

Ionenstrahlpräparation versus Schleifen und Polieren

Qualität der Probenquerschnitte beeinflusst Analyseergebnisse

Rasterelektronenmikroskopische Analysen von Metallen ohne vorheriges Anätzen der Proben? Verbundmaterialien präparieren ohne mechanische und chemische Artefakte? Durch die breitflächige CSP (Cross Section Polishing)-Ionenstrahlpräparation wird dies möglich. Anhand ausgewählter Beispiele werden die Vor- und Nachteile der mittlerweile 15 Jahre jungen CSP-Technologie dargestellt und mit der klassischen Präparation des Schleifens und Polierens verglichen.



Blick ins Präparationslabor des Zentrums für Angewandte Analytik im Fraunhofer-Institut für Silicatforschung ISC. Bild: Fraunhofer ISC

Wie gelingt der perfekte Querschnitt durch ein Material, damit die anschließende Analytik dem Material ein Maximum an wahren Informationen entlocken kann? Die Betonung liegt bewusst auf dem Wort „wahr“, denn während der Präparation entstehende Materialartefakte verhindern eine optimale Analytik, können sogar zu Fehlinterpretationen führen. Im Präparationslabor des Zentrums für Angewandte Analytik (ZAA) im Fraunhofer-Institut für Silicatforschung ISC in Würzburg widmet man sich seit Jahrzehnten dieser Fragestellung und optimiert kontinuierlich seine präparativen Prozesse.

Für die Herstellung von Probenquerschnitten werden zwei grundlegend verschiedene Verfahren eingesetzt: Zum einen das klassische Schleifen und Polieren, dessen feinste Endstufe die Vibrationspolitur ist und zum anderen verschiedene Verfahren des Ionenstrahlschneidens. Alle Verfahren besitzen ihre individuellen Vor- und Nachteile und die Verfahrensauswahl richtet sich jeweils nach den Erfordernissen der analytischen Aufgabenstellung. Die Tabelle zeigt die grundlegenden Einsatzbereiche und Unterschiede der präparativen Verfahren. Benötigt man eine großflächige Übersicht, so geht am klassischen Schleifen und Polieren kein Weg vorbei. Reicht aber eine Fläche von einem Quadratmillimeter für eine sinnvolle nachfolgende Analyse aus, so kommt auch ein Ionenstrahl-Verfahren in Betracht. Ist eine Analytik auf der Nanoskala notwendig, dann geht an einem Ionenstrahlverfahren kein Weg vorbei, denn es erzeugt die geringste Schädigungstiefe und führt auch nicht zu mechanischen und chemischen Veränderungen der Probenoberfläche. Mit Schädigungstiefe ist die Tiefe gemeint, in der die atomare

Konfiguration des Materials durch das präparative Verfahren beeinflusst wird.

Schleifen und Polieren

Beim Schleifen und Polieren erfolgt ein mechanischer Materialabtrag. Das gebundene oder ungebundene Schleif-/Poliermittel in Kombination mit einem Andruck reibt über die Materialoberfläche, wodurch ein Materialabtrag erfolgt. An der Materialoberfläche entsteht zusätzlich

