

In-situ Messung der 3D-Topografie von Bruchflächen im REM

M. Hemmleb¹, D. Bettge²,

¹ point electronic GmbH, Halle (Saale), Deutschland

² Bundesanstalt für Materialprüfung und -forschung (BAM), Berlin, Deutschland

1 Einführung

Die Abbildung von Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop (REM) liefert hochaufgelöste Bild-daten, die für die mikrofraktografische Bewertung von Bruchmechanismen unerlässlich sind. Die Ermittlung von Bruchmechanismen ist oft ein wichtiger Teil von Schadensanalysen zur Ermittlung der Bruchursache. Durch den Abbildungsprozess im REM gehen räumliche Informationen im Normalfall größtenteils verloren und können daher nicht zur Präzisierung des Bruchmechanismus herangezogen werden.

Um räumliche Informationen von Probenoberflächen im REM zu erfassen, gibt es verschiedene Methoden [1]. Die für die Ermittlung der 3D-Topografie bereits länger eingeführten Verfahren mittels Proben- oder Strahlkipfung können die Berechnung des Oberflächenmodells erst nach der seriellen Aufnahme mehrerer Bilder vornehmen. Mit der Verwendung eines segmentierten Rückstreudetektors ist dagegen die Erzeugung eines 3D-Oberflächenmodells während der Bildaufnahme praktisch in Echtzeit möglich. Die Probentopografie wird gleichzeitig mit dem Bildeinzug dargestellt und gespeichert.

Das vorgestellte 3D-Topografie-System ist in das REM-Scansystem integriert (Bild 1). Die zugehörige Verstärkerelektronik zeichnet sich dadurch aus, dass sie die Signale aller Segmente des Detektors parallel verarbeitet und vollständig kalibriert werden kann. In Verbindung mit einer 3D-Kalibrierstruktur ist damit auch die quantitative Messung von Höhen oder Profilen möglich.

Als Anwendungsbeispiel für die Bestimmung der 3D-Topografie in der Fraktographie wurden Bruchflächen von Proben aus einer Legierung auf Kupferbasis untersucht. In Laborversuchen wurden Gewalt- und Schwingbrüche erzeugt, um die typischen Merkmale solcher Bruchflächen zu bestimmen. Typisch für den Schwingbruch unter bestimmten Bedingungen sind z.B. kristallographisch orientierte Facetten, deren geometrische Eigenschaften zusätzliche Informationen liefern könnten, die bislang ungenutzt bleiben. Mit der hier beschriebenen Untersuchung sollte zunächst die Anwendbarkeit des Verfahrens auf Bruchflächen aufgezeigt werden.

2 Topografieerfassung am REM mit BSE-Detektor

2.1 Technische Anforderungen

Für die in-situ Erfassung der Probentopografie eignet sich prinzipiell jedes REM, welches mit einem fest eingebauten oder rückziehbaren BSE-Detektor [2] ausgerüstet ist, der vier symmetrische Segmente besitzt (4Q-BSE, Bild 2). Um die Topografie in Echtzeit zu erfassen und Drifteffekte zu vermeiden, müssen alle Segmente simultan auslesbar sein. Die geometrische Charakterisierung des Detektors wird für quantitatives Arbeiten vorausgesetzt, sie umfasst den lateralen Abstand des

Sensormittelpunkts von Elektronenstrahl und die Einbauhöhe und -richtung des Sensors. Um eine symmetrische Lage des Detektors in Bezug auf den Polschuh zu realisieren, sind Justierschrauben von Vorteil.

