TUG Forschungsjournal WS 03/04

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Ferdinand Hofer Institut für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforschung E-Mail: ferdinand.hofer@TUGraz.at Tei: 0318 873 8820



Rat für Forschung und Technologieentwicklung (RFT)-Projekte: Neue Untersuchungsmethoden für Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie

Austrian Council for Research and Technology Development (RFT)-Projects: New Research Methods for Microsystems Technology and Nanotechnology

Abbildende mikroskopische Untersuchungsverfahren, die in den letzten Jahren eine stürmische Weiterentwicklung erfahren haben, sind für die Entwicklung moderner Materialien inzwischen unverzichtbar geworden. Hierbei spielt die Elektronenmikroskopie – nicht nur aufgrund der Auflösung, die bis in den Bereich atomarer Dimensionen reichen kann, sondern auch weil die Bildinformation direkt mit der Kristallstruktur und der chemischen Zusammensetzung verknüpft werden kann – eine zentrale Rolle.

Um diesem internationalen Wissenschaftstrend Rechnung zu tragen, wurden an der TU Graz neue Hochleistungs-Elektronenmikroskope aufgebaut, die in dieser Kombination und Leistungsfähigkeit in Mitteleuropa einzigartig sind (z.B. das analytische Hochauflösungs-

elektronenmikroskop mit Monochromator, siehe TUG Print 6). Der Ausbau des Institutes zur führenden österreichischen Einrichtung auf dem Gebiet der Elektronenmikroskopie ist ein wesentliches Leitprojekt für Wissenschaft und Forschung in der Steiermark. Diese Aktivitäten sind auch perfekt in den TU-Forschungsschwerpunkt "Advanced Materials Science" und in das NANONET Styria eingebettet.

Aufgrund des RFT-Projektes konnten in den letzten beiden Jahren neue Hochleistungsdurchgeführt werden. Das Erhitzen der Proben bis zum Schmelzpunkt ist gefahrlos möglich, da ein Zusammenbruch des Vakuums durch das abgedampfte Material verhindert wird. Zusätzlich zum Druck können sowohl das Kammergas als auch die Temperatur (von –170° bis 1500°C) variiert werden, wodurch es möglich wird chemische Reaktionen wie etwa Korrosion von Metallen, Elektrolyt-Festkörper Wechselwirkungen oder auch die Legierungsbildung von Metallen gezielt zu untersuchen.

Das ESEM Grundgerät wurde vom ZFE Graz mit Unterstützung der Steirischen Wirtschaftsförderung (SFG) aufgebaut. Im Rahmen des RFT-Projektes erfolgte der Vollausbau mit allen wichtigen Zusatzkomponenten wie einer Feldemissionskathode, einer Zug- und Druckbühne, einem energiedispersiven Röntgendetektor und einer

Heizbühne.



Abb.1a NANOLAB-Anlage (von FEI, Portland, USA) ausgerüstet mit einem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop, fokussiertem Ionenstrahl, Mikromanipulator, Röntgendetektor und Gaseinlasssystem; 1b Aufbau einer Platin-Nanospitze abgeschieden im Elektronenstrahl der NANOLAB-Anlage.

D | - 100 mm

mikroskope aufgebaut bzw. bestehende Mikroskope in der Leistungsfähigkeit wesentlich erweitert werden. Diese Geräte werden im folgenden kurz präsentiert:

Ein Mikroskop als Mikrolabor

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) ermöglicht die Charakterisierung vieler Festkörper in bezug auf Topographie, chemischer Zusammensetzung und Kristallographie mit einer Auflösung von etwa 100 nm: Konventionelle Rasterelektronenmikroskope arbeiten jedoch im Hochvakuumbereich, so dass feuchte Proben nicht direkt untersucht werden können, da sie im Vakuum wegen des völligen Feuchtigkeitsentzuges ihre Struktur ändern.

