, RGB-Bild mit Strontium (grün) und Titan (rot).

Fig. 3: Atomically resolved elemental maps of strontium titanate ( $\text{SrTiO}_3$ ); ASTEM investigation with a 0.1 nm electron beam, the elemental maps were recorded using electron energy-loss spectroscopy; STEM-image with structure model, strontium map, titanium map, oxygen map, RGB-image with strontium (green) and titanium (red).