

# Prüfungsmethoden der Materialstruktur

- Untersuchung der atomare Aufbau (Röntgendiffraktion, Transmissions Elektronenmikroskopie, Atomkraftmikroskopie)
- Untersuchung der Mikrostruktur (Raster Elektronenmikroskopie, Röntgenspektroskopie)
- Untersuchung der Makrostruktur (klassische Metallographie, Lichtmikroskopie)

## Diffraktionsprüfungen:

- Röntgen,
- Elektron,
- Neutron

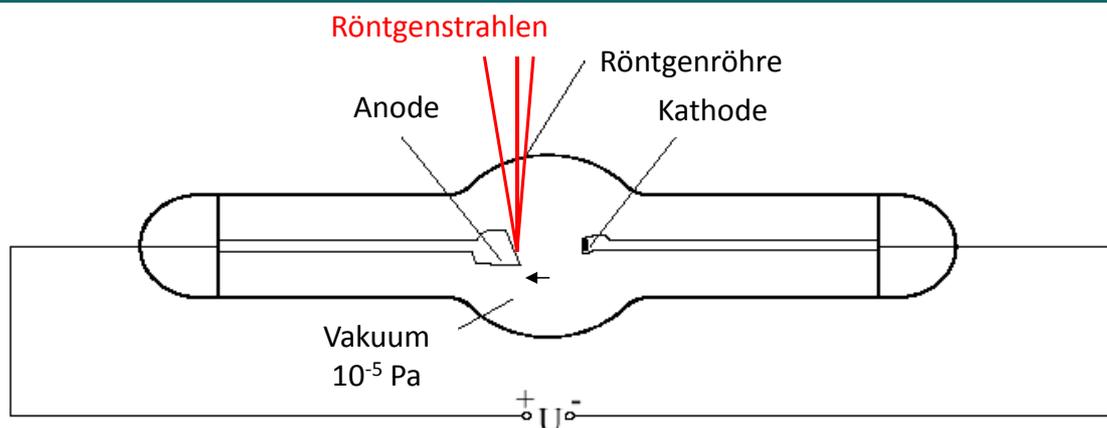
Röntgendiffraktion, Röntgenbeugung

Gitterparameter:  $10^{-7}$  mm,

Röntgenwellenlängen:  $10^{-7}$  -  $10^{-10}$  mm

Folie: 3

## Erzeugung der Röntgenstrahlen



Elektronquelle mit glühenden Katode (-) thermische Emission  
Gekühlte Anode

**Richardson-Dushman Gleichung:**  $j = AT^2 e^{\frac{-\phi}{kT}}$

$\phi$ : Ausgangsenergie J: Elektronendichte

Hochspannung: 20-40 kV

Folie: 4

- Bremsstrahlung (Kontinuierliches Spektrum, Weiß)
- Charakteristische Kennzeichen:

$$E = eU = h\nu = h \frac{c}{\lambda} = \frac{1}{2}mv^2$$

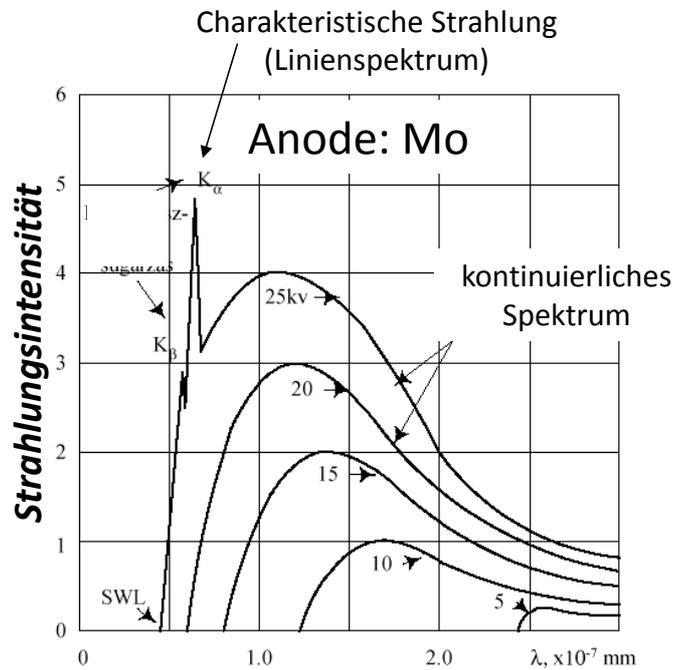
$$\lambda(\text{nm}) = \frac{1,24}{U(\text{kV})}$$

$$c = 3 \cdot 10^8 \text{ (m/s)}$$

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ (Js)}$$

$$e = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ (C)}$$

Anode: Elementen mit hohen Ordnungszahlen (W, Mo, Cu)

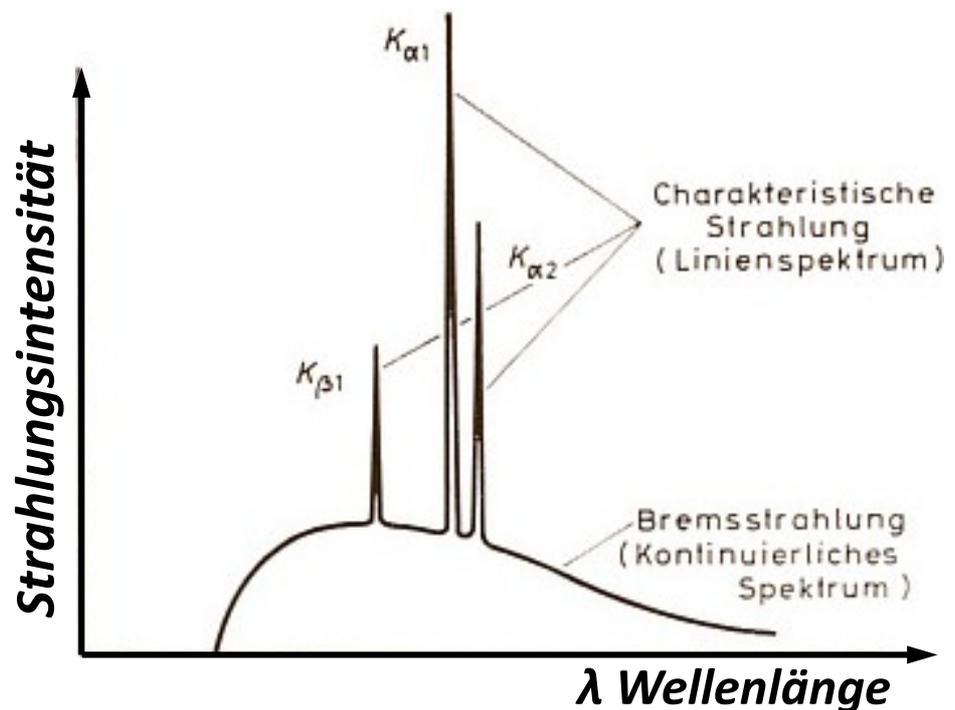
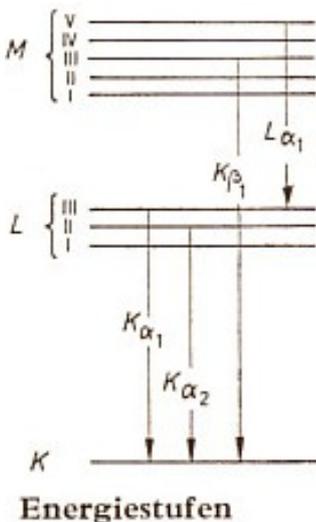


Energien der Elektronschalen Rekombination

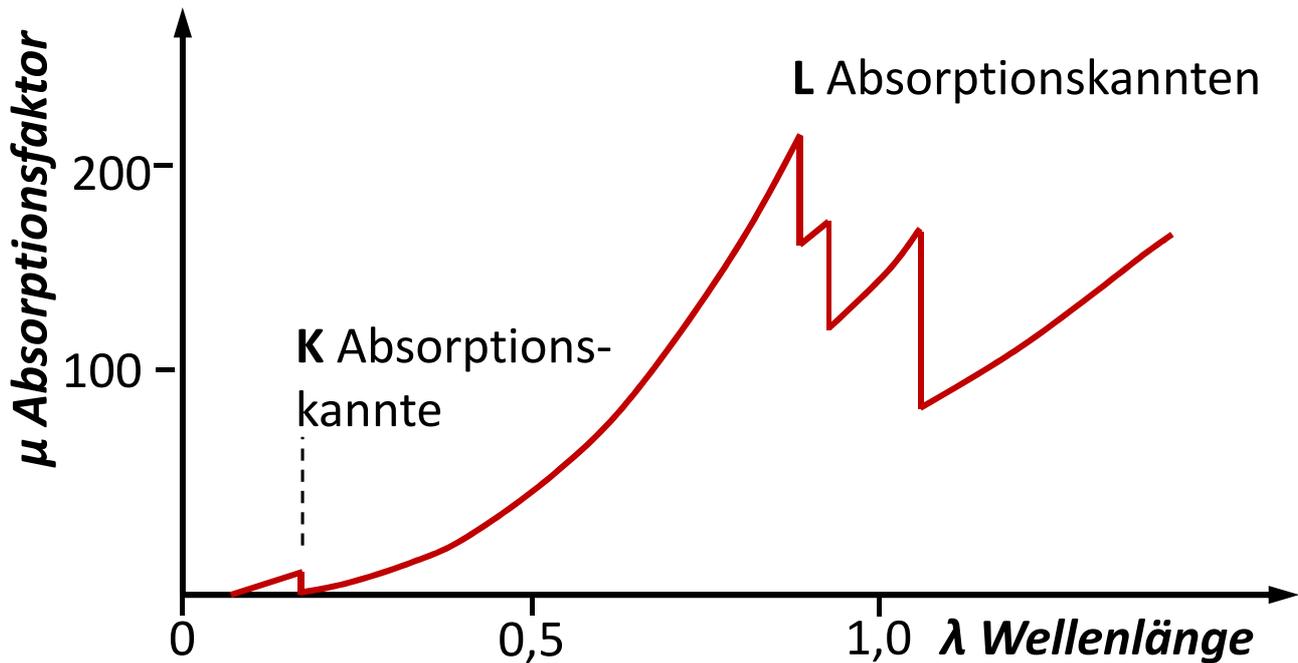
➤  $K_{\alpha}$ ,  $K_{\beta}$ ,  $K_{\gamma}$

➤  $L_{\alpha}$ ,  $L_{\beta}$ ,  $L_{\gamma}$

➤  $M_{\alpha}$ ,  $M_{\beta}$ ,  $M_{\gamma}$



$$I = I_0 e^{-\mu x}$$



Folie: 7

$$I = I_0 e^{-\mu x}$$

$$\mu = k \rho Z^3 \lambda^3$$

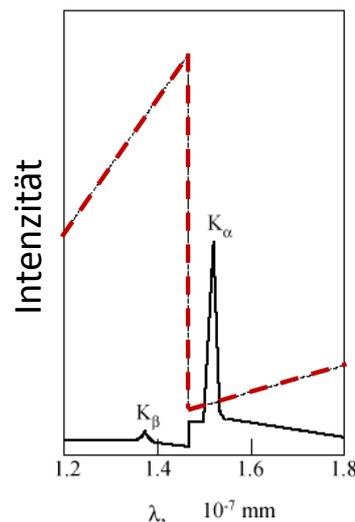
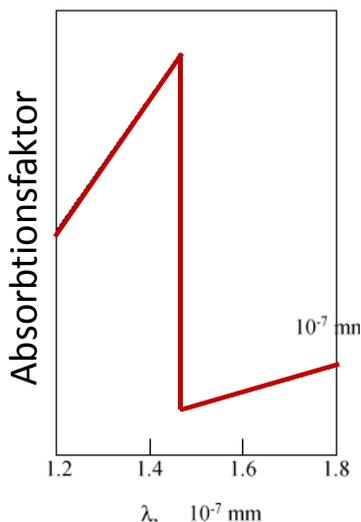
$\mu$ : linearer Absorptionsfaktor

