

Montanuniversität Leoben

**Miniaturisierte in-situ Druckversuche
an Hartstoffschichten**



Diplomarbeit

von

Hans-Peter Wörgötter

Diese Arbeit wurde gemeinsam mit der Materials Center Leoben Forschung GmbH, dem Erich Schmid Institut für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften und dem Department Materialphysik der Montanuniversität Leoben durchgeführt.

Leoben, Juni 2008

Ich erkläre Eides statt, dass diese Arbeit von mir selbstständig und unter Verwendung der angegebenen Literatur durchgeführt wurde.

Leoben, Juni 2008

Hans-Peter Wörgötter

Danksagung

Als erstes möchte ich mich ganz herzlich bei Prof. Dr. Gerhard Dehm für die Möglichkeit der Durchführung dieser Diplomarbeit am Erich Schmid Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften und seiner großen Geduld während der ganzen Zeit bedanken. Weiters danke ich Dr. Daniel Kiener für die ausgezeichnete Betreuung und seine zahlreichen Hilfestellungen und Anregungen, die sehr zum Gelingen der Diplomarbeit beigetragen haben. Auch Prof. Dr. Reinhold Ebner und dem Materials Center Leoben (MCL) gilt für die finanzielle Unterstützung mein besonderer Dank.

Außerdem möchte ich mich generell bei allen Mitarbeitern des Erich Schmid Institutes recht herzlich für das ausgesprochen nette und familiäre Arbeitsklima während der gesamten Zeit bedanken. Dadurch fiel Vieles einfacher und ich werde diese schöne Zeit am Institut nie vergessen.

Auch all meinen StudienkollegInnen und Freunden in Leoben gilt ein ganz besonderer Dank. Vor allem DI Anton Hohenwarter, DI Peter Gruber, DI Ronald Schöngrundner und DI Clemens Huber möchte ich besonders für ihre große Unterstützung während der Studienzeit, sei es für das Lernen für Prüfungen oder für die geselligen Stunden bei einem Bier, ganz besonders danken.

Außerdem bedanke ich mich bei all meinen Freunden in meiner Heimatgemeinde in Leogang und im speziellen bei meiner langjährigen Lebensgefährtin Maria Heugenhauser, die stets hinter mir stand und mich immer unterstützte.

Abschließend gilt mein besonderer Dank meiner gesamten Familie, durch deren ständige Unterstützung es mir erst ermöglicht wurde, mein Studium an der Montanuniversität zu absolvieren.

Hans-Peter Wörgötter

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	i
1 Einleitung und Ziel der Arbeit	1
2 Theoretische Grundlagen	4
2.1 Nanoindentation	4
2.2 Rasterionenmikroskopie	6
2.3 Literaturübersicht	9
3 Experimentelle Grundlagen	11
3.1 Verwendete Geräte	11
3.1.1 Rasterionenmikroskop	11
3.1.2 Mikroindenter	12
3.2 Probenmaterial und Probenfertigung	13
3.2.1 Vanadiumnitrid - VN	15
3.2.2 Titannitrid - TiN	20
3.2.3 Polykristalline Wolframschicht und Wolframeinkristall	21
3.3 Durchführung des Druckversuches	25
4 Darstellung und Auswertung der Messdaten	30
4.1 Vanadiumnitrid und Titannitrid	30
4.2 Polykristalline Wolframschicht und Wolframeinkristall	38
5 Ergebnisse und Diskussion	40
5.1 Vanadiumnitrid	40
5.2 Titannitrid	46
5.3 Polykristalline Wolframschicht	50
5.4 Wolframeinkristall	56
6 Zusammenfassung	62
Literaturverzeichnis	64

Kapitel 1

Einleitung und Ziel der Arbeit

Durch den rasanten technischen Fortschritt in unserer Gesellschaft, steigen die Anforderungen an die eingesetzten Werkzeuge bzw. Werkstoffe immer mehr. Daher reichen oft die Werkstoffeigenschaften eines Grundwerkstoffes (zum Beispiel Stahl) für den technischen Einsatz nicht mehr aus. Aus diesem Grund werden immer häufiger die eingesetzten Werkzeuge beschichtet, um so die Werkstoffeigenschaften dem Einsatzbereich anzupassen. Es können durch das Beschichten verschiedene Werkstoffeigenschaften miteinander kombiniert werden. Während z.B. der innere Bereich eines Werkzeugs möglichst zäh sein soll, ist es oft wichtig, dass hingegen die Oberfläche eine möglichst hohe Härte aufweist. Eine der wichtigsten Beschichtungen in der Industrie sind die Hartstoffschichten. Hartstoffschichten weisen wie der Name schon sagt eine sehr hohe Härte (typischerweise über 20 GPa) auf. Sie werden industriell hauptsächlich als Verschleißschutzschichten zum Beispiel für Bohr- oder Schneidwerkzeuge eingesetzt, um damit die Lebensdauer erheblich zu erhöhen und somit die Produktionskosten bzw. die Verschleißkosten zu senken.

Im Allgemeinen werden die verschiedenen Schichten mit ihrem Härtewert untereinander verglichen. Grund dafür ist, dass die Härteprüfung eine sehr einfache und mit relativ geringem Aufwand durchzuführende Untersuchungsmethode der mechanischen Werkstoffprüfung ist. Auf Grund der geringen Schichtdicken (zwischen einigen 10 Nanometern bis hin zu einigen Mikrometern) müssen die aufgebrachten Kräfte (Mikro- bis Millinewton) und die dazugehörigen Eindringtiefen (liegen im Nanometer- bzw. im Mikrometerbereich) ebenfalls klein sein. Auf Grund der geringen Kräfte und Eindringtiefen wird dieses Verfahren Mikro- bzw. Nanohärtemessung oder auch Nanoindentation genannt. Obwohl zur heutigen Zeit die Nanohärtemessung schon sehr weit fortgeschritten ist und sie weitestgehend automatisiert durchgeführt werden kann, besitzt sie auch Nachteile. Besonders bei der Prüfung von sehr dünnen Schichten tritt das Problem des Größeneffektes auf (ISE

- Indentation - Size - Effect). Dieser Größeneffekt bewirkt einen Anstieg der Härte bei abnehmender Schichtdicke. Ursache für diesen Größeneffekt ist, auf Grund der Geometrie, eine eingeschränkte Versetzungsmobilität, da es an der Grenzfläche zwischen der Schicht und dem Substrat zu einem Versetzungsaufstau kommt [1].

Es wird auch ein Größeneffekt in "bulk" - Materialien beobachtet. Da in diesem Fall jedoch keine geometrische Einschränkung vorhanden ist, scheint die Ursache in einem intrinsischen Effekt zu liegen. Basierend auf dem Konzept von geometrisch notwendigen Versetzungen (GND - geometrically - necessary - dislocation), haben Nix und Gao ein Modell vorgeschlagen, dass die Größenabhängigkeit der Härte wiedergibt [2]. Seither wurde in zahlreichen Arbeiten das Thema des ISE untersucht bzw. behandelt und ein Anstieg der Härte bei sehr geringen Eindringtiefen beobachtet [3-6].

Wie zuvor erwähnt müssen bei sehr dünnen Schichten die Eindringtiefen gering gehalten werden. In der Regel soll die Eindringtiefe bei der Nanoindentation weniger als 10% von der Schichtdicke betragen [7]. Der Grund dafür ist, dass sich während des Indentationvorganges nur die zu untersuchende Schicht und nicht auch das darunterliegende Substrat verformen soll. Sind die Eindringtiefen zu groß, dann erhält man nicht die mechanischen Kennwerte der Schicht, sondern eine Kombination aus der Schicht und dem Substrat, da sich das darunter befindliche Substrat mitverformt. Je nach dem ob das Substrat härter oder weicher als die Schicht ist erhält man dementsprechend einen zu hohen oder zu niedrigen Härtewert für den untersuchten Schichtwerkstoff.

Wie bereits erwähnt können mit Hilfe der Nanoindentation rasch und einfach mechanische Kennwerte wie zum Beispiel die Härte oder der Elastizitätsmodul bestimmt werden. Auch Materialkennwerte, wie zum Beispiel die Festigkeit können über die Tabor - Beziehung ermittelt werden, was aber auf Grund des komplexen mehrachsigen Spannungs - Dehnungszustandes unter der Indenterspitze schwierig ist und einer Modellannahme bedarf. Nach Tabor [8] hängt die Härte H (entspricht der Makrohärte) und die Fließgrenze σ_f folgendermaßen in Zusammenhang:

$$H \sim 3 \sigma_f. \quad (1.1)$$

Weiters befindet sich die höchstbeanspruchte Zone während der Härteprüfung direkt unter dem Indenter und ist somit während der Versuchsdurchführung nicht einsehbar.

Aus diesen Gründen soll im Rahmen dieser Diplomarbeit versucht werden, Festigkeitskennwerte von Hartstoffschichten mittels Mikrodruckversuche zu ermitteln. Während bei der Nanoindentation ein sehr komplizierter Spannungs - Dehnungszustand vorliegt, ist

beim Druckversuch prinzipiell ein einachsiger Spannungs - Dehnungszustand gegeben. Weiters wurde versucht, die Druckversuche in - situ im Rasterelektronenmikroskop (REM) zu beobachten, um auftretende Versagensmechanismen besser beobachten und untersuchen zu können. Diese Untersuchungsmethodik ist noch relativ neu und wird nur von Wenigen praktiziert [10-13, 16-19], da sie im Gegensatz zur Härtemessung bzw. Nanoindentation sehr kosten- und zeitintensiv ist. Dafür ermöglicht der Mikrodruckversuch eine direkte Messung von Kennwerten, welche mittels Nanoindentation nicht, oder nur umständlich über entsprechende Umrechnungsmodelle ermittelt werden können.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Nanoindentation

Die Härtemessung ist eine sehr einfache und kostengünstige Methode für die Werkstoffcharakterisierung. Es gibt verschiedenste Härteprüfverfahren. Zum Beispiel die Vickers - Härtemessung, die Rockwell - Härtemessung oder die Brinell - Härtemessung, um nur die Wichtigsten zu nennen. Um aber die Härte von aufgetragenen Schichten zu bestimmen, bedient man sich aber einem anderen Verfahren, nämlich der Nanoindentation. Als Prüfkörper werden zumeist spitze Pyramidenformen (z.B. Berkovich oder Cube Corner) aus Diamant mit unterschiedlichen Öffnungswinkeln verwendet. Aber auch kugelförmige Geometrien werden als Prüfkörper vereinzelt eingesetzt. Bei der Nanohärtemessung werden Last - Eindringtiefekurven aufgenommen. Durch Auswertung dieser Last Eindringtiefekurven, zum Beispiel nach der Oliver - Pharr - Methode können daraus der Elastizitätsmodul und die Härte ermittelt werden [9]. In Abbildung 2.1 (a) ist eine solche Last - Eindringtiefekurve und in Abbildung 2.1 (b) das dazugehörige Oberflächenprofil nach der Entlastung schematisch dargestellt. Die wichtigsten Kenngrößen sind die maximal aufgebrachte Kraft F_{max} , die maximale Eindringtiefe h_{max} (bei aufgebrachter Maximalkraft), die verbleibende Eindringtiefe h_f nach dem Entlasten, sowie die Kontakttiefe h_c . Eine weitere wichtige Kenngröße ist die Kontaksteifigkeit S , welche der Steigung der Geraden von h_{max} (bei $F = F_{max}$) zu h_c (bei $F = 0$) entspricht.

