

MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

RÖNTGENMIKROSKOPIE FÜR ENERGIETECHNIK, MATERIALFORSCHUNG UND MIKROELEKTRONIK

Dr. Jürgen Gluch, Prof. Ehrenfried Zschech

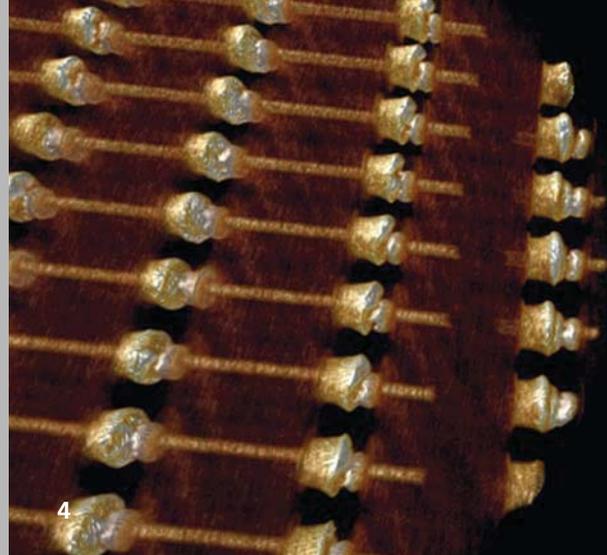
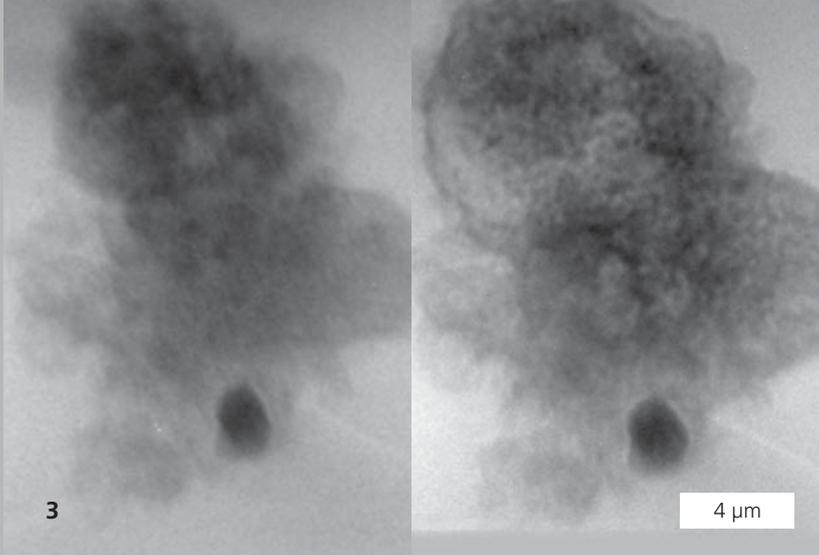
Die Röntgenmikroskopie ist ein modernes zerstörungsfreies Verfahren, das zunehmend zur hochaufgelösten Analytik von Strukturen und Fehlern in Werkstoffen oder biologischen Objekten eingesetzt wird. Die Anwendungen reichen von der Materialforschung über die Energietechnik, Geowissenschaften und Mikroelektronik bis hin zu Biologie und Medizin. Heute werden in Labor-Röntgenmikroskopen (Bild 1) meist Fresnel-Zonenplatten als fokussierende Optiken verwendet. Da mit diesen eine Auflösung von ca. 50 nm erreicht werden kann, füllt die Röntgenmikroskopie die Lücke zwischen der Licht- und der Elektronenmikroskopie. Bei der Röntgen-Computertomographie (CT) werden aus verschiedenen Richtungen aufgenommene Röntgenbilder eines Objekts zu virtuellen Schnittbildern zusammengesetzt und rechnerbasiert ausgewertet. Damit ist die Abbildung von vergrabenen Strukturen und Werkstoffkomponenten (z. B. in Verbundwerkstoffen) möglich, aber ebenso die Erkennung von Fehlern in Materialien und Bauteilen, wie Einschlüsse, Poren und Risse. Des Weiteren kann die Substruktur in biologischen Zellen analysiert werden.

