

3DNanoSIMS

3-Dimensional Nanoanalytics of high-performance materials by means of time-of-flight Secondary Ion Mass Spectrometry

| | | | |
|---------------------------------|---|------------------------|------------|
| Programm / Ausschreibung | F&E Infrastruktur, F&E Infrastruktur, F&E Infrastrukturförderung 4. Ausschreibung 2022/01 | Status | laufend |
| Projektstart | 01.10.2023 | Projektende | 30.09.2027 |
| Zeitraum | 2023 - 2027 | Projektlaufzeit | 48 Monate |
| Keywords | TOF-SIMS; surface analysis; materials analysis; secondary ion mass spectrometry | | |

Projektbeschreibung

Die Entwicklung von Hochleistungsmaterialien für eine nachhaltige und ressourcenschonende Kreislaufwirtschaft erfordert größte Anstrengungen, um bahnbrechende Fortschritte in verschiedenen Technologiebereichen, wie z. B. Hochtemperatur-Brennstoffzellen, Elektrokatalyse, elektrochemische Energiespeicher, Hochleistungshalbleiter, Nanostrukturierung, hochfeste und hochtemperaturbeständige Bauteile, Sensoren und/oder Beschichtungen zu erzielen. Insbesondere die Oberflächen- und Grenzflächentechnologie ist für den Übergang zu einer nachhaltigen Wirtschaft von größter Bedeutung, da sie eine gezielte Optimierung der wichtigsten Leistungsparameter wie Energieeffizienz, Haltbarkeit und Schutz vor Degradation ermöglicht. Um diese ehrgeizigen Ziele zu erreichen, sind ein umfassendes Verständnis der Hochleistungsmaterialien und ihrer dynamischen Veränderungen unter verschieden kombinierter Last unbedingt notwendig. Aus diesem Grund werden komplementäre Techniken, wie z.B. TEM, AES, XPS, XRD, LIBS, LA-ICP-MS etc. für die Materialanalytik eingesetzt. Sie liefern umfassende und wertvolle Erkenntnisse über Hochleistungswerkstoffe sowie deren Oberflächen- und Grenzflächenprozesse auf verschiedenen Längen- und Nachweisskalen.

Im Bereich der orts aufgelösten Spurenanalytik wird an der TU Wien seit 2007 ein Time-Of-Flight-Sekundärionen-Massenspektrometer (TOF-SIMS5, IONTOF GmbH) verwendet. Neue Fortschritte in der Geräte- und Materialentwicklung erfordern jedoch (i) eine Implementierung in integrierte Materialanalyse- und Präparationssysteme, (ii) in-situ und operando-Analytik und (iii) neueste Entwicklungen in der TOF-SIMS-Instrumentierung, da verbesserte laterale Auflösung, Nachweisgrenze und Massenauflösung, aber auch molekulare Analyse von Polymeren nur mit maßgeschneiderten und modernen High-End-Geräten möglich sind. Insbesondere im Bereich der Halbleiter, Nanostrukturen und Quantensensoren ist die Kombination von chemischer Information mit quantitativer Topologie notwendig, um "reale" drei-dimensionale (3D) Verteilungen der Elemente und deren Veränderung unter Belastung zu erhalten.

Um die Materialwissenschaft voranzutreiben, beabsichtigt die TU Wien daher die Anschaffung eines neuartigen High-End TOF-SIMS-Instruments (z.B. auf Basis des IONTOF M6 plus). Das Gerät wird speziell auf die Materialanalyse für die oben genannten Materialforschungsbereiche zugeschnitten sein. Es wird zusätzlich zu den üblichen Bismut-, Sauerstoff- und Cäsium-Ionenquellen mit einer Gascluster-Ionenquelle und einer fokussierenden Gallium-Ionen Quelle (Focused Ion-Beam,

FIB) ausgestattet sein. Durch die Installation eines Raster-Sonden-Mikroskops (RSM) in Kombination mit einem hochpräzisen Piezotisch wird die gleichzeitige Aufzeichnung der Topologie vor, während und nach der Probenablation möglich. Dies wird höchst präzise und nanoskalig aufgelöste 3D-Rekonstruktionen komplexer Materialien ermöglichen. Wichtig ist auch die deutlich verbesserte Toleranz der neuen Spektrometer gegenüber rauen und strukturierten Probenoberflächen. Die für poröse Schichten oder komplex strukturierte Proben notwendige in-situ-Querpräparation wird mit der FIB realisiert. Darüber hinaus wird das System mit einer neuartigen Hochleistungs-Präparationskammer ausgestattet sein, die die Analyse nanoskaliger Prozesse in Materialien unter Last (d.h. Temperatur, elektrische und mechanische Belastung, korrosive Gase) erlaubt.