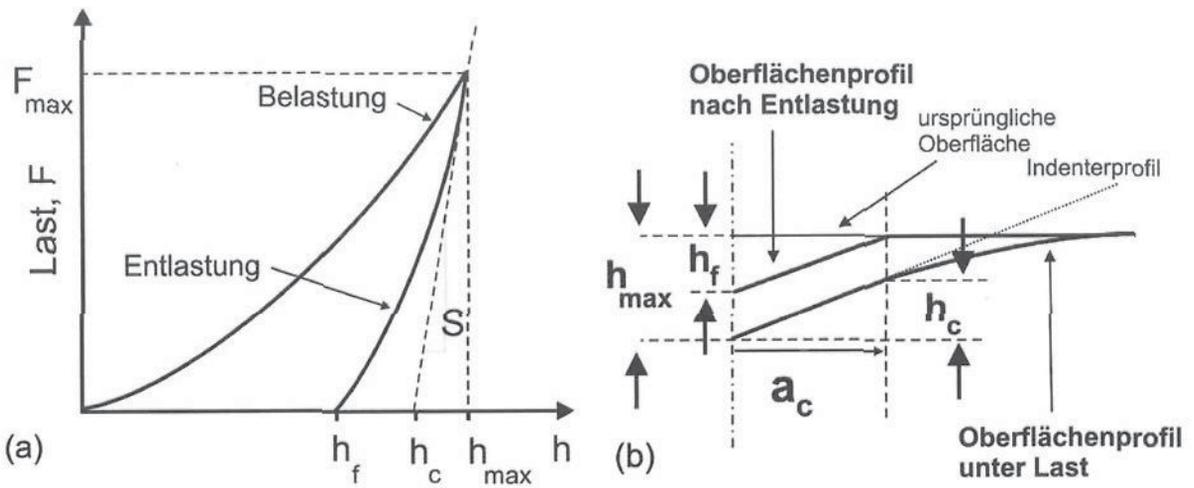


Abbildung 2.1: (a) Last - Eindringtiefekurve eines Nanoindentationversuches und (b) schematische Darstellung des Tiefenprofils nach der Entlastung. F_{max} stellt die maximal aufgebrachte Kraft, S die Kontaktsteifigkeit, h_{max} die maximale Eindringtiefe, h_f die verbleibende Eindringtiefe nach der Entlastung, h_c die Kontakttiefe und a_c die halbe Eindruckdiagonale bei der Kontakttiefe dar. Nach [7].

Die Kontakttiefe h_c berechnet sich aus:

$$h_c = h_{max} - h_{el} = h_{max} - \epsilon \frac{F}{S}. \quad (2.1)$$

Die elastische Rückfederung h_{el} wird dabei durch einen Geometriefaktor ϵ (z.B. für Berkovich - Spitze: $\epsilon = 0.75$) angepasst. Aus Eicheindrücken, kann die Spitzenformfunktion des Indenters bestimmt werden. Die Spitzenformfunktion ändert sich mit jeder Härtemessung, da sich auch der Spitzenradius des Eindringkörpers durch Abnutzung der Indenterspitze ändert. Somit ändert sich auch das Eindringverhalten des Indenters. Unter Kenntnis der Spitzenformfunktion kann dann bei Indentationsversuchen die Kontaktfläche A_c berechnet werden. Die Härte ergibt sich dann aus der maximalen Kraft pro Kontaktfläche:

$$H = \frac{F}{A_c}. \quad (2.2)$$

Für die verschiedenen Indenter kann der so genannte reduzierte E - Modul E_r aus dem Zusammenhang zwischen Kontaktsteifigkeit und Elastizität berechnet werden:

$$E_r = \frac{S}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} \quad (2.3)$$

Auch hier ist β wieder ein geometrieabhängiger Korrekturfaktor des Indenters (z.B. für Berkovich - Indenter $\beta=1.034$). E_r wird reduzierter E - Modul genannt, weil auch die elastische Verformung der Indenterspitze während des Eindringvorganges berücksichtigt wird. Aus dem Zusammenhang:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2.4)$$

kann der E - Modul der Probe bestimmt werden. Dabei ist ν_s die Poissonzahl der Probe, ν_i die Poissonzahl des Indenters, E_r der reduzierte Elastizitätsmodul, E_s der Elastizitätsmodul der Probe und E_i der Elastizitätsmodul des Indenters. Zum Beispiel findet man für Diamant in der Literatur die Werte $E = 1141 \text{ GPa}$ und $\nu = 0.17$ [20])

2.2 Rasterionenmikroskopie

Das Rasterionenmikroskop wird hauptsächlich als Präzisionsschneidewerkzeug (wie in der vorliegenden Arbeit), oder zum Abscheiden von verschiedenen Elementen und Verbindungen verwendet. Weiters bietet es verschiedene Kontrastvarianten die für die Abbildung von Probenoberflächen von Vorteil sind. Diese wären:

- Phasenkontrast (entsteht durch die unterschiedliche Ausbeute an Sekundärteilchen auf Grund der Probenzusammensetzung. Insbesondere bei Sekundärionenbildern ist der Phasenkontrast der dominante Kontrastmechanismus.)
- Topographiekontrast
- Orientierungs- bzw. Channelingkontrast.

Eine genauere Beschreibung der unterschiedlichen Kontrastdarstellungsmöglichkeiten mittels Rasterionenmikroskopie kann in [21] und [22] nachgelesen werden. Hier soll nur kurz auf den "Schneideprozess" näher eingegangen werden, da nur dieser für die Probenfertigung benötigt wurde.

Grundlegendes Prinzip des Präzisionschneidevorganges des Rasterionenmikroskops ist das

Abtragen (Absputtern) von einzelnen Atomen. Aus diesem Grund ist die Abtragsrate (Sputterrate) eine wichtige Kenngröße für den Schneideprozess bzw. die Dauer des Schneidvorganges. Die Sputterrate ist von mehreren verschiedenen Faktoren abhängig. Zum einen von der angelegten Beschleunigungsspannung. Je höher die angelegte Beschleunigungsspannung, desto größer ist die kinetische Energie mit der die Ionen auf die Probe auftreffen. Höhere kinetische Energie der Ionen bedeutet eine höhere Sputterrate. In Abbildung 2.2 ist dieser Zusammenhang dargestellt. Es ist die Abtragsrate (Sputtering Yield) der Probe gegen die kinetische Energie (Energy) der auftreffenden Ga^+ - Ionen dargestellt. Einmal für Kupfer (Cu) und einmal für Silizium (Si) als Probenmaterial. Weiters wurde der Auftreffwinkel zwischen den Ionen und der Probenoberfläche zwischen 0° und 89° variiert. Man erkennt, dass die Abtragsrate mit zunehmender Beschleunigungsspannung zunimmt, da dadurch der Impulsübertrag der Ionen größer ist und somit leichter Atome von der Probe "herausgeschlagen" werden können. Ab einem Grenzwert der Beschleunigungsspannung (abhängig vom Auftreffwinkel der Ionen) bleibt die Abtragsrate annähernd konstant.

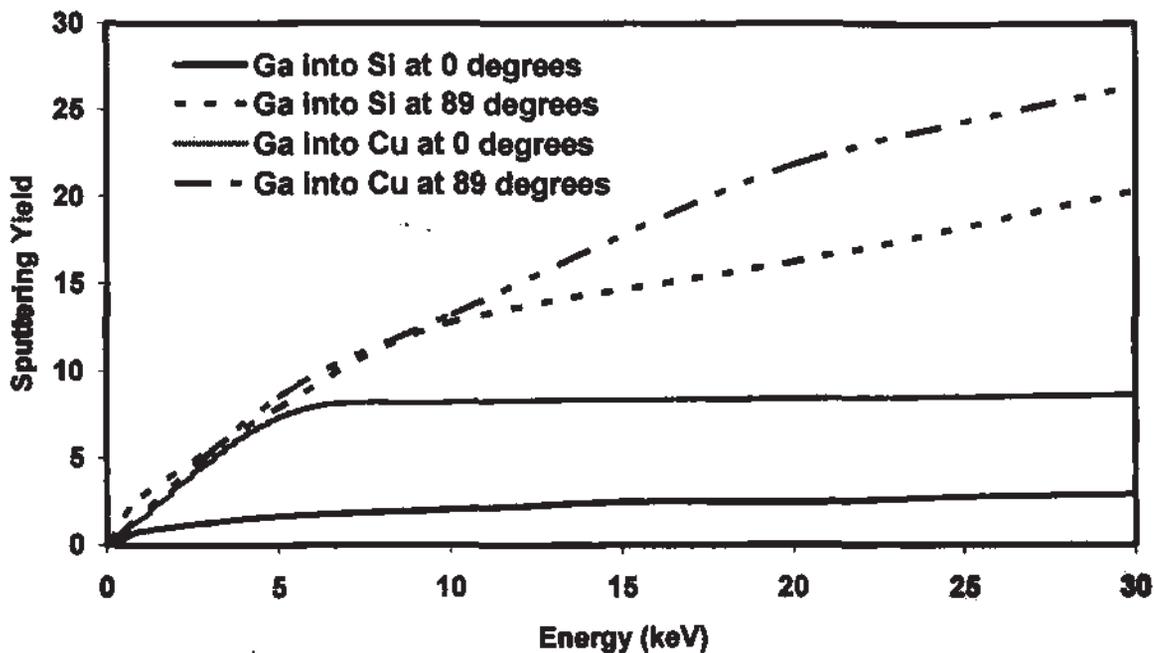


Abbildung 2.2: Gegenüberstellung der Abtragsrate (Sputtering Yield) und der kinetischen Energie (Energy) der Ga^+ - Ionen. Mit zunehmender Beschleunigungsspannung steigt auch die Sputterrate. Ab einem Grenzwert für die Beschleunigungsspannung bleibt die Abtragsrate annähernd konstant. Nach [22].

Wie man bereits aus der vorhergehenden Abbildung 2.2 erkennen kann, ist die Abtragsrate ebenfalls stark von der Ordnungszahl der abzutragenden Atome abhängig. In Abbildung 2.3 ist dieser Sachverhalt deutlicher dargestellt. Hier wurde die Abtragsrate (Sputtering Yield) in Abhängigkeit der Ordnungszahl (Atomic number) der abzutragenden Atome dargestellt. Es wurden wiederum die Auftreffwinkel variiert (0° , 80° und 89°). Während die Sputterrate bei Elementen mit einer Ordnungszahl von 16, 25 oder 30 sehr hoch ist, gibt es dazwischen Elemente mit einer deutlich geringeren Abtragsrate.

