



## Forschung an der Fakultät für Technische Mathematik und Technische Physik

### 3D-Elementverteilungsbilder von Bauelementen und Biomaterialien mittels Focused Ion Beam Anlage und Röntgenspektrometrie

#### *New methods in electron microscopy for tomographical investigations of semiconducting devices and biological materials with a dual beam-focused ion beam and X-ray spectrometry*

Mit der „Focused Ion Beam“ Anlage des Institutes für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforschung (FELMI) können völlig neue Analysen- und Präparationsmethoden im Mikro- und Nanometerbereich realisiert werden. In Zusammenarbeit mit der Firma FEI Company (Eindhoven) wurde im Mai 2005 ein Forschungsprojekt gestartet, welches weltweit erstmals automatisierte dreidimensionale Elementanalysen im Nanometerbereich für die Charakterisierung von Werkstoffen, Bauelementen und Biomaterialien ermöglichen soll.

Die „Dual Beam - Focused Ion Beam“ Anlage (FIB) des Institutes, die im Rahmen eines vom RFT geförderten UniINFRASTRUKTUR I Projektes im Herbst 2003 installiert wurde, ermöglicht neue Methoden für Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie. Die FIB ist eigentlich ein „Nanotechnologie-Labor“, das viele Einsatzmöglichkeiten bietet – angefangen von der Zielpräparation von TEM-Lamellen sowie der direkten Defektanalytik bei Halbleiterbauelementen und deren Modifikation über die generelle Möglichkeit der Mikro- und Nanostrukturierung bis hin zur tomographischen Untersuchung von Halbleiterbauelementen, Verbundwerkstoffen und Biomaterialien. Der große Vorteil einer Dual-Beam Anlage liegt darin, dass der fokussierte Elektronenstrahl zerstörungsfreie Abbildungen als auch energiedispersive röntgenspektrometrische Analysen (EDXS) bei sehr hoher Auflösung ermöglicht. Der fokussierte Galliumionenstrahl (Durchmesser bis zu 7 nm) wird vorwiegend zum Abtragen bzw. Schneiden der Probe und zum Abscheiden von nanostrukturierten Metallen oder Oxiden verwendet. Dieses kombinierte Analysen- und Manipulationsinstrument ist zusätzlich mit verschiedenen „Gas Injektions Systemen“ (GIS – z.B. für selektives Ätzen), einem Mikromanipulator und einer flexiblen Scripting-Software ausgestattet, die das mögliche Anwendungsgebiet enorm erweitern.

Um neue Einblicke in funktionelle Eigenschaften von Werkstoffen und Bauelementen zu erlangen, müssen verbesserte Charakterisierungsmethoden bzw. Methodenkombinationen entwickelt werden. Das „3D Elemental Map“ Projekt wurde aufgrund einer Idee von Dr. Mario Schmied (jetzt Treibacher AUERMET) entwickelt und wird derzeit in einer Kooperation mit der Firma FEI Company (Eindhoven, Niederlande) realisiert. Mit diesem Projekt wird am Institut eine Doktorandenstelle mitfinanziert. Ziel dieses Projektes ist die Entwicklung einer völlig neuen Methode für die Aufnahme von dreidimensionalen Elementverteilungsbildern von Festkörpern. Die Methode soll in weiterer Folge automatisiert werden, sodass die elementare Zusammensetzung eines gewählten Volumens (derzeit bis maximal 20 µm × 20 µm × 20 µm) einer beliebigen Probe mit Bildern und EDX-Spektren hoher lateraler Auflösung gemessen werden kann.

Für ein 3D Elemental Map in der FIB entfernt der Ionenstrahl Scheibe für Scheibe vom zu untersuchenden Volumen und der so freigelegte Querschnitt wird anschließend mittels Elektronenstrahl abgebildet und durch Röntgendetektion auf die elementare Zusammensetzung hin analysiert (Abb. 1).

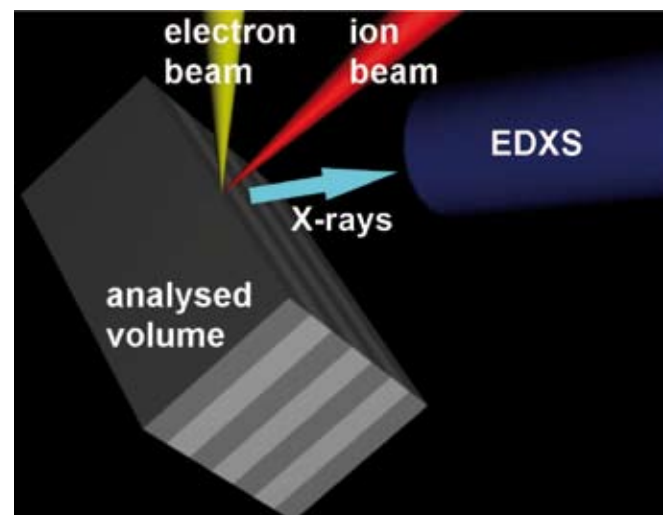


Abb. 1. Schematische Darstellung des Prozessablaufs bei der Aufnahme eines 3D-Elementverteilungsbildes in der Focused Ion Beam Anlage.