Die Erfassung der Topografie in-situ und in Echtzeit erfordert die Integration des Scansystems des REM mit der Verstärkerelektronik des BSE-Detektors in die Steuerungssoftware. Durch die Verwendung einer in-situ Vorverstärkung in Verbindung mit hochempfindlichen Sensoren ist eine schnelle und rauscharme Topografiemessung auch bei geringen Hochspannungen möglich. Die Auflösung der erfassten Oberflächenmodelle ist hauptsächlich abhängig vom Interaktionsdurchmesser zwischen Elektronenstrahl und Probenoberfläche. In Abhängigkeit von der zu untersuchenden Probe sind daher optimierte Werte für die REM-Parameter (Vergrößerung, Arbeitsabstand, Hochspannung, Blende, Dwelltime und Bildauflösung) zu verwenden. Für quantitatives Arbeiten ist die Kalibrierung der Verstärkerelektronik erforderlich sowie die Korrektur der probenunabhängigen Signalunterschiede und der auftretenden geometrischen Verzerrungen.

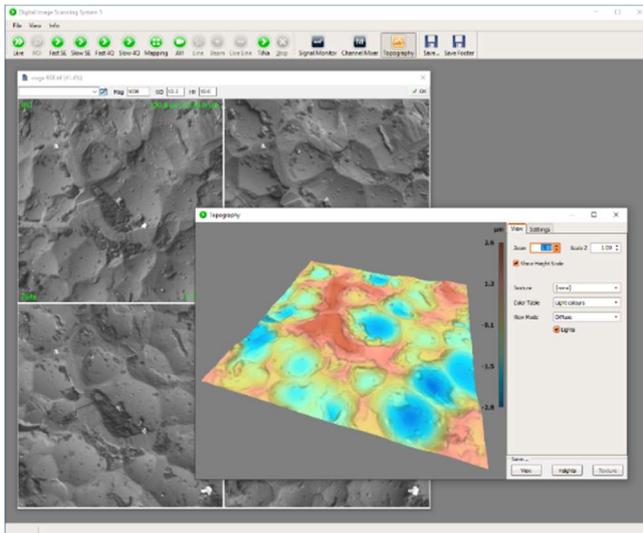


Bild 1: Benutzeroberfläche der REM-Steuerung mit Topografie-Erweiterung (point electronic GmbH)

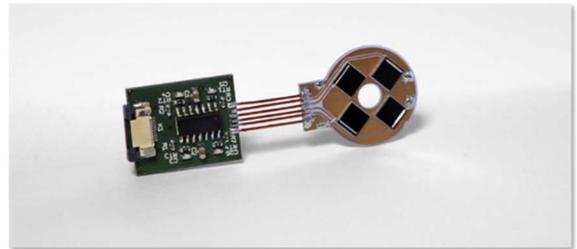


Bild 2: Oben: Hybrider Standard 4Q-BSE Detektor (point electronic GmbH), Unten: Premium 4Q-BSE-Detektor mit Retraktionsmechanismus (PNDetector)

2.2 Topografierekonstruktion

Das hier vorgestellte Topografierekonstruktion beruht auf der Verwendung der richtungsabhängigen Unterschiede der Signale eines segmentierten Rückstreudetektors (Shape-from-Shading). Dabei werden die für jede Position detektierten Rückstreusignale als Intensitäten aufgefasst, welche nach dem Lambertischen Gesetz sowohl von der Neigung der Oberfläche als auch von der Richtung zum Detektor abhängig sind. Bei bekannter Detektorgeometrie kann aus den Intensitäten für jedes Oberflächenelement ein Normalenvektor berechnet werden. Im zweiten Schritt wird aus allen Gradienten ein Oberflächenmodell des erfassten Probenbereichs berechnet. Die erhaltenen Daten in Form einer Höhematrix werden in einem integrierten 3D-Viewer visualisiert und können in verschiedenen Formaten für die weitere Auswertung mit spezieller Analysesoftware gespeichert werden. Neben Standardaufgaben, wie z.B. der Messung von Profilen oder Rauheiten, können die Daten auch zur Visualisierung von Veränderungen der Oberflächentopografie (Zeitreihen) oder für 3D-Druck verwendet werden.

