

# Mikroskopische Verfahren, Mikrostrukturanalyse

Jürgen Rossa, Kerstin Schünemann, Urban Rohrmann, Konrad Güth

Fraunhofer-Institut für Silicatforschung ISC – Projektgruppe für Wertstoffkreisläufe und Ressourcenstrategie IWKS

## Hochauflösende Feldemissions-Elektronenmikroskopie (REM/SEM)



### Detektoren

Topographie: In-Lens (IL)  
Sekundär-Elektronen (SE)  
Phasenkontrast: Rückstreu-Detektor (EBSD)  
Chem. Analyse: Energiedispersive (EDX)  
und wellenlängendispersive (WDX)  
Röntgenspektroskopie

### Weitere technische Ausstattung

- Kryo-Probentisch
- Schleuse für Kryo-Vakuumtransporteinheit
- Charge-Compensator & Plasmacleaner

### Anwendungen:

- hochauflösende Strukturabbildung: lateralen Auflösung kleiner 10 nm
- Untersuchungen der Morphologie: Bruchkanten, Querschnitts- und Oberflächen
- Bestimmung der Elementzusammensetzung: Nano-, Mikro-, Makrostrukturen
- Phasenidentifikation und –quantifizierung (Punkt-, Linien- und Flächenanalyse)
- Bestimmung von Partikelgrößen und Schichtdicken im Querschliff