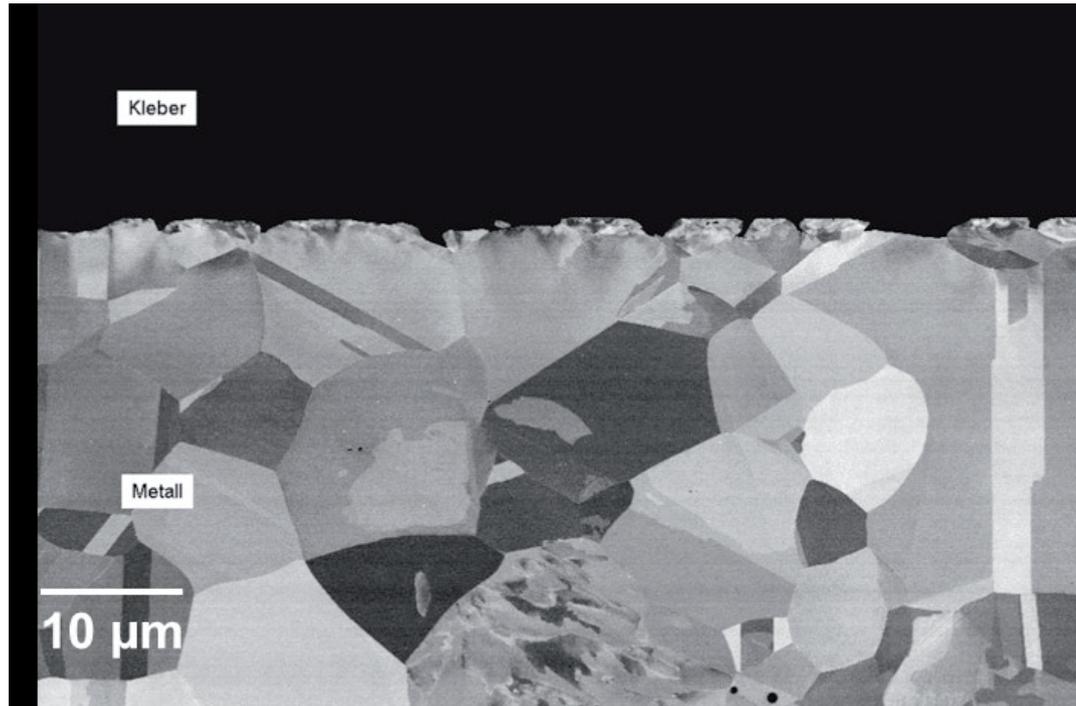


Bild 1: Rasterelektronenmikroskopische Rückstreuungsaufnahme an einem Argon-Ionenstrahlpräparierten Querschnitt durch einen Stahl. Die einzelnen Körner sind ohne jegliche zusätzliche Behandlung sichtbar. Bild: Fraunhofer ISC

Wärme und es können tribochemische Reaktionen stattfinden. Ergänzend wird abgeriebenes Material über die Oberfläche verteilt und es kann je nach Beschaffenheit der Materialoberfläche zu mechanischen Ausbrüchen kommen. Beson-

Präparatives Verfahren	Nachfolgendes analytisches Verfahren	Untersuchbare Fläche auf der Skala von	Materialabtrag	Schädigungstiefe
Schleifen und Polieren	LM / REM	cm ²	Mechanisch durch Reibung	nm bis µm
Focussed Ion Beam (FIB)	REM / TEM	µm ²	Gallium-Ionenstrahlen	nm
Cross Section Polishing (CSP)	LM / REM	mm ²	Argon-Ionenstrahlen	keine
Ion Slicing (IS)	TEM	µm ²	Argon-Ionenstrahlen	keine

Grundlegende Unterschiede der im ZAA eingesetzten präparativen Verfahren. (LM: Lichtmikroskopie; REM: Rasterelektronenmikroskopie; TEM: Transmissionselektronenmikroskopie)

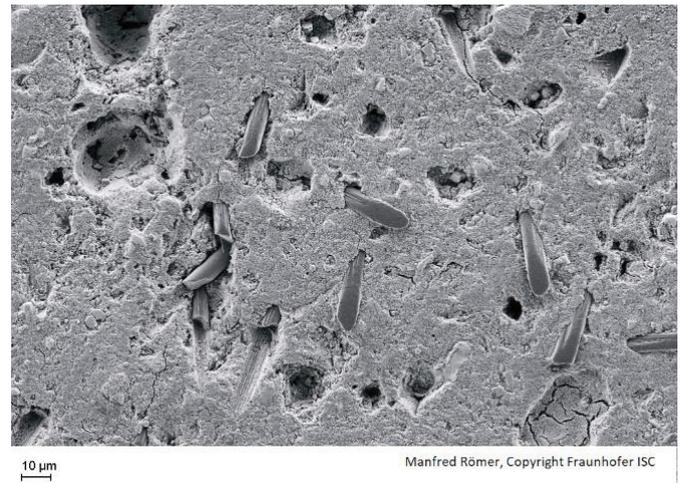
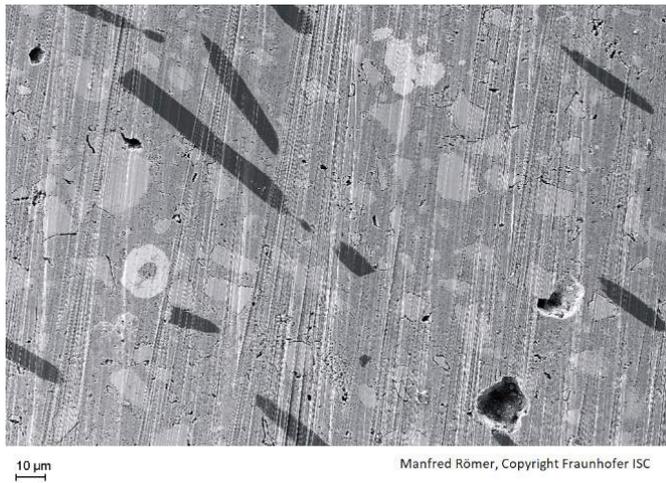


