

Jürgen Bauch  
Rüdiger Rosenkranz

# Physikalische Werkstoffdiagnostik

Ein Kompendium wichtiger Analytikmethoden  
für Ingenieure und Physiker

---

# Physikalische Werkstoffdiagnostik

---

Jürgen Bauch · Rüdiger Rosenkranz

# Physikalische Werkstoffdiagnostik

Ein Kompendium wichtiger Analytikmethoden  
für Ingenieure und Physiker

Jürgen Bauch  
Dresden, Deutschland

Rüdiger Rosenkranz  
Dresden, Deutschland

ISBN 978-3-662-53951-4      ISBN 978-3-662-53952-1 (eBook)  
DOI 10.1007/978-3-662-53952-1

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Springer Vieweg

© Springer-Verlag GmbH Deutschland 2017

(Impressumsseite): In diesem Buch werden Warennamen ohne Gewährleistung der freien Verwendbarkeit benutzt.

Bild des Frontcovers: © I. Zimmermann und J. Bauch, Dresden

Für sämtliche Fotos, Abbildungen, Applikationsbeispiele und sonstige Darstellungen, sofern sie nicht Eigentum der Autoren sind, liegen schriftliche Freigabeerklärungen der Rechteinhaber zur Veröffentlichung ausschließlich in diesem Buch vor. Ohne Zustimmung der Autoren dürfen diese nicht entnommen, fotografiert, kopiert, gescannt oder anderweitig vervielfältigt und gespeichert werden. Dies schließt ausdrücklich auch elektronische Medien ein.

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen. Der Verlag bleibt im Hinblick auf geografische Zuordnungen und Gebietsbezeichnungen in veröffentlichten Karten und Institutionsadressen neutral.

Gedruckt auf säurefreiem und chlorfrei gebleichtem Papier

Springer Vieweg ist Teil von Springer Nature

Die eingetragene Gesellschaft ist Springer-Verlag GmbH Deutschland

Die Anschrift der Gesellschaft ist: Heidelberger Platz 3, 14197 Berlin, Germany

Die Autoren arbeiten, forschen und lehren seit vielen Jahren in verantwortlichen Positionen auf dem Gebiet der Physikalischen Werkstoffdiagnostik am Institut für Werkstoffwissenschaft der Technischen Universität bzw. am Fraunhofer-Institut IKTS in Dresden.

Die moderne Werkstoffwissenschaft ist der Schlüssel für Innovationen in der Energietechnik, im Fahrzeug- und Maschinenbau, in der Luft- und Raumfahrt, in der Mikro- und Nanoelektronik sowie in anderen Branchen. Damit verbunden sowie mit den Herausforderungen der Nanotechnik gekoppelt, entwickelt sich notwendigerweise die Physikalische Werkstoffdiagnostik. Sie stellt mittlerweile ein dynamisch wachsendes Wissensgebiet dar, welches auf den Grundlagen der Festkörperphysik, der Mathematik und Geometrie sowie der Informatik aufbaut.

Dieses als Kompendium ausgeführte Praktikerbuch bietet eine kompakte Übersicht zu (vorerst) 50 wichtigen werkstoffanalytischen Verfahren, die jeweils auf einer Doppelseite kurz und übersichtlich dargestellt werden. Diese Verfahren dienen der Ermittlung von Eigenschaften und Defekten im makroskopischen, mikroskopischen und nanoskopischen Bereich. Darunter fällt insbesondere die Bestimmung der Materialzusammensetzung, der Kristallstruktur, der Phasen und der Realstruktur (z.B. Gitterkonstanten, Orientierungen, Eigenspannungen, Versetzungsdichten, Strukturdefekte) sowie weiterer werkstoffrelevanter Größen an Proben und Bauteilen. Der inhaltliche Zugang erfolgt wahlweise über die Anwendungsgebiete mit zugehörigen Verfahren oder über die Übersicht nach Verfahrensgruppen. In komprimierter Form werden die einzelnen Methodenbeschreibungen nach Anwendungen, Funktionsprinzip, Leistungsprofil und Probenpräparation untergliedert sowie mit jeweils typischen Instrumentierungs- und Applikationsbeispielen komplettiert.