Im Sommer 2002 installierte das ZFE Graz ein neues "Environmental"-Rasterelektronenmikroskop (ESEM), in dem der Druck in der Probenkammer bis maximal 40 Torr erhöht werden kann, wodurch der Einsatzbereich in mehrfacher Hinsicht erweitert wird: Durch die Druckveränderung können Untersuchungen jetzt auch an feuchten bzw. feuchtigkeitsenthaltenden Proben ohne Strukturänderungen

NANOLAB-Anlage

Im September 2003 wurde am FELMI ein "Nanolaboratorium" in Vollausstattung installiert, das von FEI Portland (USA) gebaut und zur Gänze über das RFT-Projekt finanziert wurde (Abb.1a). Im Prinzip besteht diese Anlage aus einem Hochauflösungs-Rasterelektronenmikroskop, das mit einer fokussierten Ionenquelle (flüssiges Gallium) und einem integrierten Mikromanipulator ausgerüstet ist. Außer der hochauflösenden

Abbildung von Probenoberflächen ermöglicht dieses neuartige Mikroskop auch einen Blick in das Innere der Probe. Mithilfe des fokussierten Ionenstrahls (5-10 nm Durchmesser) kann die Probe aufgeschnitten und so der innere Aufbau untersucht werden. Da diese Analysen mit sehr hoher Zielgenauigkeit durchgeführt werden können, ergeben sich völlig neue Möglichkeiten für die ortsaufgelöste Analytik von Defekten in Werkstoffen (z.B. bei Beschichtungen von Werkstoffen, Halbleiterbauelementen). Mit diesem Mikroskop können aber auch 50 nm dünne Lamellen für TEM-Untersuchungen zielgenau geschnitten und mit Hilfe des Mikromanipulators für die Untersuchung im TEM positioniert werden. Eine wichtige Erweiterung stellt die Möglichkeit dar, sowohl mit dem Ionen- als auch dem Elektronenstrahl Nanometer dünne Schichten oder Nanostrukturen mittels "Chemical Vapor Deposition" abzuscheiden (Abb.1b). Dazu ist das Mikroskop mit einem Gaseinlasssystem ausgerüstet, das die präzise Abscheidung von Metallen (Platin), Oxiden (Siliziumoxid) und das rasche Ätzen von Silizium mittels Xenonfluorid ermöglicht. Bildgebendes Infrarot Mikroskop

TUG Forschungsjournal WS 03/04

> Die Charakterisierung von Polymer- und Biomaterialien spielt eine große Rolle für die Optimierung der Werkstoffeigenschaften und das Design neuer funktioneller Kunststoffe. Gerade dem Chemiker ist seit vielen Jahren geläufig, dass Infrarot- und Raman-Spektroskopie Informationen zum chemischen Verbindungstyp und zur räumlichen Anordnung der Atome im Molekül und seiner Umgebung liefern. Kombiniert man diese spektroskopischen Techniken mit einem Lichtmikroskop, können auch Spektren von um kleinen Probenbereichen aufgenommen werden. Im Rahmen des RFT-Projektes wurde ein FTIR-Mikroskop finanziert, das vom ZFE Graz mit einem bildgebenden System (Focal Plane Array Detektor) erweitert wurde. Damit gelingt jetzt auch die zwei- oder dreidimensionale Darstellung von Substanzverteilungen, Dichte- und Stresseffekten mit rastertechnischen Verfahren. Zusammen mit dem dispersiven Raman-Mikroskop besitzt das Institut auf dem Gebiet der schwingungsspektroskopischen Mikroanalytik eine leistungsstarke Gerätekombination, die bereits in Zusammenarbeit mit anderen Instituten der TU Graz und der österreichischen Industrie für Problemlösungen eingesetzt wird.

Weitere Informationen: www. felmi-zfe.tugraz.at

New Research Methods for Microsystems Technology and Nanotechnology

As scientists have learned to control the microstructure of modern materials on an ever finer scale, microscopy has become increasingly important. Particularly electron microscopy plays a key role, because the information in the electron microscopical image can be combined with detailed information on crystallography, physical properties and chemical composition at a nanometer scale and in some cases even at atomic resolution.

Graz University of Technology has followed this trend in international research, with a project on new leading edge instruments in the field of microscopy, supported by the Austrian Council for Research and Technology Development (RFT). The project fits perfectly into several main research areas of Graz University of Technology, such as materials science and technical life sciences.

The environmental scanning electron microscope allows to study soft matter and even wet materials at sub-micrometer resolution. With this micro-laboratory we can perform dynamical experiments such as cooling, heating, mechanical property experiments and chemical reactions. The NANOLAB instrument combines scanning electron microscopy and precisely focused ion beam etch and deposition. It is a complete nanotechnology laboratory in one tool and can be used for nanoscale prototyping, nano-machining, characterization and nano-analysis. In addition, a new FT-infrared microscope with advanced imaging capabilities was installed which is mainly used for studying polymers and biomaterials.