Das Verfahren arbeitet unabhängig von Materialunterschieden, da bei Verwendung von vier Signalen wegen der Überbestimmung auch die topografieunabhängige Rückstreurrate für jedes Oberflächenelement bestimmt wird. Als Ergebnis kann die berechnete Topografie daher in Echtzeit mit den originalen BSE-Signalen, dem BSE-Mittelwert, den berechneten Rückstreuwerten oder auch den ermittelten Gradienten überlagert werden. Darüber hinaus ist in der zugehörigen Software eine Überlagerung mit weiteren Signalen, z.B. SE oder EDX-Mapping möglich.

2.3 Quantitative Höhenmessung

2.3.1 Systemkalibrierung

Für die Ermittlung quantitativer Messwerte ist die Kalibrierung der Verstärkerelektronik Voraussetzung. Sie ermöglicht die korrekte Umrechnung der analogen Signale des Detektors in Digitalwerte, die für die weitere Prozessierung benötigt werden. Die Kalibrierwerte für die Elektronik sind im Verstärker hinterlegt.

Die quantitative Berechnung der Höhen aus gemessenen BSE-Signalen erfordert neben der Kenntnis der Verstärkercharakteristik eine Abstimmung der einzelnen Kanäle untereinander. Dabei sind sowohl die Offsets als auch die Verstärkung der einzelnen Signale abzugleichen. Für den Abgleich der Signaloffsets steht eine in den Verstärker integrierte Automatik-Funktion zur Verfügung, welche bei abgeschaltetem Strahl (Beam-Blank) aktiviert wird. Für die Abstimmung der Verstärkung steht eine weitere Automatik-Funktion zur Verfügung, welche ein möglichst identisches Signal vom Verstärker voraussetzt. Dies wird am besten mit einer rotationssymmetrischen Probe erreicht, da diese unabhängig von der Ausrichtung der Probe zum Detektor ist. Die symmetrische Anordnung der Detektorsegmente um die optische Achse wird dabei vorausgesetzt. Daher sollte beim Einbau des Detektors auf die korrekte Justierung der Position geachtet werden.

2.3.2 Geometriekalibrierung

Die geometrische Kalibrierung des Topographiesystems umfasst die Bestimmung der Maßstabsabweichungen in Lage und Höhe im Vergleich zu einem Referenznormal und die Ermittlung und Korrektur von Formabweichungen, z.B. in Gestalt von sphärischen Verzeichnungen.

Die sphärische Verzeichnung entsteht durch Intensitätsunterschiede im Scanbereich, die durch die Detektorgeometrie hervorgerufen werden. Sie resultieren in einer Wölbung des Oberflächenmodells, welche bei Abbildung einer ebenen Probe durch eine Kugelfläche approximiert und in der Topografieberechnung berücksichtigt wird.

Für quantitative Höhenmessungen sollte immer eine Kalibrierung des gemessenen Raumvolumens vorgenommen werden. Dazu wird eine 3D-Kalibrierstruktur in Form mehrerer Stufenpyramiden mit kreisförmigen Referenzmarken verwendet (Bild 3). Durch den Vergleich der mit dem REM gemessenen Koordinaten der Messpunkte mit den Referenzwerten der Kalibrierprobe lassen sich sowohl die Maßstäbe in allen drei Raumrichtungen als auch die Scherungen zwischen den Koordinatenachsen ermitteln. Darüber hinaus können anhand der Restabweichungen an den Messpunkten verbleibende Formabweichungen analysiert werden. Neben der Ermittlung und Korrektur der Maßstäbe ist damit auch eine Abschätzung der Messgenauigkeit möglich [3].

3 Messungen an Bruchflächen

3.1 Verwendetes System

Für die Messungen der Bruchflächentopografie wurde ein Hitachi REM (S-520) verwendet, welches bereits mit einem externen Scan- und Bildaufnahmesystem (DISS) der point electronic GmbH ausgerüstet war. Damit ist eine REM-Bildaufnahme mit einer Steuersoftware unter Windows möglich. Das REM ist mit einem fest unter dem Polschuh eingebautem 4-Quadranten Rückstreudetektor (4Q-BSE) der point electronic ausgerüstet, welcher zusammen mit dem Topografiemodul der Steuersoftware die Messung der Oberflächengeometrie erlaubt.