Bild 2: Rasterelektronenmikroskopische Sekundärelektronen-Aufnahmen (5kV) eines mittels Argon-Ionen (links) und eines mittels Schleifen und Polieren (rechts) angefertigten Querschliffs durch einen Kohlefaser-verstärkten Mörtel. Bild: Fraunhofer ISC

ders schwierig wird es bei Verbundmaterialien, vor allem, wenn Kombinationen aus Materialien unterschiedlicher Härtegrade, z. B. Keramik und Kunststoff, vorliegen. Es gibt kein Schleif- und Poliermittel, das allen Materialien gleichermaßen gerecht werden kann.

Ionenstrahlpräparation

Insbesondere bei solchen Materialien hat die breitflächige Argon-Ionenstrahlpräparation in den letzten beiden Jahrzehnten zu signifikanten Verbesserungen der Präparationsergebnisse geführt. Im ersten Schritt werden die Proben genauso mittels Sägen getrennt wie für den Schleif- und Polierprozess. Auch wird zunächst mit gebundenem Korn geschliffen, in der Regel hinab bis auf eine 2500er Körnung. Die Schädigungstiefe beträgt dann nur noch maximal wenige Mikrometer. An dieser Stelle

im Prozess wird nun die Ionenstrahlpräparation eingesetzt. Mit ihr wird bis ca. 30 µm Tiefe von der Oberfläche das Material abgetragen und somit auch das durch die vorhergehende Präparation geschädigte Material. In der einfachsten Modellvorstellung kann man sich den Materialabtrag als einen Sputterprozess vorstellen, bei dem die Ionen die Atome aus dem Material herausschlagen.

Bei den ersten Ionenstrahlpräparationsgeräten kam es jedoch immer zu einer massiven Ablagerung der herausgeschlagenen Atome auf der Materialoberfläche, was die anschließende Analytik sehr erschwerte. Erst bei Einsatz von ungefähr nach dem Jahr 2005 auf dem Markt angebotenen Ionenstrahl-Geräten trat diese Form der Materialablagerung auf der ebenen Fläche nicht mehr auf und man erhielt nahezu ideal präparierte Materialoberflächen ohne Schädigungstiefe. Dies führte z. B. bei Metallen dazu, dass man nicht mehr die

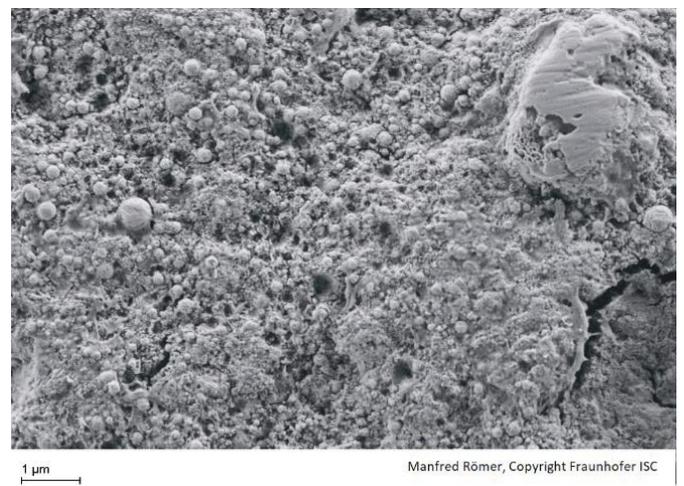
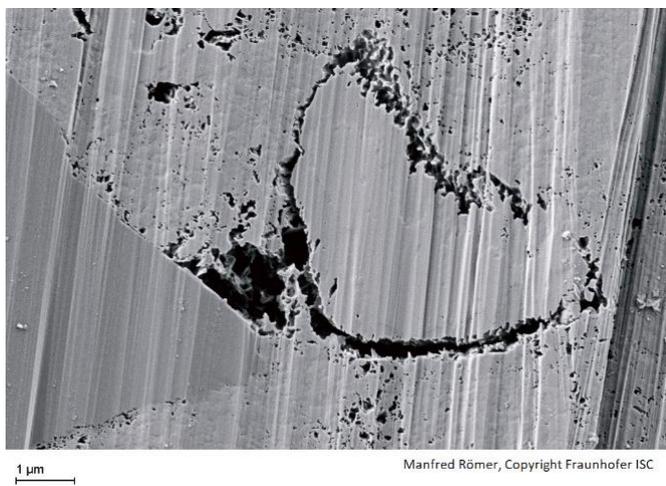