## Probenpräparation und Mikrostrukturanalyse mit Focuse Ion Beam (FIB)



### Detektoren

IL, SESI, STEM, EDX, EBSD

### Hochauflösende Ionenquelle

LMIS, Gallium-Ionen

### 2 GIS-Systeme

Auftragen von Platin und Kohlenstoff

### simultane EDS- und EBSD-Untersuchungen

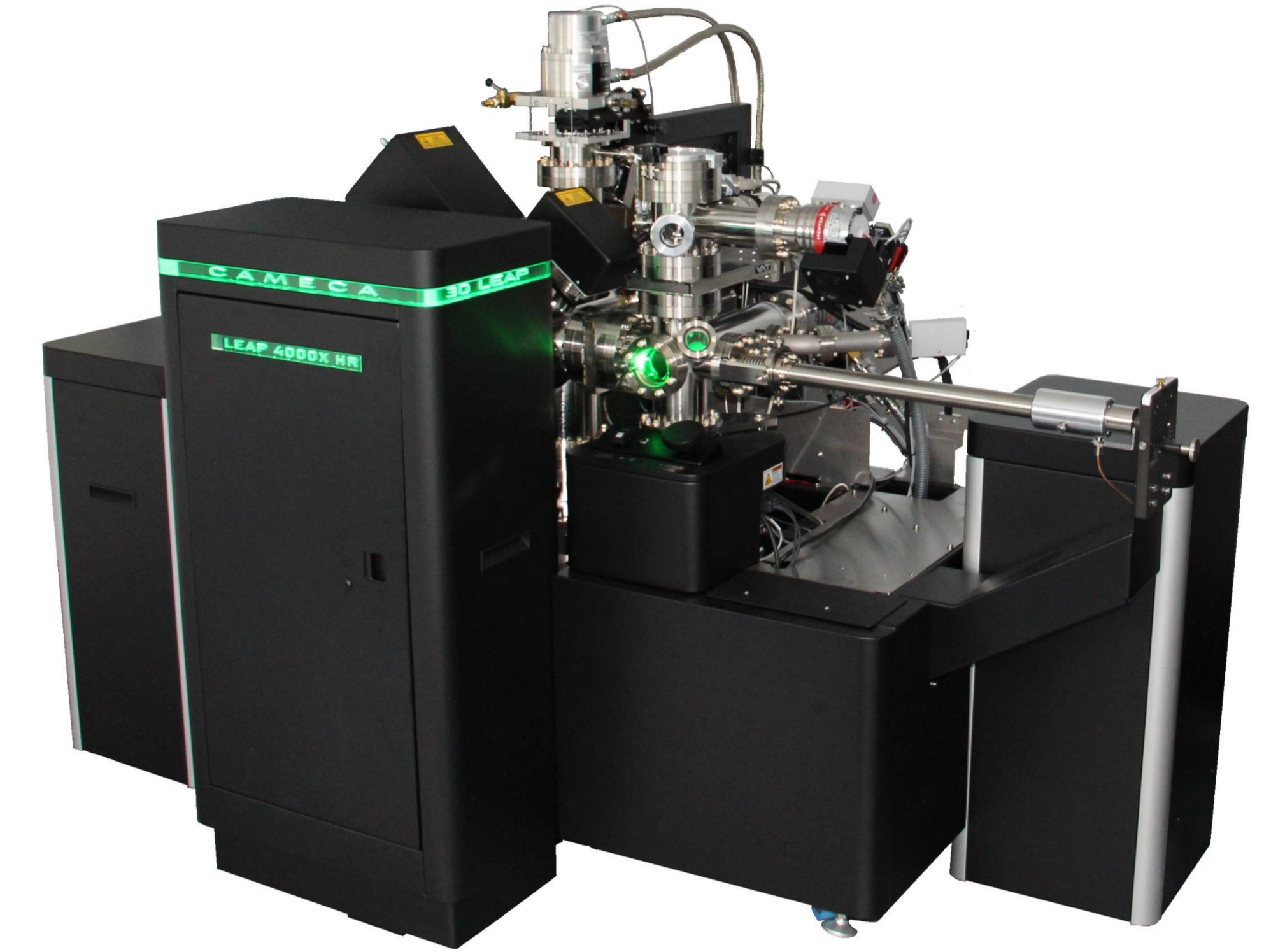
3D-Option

### Mikromanipulator, Charge-Compensator

### Anwendungen:

- Zielpräparation: Querschnitte, TEM-Lamellen, Spitzen für 3DAP
- Querschnittspräparation zur Charakterisierung von Dünnschichtsystemen
- Phasenidentifikation und –quantifizierung
- Kombination aus FIB, REM, EDS und EBSD ermöglicht 3-dimensionale Darstellung der Mikrostruktur

## Dreidimensionale Atomsondentomographie (3DAP)



### Positionsaufgelöste Massenspektrometrie

Chemische Charakterisierung und 3D Struktur aus zeitlicher Abfolge

### Reflektron-Option

erhöhte Massenauflösung  
 $\Delta m/m$  (FWHM) ~ 1000

### Laser- oder Spannungspuls Modus

Analyse von Metallen, Halbleitern und Dielektrika

### Helium-Kryostat

Probentemperatur regelbar, 25 - 300 K

### Anwendungen:

- 3D Untersuchung der chemischen Zusammensetzung im atomaren und nanoskaligen Bereich (Auflösung ~0.2 nm)
- Diffusionsprofile, Korngrenzen, Halbleiter, Optoelektronik, Dünnschichtsysteme
- Metalle, Oxide, Composite und Halbleiter als Pulver oder kompakte Proben
- Nachweisgrenze ~5 ppm, alle Elemente

## Probenpräparation mit Leica Workflow



### Probenvorbereitung EM TXP

- Sägen, Schleifen, Polieren
- Lichtmikroskop

### Sputter Coater EM ACE600

- Kohlenstoff, Platin, Wolfram
- kühlbarer Probentisch

### Ionenböschung EM TIC 3X

Querschnitt- und Oberflächenpräparation

### Kryo-Vakuumtransporteinheit VCT100

### Anwendungen:

- Das Leica Workflow System ermöglicht die Probenpräparation und den Probentransfer unter Ausschluss von Sauerstoff und anderen Kontaminationen
- Proben können unter Vakuum und bei tiefen Temperaturen zwischen Coater, Ionenböschung, REM, FIB und 3DAP bewegt werden um Artefakte aufgrund von Korrosion zu vermeiden