



1

# CHARAKTERISIEREN UND MIKROSTRUKTURIEREN MIT FOCUSED ION BEAM (FIB)

## DIE AUFGABE

Bei der Entwicklung moderner Werkstoffe, Schichtsysteme und Bearbeitungsverfahren besteht ein wesentliches Ziel darin, die Grenzen der mechanischen Belastbarkeit auszuschöpfen. Eine entscheidende Rolle spielt dabei die detaillierte Kenntnis der Mikrostrukturen, wobei zum einen die bewusst im Werkstoff erzeugten Inhomogenitäten, wie z. B. Korngrenzen und Ausscheidungen, interessieren und zum anderen die Wirkungen unerwünschter Einflussfaktoren wie Ungängen, Mikrorisse oder Delaminationen bekannt sein müssen. In diesem klassischen Aufgabenbereich der Materialographie und Werkstoffprüfung bestehen aktuelle Anforderungen darin, für immer kleinere betrachtete Strukturlängen zunehmend höher aufgelöste Informationen zu gewinnen und gleichzeitig repräsentative oder gezielt ausgewählte Volumina zu analysieren. Dabei ist eine Erweiterung der etablierten Methodik der Anfertigung von Querschnitten und deren flächenhafter Abbildung zu einer tomographischen 3D-Abbildung und -Analyse vor allem für die Untersuchung anisotroper Strukturen in Verbund- und Gradientenwerkstoffen sowie in Schichtsystemen unverzichtbar.

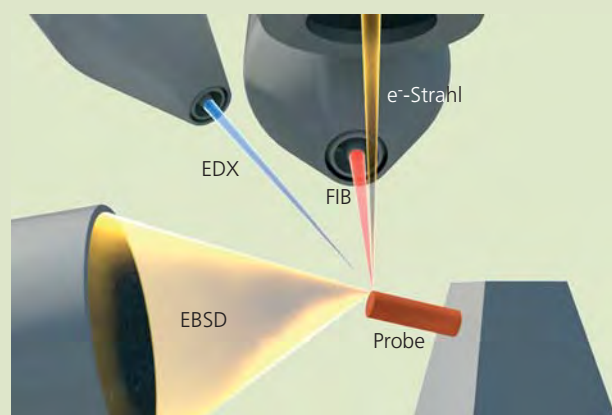
## UNSERE LÖSUNG

Für die hochpräzise, schädigungsarme und gleichzeitig effiziente Zielpreparation des Werkstoffgefüges in einem eigenschaftsbestimmenden Volumensegment hat sich die Verwendung von fokussierten Ionenstrahlen (Focused Ion Beam, FIB) etabliert. Bei Kombination mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) zu einem sogenannten Zweistrahlgerät sind die Probenherstellung und -analyse direkt gekoppelt durchführbar.

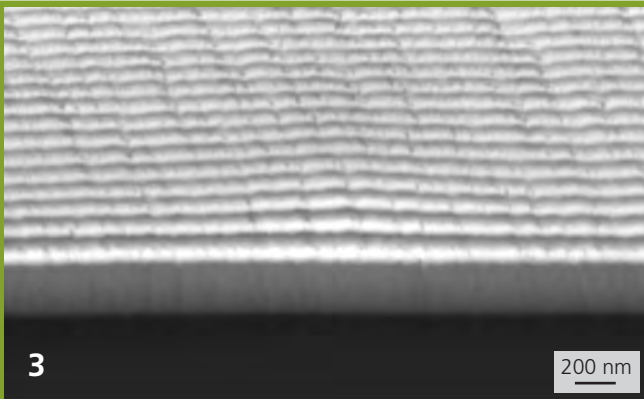
Für die Anforderungen des Fraunhofer IWS Dresden und seiner Kooperationspartner wird ein spezielles FIB/REM-Zweistrahlsystem eingesetzt, das mit Detektoren für Sekundär-, Rückstreu- und transmittierte Elektronen, mit Systemen zur Analyse der chemischen Zusammensetzung (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDX) und zur Untersuchung der Kristallorientierung (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD) sowie mit einem Mikromanipulator ausgestattet ist (Abb. 1).

Ein wesentlicher Vorzug des gewählten Systemaufbaus besteht darin, dass die Anordnung der Detektoren sowie der EDX- und EBSD-Analysesysteme zum Ionen- und zum Elektronenstrahl so gewählt ist, dass zwischen Präparations- und Messprozessen keine Bewegung der Probe erforderlich ist (Abb. 2). Dadurch ist ein automatisierter Ablauf komplexer Analysen, wie z. B. tomographischer Messungen, bei gleichzeitig hoher geometrischer Genauigkeit möglich. Darüber hinaus können Miniaturbauteile mit Abmessungen im Mikrometerbereich und Genauigkeiten unterhalb von 100 nm hergestellt werden.