3.2 Kalibrierung

Die Kalibrierung des Topografiemesssystems wurde mit einer 3D-Kalibrierstruktur MMC-80-4BSE und der zugehörigen Software microCal der Firma point electronic GmbH realisiert [4], welche mittlerweile in das Topografiemodul integriert ist (Bild 4). Für eine 1.000-fache Vergrößerung ergaben sich dabei folgende Werte:

$$cx = 1.013, cy = 1.024, cz = 1.198$$

Entsprechend wurden die gemessenen 3D-Modelle mit diesen Maßstabsparametern korrigiert. Weiterhin konnten mit der 3D-Kalibrierprobe die verbleibenden mittleren Abweichungen in den drei Koordinatenachsen, welche letztlich die Genauigkeit der Topografie-Messungen beschreiben, folgendermaßen ermittelt werden:

$$dx = 60 \text{ nm}, dy = 41 \text{ nm}, dz = 57 \text{ nm}$$

Damit liegt der mittlere räumliche Koordinatenfehler über alle Messpunkte bei 16 nm.

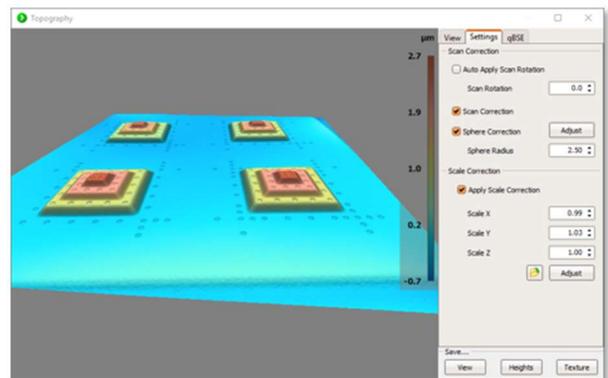
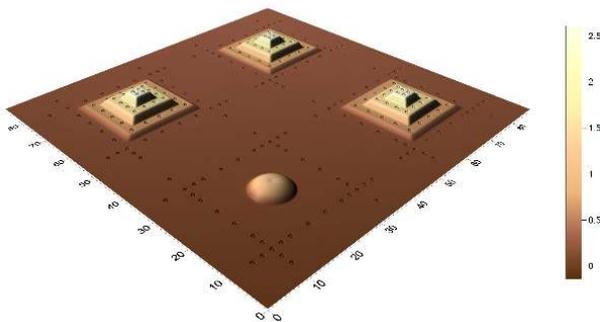


Bild 3: 3D-Kalibrierstruktur MMC-80-4BSE

Bild 4: 3D-Kalibrierung in DISS-Topografie

3.3 Mechanische Versuche und makroskopische Beschreibung

Aus Prüfkörpern einer Kupferbasis-Legierung wurden Proben für Zugversuche und für Schwingversuche herausgearbeitet und diese in servohydraulischen Prüfmaschinen bei Raumtemperatur jeweils bis zum Bruch geprüft. Die Schwingversuche wurden dabei lastgeregelt mit einem positiven Lastverhältnis gefahren, so dass der jeweils entstehende Anriss bis zum Eintritt des Restgewaltbruchs nicht zusammengedrückt wurde.

4 Ergebnisse

4.1 Durchführung der mechanischen Experimente und makroskopische Beschreibung der gebrochenen Proben

Die Bruchdehnung im Zugversuch betrug ca. 10 %, die makroskopische Einschnürung war entsprechend gering. Die Gewaltbruchflächen nach Zugversuchen und Restgewaltbrüche am Ende von Schwingversuchen erschienen visuell makroskopisch matt, während Schwingrisse stärkere Kontraste zeigten und teilweise glitzerten. Diese Befunde sollten im REM genauer herausgearbeitet werden.