Dieses übersichtlich gestaltete Werk empfiehlt sich für Ingenieure und Physiker in wissenschaftlichen Institutionen sowie in fast allen Bereichen der Industrie. Ebenso ist es für Studierende und Doktoranden der Werkstoffwissenschaft, der Elektrotechnik sowie der Physik hilfreich.

Das Kompendium soll einen ersten Einstieg zur zeiteffektiven und zielsicheren Auswahl werkstoffdiagnostischer Methoden bieten.

Die Auflage ist durchgängig farbig gestaltet und erleichtert mit entsprechenden Markern an den Seitenrändern und einem grafischen Inhaltsverzeichnis die Auffindung der einzelnen Verfahren.

Die Texte und Grafiken wurden mit besonderer Sorgfalt erarbeitet und überprüft. Trotzdem sind Fehler nicht völlig ausgeschlossen. Autoren und Verlag weisen darauf hin, dass sie für die Fehlerfreiheit keine Gewährleistung und für Folgen aus Fehlern keine Haftung übernehmen.

Dresden, Dezember 2016

Jürgen Bauch und Rüdiger Rosenkranz

# Methodenübersicht nach Anwendungsgebieten (mit Seitenzahlen)

Anwendungsgebiet	Verfahren
Bestimmung von Kristallstrukturen, Gitterparametern, Orientierungen und Eigenspannungen (ggf. hochauflösend, Mappings)	LAUE 42 XRD 44 KT 46 RDS 48 NBD 58 EBSD 56 RS 82 SNOM 4
Querschnittsabbildung, Topographie, Durchstrahlung, Gefügedarstellung, Ungängen, Grenzflächen	VLM 2 REM 6 TEM 8 AFM 16 XCT 28 XCL 30 Thermographie 22 RGS 26 XRM 32 SNOM 4 HIM 12 XRT 52 EBSD 56 SAM 96 US 94 EC 98
Bildgebende Methoden mit höchster Auflösung	TEM 8 AFM 16 3D-AP 20 HIM 12 EFTEM 10
3D-Abbildungen (Tomographie)	TEM 8 FIB 14 XCT 28 3D-AP 20 XRM 32
Versetzungsdichteabschätzung und ggf. Versetzungsabbildung	KT 46 RDS 48 XRT 52 TEM 8 EBIC, EBAC 34 EBSD 56
Phasenanalyse und -diskriminierung	XRD 44 EBSD (bedingt) 56
Texturanalyse und -komponenten	EBSD 56 XRD 44
Multielementanalyse	EDX 60 WDX 62 ED-/WD-RFA 64 TXRF 66 XPS 68 XRD 44 AES 72 EELS 74 LEIS, MEIS 78 RBS 80 GDOES 84 RS 82 TEM + Zusatz 8 REM + Zusatz 6 EFTEM 10
Morphologie (Partikelgröße, -form und -verteilung)	SAXS 54 XRT 52 REM 6 3D-AP 20 TEM 8 AFM 16
Schichtanalytik (Aufbau, Dicke, Dichte, Rauheit, Zusammensetzung, ggf. Multilayerperioden, Tiefenprofilanalyse, magnetische Domänen)	XRR 50 XRD 44 XPS 68 ED-/WD-RFA 64 AFM 16 REM 6 Thermographie 22 XCL 30 3D-AP 20 AES 72 EELS 74 LEIS, MEIS 78 RBS 80 SIMS 76 GDOES 84 VASE 88 FTIR 86 US 94 SAM 96 EC 98 EFTEM 10 KERR 18
Fehleranalyse und Prozesskontrolle in der Halbleiterproduktion (Fehlerlokalisierung, elektrische Ausfälle, Fehlprozessierungen, Kontrolle kritischer Dimensionen, Verunreinigungen, Kontaminationen, Schichten, Spurenelemente, Maskeninspektion)	EBIC, EBAC 34 OBIRCH 36 EBI 38 VC 40 FIB 14 Thermographie 22 REM + Zusatz 6 SNOM 4 HIM 12 EFTEM 10 RBS 80 SIMS 76 LEIS, MEIS 78 AES 72 EELS 74 EDX 60 TXRF 66 XRR 50
Bestimmung spezieller Eigenschaften (z.B. Bindungsverhältnisse, Bandstruktur, Verbiegungen, opt. und magn. Eigenschaften)	XPS 68 TEM + Zusatz 8 TherMoiré 24 VASE 88 VSM 100 KERR 18
Biomaterialien (z.B. Proteinanalytik)	SAXS 54 LAUE 42 SNOM 4 EELS 74
Polymerwerkstoffe	FTIR 86 GDOES 84 LEIS, MEIS 78 XPS 68 Thermographie 22 SNOM 4 EC 98
Thermische Eigenschaften	DTA 90 DSC 92