Dazu müssen etliche Hürden genommen werden, wie z.B. die Berücksichtigung von geometrischen Effekten (Schatteneffekte und optimaler EDXS-Abnahmewinkel) und gerätespezifischen Problemen (Steuerung und Positioniergenauigkeit der Probenbühne).

Automatisierung bedeutet einerseits eine Koordination von fest implementierten Befehlen und vorgegebenen Abläufen, andererseits sollte das Programm jedoch so flexibel sein, dass ein fortgeschrittener Anwender dieses für seine Zwecke ohne größeren Aufwand adaptieren kann. Zusätzlich müssen Kontrollmechanismen realisiert werden, die auf unerwartete Versuchssituationen – und diese können bei der automatisierten tomographischen Analyse von Proben unbekannter Zusammensetzung jederzeit auftreten – korrigierend eingreifen und so den „nicht vorhandenen“ Operator ersetzen. Als Beispiele seien hier die Probedrift aufgrund elektrostatischer Aufladungen und mechanische Stabilitätsprobleme, die Kontraständerung bei wechselnden Ordnungszahlen und unterschiedlicher Leitfähigkeit sowie der sich ständig ändernde Fokus bei Bewegungen der Probenbühne erwähnt. Andere störende physikalische und geometrische Einflüsse wie Wiederabscheidung von abgetragenem Material und, wie oben erwähnt, Schatteneffekte, die von der Anordnung der beiden Strahlen und dem EDXS-Detektor zueinander in der Probenkammer abhängig sind, können mittels optimierter „Millingstrategien“ fast zur Gänze eliminiert werden. Legt man um den zu analysierenden Bereich ein sogenanntes „U-Pattern“, so verhindert man Wiederabscheidung und Schatteneffekte gleichzeitig. Der Preis dafür ist aber, dass man größere Volumina nicht in nachträglich zusammengesetzten „Einzeletappen“ abarbeiten kann, da die angrenzenden Bereiche mit dem „U-Pattern“ bereits abgetragen worden sind (Abb. 2).

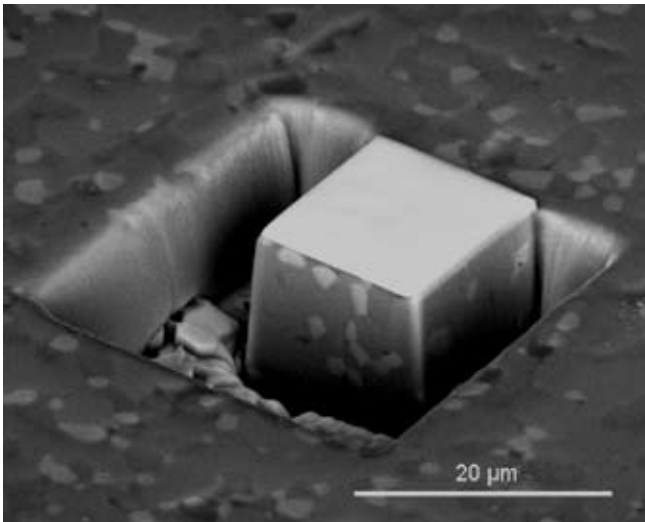


Abb. 2. Vorbereitung einer Ca-Mg-Titanat-Keramik in der Focused Ion Beam Anlage.

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt dieses Projekts liegt in der Erarbeitung einer anschaulichen Aufbereitung der tomographischen Daten. Dabei kommen abermals korrigierende Nachverarbeitungsprozesse zum Einsatz, die für diese spezielle Analysenmethode unerlässlich sind und optimiert werden müssen. Für eine nachträgliche Driftkorrektur und um Kontrastunterschiede der Einzelbilder auszugleichen wird das Programm „Digital Micrograph“ der Firma GATAN, Pleasanton (USA) mit eigens dafür erstellten Scripts verwendet. Dies ist insbesondere für die anschließende Erstellung der digitalen Oberflächenmodelle (AMIRA-Software, TGS, San Diego - USA) von höchster Bedeutung. Die dreidimensionale Rekonstruktion erfolgt nämlich über eine Schwellenwertsetzung der Intensität, die jeder einzelne Pixel - im räumlichen Sinn auch Voxel genannt - über- oder unterschreitet und somit gezählt oder nicht gezählt wird. Noch komplexer wird es, wenn man „Spectrum-Imaging“ betreiben möchte: dann erhält man zu jedem Voxel ein Spektrum, das die chemische Zusammensetzung dieses Volumens qualitativ und quantitativ wiedergibt. Als Ausblick für zukünftige Projekte sei hier nur die Möglichkeit erwähnt, Korrekturverfahren wie die Tiefenverteilungsfunktion  $\Phi(pz)$  der EDXS-Analyse mit Hilfe der nun zur Verfügung stehenden Tiefeninformation zu verbessern.