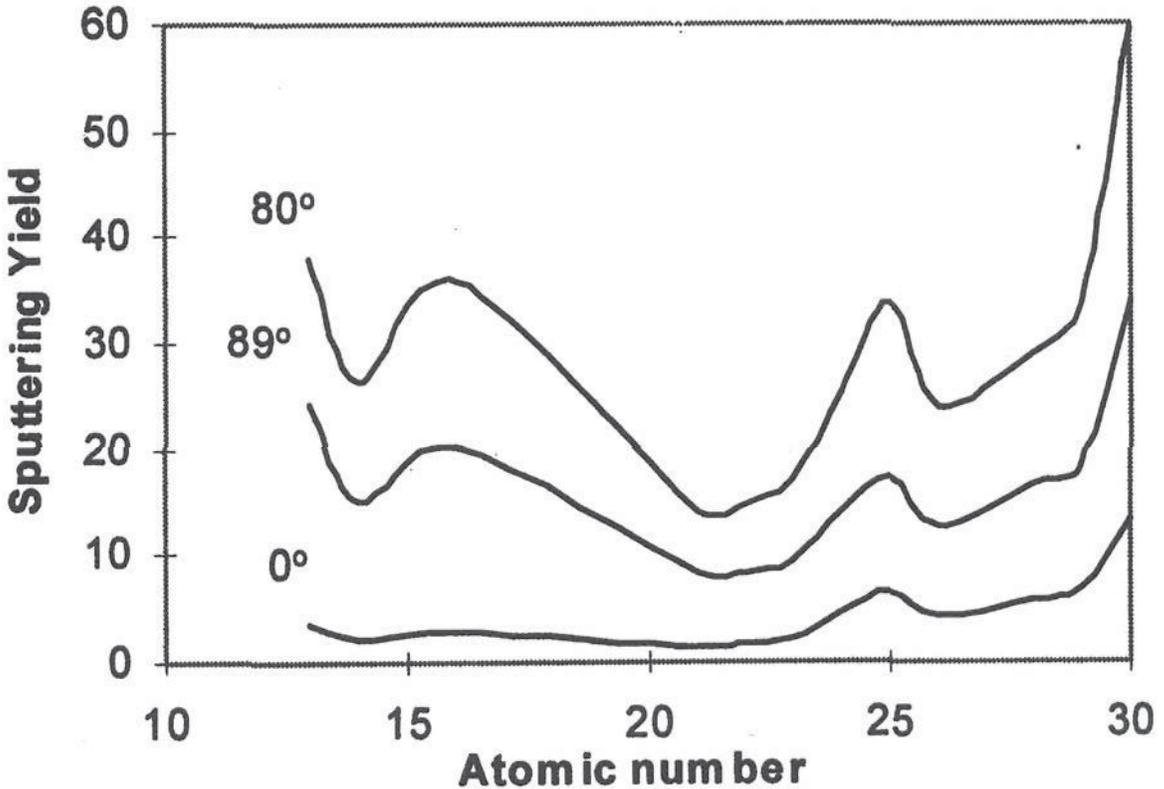


Abbildung 2.3: Abhängigkeit der Abtragsrate (Sputtering Yield) von der Ordnungszahl (Atomic number). Die Sputterrate weist eine starke Abhängigkeit von der Ordnungszahl der abzutragenden Elemente auf. Entnommen aus [22].

Ein weiterer wichtiger Faktor der die Abtragsrate und somit die Geschwindigkeit des Schneidprozesses beeinflusst ist der Auftreffwinkel. In Abbildung 2.4 ist dies verdeutlicht. Es sind die Abtragsraten (Sputtering Yield) in Abhängigkeit vom Auftreffwinkel (Incidence Angle) der Ionen auf die Probenoberfläche einer Kupfer (Cu) bzw. einer Silizium (Si) Probe abgebildet. Während man bei sehr flachen Auftreffwinkeln eine sehr geringe Sputterrate erzielt, erhält man bei steileren Winkeln eine deutliche Erhöhung der

Abtragsrate. Es gibt allerdings einen maximalen Winkel, welcher elementspezifisch ist, ab dem die Abtragsrate wieder abnimmt ($\sim 80^\circ$ für Silizium und $\sim 78^\circ$ für Kupfer).

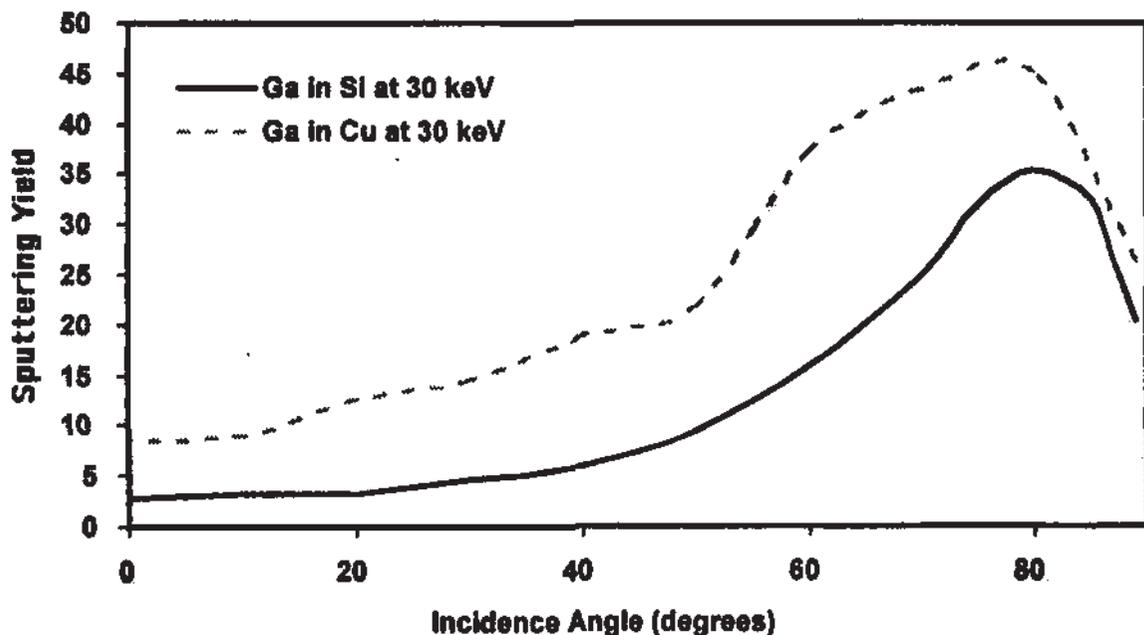


Abbildung 2.4: Abhängigkeit der Abtragsrate (Sputtering Yield) vom Auftreffwinkel (Incidence Angle) der Ionen auf die Probenoberfläche. Bei flachen Auftreffwinkeln der Ionen erhält man eine geringe Sputterrate. Mit Zunahme des Auftreffwinkels erhöht sie sich. Ab einem gewissen Bereich, in dem die Abtragsrate maximal ist (zwischen 75° und 85° - je nach Element) beginnt die Abtragsrate wieder zu sinken. Aus [22].

Dies sind die wesentlichen Faktoren, die die Abtragsrate bei der Rasterionenmikroskopie beeinflussen. Es gibt noch weitere Abhängigkeiten wie zum Beispiel die verwendete Ionenquelle oder die Verwendung von unterschiedlich großen Blenden, um die Abtragsrate zu beeinflussen. Weiters ist sie noch von der Kristallorientierung der zu bearbeitenden Probe abhängig. Diese beiden Aspekte (Verwendung verschiedener Blenden und die Abhängigkeit von der Kristallorientierung) werden in einem späteren Kapitel etwas ausführlicher erläutert.

2.3 Literaturübersicht

Wie bereits erwähnt ist die am häufigsten angewendete Methode zur Werkstoffcharakterisierung von dünnen Schichten die Nanoindentation kombiniert mit der Oliver - Pharr

Methode für die Datenauswertung [7, 9]. Will man allerdings Aussagen über die plastische Verformung und die dazugehörigen Vorgänge eines Werkstoffes untersuchen, so stößt man mit Hilfe der Nanoindentation schnell an die Grenzen. Aus diesem Grund entwickelten Uchic et al. [18] im Jahr 2004 eine neue Methodik zur Werkstoffcharakterisierung. Mit Hilfe eines Rasterionemikroskopes wurden kleine Mikrodruckproben gefertigt und anschließend mit einem Mikroindenter, in dem ein flacher Druckstempel als Prüfkörper eingebaut wurde, geprüft. Der Vorteil dieser Technik gegenüber der Nanoindentation liegt darin, dass während des Druckversuches ein einachsiger Spannungszustand vorherrscht. Uchic et al. untersuchten mit Hilfe dieser so genannten "micro - compression technique" unter anderem den Größeneffekt an Nischeinkristallen und an Nickellegierungen [18, 19]. Weitere Arbeitsgruppen folgten und untersuchten weitere Werkstoffe mit Hilfe dieser neuen Mikrodruckversuchsmethode. Zum Beispiel wandten Greer et al. [10, 11] bzw. Volkert und Lilleodden [12] diese neue Technik für Untersuchungen an Gold an. Weiters testeten Kiener et al. [13] (111) - orientiertes Kupfer und Frick et al. untersuchten Nickel - Titan Legierungen [17]. Als Vergleich zu den praktisch ermittelten Ergebnissen wurden auch Simulationen an Mikrodruckproben durchgeführt, wie zum Beispiel die Arbeiten von Zhang et al. [14] und Choi et al. [31], die den Einfluss der Missorientierung zwischen Druckkörper und Druckprobe simulierten.

Ein Nachteil in dieser Methodik besteht darin, dass die Probenfertigung sehr aufwendig und teuer ist. Daher wird es vermutlich auch in naher Zukunft nur wenige Arbeitsgruppen geben, die solche miniaturisierten Druckversuche durchführen werden. Weiters entstehen während des Druckversuches Reibungskräfte zwischen der Druckprobe und dem Druckkörper. Dadurch bleibt der vorhandene Spannungszustand innerhalb der Probe nicht mehr einachsig sondern wird mehrachsig. Auch die exakte Ausrichtung der Druckprobe zum Druckkörper stellt ein Problem dar. Erfolgt die Krafteinwirkung nicht senkrecht zur Druckfläche wird die Messung verfälscht, da die Druckprobe zusätzlich gebogen wird.

Ein weiterer Nachteil besteht darin, dass die Probengeometrie nicht beliebig gewählt werden kann. Wird das Aspektverhältnis Querschnitt zur Höhe zu groß, dann besteht die Gefahr des Ausknickens der Probe während des Druckversuches. Um dies zu umgehen wurden von Kiener et al. Mikrozugproben gefertigt und geprüft [15]. Dadurch ist es möglich Proben mit einem größer Aspektverhältnis zu prüfen ohne, dass der einachsige Spannungszustand verloren geht.

In keiner der bisherigen Arbeiten wurde der Mikrodruckversuch zur Bestimmung von Kennwerten dünner Schichten eingesetzt. In der vorliegenden Diplomarbeit sollten daher die Grenzen dieser Methodik und ihre Vorteile im Vergleich zur Nanoindentation an unterschiedlichen Schichten ermittelt werden.