Z: Ordnungszahl

$\rho$ : Dichte

$\lambda$ : Wellenlänge

Durchdringungsfähigkeit: harte / weiche Strahlung



Absorbtionskontante

**Filter**  $\Rightarrow$  monokromatisch

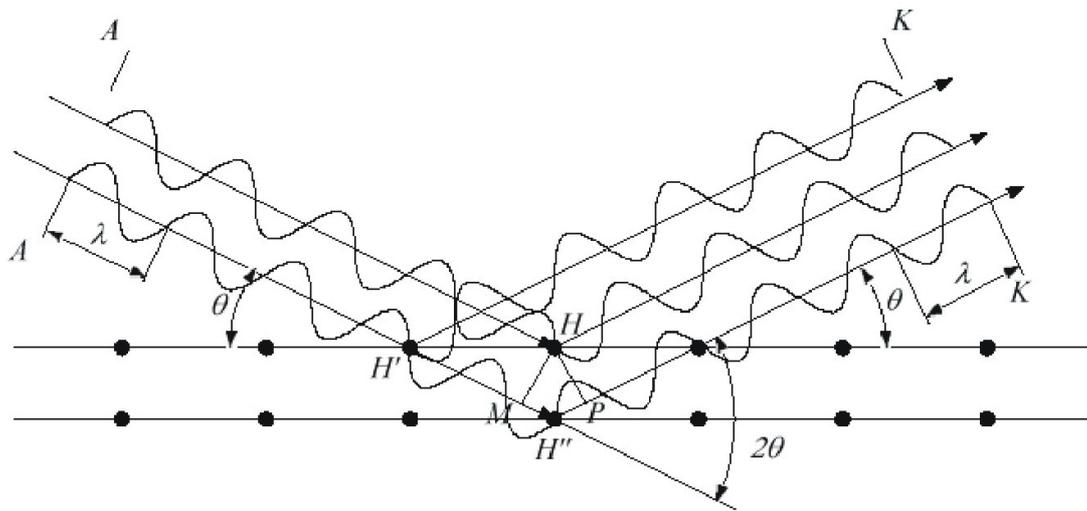
Anode: Co (Z=27)

Filter: Ni (Z=28)

Z: +/- 1-2

Mo-Zr, Cu-Ni, Co-Fe

Folie: 8



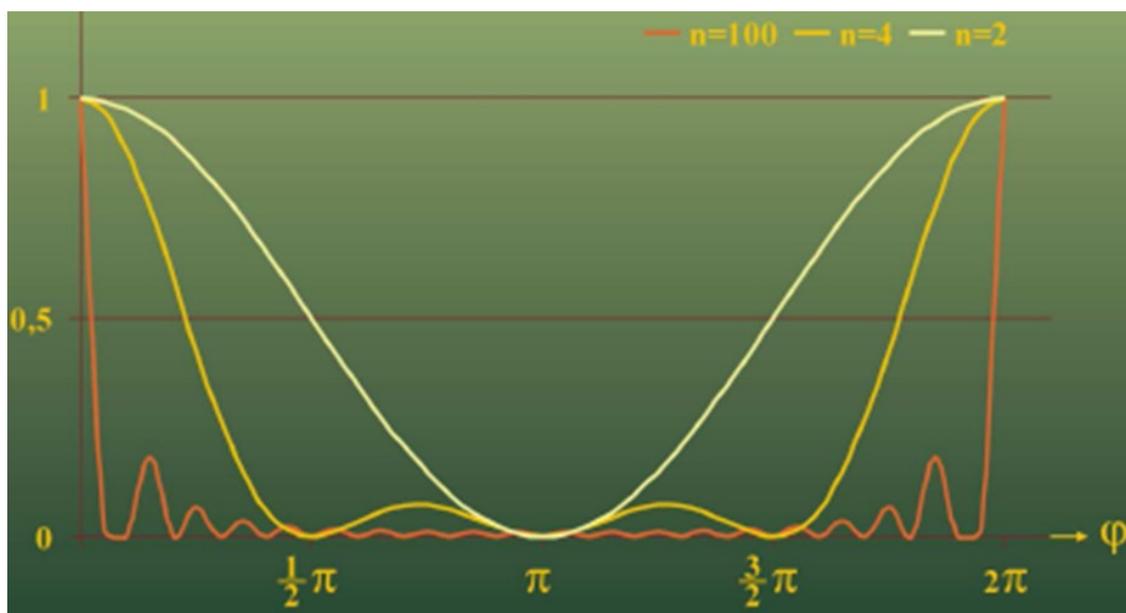
Bragg, Laue

$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

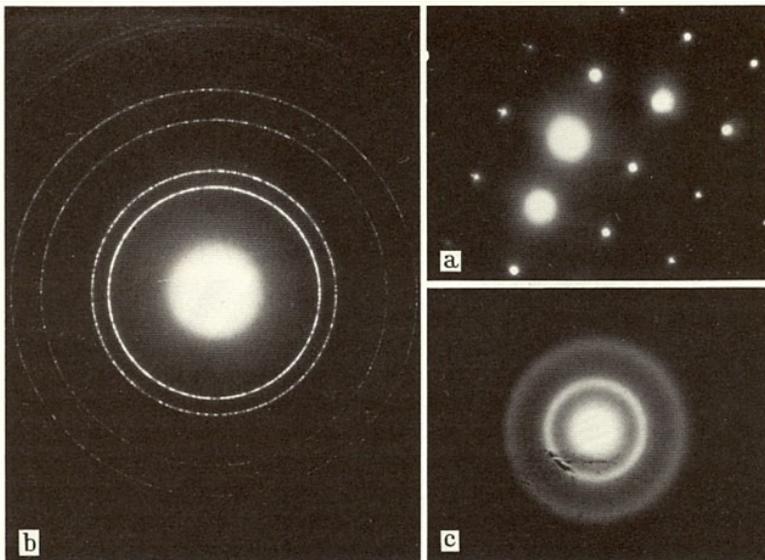
$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Folie: 9

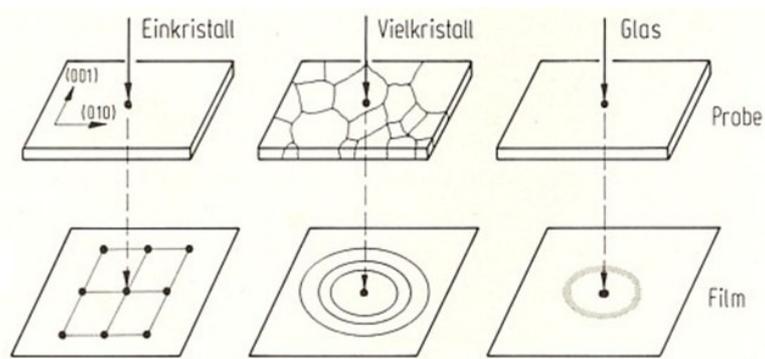
## Hohe Anzahl von reflektierende Ebene



Folie: 10

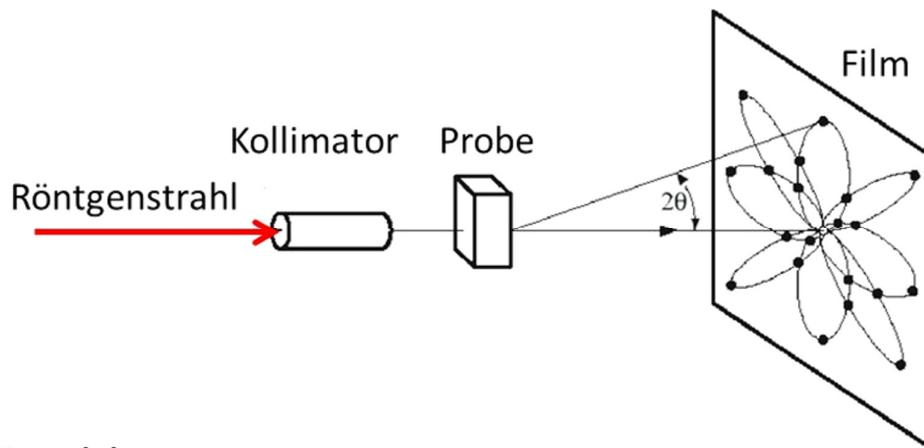


ZnS fluoresziert  
AgBr Emulsion, Photo

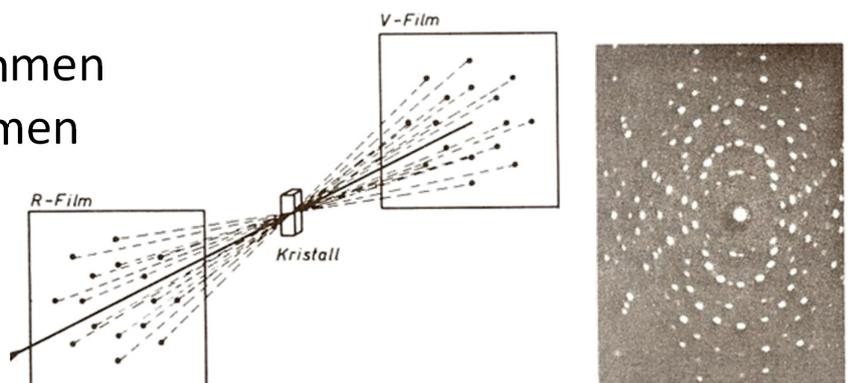


Laue  
Debye-Scherrer (Pulver)  
Diffraktometrie

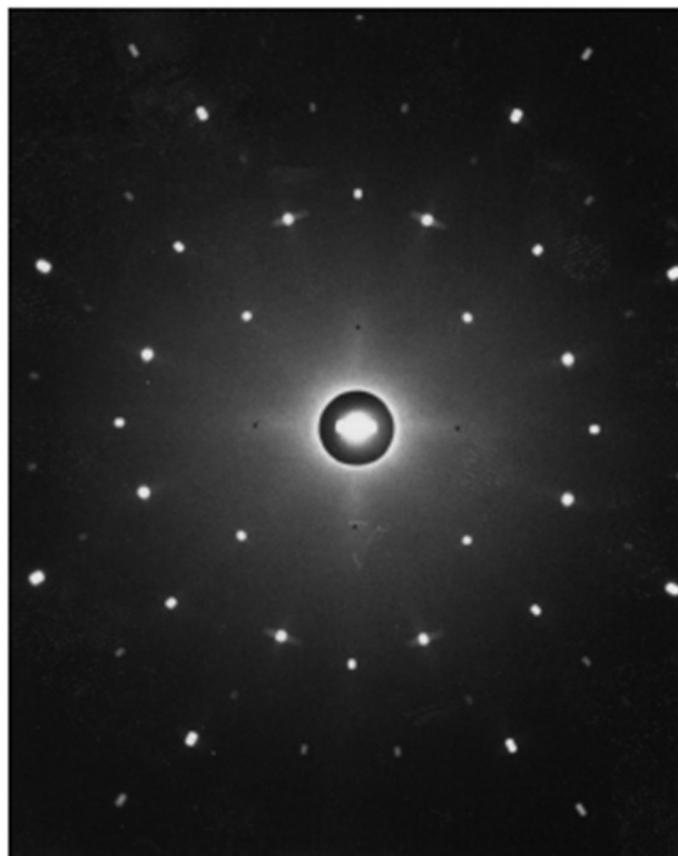
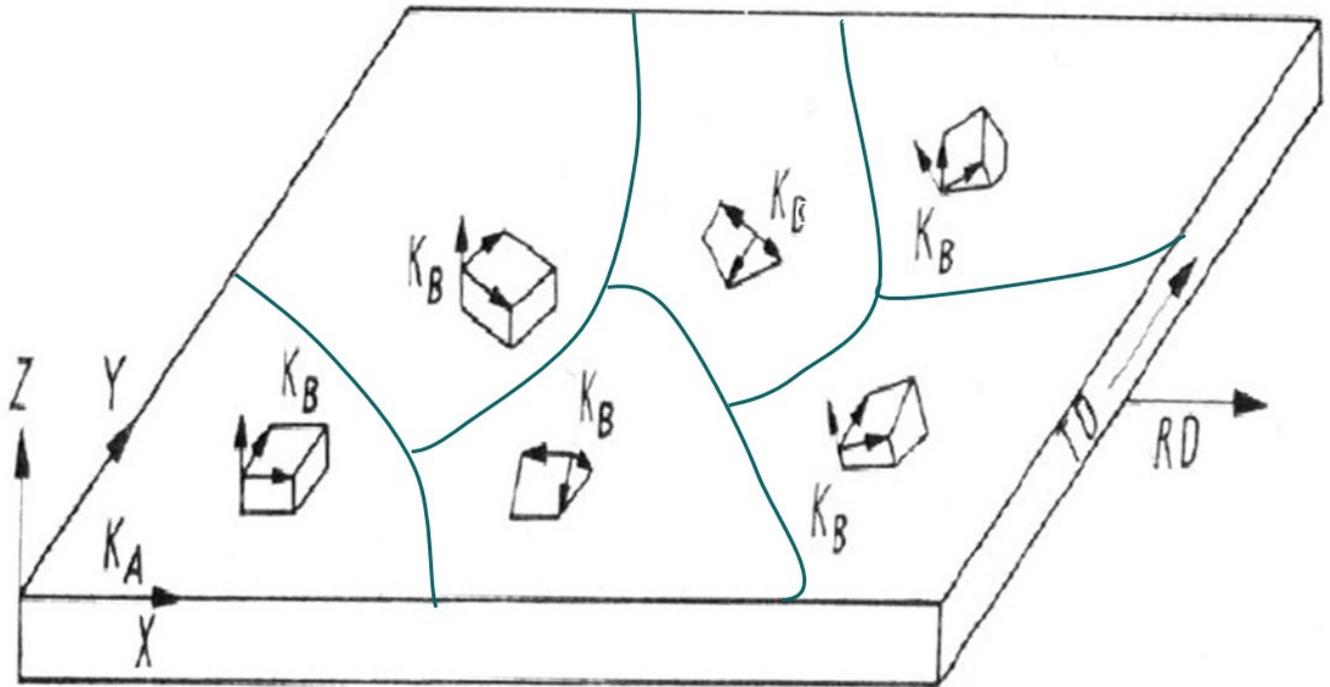
Folie: 11