Bild 3: Bei noch höherer Vergrößerung als in Bild 2 werden auch die Unterschiede im Bereich der Mörteloberfläche sichtbar. Mit Ausnahme des Curtainings ist die Oberfläche nach Ionenstrahlpräparation eben (links), während sie nach Schleifen und Polieren (rechts) deutlich uneben ist. Bild: Fraunhofer ISC



Bild 4: Beispiele für Präparationssysteme zur artefaktfreien Probenvorbereitung: Präparationswerkzeug JEOL-19530 Cross Section Polisher (im Bild links) und Ion Slicer JEOL-09100 IS (im Bild rechts). Bild: JEOL

Oberflächen anätzen musste, um die Korngrenzen zu erkennen. In Rückstreuелеktronen-Aufnahmen mittels Rasterelektronenmikroskopie sind die Körner und sogar Kristalldefekte meist direkt sichtbar. Bild 1 zeigt dies an einem Querschnitt durch einen Stahl. Berücksichtigen muss man aber eine hauchdünne Kontamination der Querschnittsoberfläche mit dem Material der Blende, was in der Regel Eisen ist. Erkennbar ist diese Kontamination z. B. mit XPS (Röntgen-Photoelektronenspektroskopie). Dagegen kommt es in offenliegenden Poren zu massiven Materialablagerungen, da dort keine kontinuierliche „Reinigung“ durch den Ionenstrahl erfolgen kann. Auch muss man die entstehende Temperatur beachten. So erwärmt sich z. B. bei einer Beschleunigung der Ionen mit 6 kV die Probenoberfläche bei schlecht wärmeleitenden Materialien bis auf ca. 120 °C. Durch Verwendung einer Flüssig-Stickstoff-Kühlung oder Reduzierung der Beschleunigungsspannung lässt sich die entstehende Probentemperatur aber gut kontrollieren.

Wirkung der Methoden auf die Oberfläche

Die unterschiedlichen Effekte auf die Probenoberfläche bei Anwendung des klassischen Schleifens und Polierens sowie der Ionenstrahlpräparation lassen sich sehr gut am Beispiel eines Kohlefaser-verstärkten Mörtels darstellen. In Bild 2 sind die beiden Querschnittsflächen dargestellt. Durch Schleifen und Polieren lässt sich die Oberfläche nicht eibnen. Die Kohlefasern ragen heraus, sind teilweise abgebrochen und es gibt Ausbrüche sowie Rissentstehung. Bei der Ionenstrahlpräparation erhält man eine weitestgehend ebene Oberfläche. Matrix und Fasern befinden sich in einer Ebene. Aufgrund der quasi nicht vorhandenen Schädigungstiefe sind auch die Kontraste im Bild

wesentlich besser. Die einzelnen Körner im Mörtel sind gut erkennbar und klar vom Bindemittel unterscheidbar. Allerdings ist ein massiver Curtaining-Effekt sichtbar. Damit sind die Streifen gemeint, die sich im Bild von oben nach unten erstrecken. Hierbei handelt es sich um eine streifenförmige Modellierung der Oberfläche, hervorgerufen durch Poren oder Komponenten unterschiedlicher Härte im Material oder durch Unebenheiten auf bzw. an der Blende, über die der Ionenstrahl entlangfährt. All diese Hindernisse verändern lokal begrenzt den Verlauf des Ionenstrahls dermaßen, dass die Probenoberfläche nicht immer vollständig eben ist, sondern auf der Nanoskala streifenförmig modelliert wird. Insbesondere bei Verbundmaterialien tritt dieser Effekt auf.

Erhöht man die Vergrößerung bei der Bildaufnahme (s. Bild 3), erkennt man auch im Bereich der Mörtelmatrix deutliche Unterschiede, hervorgerufen durch die beiden völlig verschiedenen Präparationstechniken. Eine Ebenheit gelingt nur mit der Ionenstrahlpräparation.

Abschließend sei noch darauf hingewiesen, dass nicht nur die Ergebnisse der mikroskopischen Analytik durch die Art und Weise der Präparation beeinflusst werden, sondern auch die Eigenschaftsanalytik wie z. B. die Härtemessung mittels Nanoindentation. Und es sei darauf hingewiesen, dass die Aufnahmen in den Bildern 2 und 3 so gemacht wurden, dass die Präparationseffekte deutlich sichtbar werden.

AUTOR

Dr. Jürgen Meinhardt

Fraunhofer-Institut für Silicatforschung ISC,
Würzburg
www.isc.fraunhofer.de