Kapitel 3

Experimentelle Grundlagen

3.1 Verwendete Geräte

3.1.1 Rasterionenmikroskop

Die Druckproben wurden mit Hilfe eines Rasterionenmikroskops (Focused Ion Beam Microscope: FIB) der Marke LEO Crossbeam[©] 1540 XB, welches am Department für Materialphysik zur Verfügung steht, gefertigt. Der prinzipielle Aufbau des FIB ist in Abbildung 3.1 (a) und die Anordnung der Elektronen- und Ionensäule ("Crossbeam") in Abbildung 3.1 (b) dargestellt. Das FIB wird mit einer Galliumquelle betrieben und verfügt über ein mechanisches Blendensystem. Durch Benützung der unterschiedlich großen Blenden kann *der Probenstrom variiert werden. Wird eine größere Blende für einen großen Probenstrom verwendet (z.B. 400 μm Durchmesser für 10 nA), erhält man eine hohe Sputterrate, aber dafür kann der Ionenstrahl nicht so gut fokussiert werden. Wird hingegen eine kleine Blende mit dementsprechend geringen Probenstrom verwendet (z.B. 50 μm Durchmesser für 100 pA), ist die Sputterrate in etwa um einen Faktor 10^2 kleiner als bei der 10 nA Blende, da der Großteil des Ionenstrahls ausgeblendet wird und somit weniger Ionen auf die zu bearbeitende Probe treffen. Der Zusammenhang zwischen verwendetem Probenstrom und der Sputterrate ist annähernd linear.*

Auf Grund der Crossbeambauweise ist die FIB - Säule um einen Winkel von 54° zur REM - Säule (REM - Rasterelektronenmikroskop) gekippt. Befindet sich die zu bearbeitende Probe im Koinzidenzpunkt (Punkt, in dem sich Ionenstrahl und Elektronenstrahl kreuzen), dann ermöglicht es die Crossbeamanordnung, die Probe einerseits mit Ga^+ - Ionen zu bearbeiten und andererseits diesen Vorgang mittels REM in Echtzeit zu beobachten. Der Aufbau und die Funktionsweise des LEO Crossbeam[©] 1540 XB werden in [21] und

[23] ausführlicher beschrieben.

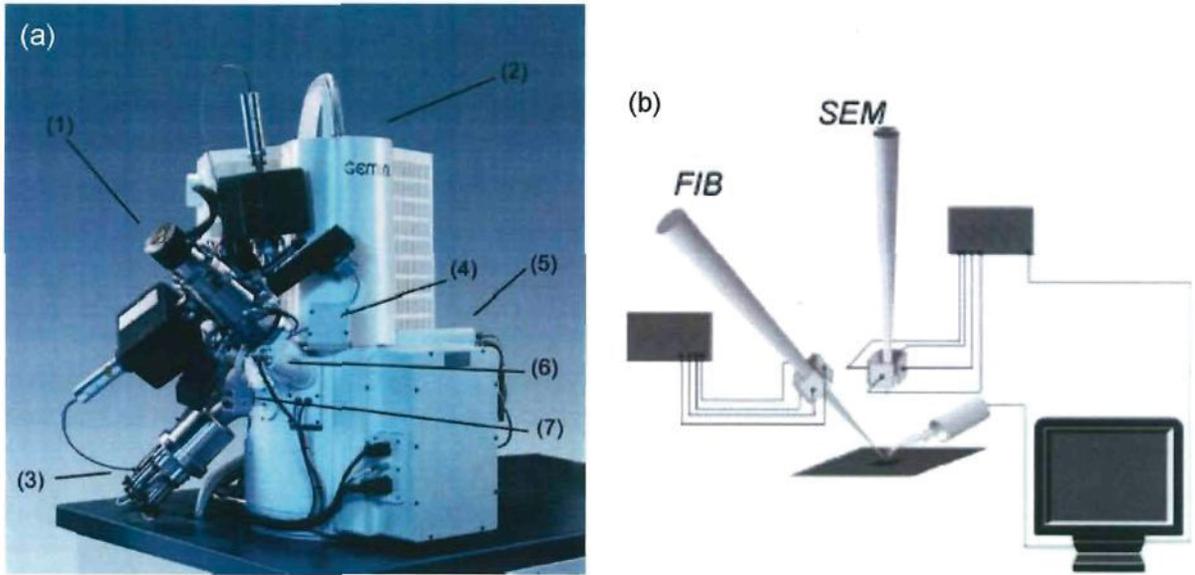


Abbildung 3.1: (a) Prinzipieller Aufbau des FIB: (1) FIB-Säule, (2) REM-Säule, (3) Gasinjektionssystem (GIS), (4) Optionaler EDS-Detektor, (5) Inlens-Detektor, (6) Sekundärelektronen (SE)-Detektor, (7) CCD-Kamera. (b) Prinzipskizze der Crossbeam-Anordnung. Die Ionensäule des FIB ist hierbei um 54° zur Elektronensäule verkippt angeordnet. Der Punkt, in dem sich Elektronen- und Ionenstrahl treffen, wird Koinzidenzpunkt genannt. Entnommen aus [23].

3.1.2 Mikroindenter

Die Druckversuche wurden mit Hilfe eines vakuumtauglichen Mikroindenter der Firma ASMEC durchgeführt (Abbildung 3.2) [24]. Der Mikroindenter wurde in ein Rasterelektronenmikroskop (LEO Stereoscan S440) eingebaut. Als Sensoren für die Kraft- und Wegmessung werden induktive Wegaufnehmer verwendet. Die Kraftaufbringung erfolgt durch ein piezoelektrisches Element. Die Kraft- und Wegmessung wird über die Auslenkung von Blattfedern durchgeführt. Der Indenter kann sowohl im Druck- als auch im Zugmodus betrieben werden. In dieser Arbeit wurde aber nur der Druckmodus benötigt und verwendet. Als Druckkörper wurde ein abgeschnittener Diamantkegel mit einem Öffnungswinkel von 60° verwendet. Die Druckfläche des Diamanten hatte einen Durchmesser von $10 \mu\text{m}$. Das Gerät bietet prinzipiell auch eine Kippmöglichkeit, diese wurde aber in den vorliegenden Untersuchungen nicht benötigt. Für die Aufzeichnung der Daten wurde die mitgelieferte Software InspectorX verwendet.

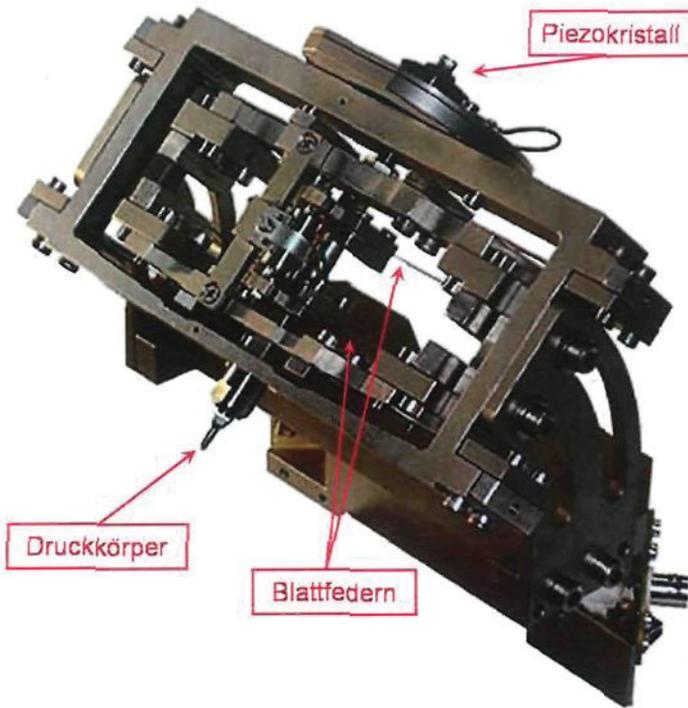


Abbildung 3.2: Vakuumtauglicher Mikroindenter der Firma ASMEC, mit welchem die Mikrodruckversuche am Erich Schmid Institut durchgeführt wurden.

3.2 Probenmaterial und Probenfertigung

Es wurden drei verschiedene Hartstoffschichten untersucht. Zum einen eine (100) Vanadiumnitrid (VN) - und eine (100) Titanitrid (TiN) - Schicht (jeweils auf (100) Magnesiumoxid (MgO) - Substrat epitaktisch abgeschieden)¹ [25] und zum anderen eine polykristalline Wolframschicht auf Silizium (Si) - Substrat². Als Vergleich zur polykristallinen Wolframschicht wurden zusätzlich Druckproben von einem Wolframeinkristall³ untersucht, wobei die Druckrichtung parallel zur $\langle 011 \rangle$ - Richtung war. Wie im Kapitel zuvor bereits erwähnt wurden die Druckproben mit Hilfe des FIB gefertigt. Da die Ionensäule um 54° zur Vertikalen verkippt ist, muss die Probe ebenfalls um 54° verkippt werden, damit der Ionenstrahl während der Probenpräparation senkrecht auf die Probenoberfläche

¹ Für die Herstellung der TiN - und VN - Schichten danke ich ganz besonders Herrn Dipl. Ing. Jie Shen und Frau Dr. Kerstin Kutschej (Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben).

² Herzlichen Dank an Dr. B. Schedler (Firma Plansee AG), der die W - Schicht zur Verfügung gestellt hat.

³ Der Wolframeinkristall wurde von Prof. Peter Gumbsch (Fraunhoferinstitut für Werkstoffmechanik (IWM), Deutschland) zur Verfügung gestellt. Auch hierfür gilt mein besonderer Dank.

trifft (Abbildung 3.3). Weiters musste für jedes Probenmaterial zuerst die Sputterrate (entspricht der Anzahl der abgetragenen Atome pro Zeit) ermittelt werden, da das Sputterverhalten der zu untersuchenden Materialien sehr unterschiedlich ist. Die Sputterrate hängt dabei wie Eingangs beschrieben im Wesentlichen von der kinetischen Energie und der Masse der verwendeten Ionen (in diesem Fall Ga^+ - Ionen bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV), sowie von der Bindungsenergie und der Masse der abzutragenden Atome und vom Auftreffwinkel der Ionen auf die Probenoberfläche ab. Beim verwendeten LEO Crossbeam[©] 1540 XB kann die Sputterrate weiters durch Verwendung verschiedener, mechanischer Blenden geregelt werden. Wie in Kapitel 3.1.1 bereits beschrieben besteht der Nachteil bei der Verwendung einer größeren Blende aber darin, dass der Ionenstrahl nicht so gut fokussiert werden kann. Deshalb wurden zuerst die Grobformen mit einem größeren Probenstrom gefertigt, damit sich der Zeitaufwand in Grenzen hält. Anschließend wurde die Endfertigung der Druckproben mit einem wesentlich geringerem Probenstrom durchgeführt, um den Ionenstrahl während des Schneideprozesses besser fokussieren zu können und somit eine möglichst gute Randschärfe der fertigen Proben zu erreichen.