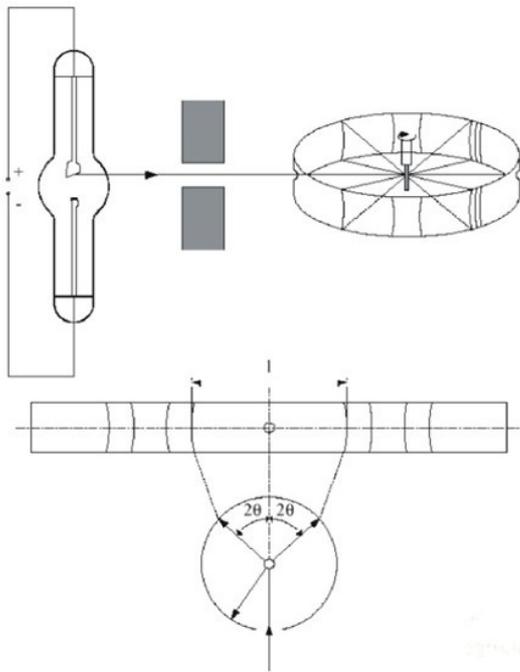


- Weiße Strahlung
- Durchstrahlungsaufnahmen
- Rückstrahlungsaufnahmen
- Primärstrahl
- Einkristallprobe
- Kristalltyp, Orientation

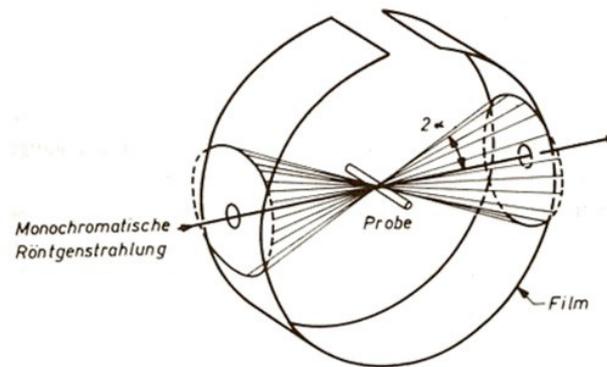


Folie: 12

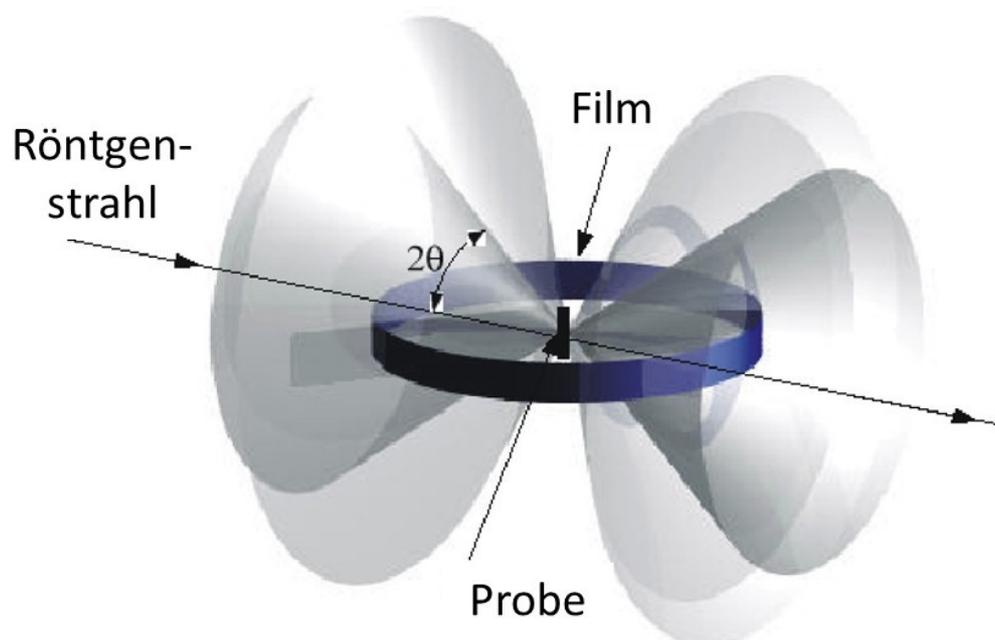




- monochrome Röntgenstrahlung
- Pulverprobe
- Analyse von Phasen
- $\theta$ , Abstand der diffraktierenden Ebenen
- Gitterparameter



Folie: 15



Folie: 16

## Diffraktometer

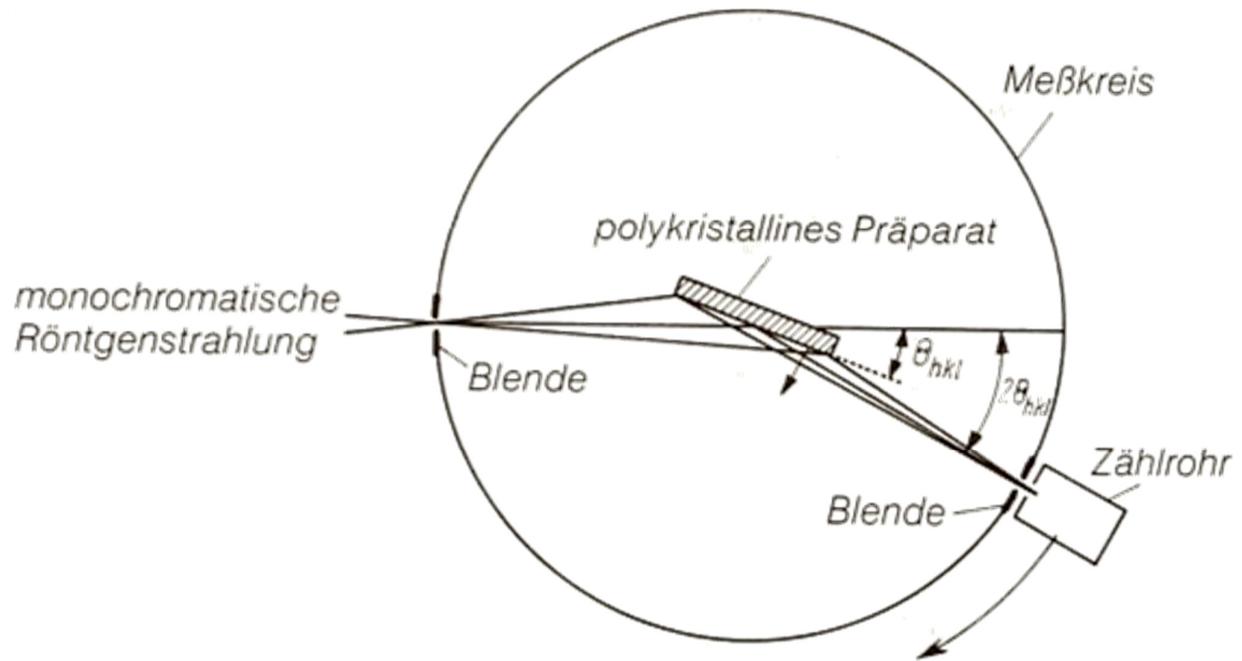
$\theta$ - $\theta$ : Probe steht, Quelle und Detektor dreht sich mit gleicher Winkelgeschwindigkeit

$\theta$ - $2\theta$ : Quelle steht, Probe dreht sich mit  $\theta$ , Detektor dreht sich mit  $2\theta$

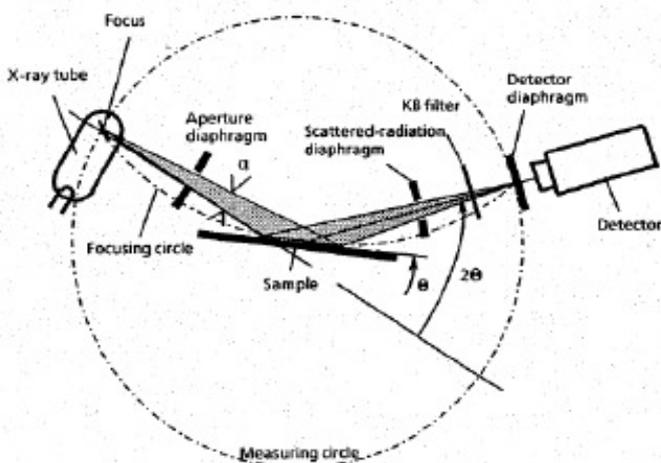
- Spektrum:  $\theta$  - Intensität
- für Pulverprobe

## Anwendungen:

- Analyse der Phasen (qualitativ und quantitativ)
- Orientationsbestimmung
- Konzentration und Typen der Kristallbaufehler
- Bestimmen der Korngröße
- Prüfung der inneren Spannungen
- JCPDS Karteisystem (Daten von mehr Hunderttausenden Kristallphasen)



Folie: 19

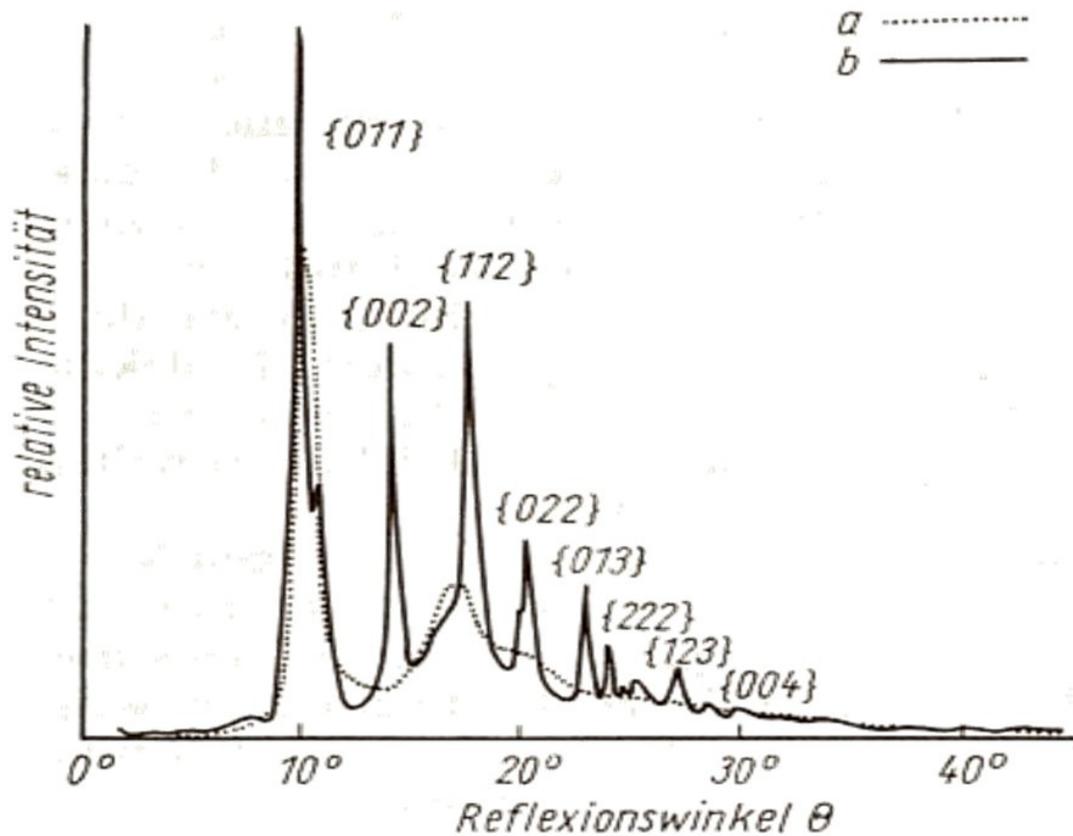


$\theta$  Glancing angle  
 $2\theta$  Diffraction angle  
 $\alpha$  Aperture angle



$$\theta - \theta, \quad \theta - 2\theta$$

Folie: 20



Folie: 21

- ASTM (JCPDS) Kartensystem
- Daten für 250 000 kristalline Phasen
- Die Datenkarte beinhaltet die Eigenschaften der Phase die Indizes der gemessenen Peaks und deren Intensität zueinander
- Identifizierung erfolgt computerunterstützt