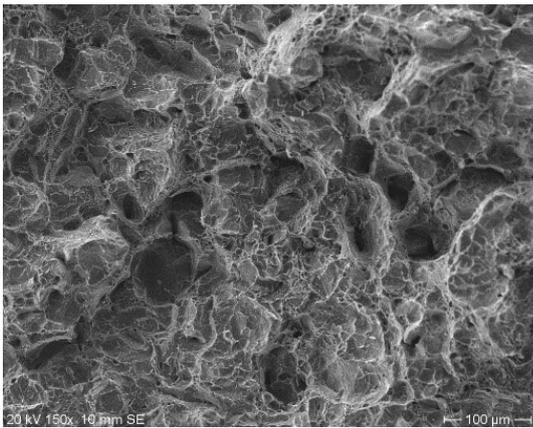


Bild 5: Cu Gewaltbruch, SE-Bild, 150-fache Vergrößerung

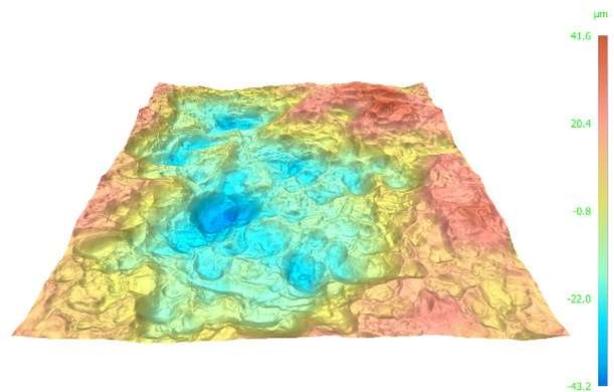


Bild 6: Cu Gewaltbruch, 3D-Ansicht der Topografie-daten, gleicher Bildausschnitt wie in Bild 5.

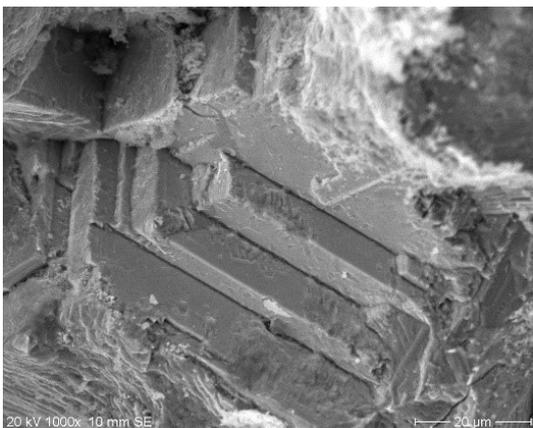


Bild 7: Cu Schwingbruch, SE-Bild, 1.000-fache Vergrößerung

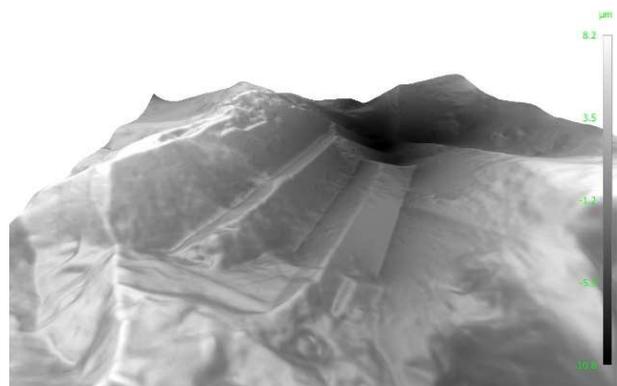


Bild 8: Cu Schwingbruch, 3D-Ansicht der Topografie-daten, gleicher Bildausschnitt wie in Bild 7, gedreht