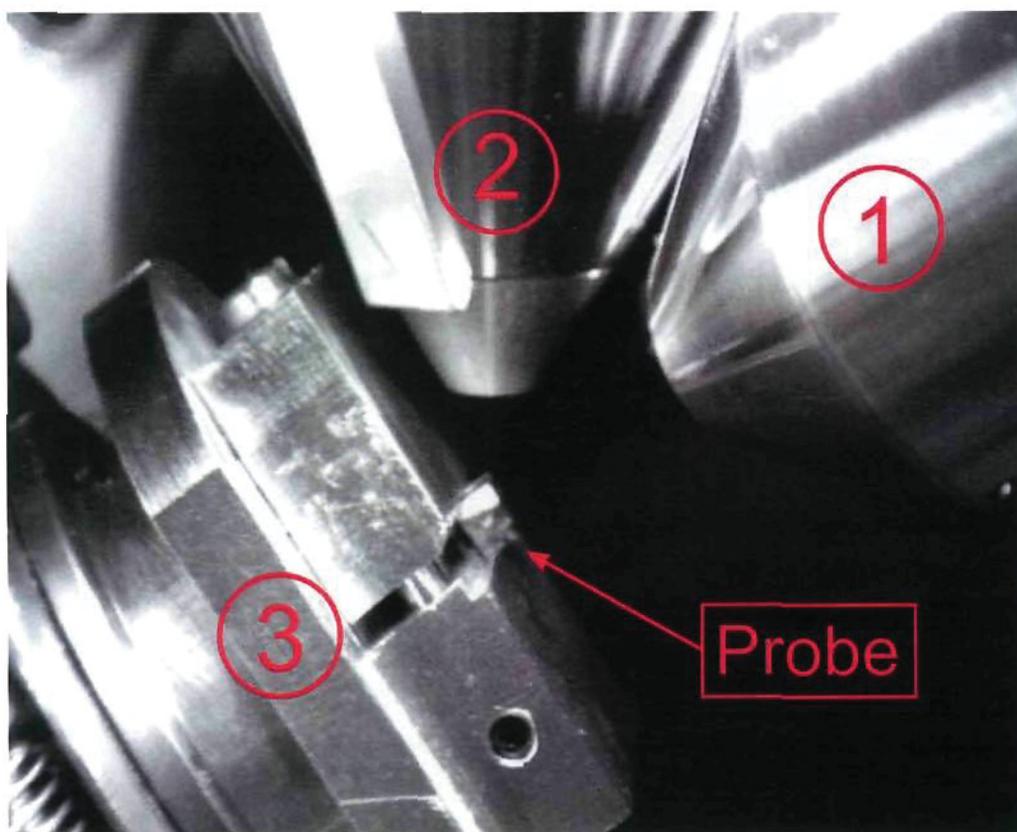


Abbildung 3.3: Anordnung für die Probenherstellung mit Hilfe des FIB. (1) FIB - Säule, (2) REM - Säule, (3) Probenhalter und fixierte Wolframeinkristalldruckprobe um 54° verkippt, damit der Ionenstrahl senkrecht auf die Probenoberfläche auftrifft.

3.2.1 Vanadiumnitrid - VN

Die VN - Schicht wurde auf einem (100) orientierten MgO - Substratplättchen, das eine Seitenlänge von 10 mm x 10 mm und eine Dicke von 1 mm aufwies, abgeschieden [25]. Die Schicht hatte eine Dicke von nominell 1 μm und war ebenfalls (100) orientiert. VN und MgO haben dieselbe Kristallstruktur, nämlich die NaCl - Struktur (entspricht der B1 - Gitterstruktur). Die B1 - Gitterstruktur kann als Anordnung von zwei ineinander gestellten kubisch flächenzentrierten Teilgittern der beiden beteiligten Elemente angesehen werden (Abbildung 3.4) [26].

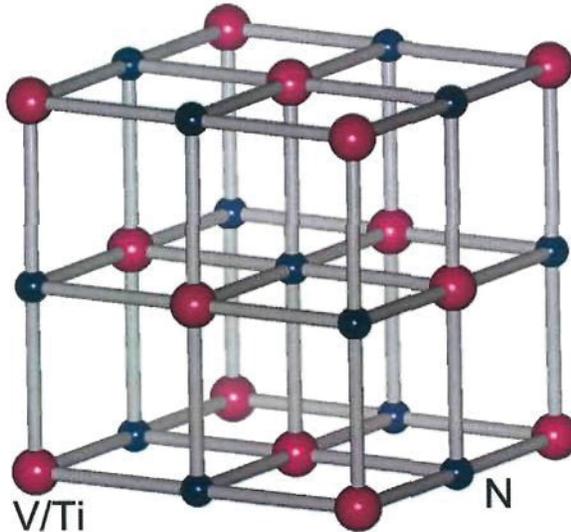


Abbildung 3.4: B1 - Gitterstruktur. Entspricht zwei ineinander gestellten kubisch flächenzentrierten Teilgittern [26]. Rot z.B. Na, V, Ti, Mg; blau z.B. Cl, N, C

Die kristallographischen Eigenschaften wurden mittels Röntgendiffraktometrie (XRD), Beugung rückgestreuter Elektronen (Electron Back Scatter Diffraction - EBSD) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) in anderen Arbeiten [25, 27] untersucht. Dabei konnte ein epitaktisches Schichtwachstum festgestellt werden. Weiters wurden Nano Härtemessungen an der VN - Schicht durchgeführt. Einerseits mit einem Standard Cube Corner Diamanten (Hysitron Triboscope) und andererseits mit einem Berkovich Indenter (Tony - Fischer Cripps Laboratories UMIS). Die Härte wurde dabei nach der Standard - Oliver - Pharr - Methode [9] bestimmt. Dabei ergab sich ein Mittelwert für die Härte der VN - Schicht von ~ 23 GPa [27]. Die genauen Parameter für die Schichtherstellung und die Untersuchungsmethoden zur Charakterisierung der VN - Schicht können in der Diplomarbeit von Dipl. Ing. Shen [25] und in dem Artikel von Kutschej et al. [27] nachgeschlagen werden.

Für die Druckprobenfertigung mittels FIB wurde das Probenplättchen, bestehend aus Substrat und Schichtmaterial, mit Leitsilber auf den Probenhalter aufgeklebt, um die Leitfähigkeit zu verbessern und somit eine elektrische Aufladung der Probe möglichst gering zu halten, da sowohl das MgO - Substrat als auch die VN - Schicht eine geringe elektrische Leitfähigkeit besitzen. Die elektrische Aufladung der Probe soll verhindert werden, da ansonsten der Ionenstrahl zu "wandern" beginnt. Da die Galliumionen positiv geladen sind, kommt es zur elektrostatischen Wechselwirkung zwischen den Ga^+ - Ionen und der elektrostatisch aufgeladenen Probe. Je größer die Aufladung ist, umso stärker wird die Ablenkung der Ionen. Dadurch ist kein gezieltes Bearbeiten der Probe mit dem Ionenstrahl mehr möglich. Ein weiterer Nachteil, der sich durch die Aufladung der Probe ergibt, ist, dass auch die Elektronen des Elektronenstrahls elektrostatisch wechselwirken, wodurch es schwieriger wird hochauflösende REM - Bilder aufzunehmen.

Im ersten Schritt der Probenfertigung wurde mit der Zusatzsoftware "Feature Milling" eine Grobform (Abbildung 3.5) mit einem Außendurchmesser von $25 \mu m$ und einem Innendurchmesser von $5 \mu m$ herausgeschnitten. Die kreisringförmige Fläche (Abbildung 3.5 (a)) wird dabei durch die Software in einzelne kleine Rechtecke zerlegt, die dann vom Ionenstrahl der Reihe nach abgerastert werden. Abbildung 3.5 (b) zeigt eine REM - Aufnahme der dazugehörigen fertigen Grobform mit $5 \mu m$ Durchmesser. Die Aufnahme wurde mit einer Kipp - Korrektur von 54° aufgenommen, was notwendig ist, um eine unverzerrte Abbildung von der zum Elektronenstrahl verkippten Probe zu erhalten.

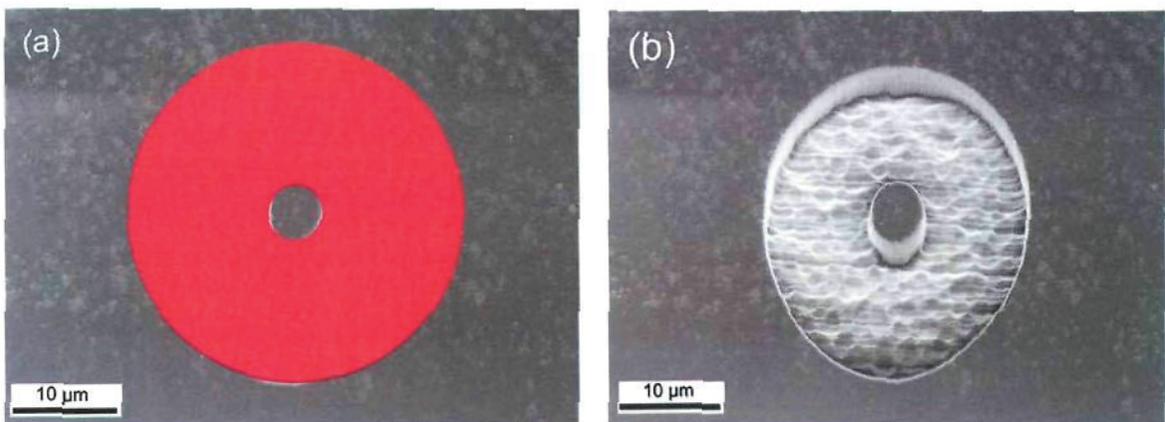


Abbildung 3.5: (a) Auswahl der Kreisringfläche mit Hilfe der Zusatzsoftware "Feature Milling", die dann vom Ionenstrahl abgerastert wird. (b) REM - Aufnahme der dazugehörigen fertigen Grobform einer VN - Druckprobe mit einem Durchmesser von $5 \mu m$ mit einer Kipp - Korrektur von 54° , aufgenommen mit dem SE - Detektor.

Durch Durchführung einiger Testversuche ergab sich für die VN - Schicht eine Sputterrate von $350 \frac{\mu\text{m}^3}{\text{nA}\cdot\text{h}}$. Daher wurde die Grobform mit einem Probenstrom von 2 nA und einer Sputterzeit von 2400 Sekunden gefertigt, um die gewünschte Tiefe von 1 μm in einem akzeptablen Zeitintervall zu erreichen. Weiters kann durch die Software bestimmt werden, ob die abzusputternde Fläche nur einmal oder mehrmals abgerastert werden soll. Bei der Herstellung der Grobform wurde die ausgewählte Kreisringfläche 20 mal abgerastert, damit man eine möglichst gleichmäßige Tiefenabtragung erreicht. Wählt man z.B. nur einen Abrasterungszyklus, dann würde es zur Redeposition der abgesputterten Atome im zuvor bereits bearbeitenden Bereich kommen. Dies würde bedeuten, dass sich im zuerst abgesputterten Bereich viel mehr Atome wieder ablagern würden als im Bereich, der am Schluss abgesputtert wurde. Es würde sich also ein Tiefengradient einstellen.

Auffallend ist, dass die Bereiche, welche mit dem FIB bearbeitet wurden, eine hohe Oberflächenrauigkeit aufweisen. Grund dafür ist, dass sich durch die Bearbeitung mittels FIB Oberflächenrauigkeiten verstärken, da die Sputterrate vom Auftreffwinkel der Ionen abhängig ist. Treffen die Ionen mit einem größeren Winkel auf die Oberfläche (wie es in Senken der Oberflächenstruktur der Fall ist) auf, werden mehr Atome abgesputtert, als wenn die Ionen unter einen flachen Winkel (z. B. an den Seitenflächen von kleinen Erhebungen) auftreffen (siehe Kapitel 2.2).

Weiters ist der Materialabtrag am oberen und unteren Bereich des Ringes größer als im zentralen Bereich. Grund dafür ist, dass die Software die Kreisringfläche in lauter kleine Rechtecke unterteilt. Die Sputterzeiten werden allerdings nicht auf die Fläche der einzelnen Rechtecke bezogen, sondern nur durch die Anzahl der Rechtecke dividiert. Das bedeutet, dass der Ionenstrahl ein kleines Rechteck, wie es im oberen und unteren Bereich der Kreisringfläche vorzufinden ist, gleich lange abrastert, wie ein großes Rechteck. Daher ist die Abtragsrate bei kleinen Rechtecken höher als bei großen Rechtecken.