Folie: 22

- Raster-Elektronenmikroskop (SEM)
- Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop (TEM)

sichtbares Licht:  $\lambda = 360\text{-}820\text{ nm}$

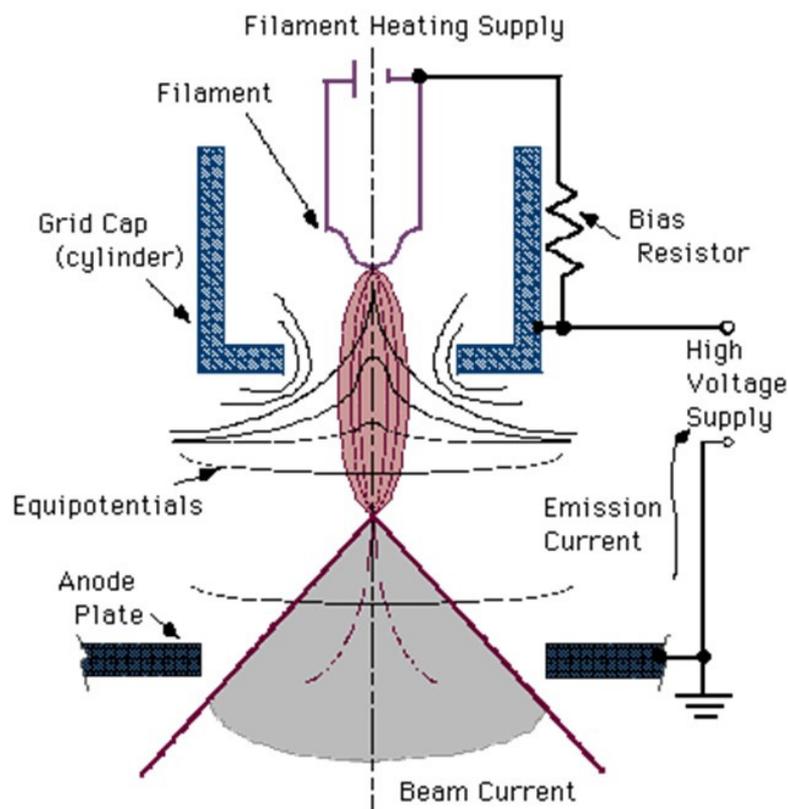
Elektronen:  $\lambda = 3\text{-}10\text{ pm}$

Auflösungsfähigkeit:  $D$

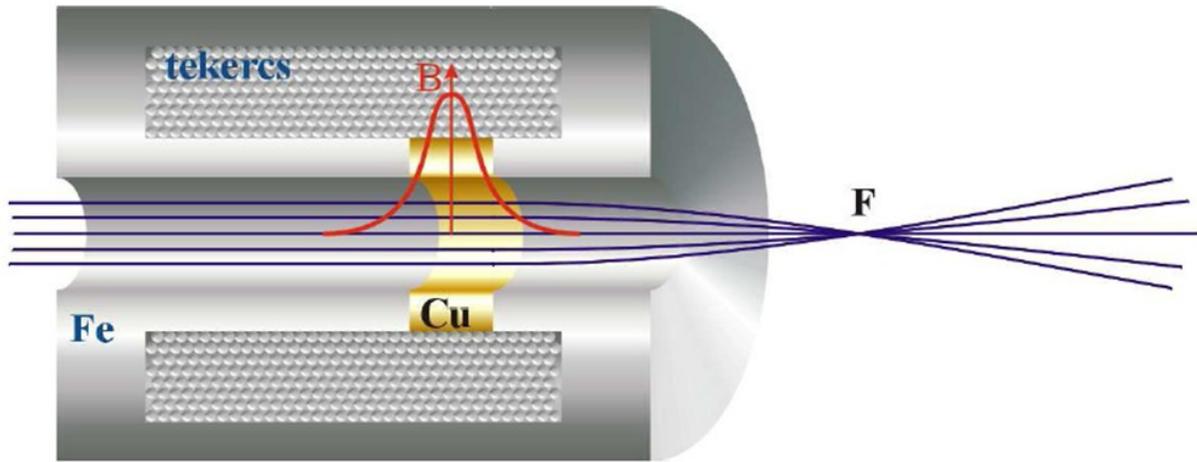
Numerische Apertur:  $NA = n \sin\alpha$

$$D = \frac{\lambda}{2NA} = \frac{\lambda}{2n \sin\alpha}$$

## Thermische Elektronenemissionsquelle

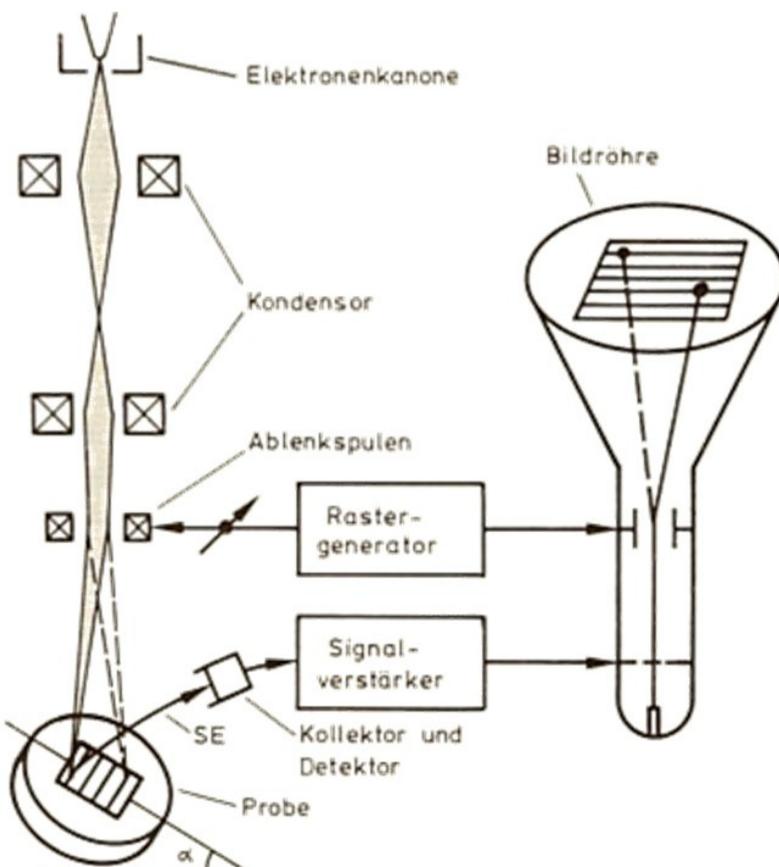


Lorentz Gesetz:  $\vec{F} = -q \cdot (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B})$



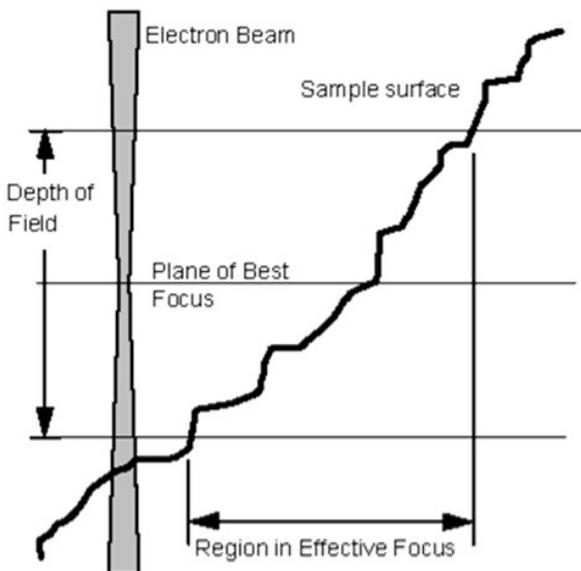
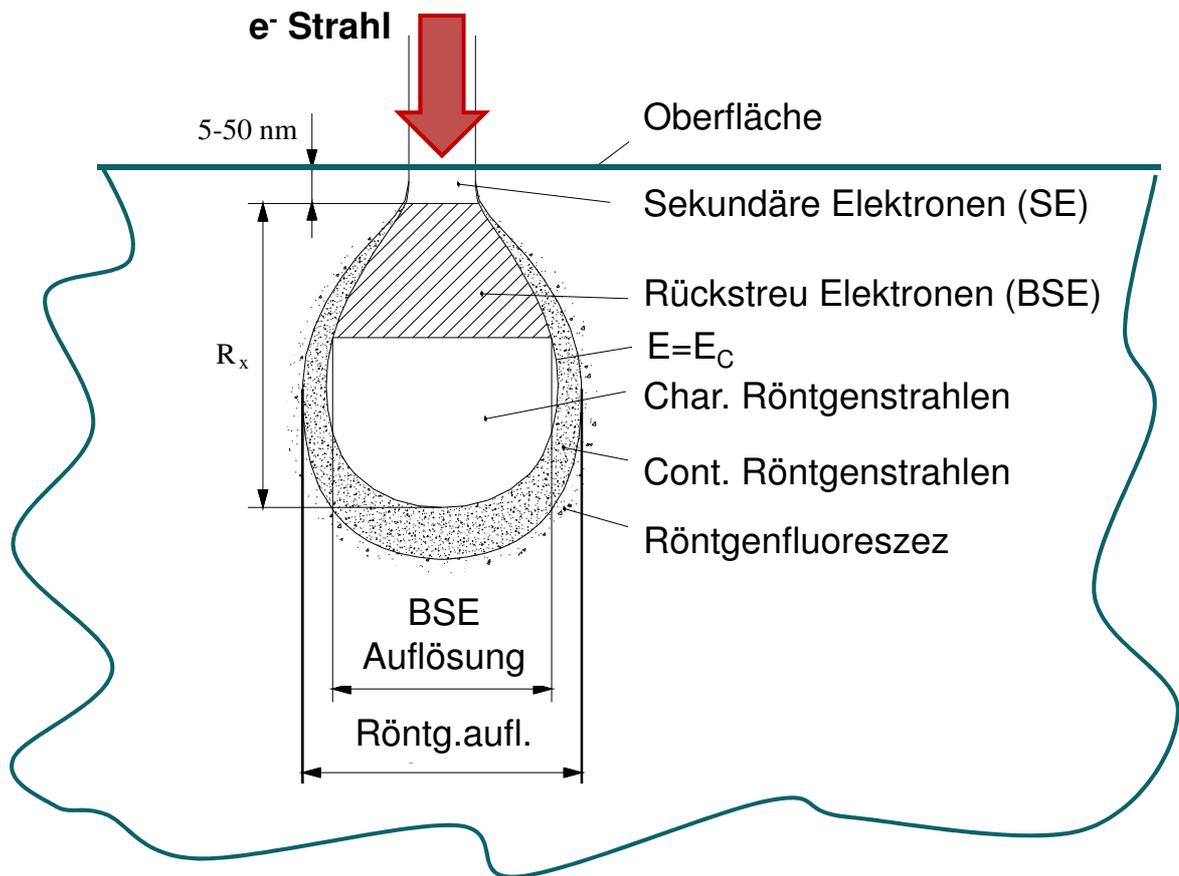
Folie: 25

## Raster-Elektronenmikroskop (SEM)



- Oberflächenuntersuchungen
- Untersuchung leitender Proben
- Digitale Bildabbildung
- Vergrößerung < 2000:1
- Auflösungsfähigkeit: > 0.2  $\mu\text{m}$
- Tiefschärfe: 3-5 mm !!

Folie: 26

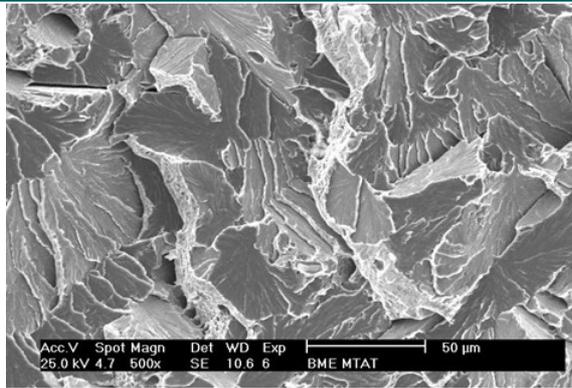


- Abdampfen der Kohlenhydrogene
- Ionisation der Gasatome
- Kathodensprühen

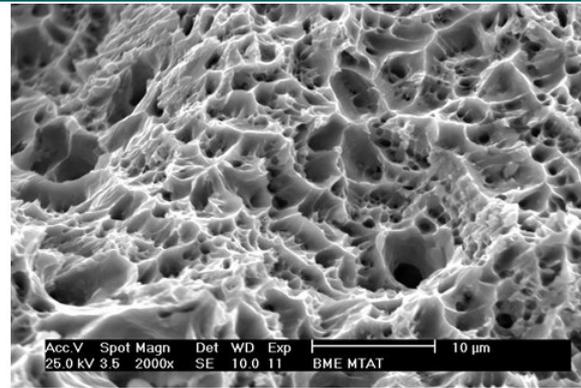
Folie: 29

- Elektrisch nichtleitende Atome werden aufgeladen
- Metallbeschichtung mit einer Dünnschicht (Au, Ag, Pd, Pt)
- Karbonbeschichtung mit aufdampfen (flash-Dampfen)