4.2 Mikrofraktografische Untersuchung im REM

Im Folgenden sind Ausschnitte je einer Bruchfläche nach Zugversuch und nach Schwingversuch exemplarisch im Detail dargestellt (Bild 5 bis 8). Die Gewaltbruchfläche zeigt im REM größtenteils eine Wabenstruktur, wie sie für duktile metallische Werkstoffe bekannt und typisch ist. Neben dem

REM/SE-Bild ist die erhaltene Topografie in Schrägansicht und farbkodierten Höhen dargestellt. Im Gegensatz zum SE-Bild ist für jeden Bildbereich die Höhenlage klar erkennbar. Die Struktur besteht aus vielerlei Substrukturen, die sich teils gegenseitig durchdringen und die sehr unterschiedliche Ausdehnungen lateral und in der Tiefe besitzen. Nur wenige der sogenannten Waben sind in ihrer Idealform präsent, die meisten hingegen sind sehr unregelmäßig und bruchstückhaft. Die makroskopisch diffuse Lichtstreuung erscheint logisch, da zumindest qualitativ keine Vorzugsorientierung der Bruchoberfläche besteht.

Die Schwingbruchfläche (Bild 7 und 8) weist zu einem erheblichen Anteil geometrische Strukturen auf, wie sie sowohl im SE-Bild als auch in der Topografiedarstellung erkennbar sind. Lokal sind oft mehrere parallele Stufen vorhanden, die von Flächen begrenzt sind, die offenbar charakteristische Raumwinkel aufweisen, d.h. lokal parallel sind. Diese Domänen haben die gleichen Abmessungen wie die Kristallite, aus denen der Werkstoff aufgebaut ist. Die Stufen reflektieren Licht unter bestimmten Winkeln und erklären das makroskopisch wahrnehmbare Glitzern der Bruchfläche. Teile der Bruchfläche haben keine solchen Strukturen und reflektieren daher diffus. Geometrische Strukturen in Schwingbruchflächen sind in der Literatur bekannt, z.B. für Reintitan und Cobaltbasis-Legierungen [5].

5. Zusammenfassung und Ausblick

Die Messung und Darstellung der 3D-Topografie von Bruchflächen zusätzlich zu klassischen REM-Aufnahmen ist mit vertretbarem Zeitaufwand möglich. Die erhaltenen 3D-Modelle geben die in SE-Bildern erkennbaren Strukturen in praktisch gleicher Auflösung mit nur geringen Artefakten wieder, wobei Hinterschneidungen o.ä. verfahrensbedingt nicht dargestellt werden können.

Für die qualitative und später quantitative Bewertung von Bruchflächen auf Grund ihrer geometrischen Eigenschaften sollen geeignete Algorithmen entwickelt werden. Diese sollten Strukturen erkennen und deren Eigenschaften vermessen können, auch wenn diese visuell nur schwer erfassbar sind, wie z.B. die gezeigten Wabenstrukturen oder geometrische Stufenstrukturen. Die Mustererkennung erfolgt dabei parallel im SE-Bild und in den Topografiedaten.

6 Dank

Wir danken Dirk Berger (TU Berlin, ZELMI) für die Bereitstellung der REM-Anlage und Ralf Häcker (BAM) für die Durchführung der mechanischen Experimente.

7 Literatur

- [1] E. Materna-Morris, *Praktische Metallographie*, **2006**.
- [2] M. Schmid. *Microscopy and Microanalysis*, **2018**, 24 (S1), pp. 650-651.
- [3] M. Ritter, T. Dziomba, M. Xu, L. Koenders, A. Kranzmann, *VDI-Berichte*, **2006**.
- [4] D. Berger, M. Ritter, M. Hemmleb, G. Dai, T. Dziomba, *EMC*, **2009**, p. 533-534.
- [5] G. Lange (Hrsg.), *Systematische Beurteilung Technischer Schadensfälle*, Wiley, **2016**.