In der Materialforschung wird die Röntgenmikroskopie sowohl zur Untersuchung von Strukturwerkstoffen als auch Funktionswerkstoffen eingesetzt. Die Nano-Röntgen-CT eignet sich dazu, das 3-dimensionale Gefüge, die Morphologie und die Topologie von Gefügebestandteilen abzubilden. Dazu zählen Ausscheidungen, Poren sowie – im Falle von Verbundwerkstoffen – Teilchen oder Fasern. Ist der Röntgenabsorptionskontrast gering oder bestehen nur geringe Unterschiede zwischen den Gefügebestandteilen, so kann durch Ausnutzung des Zernike-Phasenkontrasts trotzdem ein kontrastreiches Bild aufgenommen werden. Dadurch werden vor allem Grenzflächen und Oberflächen, aber auch Delaminationen und Risse hervorgehoben. Dieser Kontrastmechanismus ermöglicht auch, hochfeste oxidische Keramikfasern in einer Matrix aus demselben Material abzubilden. Im digitalen Volumenmodell kann die Lage und Anordnung der Fasern genau vermessen werden. Diese Daten dienen als Input für Simulationen, mit denen me-

chanische Eigenschaften von Hochleistungskeramiken über das Werkstoffdesign optimiert werden. Zudem können Delaminationen bei und Risse nach Belastung von Verbundwerkstoffen lokalisiert werden.

Werden In-situ-Prüfvorrichtungen eingesetzt, sind im Röntgenmikroskop Experimente unter Beobachtung möglich, bei denen neben 3D-Informationen auch 4D-Datensätze gewonnen werden. Über einen miniaturisierten Double-Cantilever-Beam-Test (DCB), d. h. eine piezogesteuerte mechanische Prüfeinrichtung, die im Strahlengang des Röntgenmikroskops positioniert wird, können gezielt kleinste Dehnungen eingestellt und deren Auswirkungen beobachtet werden. Bild 2 zeigt eine durch Sprühtrocknung hergestellte Granalie aus Aluminiumoxid, die zwischen zwei Backen eingespannt und mechanisch belastet ist. Dies simuliert das Pressen eines Grünkörpers aus dem granulierten Keramikpulver, bei dem die Granalie mit Einwirken einer bestimmten Kraft zerbricht und verdichtet wird. Da die Röntgenstrahlung das Objekt durchstrahlt, werden in der Radiographie mit Phasenkontrast neben der inneren Struktur (in Bild 2 ist die Granalie hohl) auch Risse (Pfeile) und, sofern vorhanden, Einschlüsse fremder Phasen sichtbar.

Unter anderem wird die Röntgenmikroskopie in der Forschung und Entwicklung von Energiespeichermaterialien und -prozessen angewandt. Für das Studium kinetischer Prozesse ist es notwendig, miniaturisierte Reaktionskammern im Röntgenmikroskop anzuordnen und zu nutzen. Das ermöglicht die Beobachtung chemischer Prozesse bei Temperaturen bis 700 °C und unter inerter oder reaktiver Atmosphäre bei Normaldruck, so dass z. B. innovative Prozesse zur Wasserstoffspeicherung untersucht werden können. Für die chemische Speicherung von Wasserstoff kann der zyklisch betriebene Dampf-Eisen-Prozess eingesetzt werden. Da dieser auch bei niedrigem Druck abläuft und keine seltenen oder teuren Elemente erfordert, handelt es sich um eine potenzielle Technologie für die dezentrale Energiespeicherung im mittleren Maßstab. Dabei werden Lebensdauer



MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

und Speicherkapazität des Speichermaterials durch die morphologischen Änderungen im Eisen/Eisenoxid während der zyklisch betriebenen Oxidation/Reduktion bestimmt. Durch die große Oberfläche und die damit verbundene hohe Reaktivität von sehr feinen Eisenpulvern kann die Prozesstemperatur entscheidend abgesenkt werden. In In-situ-Experimenten wurde die Oxidationsreaktion an sehr feinen Eisenpulvern mit Partikeldurchmessern von unter 100 nm bei einer Temperatur bis 500 °C in einer mit Wasserdampf beladenen inerten Atmosphäre durchgeführt. Die Ausbildung einer dichten Oxidhaut verhindert den Gasaustausch, d. h. die Abgabe von Wasserstoff oder das Eindringen von Wasserdampf, und führt zum Aufblähen der Pulveragglomerate (Bild 3). Solch dichte Oxidschichten gilt es durch Material- und Prozessoptimierung zu vermeiden. Eine geeignete Methode dafür ist die In-situ-Röntgenmikroskopie, die eine Untersuchung der Prozesse auf mikroskopischer Ebene erlaubt.