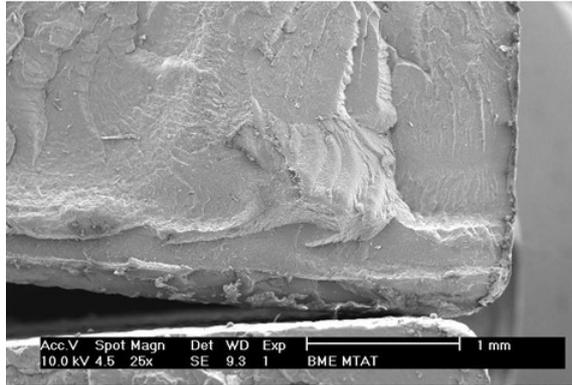
Folie: 30



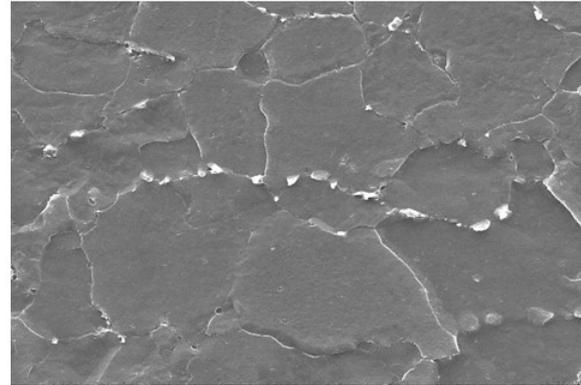
Sprödbbruch



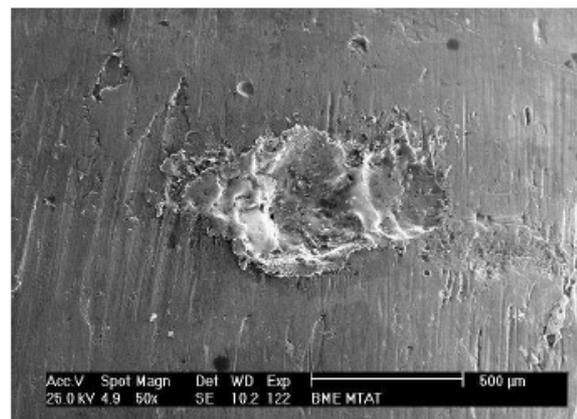
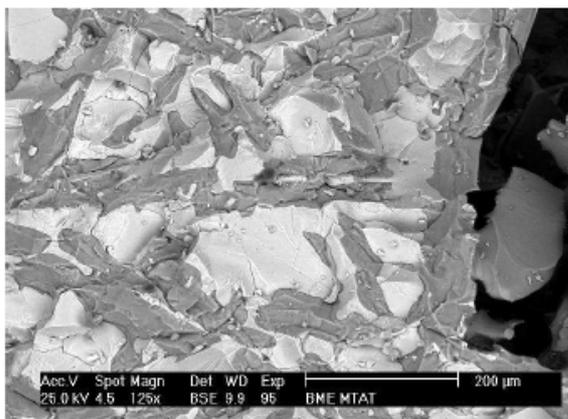
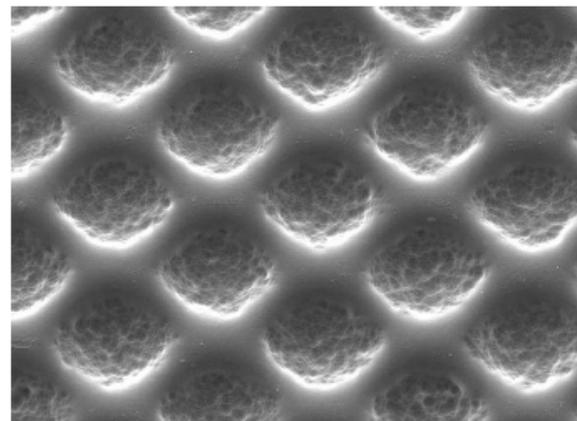
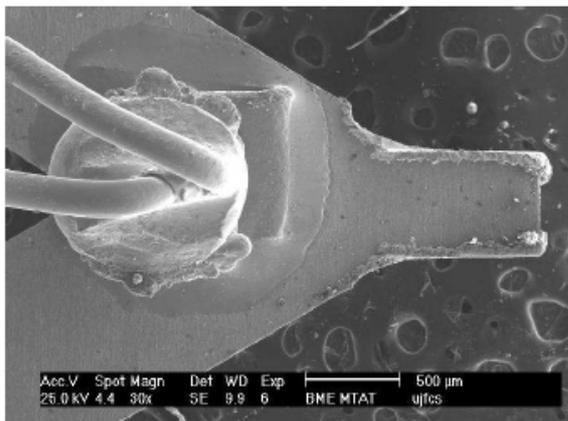
zähe Bruchfläche