Geometrie zwischen Ionen- und Elektronenstrahl, EDX- und EBSD-Analysesystemen sowie Probe



2



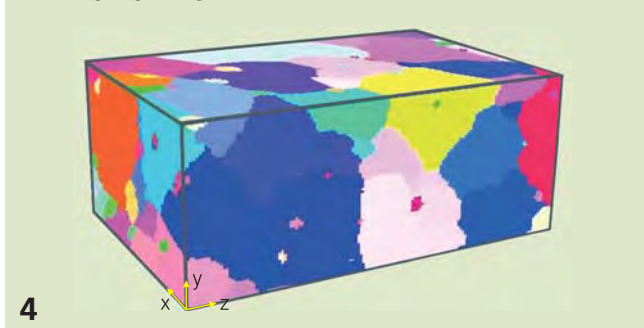
## ERGEBNISSE

Für die Charakterisierung von Schichtsystemen kommen die Vorteile der FIB-Präparation vor allem hinsichtlich einer zielgenauen und schädigungsarmen Probenherstellung zum Tragen. In Abbildung 3 ist ein Querschnitt durch einen Stapel von Siliziumoxid/Hafniumoxid-Schichten auf einem Aluminium-Substrat mit einer Nickel-Haftschiicht gezeigt. Dabei erscheinen die Hafnium-haltigen Schichten heller und die Silizium-haltigen Schichten dunkler. Sehr gut erkennbar ist die hohe erreichbare Auflösung bei Schichtdicken von ca. 40 nm.

Abbildung 4 zeigt die Mikrostruktur einer Sn-Cu-Ag-Legierung mit farbkodierter Darstellung der Orientierungsverteilung der Körner. Die Präparation und Analyse erfolgte hier durch kombiniertes Abtragen von Materialschichten in z-Richtung und Kartierung der Orientierungen (»Mapping«) in den jeweils neu freigelegten x-y-Ebenen mittels EBSD. Anschließend wird durch Stapelung der Einzelergebnisse ein 3D-Modell des untersuchten Volumens erzeugt.

Die 3D-Analyse zum Gefügeaufbau bei Auflösungen im Bereich von 10 nm bietet einen sehr hohen Informationsgehalt, beispielsweise zum Einfluss von Fertigungsprozessen auf die Gefügeausbildung und die daraus resultierenden Eigenschaften. Sie kann auch als Grundlage für die Abbildung repräsentativer Mikrostrukturen in einem Simulationsmodell (z. B. zur Vorhersage des Verformungsverhaltens einer Struktur) dienen.

Farbkodierte 3D-Darstellung der Kristallorientierungen einer Sn-Cu-Ag-Legierung



Die FIB-Technologie eignet sich nicht nur in besonderer Weise zur Abbildung eines Werkstoffgefüges, sondern kann auch zur Erzeugung von geometrischen Strukturen auf der mikro- und nanoskaligen Ebene genutzt werden. Für die Herstellung spezieller röntgenoptischer Bauelemente (Multischicht-Lau-Linsen) ist es erforderlich, dünne Stege mit parallelen Oberflächen und definierter Dicke aus sehr empfindlichen, kleinen Rohteilen herauszuschneiden. Die erforderliche Genauigkeit bei gleichzeitiger Vermeidung von Schädigungen durch Amorphisierung ist nur durch die Verwendung fokussierter Ionenstrahlen und Optimierung der Prozessführung bei der Präparation erreichbar. Das Beispiel in der Abbildung 5 zeigt die glatte Oberfläche und die geometrische Gleichmäßigkeit, die beim FIB-Schnitt erreicht wird. Die Dicke des Stegs beträgt 1 μm.

Insgesamt bietet die FIB-Technologie eine Vielzahl an Möglichkeiten, um ein tieferes Verständnis für die Struktur-Eigenschaftskorrelationen des zumeist inhomogenen Materialaufbaus der am IWS generierten Werkstoffe und Schichtsysteme zu gewinnen und eröffnet außerdem neue Potenziale zur Herstellung mikro- und nanoskaliger Bauelemente.

- 1 *FIBREM-Zweistrahlergerät*
- 3 *Abbildung eines Schichtstapels aus SiO<sub>2</sub> und HfO<sub>2</sub>*
- 5 *Mikro-Bauteil für eine Multischicht-Lau-Linse*

## KONTAKT

Dr. Jörg Bretschneider

+49 351 83391-3217

joerg.bretschneider@iws.fraunhofer.de