Damit man während des Druckversuches freie Sicht auf die Druckproben hatte, wurde nach dem Fertigen der Grobformen die Vorderkante entfernt. Dieser Vorgang wurde wiederum mit Hilfe des FIB durchgeführt. Damit man nicht allzu viel Material abtragen musste, wurden die Druckproben so nah wie möglich (typischerweise 5 - 7 μm) an eine Kante des Probenplättchens platziert. Damit das "Wegschneiden" der Vorderkante nicht allzu lange dauerte, erfolgte dies mit einem größeren Probenstrom von 10 nA. Die Zeit wurde so gewählt, dass sichergestellt werden konnte, dass genügend Material von der Vorderkante entfernt wurde, damit man während der Druckversuche freie Sicht auf die Druckproben hatte. Nachdem die Vorderkante entfernt worden war, wurden die Druckproben mit einem Probenstrom von 500 pA endgefertigt. Für die Endfertigung betrug die Sputterzeit 300 s und der Sputterbereich wurde zehn Mal abgerastert. In Abbildung 3.6 sind fünf fertige VN - Druckproben zu sehen. Die Blickrichtung während des Versuches

entspricht dem roten Pfeil. Es ist gut zu erkennen, dass die Vorderkante so weit entfernt worden ist, dass man freie Sicht auf die einzelnen Druckproben hat.

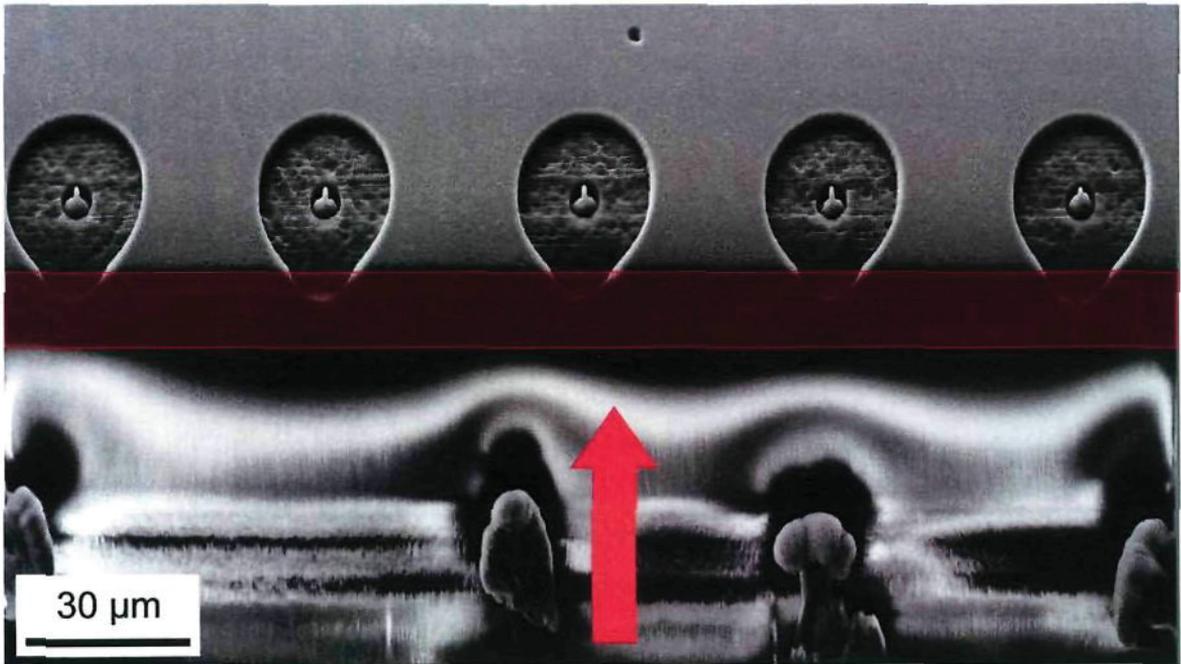


Abbildung 3.6: REM - Aufnahme mittels InLens - Detektor bei einer Kippkorrektur von 54° von fünf endgefertigten VN - Druckproben. Der rote Pfeil markiert die Blickrichtung während des nachfolgenden Druckversuchs. Die Vorderkante wurde bereits entfernt, sodass man während des Druckversuchs freie Sicht auf die einzelnen Druckproben hat.

Die gewählte Reihenfolge (Fertigen der Grobform - Entfernen der Vorderkante - Probendefinition) und Art der Probenfertigung hat den Grund, dass zuerst mit möglichst wenig Zeitaufwand, das heißt mit einem höheren Probenstrom und somit einer höheren Abtragsrate, ein Bereich abgetragen werden soll der so groß ist, dass gewährleistet ist, dass der Druckkörper (Diamant) während des Druckvorganges nur auf die Druckprobe selbst, nicht aber auf das umliegende Material auftrifft. Da der Druckkörper einen Durchmesser von $10\ \mu\text{m}$ hat, wurde der Außendurchmesser der Grobform mit $25\ \mu\text{m}$ gewählt, um dies sicherstellen zu können. Weiters ist es wichtig, die Vorderkante der Probe vor der Endfertigung der Druckproben zu entfernen. Würde man die Vorderkante nach der Endfertigung entfernen, dann würden sich abgesputterte Atome an der bereits fertigen Druckprobe wieder ablagern. Grund für die gewählte Probendimension (Probendicke und Durchmesser von je einem μm) war, dass die zu untersuchenden VN und TiN Schichten eine maximale Schichtdicke von $1\ \mu\text{m}$ aufwiesen und keine dickeren Schichten zur Verfügung

standen und es schwierig ist "akzeptable" Proben mit einem geringeren Durchmesser zu fertigen.

In Abbildung 3.7 sieht man eine REM - Aufnahme, aufgenommen mit dem InLens - Detektor, einer fertigen Druckprobe aus VN (a) mit einer Kippkorrektur von 36° und (b) von oben. Man kann gut den Unterschied zwischen der VN - Schicht (heller Bereich) und dem MgO - Substrat (dunkler Bereich) erkennen. Man sieht auch, dass die Probenform nicht ideal zylinderförmig ist, sondern eine Kegelform aufweist. Grund dafür ist der streifende Einfall des Ionenstrahles. Die Ionen, die auf der Mantelfläche der Druckprobe unter einem kleinen Winkel streifend auftreffen, können nicht genügend Energie übertragen, um einzelne Atome abzutragen (siehe Abb. 2.4). Dadurch ergibt sich keine ideal zylinderförmige sondern eine kegelförmige Probe (siehe Abbildung 3.8). Treffen die Ionen unter einem Winkel von 90° auf die Probe auf so wird annähernd die gesamte Energie der Ga^+ - Ionen übertragen und es kommt zu einem stärkeren Abspattern von Atomen. Weiters erkennt man eine Oberflächenrauigkeit und eine Kantenabrundung der fertigen Druckproben, die ebenfalls durch die Fertigung mittels FIB verursacht wird. Der Grund dafür ist, dass bereits bestehende Unebenheiten (kleine Erhebungen und Senken) an der Probenoberfläche verstärkt werden, da dadurch die Ga^+ - Ionen unter verschiedenen Winkeln auftreffen und somit die übertragene Energie stark variiert. Daher ändert sich lokal die Abtragsrate ebenfalls sehr stark und führt zu einer Verstärkung der Oberflächenrauigkeit.

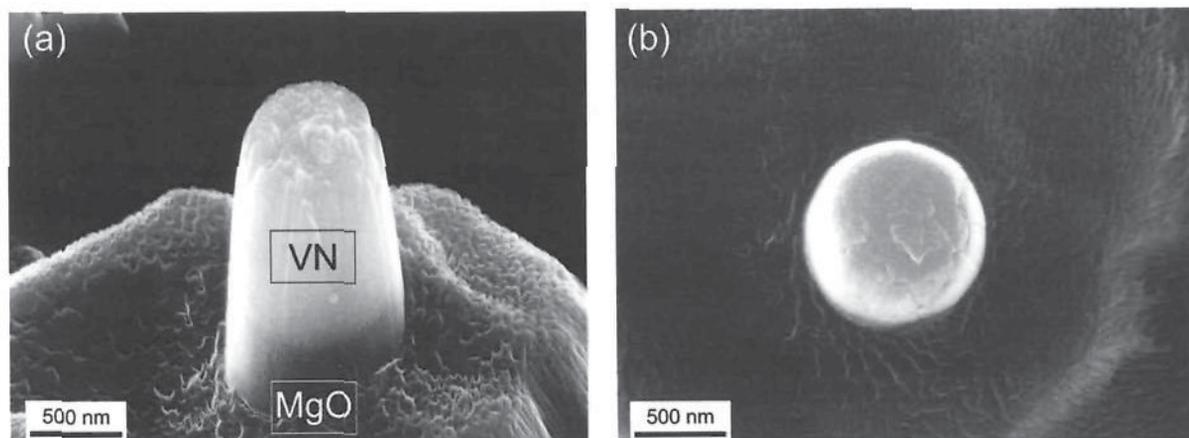


Abbildung 3.7: REM-Aufnahmen einer VN - Druckprobe aufgenommen mit dem InLens-Detektor (a) mit einer Kippkorrektur von 36° von vorne und (b) von oben. In (a) kann man sehr gut den Unterschied zwischen der VN - Schicht (heller Bereich) und dem MgO - Substrat (dunkler Bereich) erkennen. Weiters sind die Kegelform und die Oberflächenrauigkeiten durch die FIB - Präparation zu sehen.

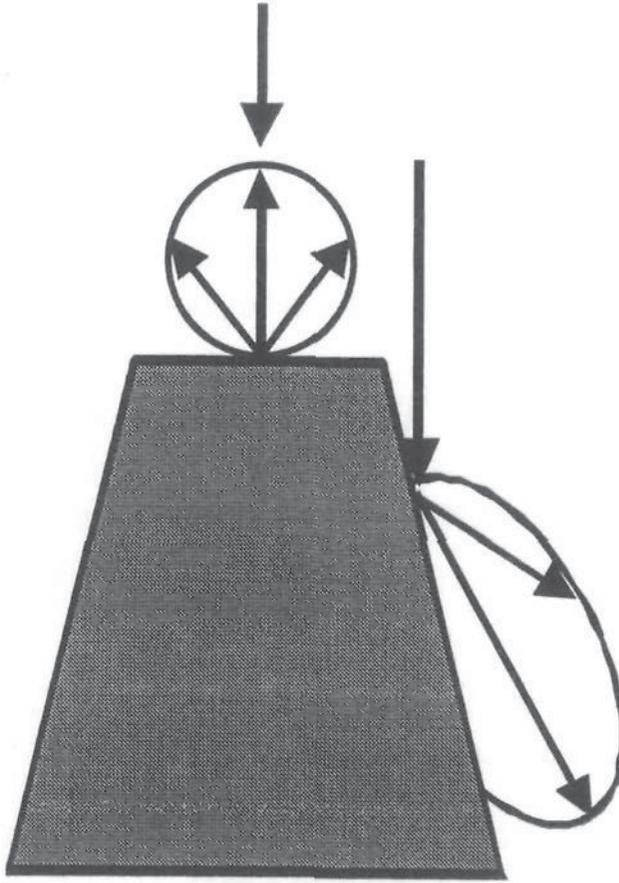


Abbildung 3.8: Der Ionenstrahl trifft auf eine rotationssymmetrische Probenform. Auf Grund des streifenden Einfalls des Ionenstrahls auf die Mantelfläche wird die Probengeometrie nicht zylinderförmig sondern kegelförmig [22].