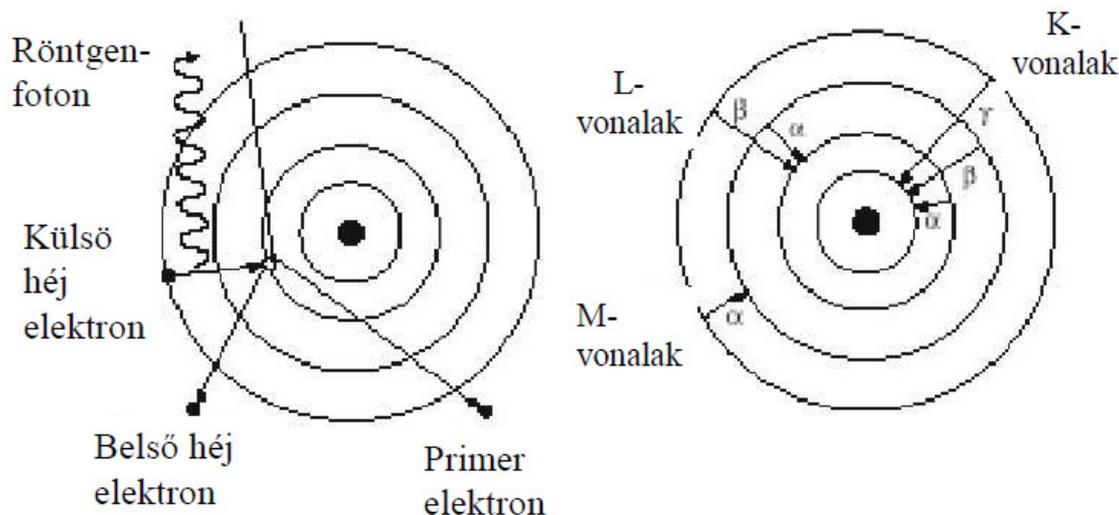


Ermüdungsbruch



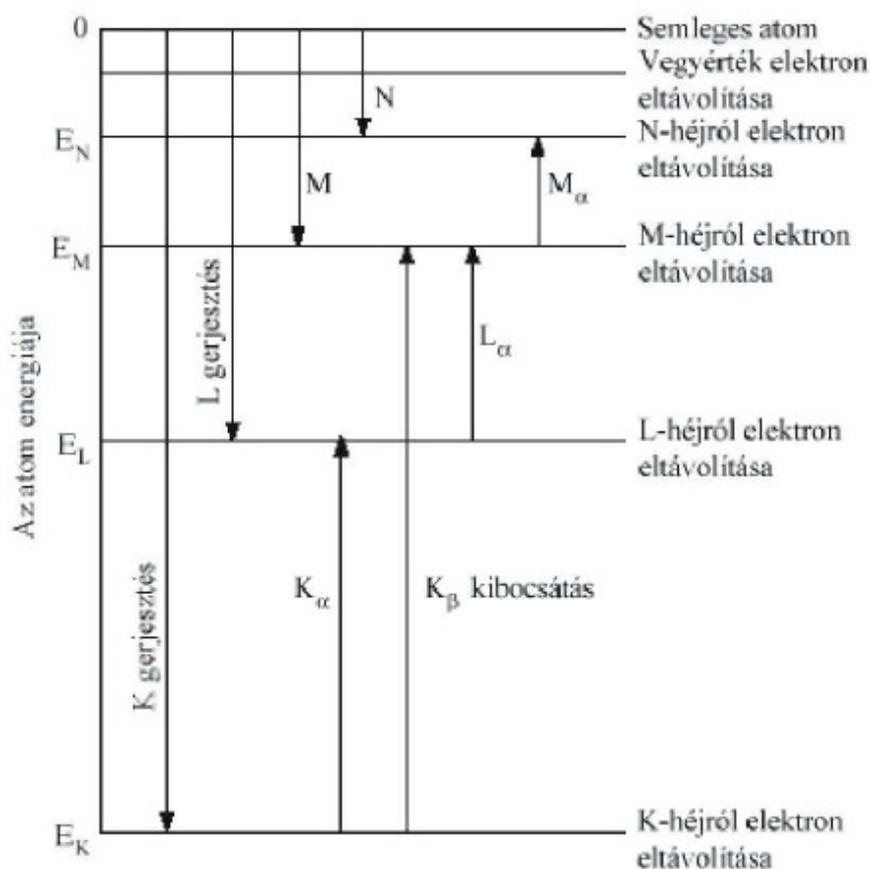
Replika von Kriechgrübchen



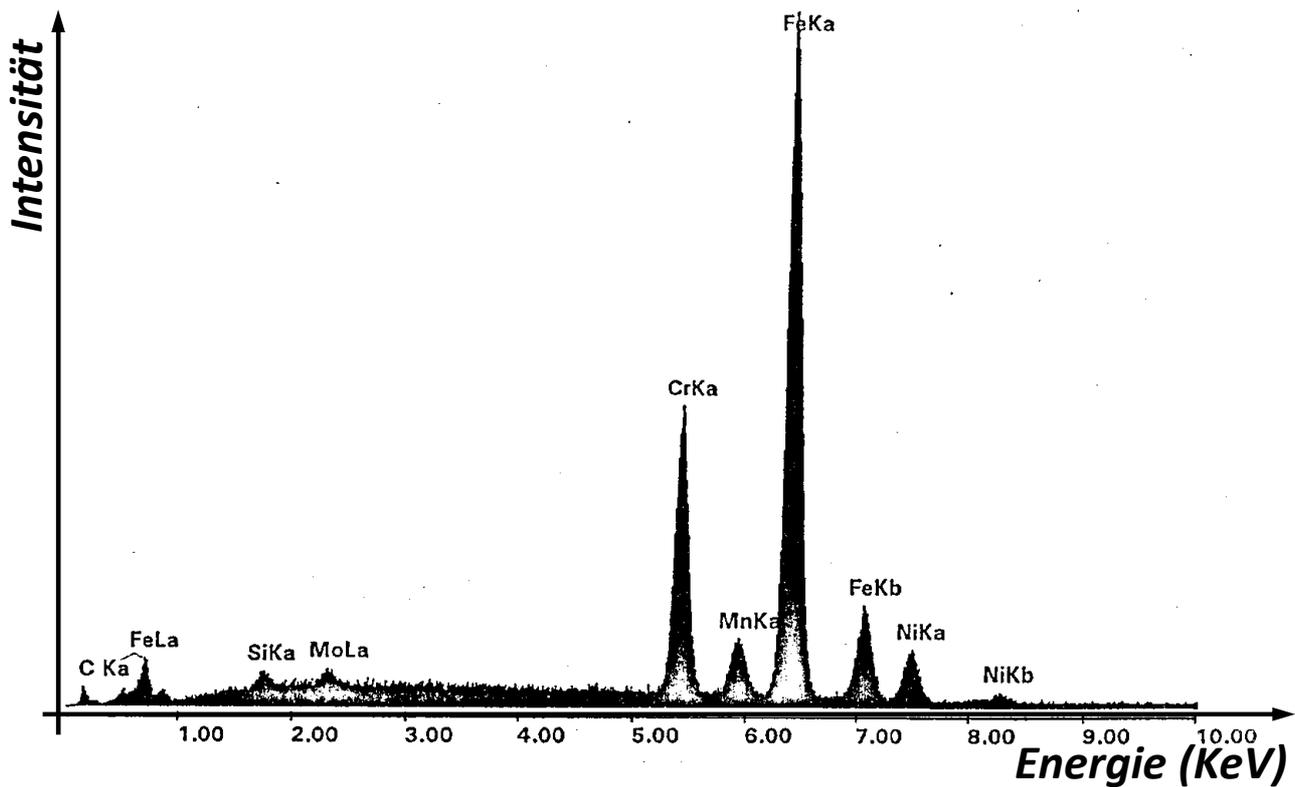


Ionisation der inneren  $e^-$  Schale

Nach der Rekombination Röntgenfotonemission

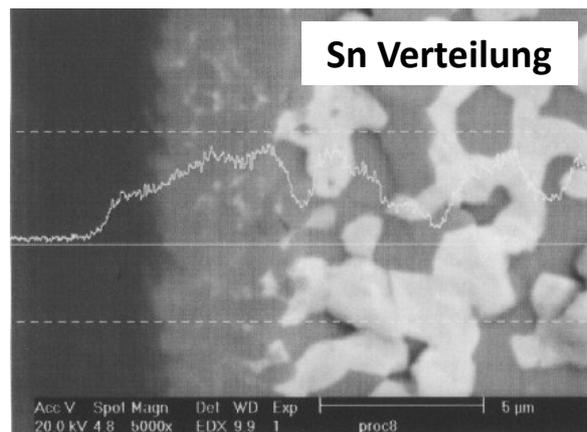
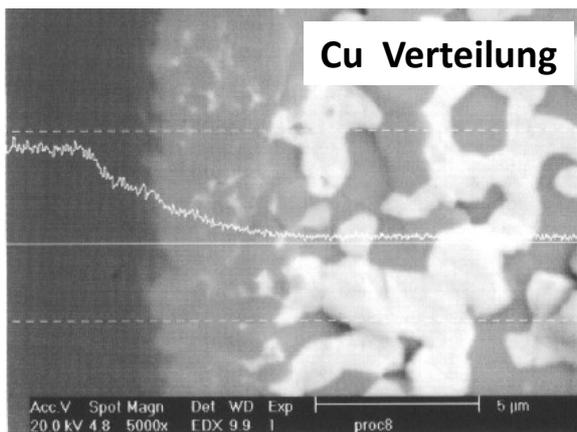
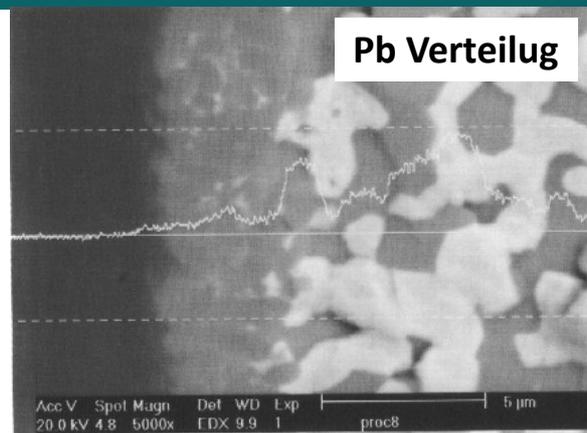
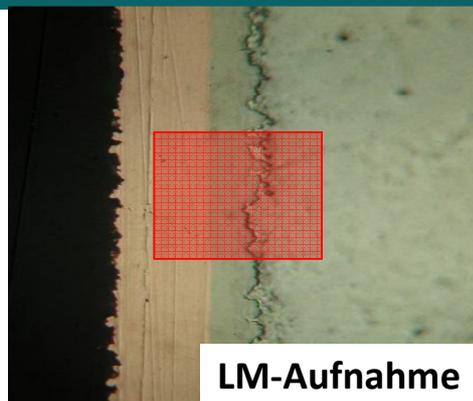


## EDS (EDX) Spektrum eines Rostfreien Stahles



Folie: 35

## Beispiel, Cu-(Pb-Sn) Löten



Folie: 36



Folie: 37

Vergößerung < 20000:1

Auflösungsfähigkeit: > 0.02  $\mu\text{m}$

### Betriebsarten:

- Vergrößertes Bild
- Elektronendiffraktion

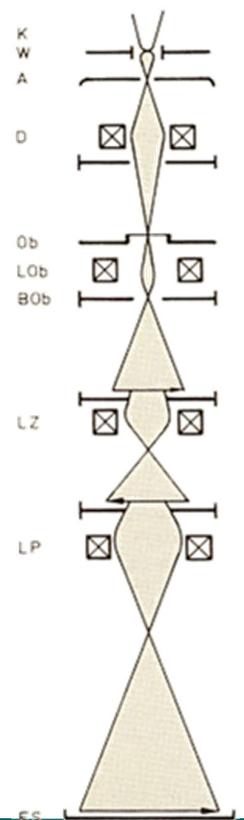
### Probeprobereitung:

Dünnschliff (elektrolitisch, vergast) < 100nm (Metall)  
Abdruck (100-400  $\mu\text{m}$  Lack-, Kohlendampf oder Oxidfilm, als Relief.) Probenentnahmenstelle unsicher

### Anwendung:

- Bilder mit großen Auflösung
- Ausweis der Kristallfehler
- Elektronenbeugung

Durchstrahlungs-  
Elektronen-  
mikroskop (TEM)



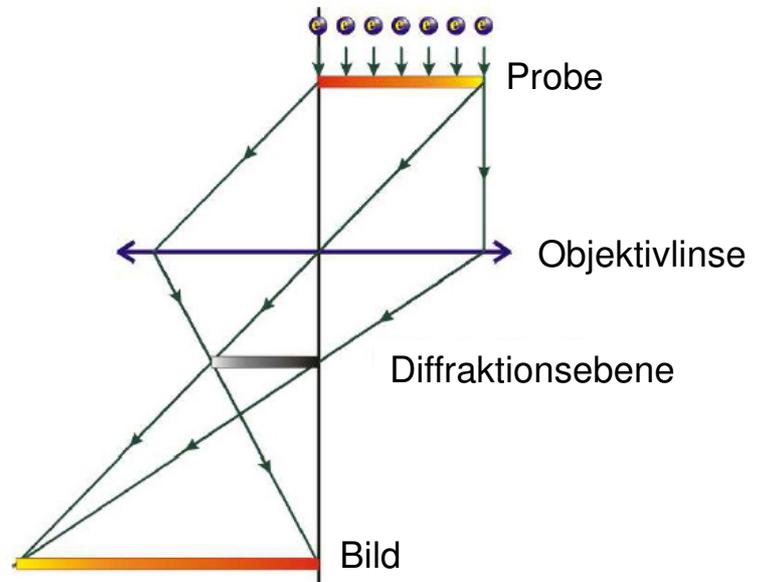
Folie: 38

## Bildabbildung:

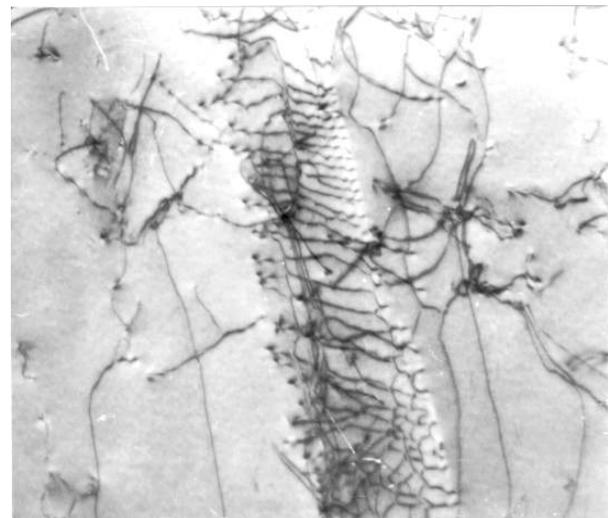
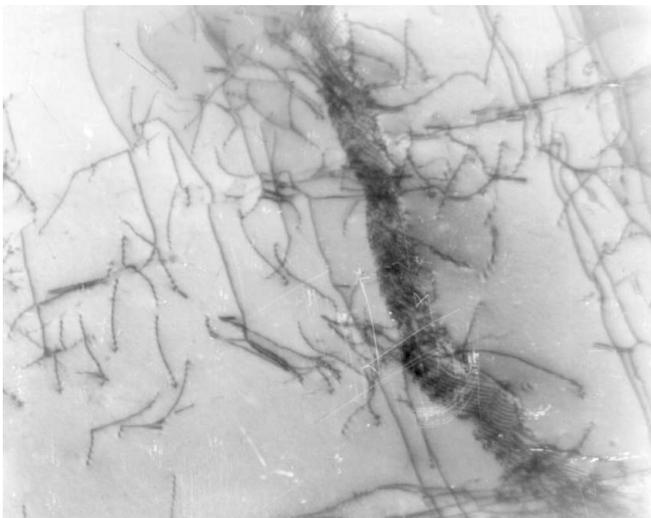
- Körner,
- Korngrenzen,
- Kristallbaufehler,
- Versetzungsstrukturen,
- Ausscheidungen