# Methodenübersicht nach Verfahrensgruppen *(mit Seitenzahlen)*

Bildgebende Verfahren	VLM 2	SNOM 4	REM 6	TEM 8	EFTEM 10	HIM 12	FIB 14	AFM 16	KERR 18	3D-AP 20	Thermographie 22	TherMoiré 24	RGS 26	XCT 28	XCL 30	XRM 32	EBIC/EBAC 34	OBIRCH 36	EBI 38	VC 40
Röntgenbeugung	LAUE 42	XRD 44	KT 46	RDS 48	XRR 50	XRT 52	SAXS 54													
Elektronenbeugung	EBS 56	NBD 58																		
Röntgenspektroskopie	EDX 60	WDX 62	ED-/WD-RFA 64	TXRF 66	XPS 68	EXAFS/ XANES 70														
Elektronenspektroskopie	AES 72	EELS 74																		
Ionenspektroskopie	SIMS 76	LEIS, MEIS 78	RBS 80																	
Optische Spektroskopie	RS 82	GDOES 84	FTIR 86	VASE 88																
Thermische Analyse	DTA 90	DSC 92																		
Ultraschalltechnik	US 94	SAM 96																		
Sonstige Verfahren	EC 98	VSM 100																		

# Methodenverzeichnis *(mit Seitenzahlen)*

VLM 2	Lichtmikroskopie	EBSD 56	KIKUCHI-Beugung
SNOM 4	Optische Rasternahfeldmikroskopie	NBD 58	Nano-Elektronenbeugung
REM 6	Rasterelektronenmikroskopie	EDX 60	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
TEM 8	Transmissionselektronenmikroskopie	WDX 62	Wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie
EFTEM 10	Energiegefilterte Transmissions-elektronenmikroskopie	ED-/WD-RFA 64	Röntgenfluoreszenzanalyse
HIM 12	Helium-Ionen-Mikroskopie	TXRF 66	Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse
FIB 14	Ionenfeinstrahltechnik	XPS 68	Röntgenphotoelektronenspektroskopie
AFM 16	Rasterkraftmikroskopie	EXAFS, XANES 70	Röntgenabsorptions-spektroskopie
KERR 18	Magnetooptische KERR-Mikroskopie	AES 72	AUGER-Elektronenspektroskopie
3D-AP 20	Atomsonde	EELS 74	Elektronenenergieverlustspektroskopie
Thermographie 22	Thermographie	SIMS 76	Sekundärionen-Massenspektrometrie
TherMoiré 24	TherMoiré	LEIS, MEIS 78	Ionenstrahlspektroskopie
RGS 26	Röntgengrobstrukturinspektion	RBS 80	RUTHERFORD-Rückstreu-Spektrometrie
XCT 28	Röntgen-Computertomographie	RS 82	RAMAN-Spektroskopie
XCL 30	Röntgen-Computerlaminographie	GDOES 84	Optische Glimmentladungsspektroskopie
XRM 32	Röntgenmikroskopie	FTIR 86	Fouriertransformierte IR-Spektroskopie
EBIC, EBAC 34	Electron Beam Induced Current Electron Beam Absorbed Current	VASE 88	Winkelvariierende Spektroskopische Ellipsometrie
OBIRCH 36	Optical Beam Induced Resistivity Change	DTA 90	Differenz-Thermoanalyse
EBI 38	Electron Beam Inspection	DSC 92	Dynamische Differenzkalorimetrie
VC 40	Potenzialkontrast	US 94	Ultraschall-Impuls-Echo-Verfahren
LAUE 42	LAUE-Verfahren	SAM 96	Ultraschallmikroskopie
XRD 44	Röntgenvielkristalldiffraktometrie	EC 98	Wirbelstromtechnik
KT 46	KOSSEL-Technik	VSM 100	Vibrationsmagnetometer
RDS 48	Röntgen-Drehschwenk-Technik		
XRR 50	Röntgenreflektometrie		
XRT 52	Röntgentopographie		
SAXS 54	Röntgenkleinwinkelstreuung		