In der Mikroelektronikindustrie gewinnt die Abbildung vergrößerter Strukturen und Defekte für Prozesskontrolle und Qualitätssicherung zunehmend an Bedeutung. Bei neuartigen Verfahren der Aufbau- und Verbindungstechnik, z. B. die 3-dimensionale Stapelung von Chips oder die Verwendung von Interposern, können durch die Röntgen-CT Defekte beim elektrochemischen Füllen von metallischen Durchkontaktierungen im Chip (Through-Silicon-Vias – TSVs) lokalisiert und ausgemessen werden. Die konventionelle Mikro-Röntgen-CT liefert aussagekräftige Übersichtsaufnahmen von mikroelektronischen Produkten (Bild 4). Interessierende Bereiche (»Regions of interest«) können darin identifiziert und anschließend mit der Nano-Röntgen-CT in höherer Auflösung aufgenommen und untersucht werden. Mit diesem Verfahren ist es möglich, Poren mit Sub-100 nm-Dimension in Kupfer-TSV-Strukturen (einige μm Durchmesser, einige 10 μm Höhe) zu detektieren. Auch Unregelmäßigkeiten bei der Ausbildung intermetallischer Phasen und mögliche Risse in Mikro-Lotverbindungen, z. B. aus einer Silber-Zinn-Legierung, die die lateral gestapelten Chips elektrisch verbindet, sind nachweisbar.

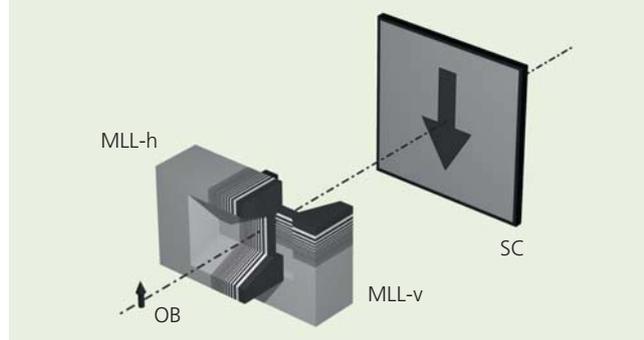
Die Erhöhung der Auflösung der Röntgenmikroskopie erfordert neue Röntgenoptiken. Multilayer-Laue-Linsen, die statt Fresnel-Zonenplatten als fokussierende Optiken eingesetzt werden, ermöglichen Auflösungen von 10 nm und darunter. Am IKTS konnten gekreuzte Multilayer-Laue-Linsen hergestellt und bereits erfolgreich in ein Labor-Röntgenmikroskop für Vollfeld-Ab-

bildung integriert werden. Die damit realisierte Abbildung scheint ungestört zu sein. Diese Arbeiten sind Basis dafür, in Zukunft noch kleinere Strukturen zu analysieren, beispielsweise modernste Chips, deren Verdrahtungsstrukturen auf der Chip-Ebene Dimensionen von 100 nm und darunter erreicht haben. Eine Analyse von Fehlern in diesen Leitbahnen erfordert eine Auflösung von 10 nm. Ein weiteres Einsatzgebiet ist die dreidimensionale Untersuchung biologischer Strukturen, z. B. die Abbildung von Substrukturen in Zellen.

Leistungs- und Kooperationsangebot

- Hochauflösende 2D- und 3D-Röntgenmikroskopie
- Untersuchung kinetischer Prozesse, In-situ-Experimente: Temperaturkammer, chemische Reaktionskammer, mechanischer Micro-DCB-Test
- Abbildung im Absorptions- und Zernike-Phasenkontrast
- Höchste Auflösung bis minimal 32 nm Pixelbreite
- Aufnahme und Rekonstruktion von 3D- und 4D-Datensätzen (Tomographie, Laminographie, zeitaufgelöste Tomographie und Bildserien)
- Datenauswertung, Segmentierung

Schematische Darstellung gekreuzter Multilayer-Laue-Linsen für Vollfeld-Abbildung



- 1 Innenansicht des Röntgenmikroskops.
- 2 Keramische Sprühgranalie unter mechanischer In-situ-Belastung im Moment des Zerschneidens.
- 3 In-situ-Oxidation von Eisenpulver unter Wasserstofffreisetzung.
- 4 3D-Interconnect-Struktur in einem Mikrochip mit TSVs und Lötverbindungen.