## Elektronenbeugung:

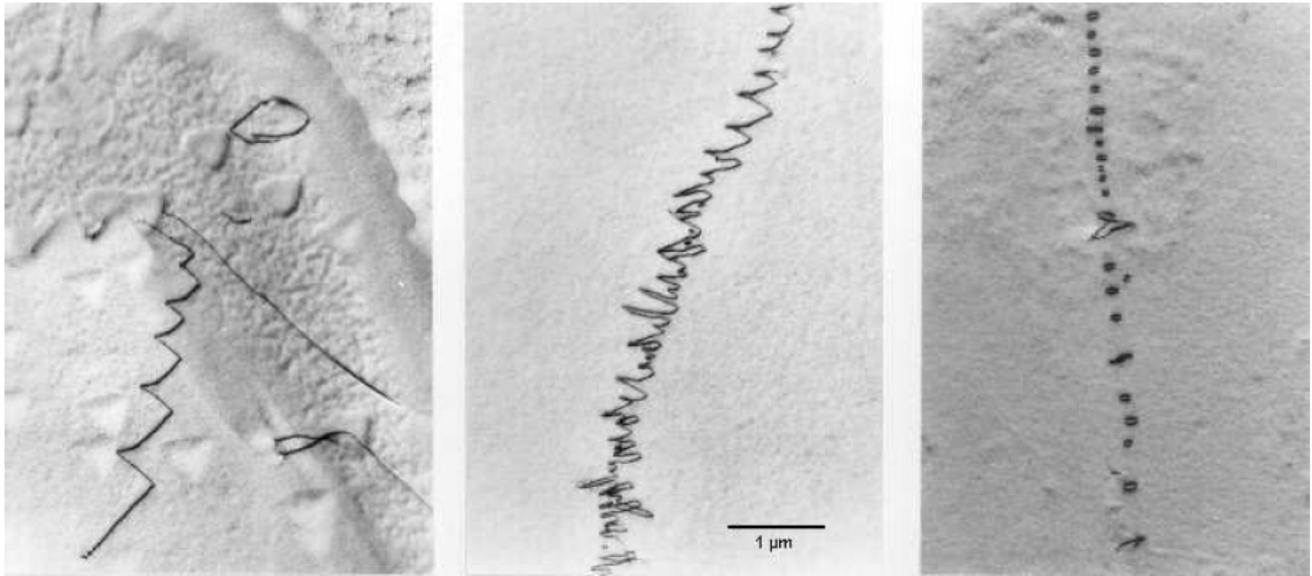
- Kristallsystem
- Orientation



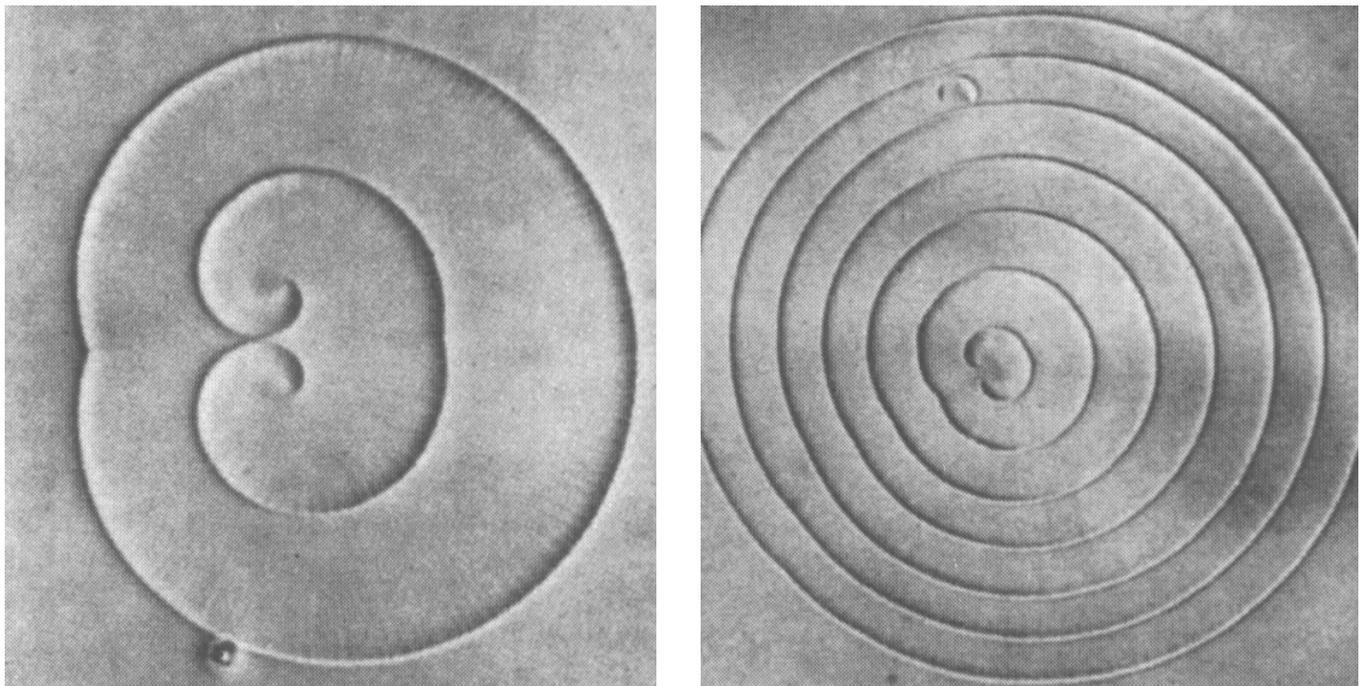
Folie: 39

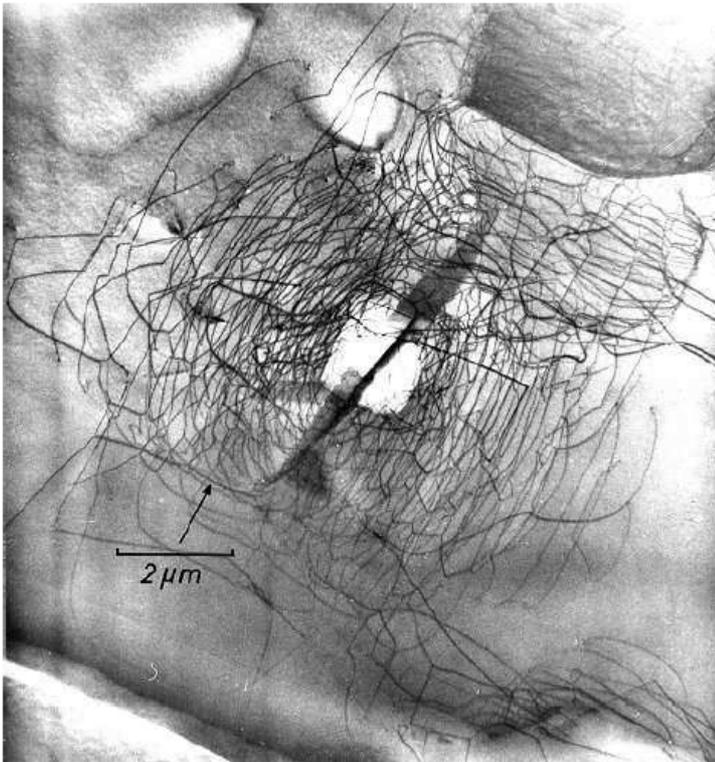


Folie: 40



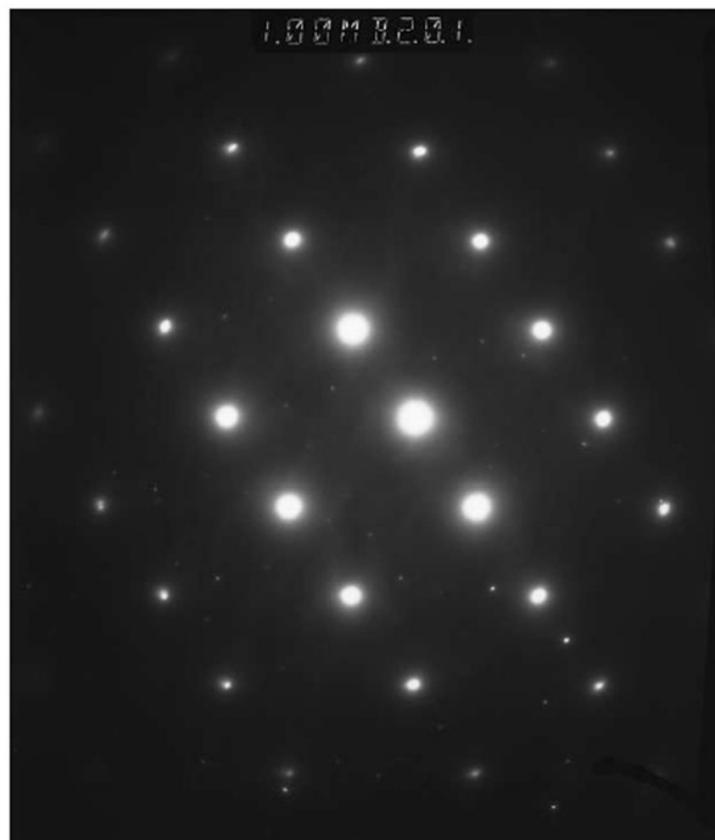
Entstehen von Versetzungsschleifen





Transistoremitter auf der Oberfläche einer Monolit IC:  
 Mechanische Einwirkung  
 Entstehen einer Mikrorisse  
 Durch mechanische Spannung entstehen Versetzungen

Folie: 43



Folie: 44

Auflösung:  $d > 0.5 \mu\text{m}$

$n$  - Brechungsindex des Mediums zwischen Objekt und Objektiv

$\alpha$  - Halber Öffnungswinkel der Frontlinse (Max: 0.95)

Vergrößerung: (10-800):1

Tiefenschärfe: 2-10  $\mu\text{m}$

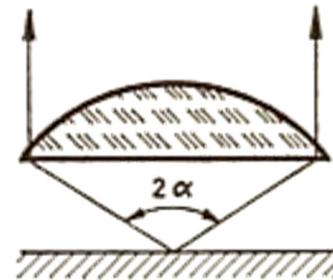
Probeabnahme

Schliffherstellung

Schliffhalter (Einbetten in Kunstharz)

Polieren

Ätzen (Kornflächenanätzung, Korngrenzenanätzung)



$$d = \frac{\lambda}{2NA} = \frac{\lambda}{2n \sin \alpha}$$

Folie: 45

- Unterscheiden zwischen der einzelnen Phasen
- Größe, Form und Verteilung der Körner
- Fehler (Risse, Löcher, Korrosion usw.)
- Untersuchbare Größe von 0,5  $\mu\text{m}$  und größer

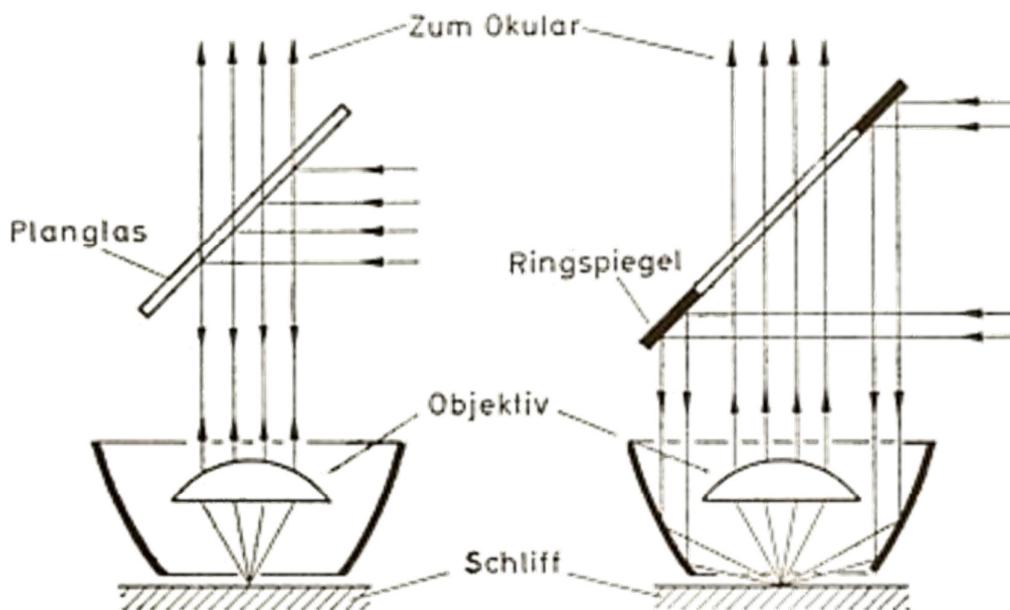
Folie: 46



Folie: 47

## Lichtmikroskopische Untersuchungen

- Mikroskopische Schliffuntersuchung
- Feldbeleuchtung



*Hellfeld- (links) und Dunkelfeldbeleuchtung (rechts), schematisch*

Folie: 48

➤ Kornflächenätzung →

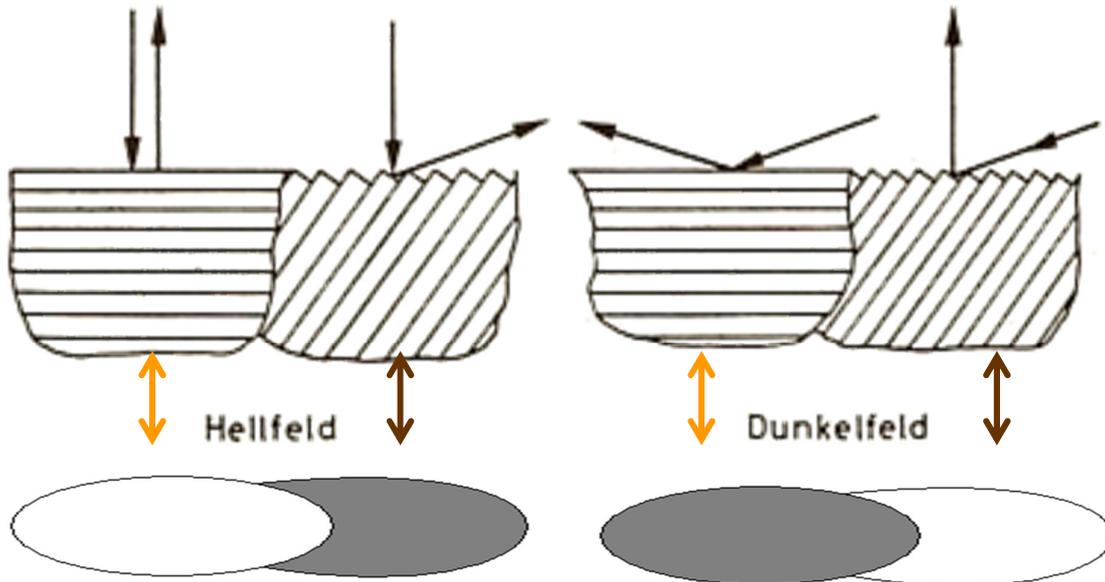
*Kristall erscheint im Schlibfbild . . .*

*hell*

*dunkel*

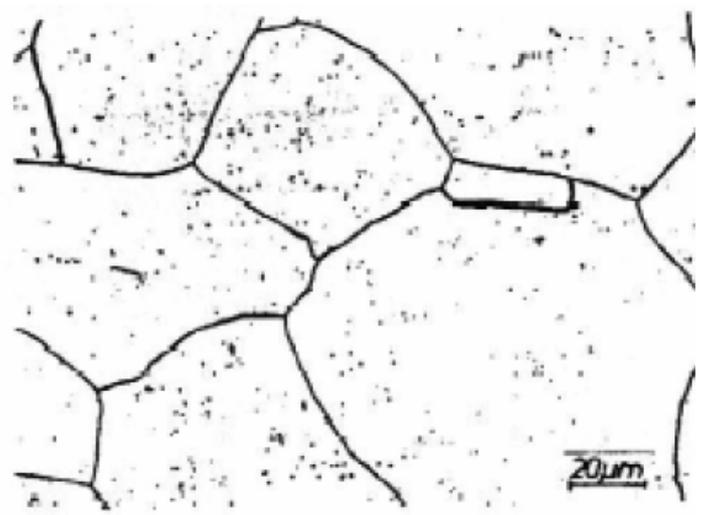
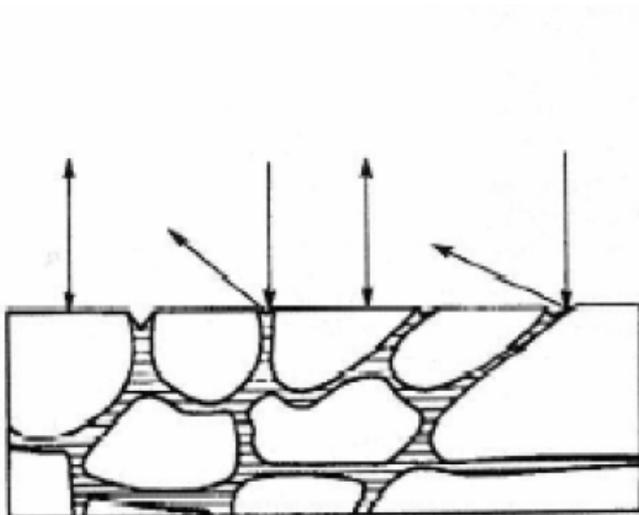
*dunkel*