## Nutzungshinweise:

- Seite VI enthält eine Methodenübersicht nach **Anwendungsgebieten**. Sie dient der schnellen Auffindung einer Methode, wenn die werkstoffwissenschaftliche Aufgabenstellung bereits gegeben ist.

Beispiel:

Anwendungsgebiet „Schichtanalytik“ (linke Spalte) → „Verfahren“ (rechte Spalte) → 22 Methoden → Wahl von **XRR 50** (Röntgenreflektometrie auf Seite 50)

- Auf Seite VII sind die Methoden nach **Verfahrensgruppen** geordnet. Hier erschließt sich auch die im Buch angewendete Farbkennzeichnung.

Beispiel:

Verfahrensgruppe „Bildgebende Verfahren“ (linke Spalte) → „Verfahren“ (rechte Spalte) → 20 Methoden → Wahl von **TEM 8** (Transmissionselektronenmikroskopie auf Seite 8)

- Seite VIII entspricht einem **klassischen Inhaltsverzeichnis** mit aufsteigenden Seitenzahlen, wobei hier alle Abkürzungen erklärt werden.

Beispiel:

„Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse“ → **TXRF 66** (Seite 66)

- Die farbigen Kästchen mit den Methodennamen enthalten stets die zugehörige Seitenzahl.
- ↗ Verfahrenskürzel, die mit einem blauen Pfeil gekennzeichnet sind, verweisen auf andere, im Buch enthaltene Methoden.