Das Instrument wird in das Analytical Instrumentation Center (AIC) der TU Wien integriert, das komplementäre materialanalytische Methoden bereitstellt, d.h. modernste AES- und XPS-Infrastruktur mit drei angeschlossenen Vakuumkammern für elektrochemische Präparation und aktiv gepumpten Vakuumkoffer. Da das TOF-SIMS mit Hilfe der Bi-Quelle exakte Markierungen lokal setzen kann, wird die Analyse identischer Probenpositionen mit verschiedenen Methoden über die gesamte Materialanalyse-Infrastruktur hinweg möglich sein.

Abstract

The development of high-performance materials for a sustainable and resource-saving circular economy requires the greatest efforts to achieve breakthrough advances in various technological fields, such as high temperature fuel cells, electrocatalysis, electrochemical energy storage, high-power semiconductors, nanostructures, high-strength and high-temperature components, sensors and/or coatings. Specifically, surface and interface engineering is of paramount importance for the transition to a sustainable economy, as it enables targeted optimization of key performance parameters such as energy efficiency, durability and protection against degradation.

To achieve these most ambitious goals, a comprehensive understanding of high-performance materials and their dynamic changes under various combined loads is an absolute pre-requisite. Complementary analytical techniques, such as TEM, AES, XPS, XRD, LIBS, LA-ICP-MS etc. provide comprehensive and valuable insights about high-performance materials, and their surfaces and interfaces at different length and detection scales.

At TU Vienna, spatially resolved trace analysis is currently covered by a resolution limited and stand-alone Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometer (TOF-SIMS5, IONTOF GmbH, acquired in 2007). New advances in instrument and material development, however, require (i) an implementation into integrated materials analysis and preparation systems (ii) in-situ and operando analytics and (iii) latest developments in TOF-SIMS instrumentation, since improved lateral resolution, detection limit and mass resolution, but also molecular analysis of polymers are only possible with tailored high-end instruments. Especially in the field of semiconductors, nanostructures and quantum sensors, the combination of chemical information with quantitative topology is necessary to obtain "real" three-dimensional (3D) distribution of the elements and its change under load.

Hence, in order to propel cutting-edge materials science, TU Vienna intends to acquire a new type of high-end TOF-SIMS instrument (i.e. based on IONTOF M6 plus). The instrument will be specially tailored to materials analysis for the above-mentioned research areas. It will be equipped with a gas cluster ion source and a gallium Focused Ion Beam (FIB) in addition to the usual bismuth, oxygen and cesium ion sources. Installation of a scanning probe microscope (SPM) in combination with a high-precision piezo stage will enable simultaneous recording of topology before, during and after sample ablation. This

will enable precise and nanoscopically resolved 3D reconstructions of complex materials. Important to note is also the significantly improved tolerance of the new spectrometer to rough and patterned sample surfaces. In-situ cross-preparation will be realized by the gallium FIB, necessary for porous layers or complex structured samples.

In addition, the system will be equipped with a novel high-performance preparation chamber allowing for analysis of nanoscopic processes occurring in materials under load (i.e. temperature, electrical and mechanical stress, corrosive gases).

The instrument will be integrated into the Analytical Instrumentation Center (AIC) at TU Wien, providing complementary material analytical methods, i.e. state-of-the-art AES and XPS instruments with three connected vacuum chambers for electrochemical preparation and an actively pumped vacuum suitcase. Since the TOF-SIMS can set exact local markers by means of the Bi-source, the analysis of identical sample sites by different methods will thus become possible across the entire materials analysis infrastructure.

Projektkoordinator

- Technische Universität Wien