3.2.2 Titannitrid - TiN

Die untersuchte TiN - Schicht wurde ebenfalls auf einem MgO - Substratplättchen mit einer Seitenlänge von 10 mm x 10 mm und einer Dicke von 1 mm abgeschieden und hatte, gleich wie die VN - Schicht, eine nominelle Schichtdicke von 1 μm [25, 27]. TiN hat dieselbe Kristallstruktur wie VN (B1 - Gitterstruktur). Auch diese Schicht zeigte epitaktisches Schichtwachstum und wies, wie das MgO - Substrat, eine (100) Orientierung auf. Sie wurde mit denselben Geräten wie die zuvor erwähnte VN - Schicht untersucht. Die TiN - Schicht hatte einen mittleren Härtewert von ~ 35 GPa [27]. Die genauen Parameter können wiederum in [25] und [27] nachgeschlagen werden.

Aus Testversuchen mit dem FIB ergab sich für TiN eine Sputterrate von $\sim 750 \frac{\mu\text{m}^3}{\text{nA}\cdot\text{h}}$. Also in etwa um einen Faktor zwei größer als bei VN. Die Probenform und Fertigung war dieselbe wie bei den VN - Druckproben. Einzig die Sputterzeiten wurden entspre-

chend der höheren Sputterrate von TiN angepasst. Zusätzlich wurden noch Proben mit einer anderen Geometrie gefertigt (Abbildung 3.9). Diese neuen Druckproben wurden prinzipiell gleich gefertigt, nur mit dem Unterschied, dass sie einen größeren Durchmesser hatten, und dass zum Schluss ein "Loch" in der Mitte herausgearbeitet wurde. Von diesen "hohlzylinderförmigen" TiN - Druckproben, wurden zwei verschiedene Größen untersucht. Einmal mit einem Außendurchmesser von $5 \mu\text{m}$ und einem Innendurchmesser ("Lochdurchmesser") von $3 \mu\text{m}$ und einmal mit einem Außendurchmesser von $3 \mu\text{m}$ und einem Innendurchmesser von $1 \mu\text{m}$.

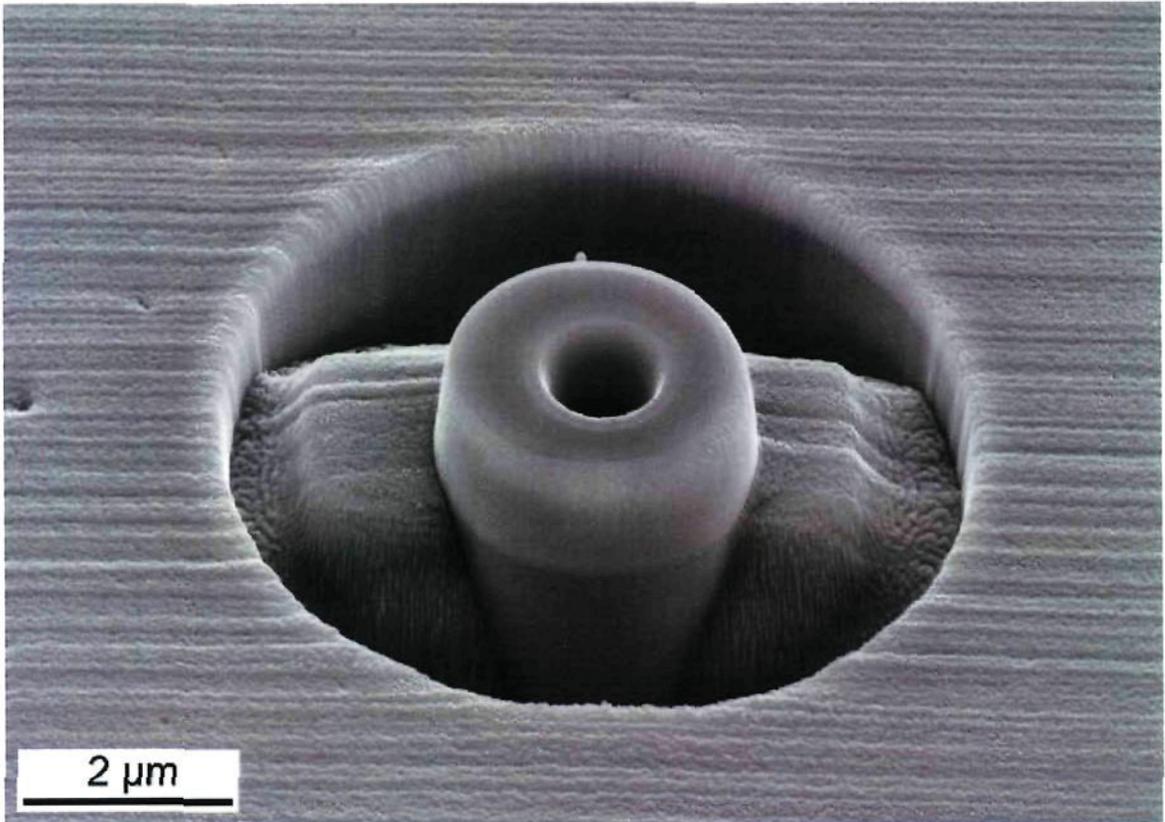


Abbildung 3.9: "Hohlzylinderförmige" Probengeometrie der TiN - Schicht. Der Außendurchmesser beträgt $3 \mu\text{m}$ und der Innendurchmesser $1 \mu\text{m}$. Der helle Bereich ist das TiN und der dunkle Bereich das MgO - Substrat.

3.2.3 Polykristalline Wolframschicht und Wolframeinkristall

Neben der VN - Schicht und der TiN - Schicht wurde noch eine polykristalline Wolframschicht und ein Wolframeinkristall untersucht. Die zu untersuchende polykristalline Wolframschicht hatte eine nominelle Schichtdicke von $6.7 \pm 0.3 \mu\text{m}$ und wurde auf einem Siliziumwafer abgeschieden. In Abbildung 3.10 ist die Korngrößenverteilung dieser Schicht

dargestellt. Das Maximum der mittleren Korngrößenverteilung liegt zwischen $0.5 \mu\text{m}$ und $1 \mu\text{m}$.⁴

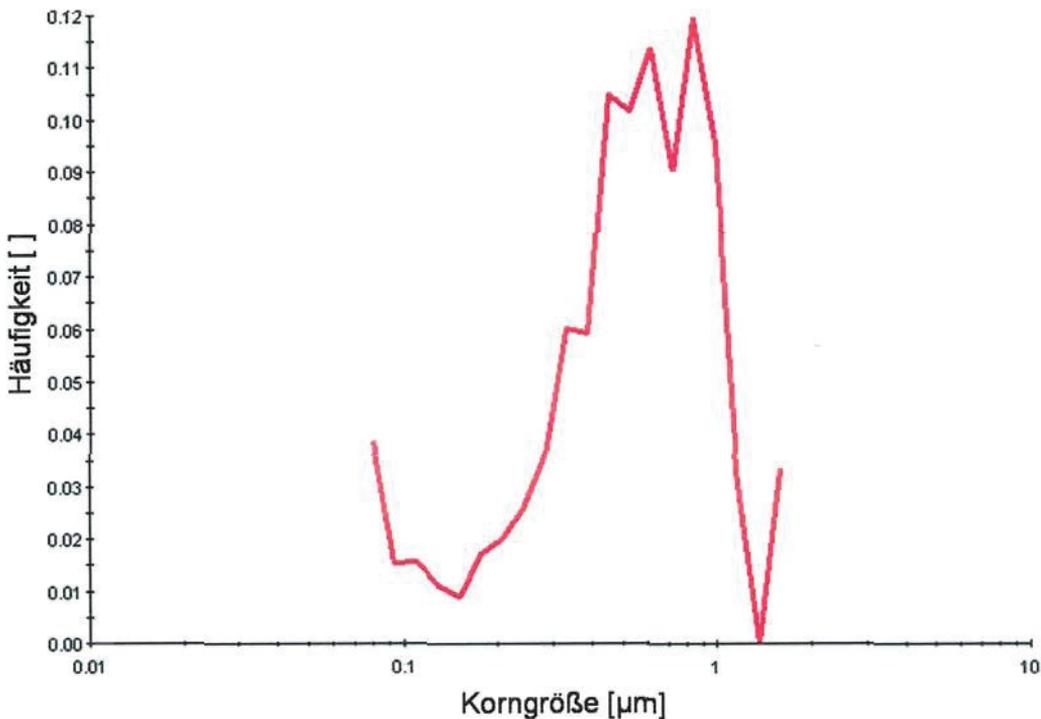


Abbildung 3.10: Korngrößenverteilung der polykristallinen Wolframschicht. Das Maximum liegt zwischen $0.5 \mu\text{m}$ und $1 \mu\text{m}$. Die Körngrößenanalyse wurde mit dem Softwarepaket OIM Analysis 5.2 mittels einer Flächenanalyse durchgeführt.

Anders als bei den VN - und den TiN - Druckproben wurden keine runden, sondern quadratische Proben gefertigt. Die Wolfram Druckproben hatten einen quadratischen Querschnitt mit einer Seitenlänge von $3 \mu\text{m}$ und einer Höhe von ca. $6 \mu\text{m}$. Abbildung 3.11 zeigt den ersten Schritt der Probenfertigung. Man erkennt die $\sim 7 \mu\text{m}$ dicke Wolframschicht (heller Bereich) und das darunter liegende Siliziumsubstrat (dunkler Bereich). Als erstes wurde die Probe so positioniert, dass der Ionenstrahl (roter Pfeil) des FIB senkrecht auf die Probenoberfläche (polykristalline Wolframschicht) auftraf. Danach wurden mit einem Probenstrom von 2 nA für eine Zeit von 2000 Sekunden einzelne Rechtecke mit der Größe von ca. $7 \times 10 \mu\text{m}^2$ von der Kante beginnend, weggesputtert (siehe Abbildung 3.11 (b)).

⁴ Für die Korngrößenanalyse danke ich Herrn Dipl. Ing. Heinz Walther.

Dabei wurden die Rechtecke so gesetzt, dass zwischen zwei Rechtecken jeweils ein Streifen mit einer Breite von ca. $3\ \mu\text{m}$ stehengelassen wurde. Aus diesen Bereichen wurden dann im nächsten Schritt die einzelnen Druckproben herausgearbeitet.