Beispiel: ↗**AFM**

# VLM - Lichtmikroskopie

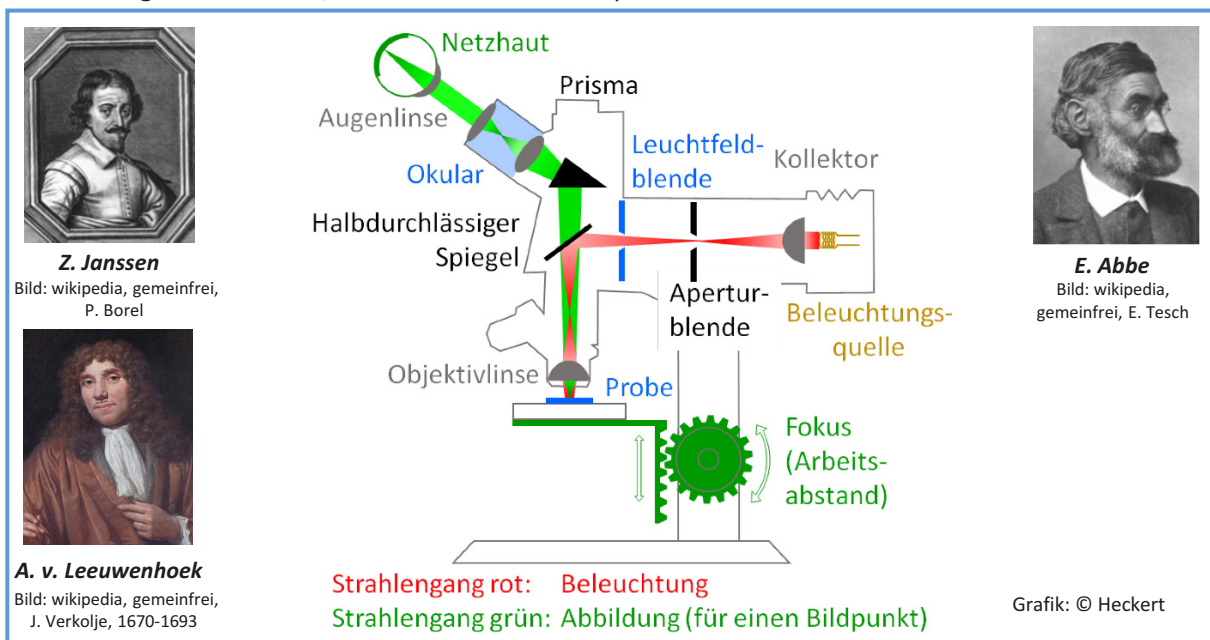
## VLM - Visible-Light Microscopy

### Anwendungen:

- Optische Abbildung des Gefüges (Gefügebestandteile und deren Grenzbereiche) in der Materialographie und Petrographie
- Unterscheidung von Phasen auf Grund unterschiedlichen optischen Reflexionsvermögens
- Optische Dokumentation in der Schadensfallanalyse (z.B. Bruchaussehen, Rissortung)
- Visualisierung der Oberflächentopographie mittels differentieller Interferenzmikroskopie

### Funktionsprinzip:

Erste Mikroskope wurden von Z. JANSSEN und A. v. LEEUWENHOEK bereits im 17. Jh. gebaut. Spätere Wegbereiter des Gerätes waren u.a. O. SCHOTT (Linsengläser), E. ABBE (Physik) und A. KÖHLER (Beleuchtung). Das vom Objekt kommende Licht wird durch eine Kombination von zwei Linsen (Objektiv und Okular) optisch abgebildet, wobei vom Objektiv zunächst ein reelles Zwischenbild erzeugt wird, das durch das Okular vergrößert betrachtet werden kann. Die Auflösungsgrenze  $d_{\min}$  mit Kondensator (Abbe-Limit) berechnet sich zu  $d_{\min} = \lambda / (2n \sin \alpha)$  mit  $\lambda$  als Wellenlänge des Abbildungsmediums,  $n$  als Brechzahl des Mediums zwischen Probe und Objektiv sowie  $\alpha$  als Aperturwinkel (halber Öffnungswinkel) des Objektivs. Daraus ergeben sich förderliche Vergrößerungen von typisch 1000:1 (max. 2000:1 mit Immersionsöl). Neuere methodische Ansätze erlauben Auflösungen jenseits der Abbe-Grenze (Rayleigh-Kriterium). Grundsätzlich werden Auflicht- (breite Anwendung in der Metallographie) und Durchlichtmikroskopie (Anwendung in der Petrographie und bei Bio-Präparaten) unterschieden. Beide Varianten nutzen das Köhler'sche Beleuchtungsprinzip und können im Hellfeld- oder Dunkelfeldmodus (senkrechter Lichteinfall mit großer Lichtausbeute bzw. schräger Einfall mit geringer Lichtausbeute im Objektiv) betrieben werden. Speziell ausgerüstete Auflichtsysteme nutzen den differentiellen Interferenzkontrast (DIK) nach Nomarski (modifiziertes Wollaston-Prisma und polarisiertes Licht) zur Abbildung der Oberflächentopographie oder werden als Interferenzmikroskope zur Vermessung von Oberflächenreliefs bis in den nm-Bereich eingesetzt. Eine weitere Variante ist die Polarisationsmikroskopie mittels zweier Nicol'scher Prismen/Polarisationsfolien zur Untersuchung von nichtkubischen Substanzen. Binokularmikroskope haben zwei Okulare und können mit beiden Augen genutzt werden. Mikroskope mit zwei vollständig getrennten Strahlengängen, die einen jeweils leicht geänderten Betrachtungswinkel haben, heißen Stereomikroskope und vermitteln einen räumlichen Eindruck.