*hell*



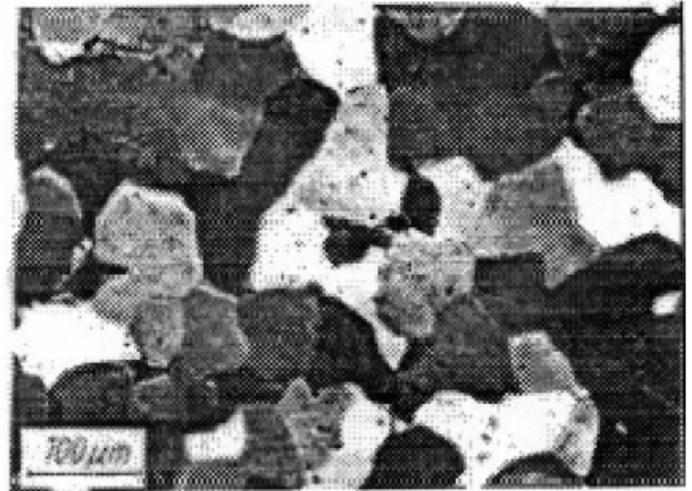
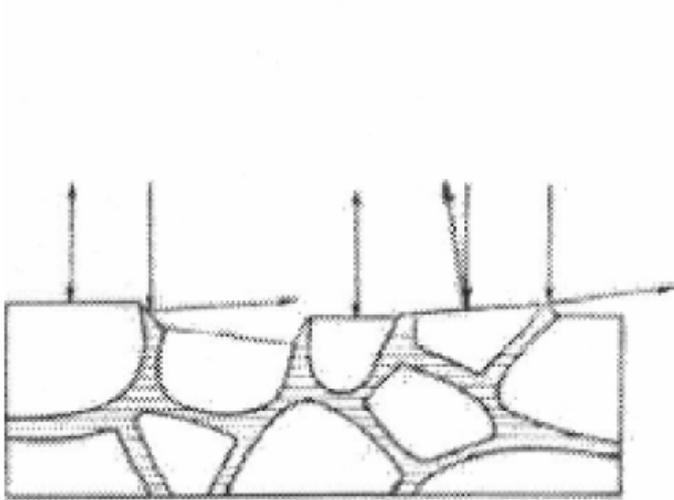
Folie: 49

## Wirkung der Ätzen

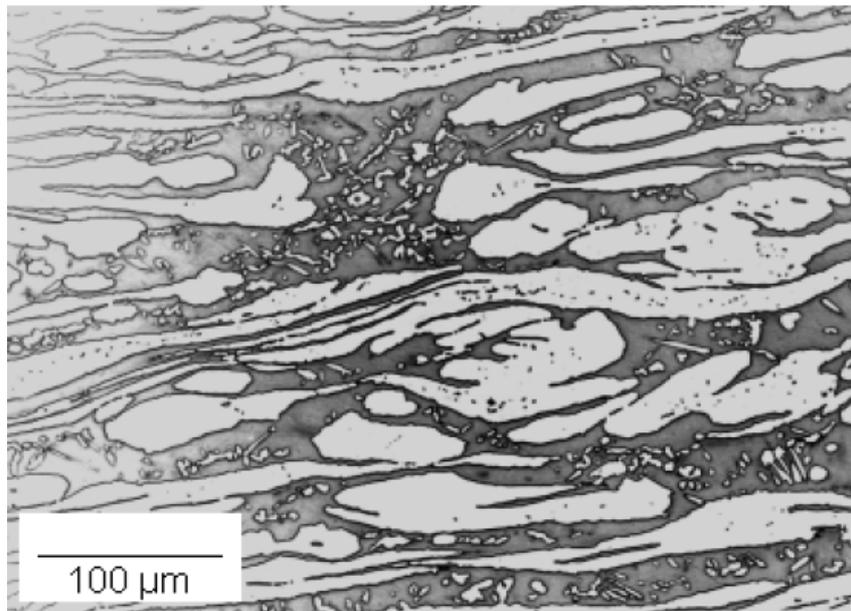


Homogen, richtungunabhängiges Ätzmittel

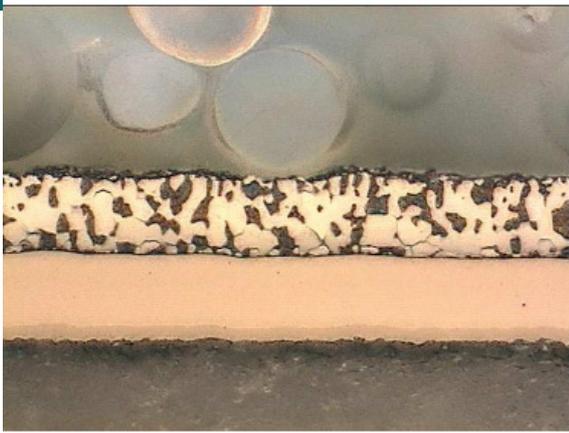
Folie: 50



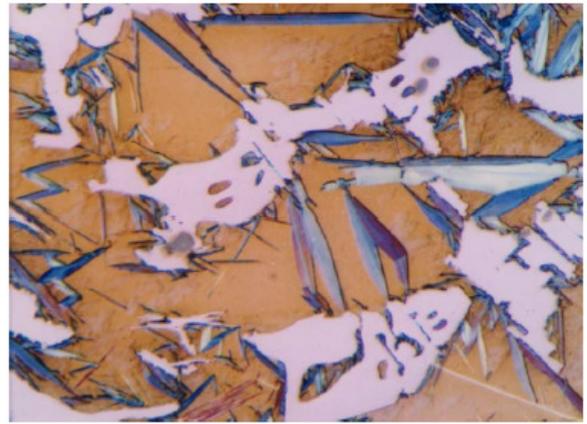
Homogen, richtungabhängiges Ätzmittel



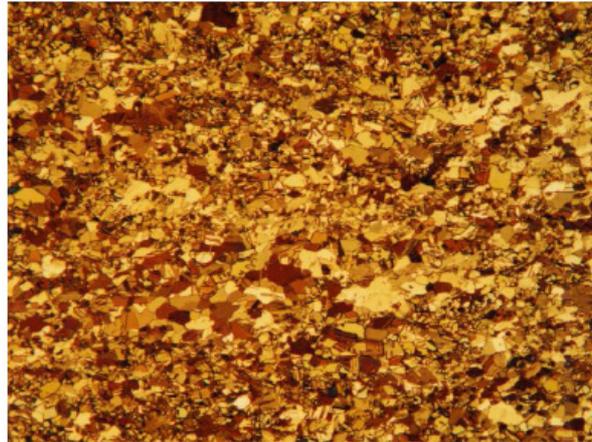
Heterogenes Ätzmittel



- Schichtaufbau
- Schichtdicke



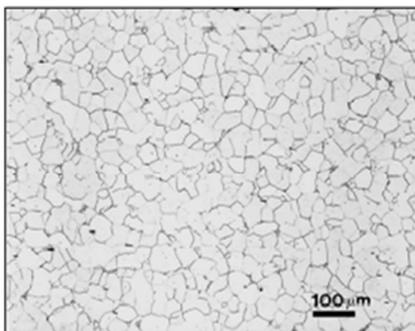
- Strukturaufbau



- Maß der deformierbarkeit, Weichglühen

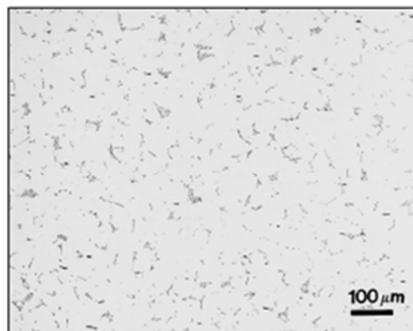
Folie: 53

## Ferritisches Stahl



### 3% Nital

Hebt die Ferritkorn Grenzen und Zementit hervor



### 4% Pikral

Hebt Zementit hervor



### Beraha

Färbt die Kornflächen abhängig von der Korneinstellung

Folie: 54



Schweißnaht

WeZ\*

Basis

Der schweißnaht wurde zuerst mit 3% Nital geätzt (oben), war nicht gut, Dann mit Klemml Ätzmittel (unten) gibt gute Kontrast zwischen Basismaterial und Wärmeeinflußzone



\*Wärmeeinflusszone

**Scanning Tunneling Micr. (STM)**

**Raster-Tunnelmikroskopie**

**Atomic Force Microscopy (AFM)**

**Atomkraft-Mikroskopie**

Electrostatic Force Microscopy (EFM) elektrostatische Kraft

Magnetic Force Microscopy (MFM) magnetische Kraft

Scanning Capacitance Microscopy (SCM) Raster-Kapazität

Scanning Resistance Microscopy (SRM) Raster-Widerstand

Nadel

Tunneleffekt

Auflösung in Atomdimension

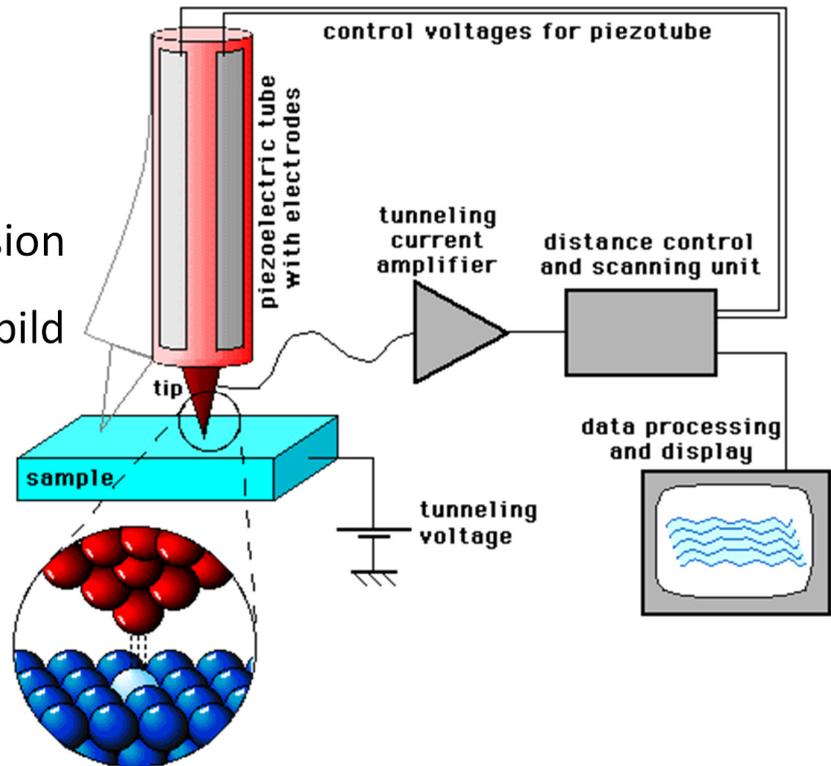
Oberflächenmorphologiebild

Rauheit,

Oberflächenfehler

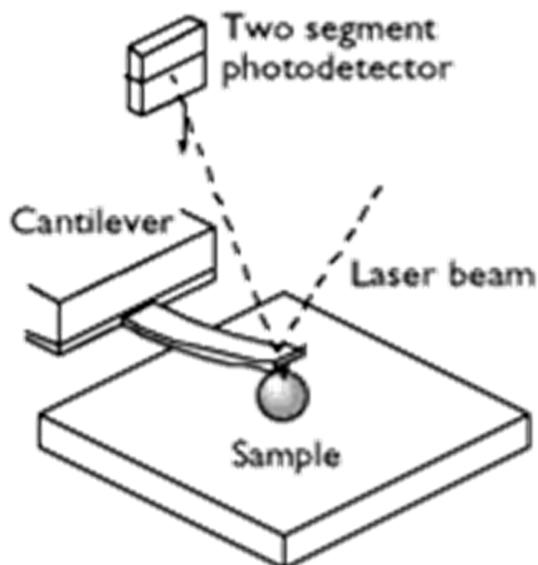
Nur leitende oder

halbleitende Proben



Folie: 57

## Atomic force microscopy



Wechselseitige Stoß- und Zügeffekten zwischen Atome

Bewegungsmessung mit Laserstrahl

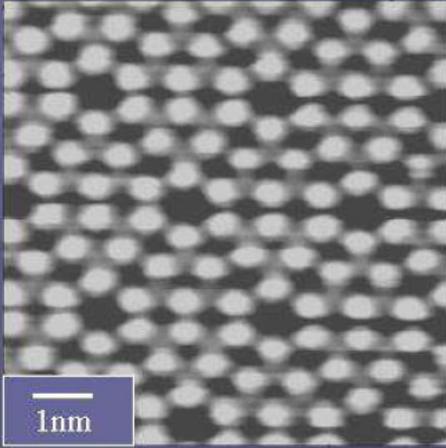
Atomare Auflösung (10 pm)

Folie: 58



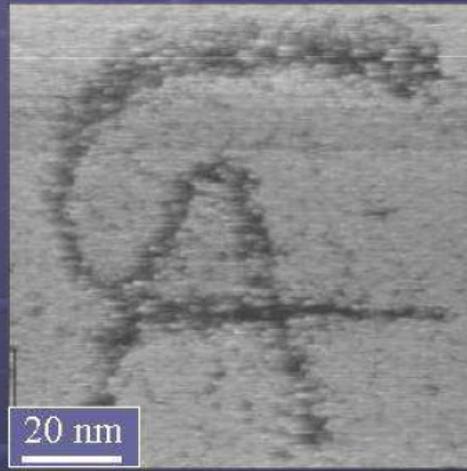
## Atomic level construction with UHV Atomic Force Microscope

- Silicon surface



Steven Praver, University of Melbourne

*Science at the Shine Dome 2004*



Line width is 2 nm and depth is 0.2nm



Danke für die Aufmerksamkeit!