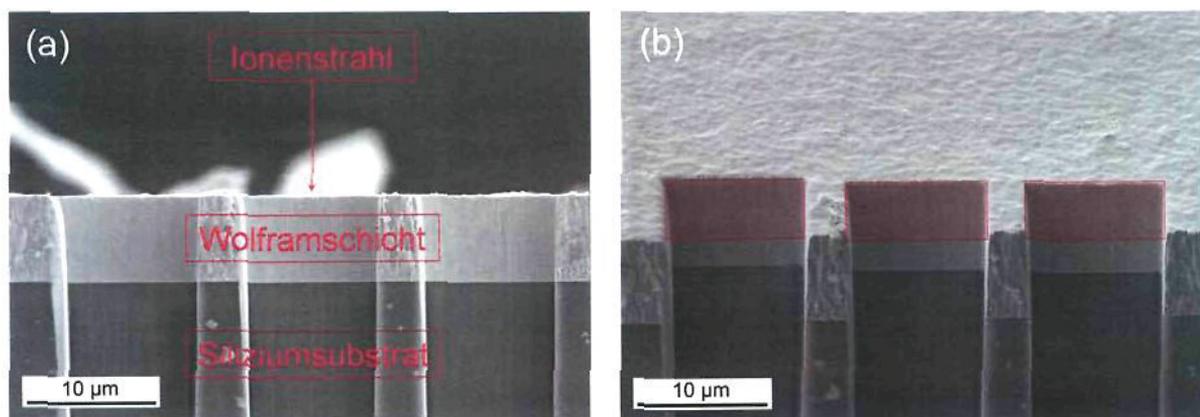


Abbildung 3.11: Die beiden REM - Aufnahmen (InLens - Detektor) zeigen den ersten Schritt der Probenherstellung aus der polykristallinen Wolframschicht. Hierzu wurden Bereiche so abgetragen, dass Streifen von ca. $3\ \mu\text{m}$ Breite und $6\ \mu\text{m}$ Höhe frei stehen blieben.

Im nächsten Schritt wurde dann die Probe so gedreht, dass der Ionenstrahl parallel zur Probenoberfläche (Wolframschicht) und im rechten Winkel zur Seitenkante der Probe auftraf. So wurden die restlichen beiden Seiten der quadratischen Druckprobe durch das Absputtern des umliegenden Materials "freigelegt". Die dafür zu entfernenden Bereiche sind in Abbildung 3.12 als rot schraffierte Flächen markiert. Die Bearbeitung erfolgte mit einem Probenstrom von $2\ \text{nA}$ und die Sputterzeit betrug je nach Größe des Rechteckes etwa 50 Sekunden für das kleinere Rechteck und ca. 500 Sekunden für das größere Rechteck.

Eine definierte Sputterrate konnte bei dieser Art der Probenfertigung nicht ermittelt werden, da die Sputterraten zu stark variierten. Nahe der Oberfläche hat man beispielsweise höhere Sputterraten als im Inneren, da erstens die Atome an der Oberfläche nicht so stark gebunden sind und zweitens nahe der Oberfläche bereits abgesputterte Atome nicht mehr so leicht redepositionieren können, sondern ins umliegende Vakuum entweichen. Weiters unterscheidet sich die Sputterrate der Wolframschicht von der des Siliziumsubstrates auf Grund der unterschiedlichen Ordnungszahl. Die bestmöglichen Sputterzeiten wurden durch mehrmaliges Probieren ermittelt und falls es nötig war adaptiert.

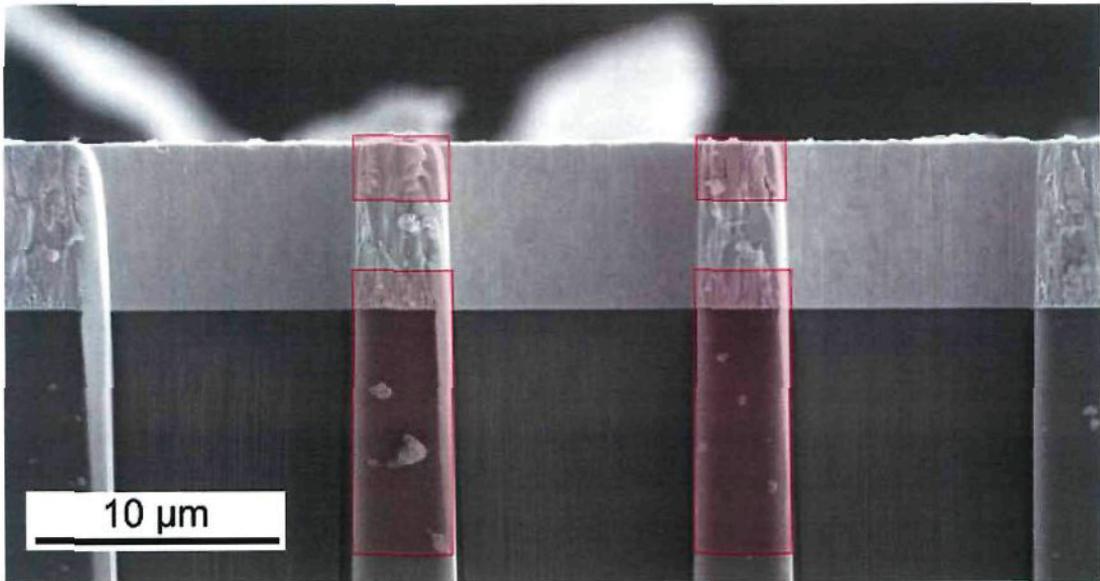


Abbildung 3.12: REM - Aufnahme (InLens - Detektor), die den zweiten Schritt der Probenherstellung zeigt. Es wurden zwei Sputterbereiche jeweils so definiert (rot schraffierte Rechtecke), dass nach dem Bearbeiten eine quadratische Probenform mit einer Seitenlänge von ca. $3 \mu\text{m}$ übrig blieb.

Als letzter Schritt wurde die Probe wieder zurückgedreht, sodass der Ionenstrahl wiederum senkrecht zur Oberfläche der polykristallinen Wolframschicht auftraf. Danach wurde der oberste Bereich der bis dahin gefertigten Druckprobe entfernt, damit die Deckfläche der Druckprobe möglichst glatt war. Dies wurde mit einem Probenstrom von 500 pA durchgeführt. Die dazugehörige Sputterzeit betrug 300 s . In Abbildung 3.13 (a) sieht man eine fertige Druckprobe aus polykristallinen Wolfram von oben und in Abbildung 3.13 (b) von vorne.

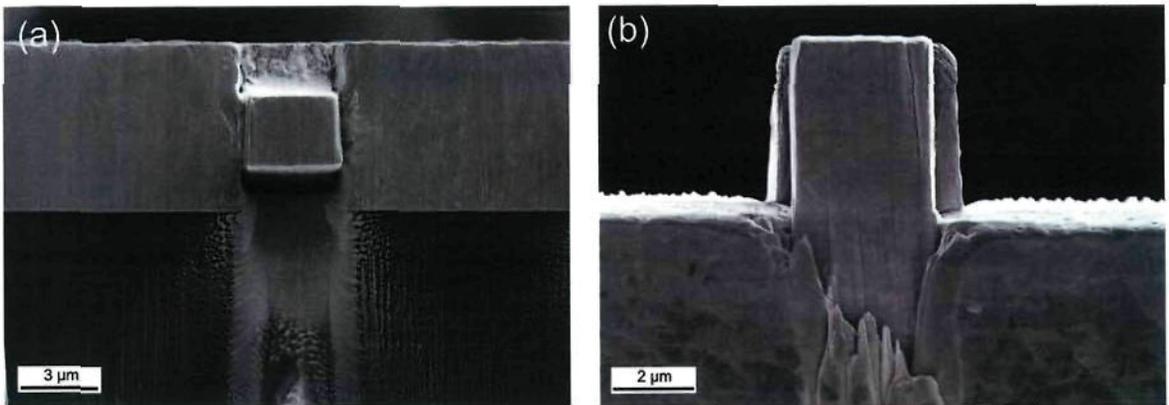


Abbildung 3.13: REM - Aufnahmen (InLens - Detektor) einer Wolframdruckprobe (a) von oben und (b) von vorne.

Als Vergleich zur polykristallinen Wolframschicht wurden zusätzlich Druckproben aus einem Wolframeinkristall gefertigt und untersucht. Die Probengeometrie ($3 \times 3 \times 6 \mu\text{m}^3$) und die Probenfertigung waren dieselbe wie bei der polykristallinen Wolframschicht. Die Druckrichtung der einkristallinen Wolframproben war parallel zur $\langle 011 \rangle$ Richtung.

3.3 Durchführung des Druckversuches

Für die Durchführung der Druckversuche musste ein anderer Probenhalter als für die FIB-Präparation verwendet werden. Dazu wurde das Probenplättchen mit den Druckproben wiederum mit Leitsilber auf den dafür vorgesehen Probenhalter angeklebt (Abbildung 3.14). Während der Durchführung der Druckversuche traf der Elektronenstrahl (roter Pfeil) von oben auf das Probenplättchen. Man erhielt so eine Seitenansicht der Druckproben während des Versuches.

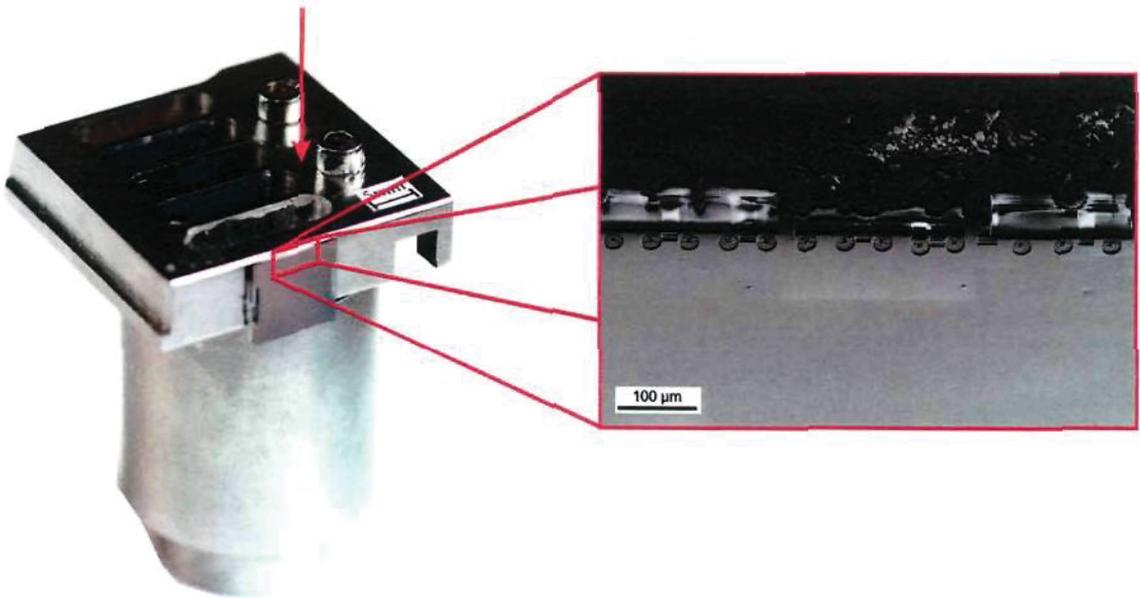


Abbildung 3.14: Probenhalter für die Durchführung der Druckversuche. Die Druckproben befinden sich an der Oberkante des Probenplättchens (im rechten Bild vergrößert dargestellt).

Der Probenhalter wurde dann mit der aufgeklebten Probe in das REM (LEO Stereoscan S440) eingebaut. In Abbildung 3.15 sind der eingebaute Mikroindenter und der Probenhalter zu sehen. Rechts ist der Mikroindenter mit zwei Justierschrauben in der Vakuumkammer fixiert. Der Druckkörper (Indenterspitze) befindet sich direkt unterhalb der Elektronensäule. Der Abstand zwischen der Elektronensäule und dem Indenter beträgt