### Leistungsprofil und -grenzen:

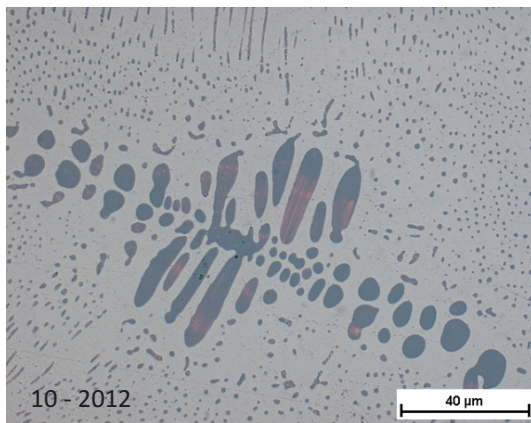
- Förderliche Vergrößerung bis max. 2000-fach (unter Verwendung von Immersionsflüssigkeit)

### Probenpräparation:

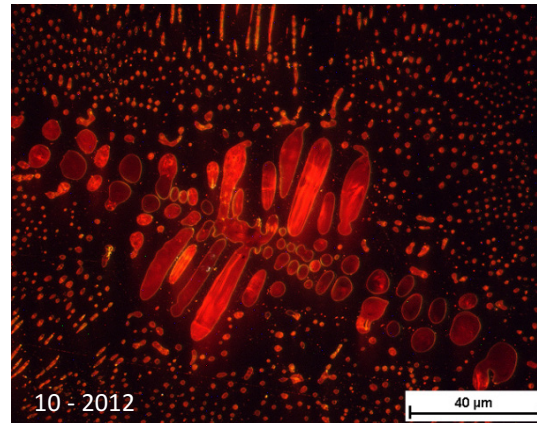
- Keine störenden Deckschichten, bei Durchlichtmikroskopie dünne transparente Proben
- Häufig Anfertigung eines polierten und oft nachfolgend kontrastierten Schliffes erforderlich

### Instrumentierung und Beispiele:

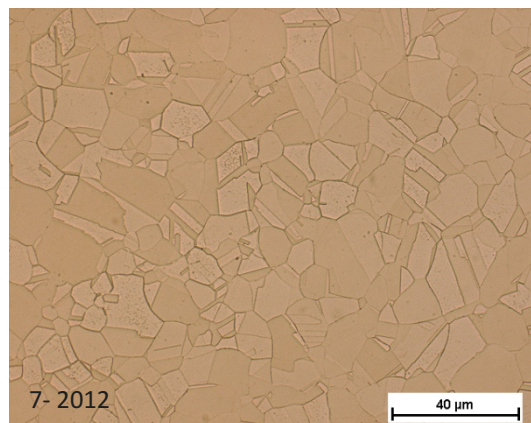
- Auflicht- und Durchlichtmikroskope (jeweils mit Hellfeld- oder Dunkelfeldbeleuchtung)
- Spezielle Auflichtsysteme: differentieller Interferenzkontrast (DIK), Interferenzmikroskope
- Weitere spezielle Systeme: Polarisationsmikroskop, Binokularmikroskop, Stereomikroskop