Die ersten Resultate dieser neuen Methode sind in Abb. 3 dargestellt und zeigen eine 3D-Rekonstruktion der Calciumverteilung in einer Calcium-Magnesium-Titanoxid Keramik (Probe EPCOS, Deutschlandsberg).

In Zukunft soll diese Art der Untersuchung auch in der Erforschung der funktionellen Eigenschaften neuartiger Materialien und Strukturen wie Verbundwerkstoffen, Halbleiterbauelementen und Biomaterialien hilfreiche Dienste leisten. Und es besteht ferner die Möglichkeit, diese Methode mit der Berechnung finiter Elemente zu kombinieren. Parallel zu diesem Projekt wird am FELMI eine alternative tomographische Methode für die 3D-Analyse größerer Volumina im Bereich der Polymer- und Biomaterialien entwickelt. In Kooperation mit der amerikanischen Firma GATAN wird ein Ultramikrotom in ein „Environmental Scanning Electron Microscope“ (ESEM) eingebaut, mit dem 3D-Untersuchungen von Polymer- und Biomaterialien durchgeführt werden können.

#### Links:

<http://www.felmi-zfe.at>  
<http://www.feic.com>  
<http://www.gatan.com>  
<http://www.tgs.com>

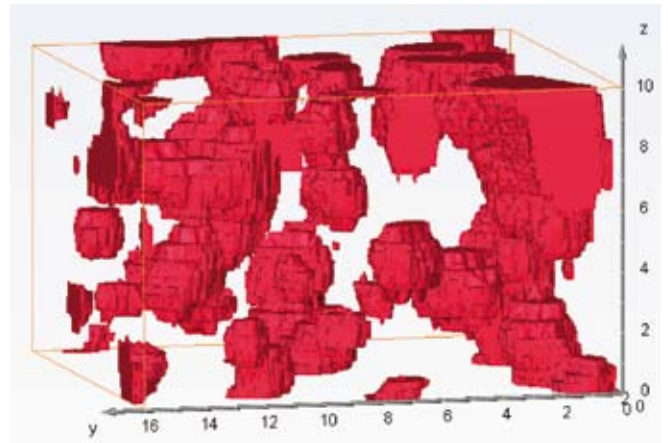


Abb. 3. 3D-Rekonstruktion der Calciumverteilung in einer Calcium-Magnesium-Titanoxid Keramik (Achseneinteilung in µm).

### *New methods in electron microscopy for tomographical investigations of semiconducting devices and biological materials with a dual beam-focused ion beam and X-ray spectrometry*

*While micro- and nanotechnology present many exciting opportunities for materials science, they also present significant challenges for characterization. These challenges arise because optimizing the functionality of materials often depends on a precise control of the size, shape, crystal structure and composition of the material being synthesized. Therefore many analysing methods were established in order to characterise solids in an appropriate way. The “3D elemental map” project, which is driven in an international cooperation between FEI Eindhoven (Netherlands) and the Institute for Electron Microscopy (FELMI) of the Graz University of Technology (TU Graz) follows this international trend of research. The aim of this project is to establish a tomographic elemental analysing method (for a maximum volume of  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  at this time) of composites, nanomaterials and biological tissues using a dual beam-focused ion beam (FIB). And it should be able to run fully automated.*

*This 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. However, for a 3D elemental map the focused ion beam (FIB) cuts the specimen slice by slice and the visible cross section is imaged and mapped via the electron beam and the energy dispersive X-ray spectrometer (EDXS - figure 1). In this context a lot of challenges have to be conquered:*

*Specimen drift, contrast change, the logistic work cycle, shadowing and redeposition effects accompanied by the correct milling setups, post processing tools and correction methods have to be set into an optimized relationship and therefore tested and documented each for itself. Shadowing and redeposition effects for instance can be avoided by milling an “U-pattern” surrounding the interesting area (figure 2).*

*Another great amount of work deals with post processing methods. For example the specimen drift and changes in contrast between two slices are corrected with a specially developed script in the program „Digital Micrograph“, GATAN, Pleasanton (USA). First results are shown in figure 3 and illustrate the calcium distribution in a calcium-magnesium-titaniumoxide ceramic (specimen EPCOS, Deutschlandsberg - Austria). However, in the near future this analysing method could be a helpful tool for investigations of the functional properties hidden in new structures and materials. Additionally we develop an alternative method with GATAN in order to improve 3D polymer and biomaterial investigation by the means of ultramicrotomy in an ESEM.*