1

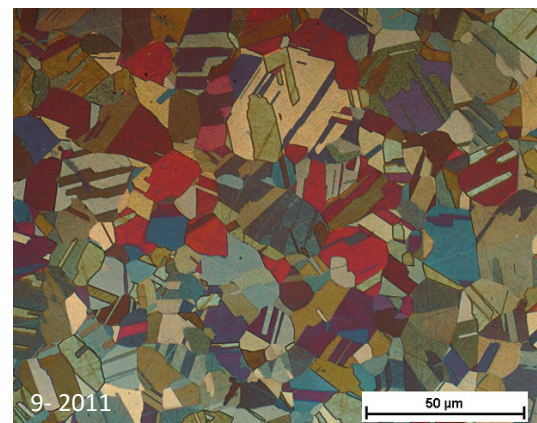


2

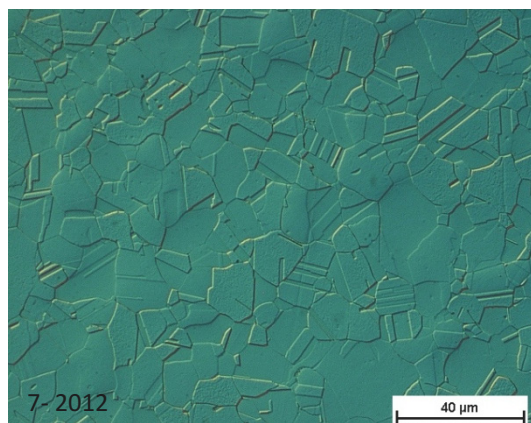


3

Aufnahmen: Bildarchiv Metallographie des IfWW der TUD



4



5

- 1 Cu(I)-oxid in Cu-Matrix  
(polierter Schliff, Hellfeld 500-fach)
- 2 Cu(I)-oxid in Cu-Matrix  
(polierter Schliff, Dunkelfeld 500-fach)
- 3 Reinkupfer  
(Korngrenzenätzung, Hellfeld 500-fach)
- 4 Reinkupfer  
(Farbätzung nach Klemm, Polarisationskontrast 500-fach)
- 5 Reinkupfer  
(Ätzrelief, differentieller Interferenzkontrast DIK 500-fach)

# SNOM - Optische Rasternahfeldmikroskopie

## SNOM - Scanning Near Field Optical Microscopy

### Anwendungen:

- Analyse von Chips (Gateoxidschäden, Ladungsträger- und Dotierkonzentrationen, pn-Übergänge)
- Lokale Stress-Verteilung, Materialanalyse (z.B. strukturelle Phasenübergänge in Oxiden mit Mikrodomänen), Materialidentifikation (s. Applikationsbeispiel)
- Polymerforschung (z.B. Abbildung von Mikrodomänen)
- Charakterisierung von Quantenpunkten und anderen Nanostrukturen
- Medizin und Biologie (Verteilung spezieller Proteine sowie von DNA und RNA in Zellkernen, Untersuchungen an lebenden Zellen und an mit Kontrastmitteln markierten Gewebe, Neuronen usw.)

### Funktionsprinzip:

Bei der optischen Rasternahfeldmikroskopie gelingt es, das in der Lichtmikroskopie  $\nearrow$ VLM geltende Abbe-Auflösungslimit durch eine spezielle Messanordnung zu unterschreiten. Die Idee dazu wurde schon 1928 von E. H. SYNGE geäußert, doch erst im Jahre 1981 stellte D. W. POHL ein erstes funktionsfähiges Gerät vor. Das Licht wird durch eine hohle Messspitze geleitet, welche am Ende eine mikroskopische Apertur besitzt. Ihre Abmessung liegt unterhalb der Wellenlänge der benutzten Strahlung, so dass diese durch die Öffnung hindurch tunneln muss. Die dadurch bedingte geringe Intensität am Austrittspunkt kann man mit sogenannten aperturlosen Spitzen aus Metall (Ag, Au, W) oder Silizium umgehen. Diese werden meist für Strahlung im nahen und mittleren Infrarotbereich verwendet. Die Probe wird wenige Nanometer entfernt von der Austrittsstelle des Lichts, also im Nahfeld, positioniert. Das reflektierte oder transmittierte Licht gelangt in einen hochempfindlichen Detektor, dessen Ausgangssignal zur Bilddarstellung benutzt wird. Um ein zweidimensionales Bild zu erhalten, muss die Spitze in mikroskopischen Bereichen und mit konstantem Abstand über die Probe gescannt werden. Dies ist nur unter Verwendung des Prinzips möglich, das der Methode  $\nearrow$ AFM und den anderen Rastersondenverfahren zugrunde liegt. Für die Beleuchtung kommen vor allem Laser zum Einsatz, um die erforderlichen hohen Beleuchtungsdichten zu erzielen. Es ist auch möglich, den Laserstrahl von außen auf die Probe zu richten und die Spitze zum Sammeln des reflektierten Lichtes zu verwenden (Kollektionsmodus). Auch für die Detektion der Strahlung gibt es zahlreiche Varianten, wie Photomultiplier, Avalanche-Photodioden, CCDs oder Spektrometer, so dass auch verschiedenartige Signale zur Bilddarstellung genutzt werden können.

