

DIN ISO 24173

ICS 71.040.50

**Mikrobereichsanalyse –
Leitfaden zur Messung der Orientierung mit
Elektronenrückstreuendiffraktometrie (ISO 24173:2009)**

Microbeam analysis –

Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction
(ISO 24173:2009)

Analyse par microfaisceaux –

Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés
(ISO 24173:2009)

Gesamtumfang 52 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise.....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Ausrüstung für die EBSD.....	13
5 Betriebsbedingungen.....	14
5.1 Probenpräparation.....	14
5.2 Probenausrichtung	15
5.3 Schritte zum Erfassen eines EBSP	15
5.3.1 Einstellen der Betriebsbedingungen des Mikroskops	15
5.3.2 Detektor- und Arbeitsabstand	16
5.3.3 Kameraintegration/Belichtungszeit	16
5.3.4 Binning.....	16
5.3.5 EBSP-Mittelwertbildung	17
5.3.6 EBSP-Hintergrundkorrektur/EBSP-Signalkorrektur.....	17
5.3.7 Bändererfassung	18
6 Für die Indizierung der EBSP erforderliche Kalibrierungen	19
7 Analyseverfahren.....	23
7.1 Präparation für die Voruntersuchung.....	23
7.2 Betriebsbedingungen.....	23
7.3 Stabilitätskontrolle der Ausrüstung.....	23
7.4 EBSD-Analyse	23
8 Messunsicherheit.....	23
8.1 Allgemeines	23
8.2 Unsicherheit der Messung der Kristallorientierung.....	24
8.3 Absolute Orientierung	24
8.4 Relative Orientierung	24
9 Prüfbericht.....	25
Anhang A (informativ) Kurzbeschreibung der EBSD	26
Anhang B (normativ) Probenpräparation für die EBSD	27
B.1 Allgemeines	27
B.2 Trennen	27
B.3 Einbetten.....	27
B.4 Schleifen	28
B.5 Polieren	28
B.6 Ätzen	29
B.7 Ionenstrahlätzen	30
B.8 Leitfähige Beschichtungen [22]	32
Anhang C (informativ) Kurze Einführung in die Kristallographie und das Indizieren von EBSP sowie sonstige für die EBSD nützliche Informationen	33
C.1 Allgemeines	33
C.2 Symmetrie.....	33
C.3 Elementarzelle.....	34
C.4 Kristallrichtungen	35
C.5 Kristallebenen	35
C.6 Kristallsysteme	36

	Seite
C.7 Laue-Gruppen	37
C.8 Bravais-Gitter	37
C.9 Manuelle Indizierung eines kubischen EBSP	38
C.10 Beispiele für indizierte kubische EBSP	40
C.11 Hexagonale Indizes	42
C.12 Nützliche Gleichungen und Informationen	44
C.12.1 Symbole	44
C.12.2 Elektronenwellenlänge als Funktion der Beschleunigungsspannung	45
C.12.3 Interplanarer Abstand für $(h\ k\ l)$ -Ebene	45
C.12.4 Volumen der Elementarzelle	45
C.12.5 Winkel zwischen zwei Ebenen $(h_1\ k_1\ l_1)$ and $(h_2\ k_2\ l_2)$	46
C.12.6 Finden der zur Ebene $[u\ v\ w]$ senkrechten Ebene $(h\ k\ l)$	46
C.12.7 Beziehungen zwischen Zonen und Ebenen	46
C.12.8 Bedingungen, unter denen ein Kikuchi-Band sichtbar ist	46
C.12.9 Kubische interzonale und interplanare Winkel	48
C.12.10 Kristallographische Angaben für ausgewählte kubische Phasen	49
C.12.11 Kristallographische Angaben für ausgewählte hexagonale, tetragonale und orthorhombische Phasen	49
C.12.12 Beziehungen der Fehlorientierungen bei kubisch überlagerten Gitterplätzen (CSL)	50
Literaturhinweise	51

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm (ISO 24173:2009) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SAC (China) geführt wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-18 AA „Elektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „Å“ („Ängström“), die in Deutschland nicht zugelassen ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen Geschäftsverkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist. Die Angabe dieser Einheit dient lediglich als Hilfe im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die diese Einheit anwenden.

Umrechnung:

$$1 \text{ Å} = 10^{-10} \text{ m} = 10^{-7} \text{ mm} = 10^{-4} \text{ µm} = 0,1 \text{ nm} = 100 \text{ pm}$$

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

ISO/IEC Guide 98-3 siehe DIN V ENV 13005

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN V ENV 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

Mikrobereichsanalyse — Leitfaden zur Messung der Orientierung mittels Elektronenrückdiffraktometrie

Einleitung

Die Elektronenrückstreuendiffraktometrie (en: electron backscatter diffraction, EBSD) ist ein Verfahren, das mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM), einem kombinierten REM-FIB (fokussierter Ionenstrahl) oder einem Elektronenstrahlmikrosonde (en: electron probe microanalyser, EPMA) angewendet wird, um in kristallinen Proben die Kristallographie zu messen und abzubilden [1], [2].

Die Elektronenrückstreupattern (EBSP) werden gebildet, wenn ein gerichteter Elektronenstrahl die Oberfläche einer steil geneigten Probe streift, die normalerweise um etwa 70° zum Elektronenstrahl gekippt ist. Die EBSP werden mit einem EBSD-Detektor abgebildet, der aus einem Szintillator (z. B. Fluoreszenzschirm oder YAG-Einkristall) und einer restlichtverstärkenden Kamera (normalerweise ein ladungsgekoppeltes Halbleiterelement-CCD) besteht. Gelegentlich werden die Pattern (Muster) direkt auf fotografischem Film abgebildet.

Durch Analysieren der EBSP ist es möglich, die Orientierung von Kristallgittern zu bestimmen und in einigen Fällen auch die Phase eines geringen Kristallvolumens unter dem Elektronenstrahl zu identifizieren. Die EBSD ist ein Oberflächenbeugungseffekt, bei dem das Signal aus einer Tiefe von nur einigen zehn Nanometern kommt; daher ist die Probenpräparation sehr wichtig für die erfolgreiche Anwendung dieses Verfahrens [3].

Mit einem herkömmlichen REM mit Wolfram-Glühfaden kann eine räumliche Auflösung von etwa 0,25 µm erreicht werden; bei einem REM mit Feldemissionsquelle (FEG-REM) beträgt die Auflösung 10 nm bis 50 nm, wobei der Wert stark sowohl vom analysierten Material als auch von den Betriebsparametern des Geräts abhängt. Messungen der Orientierung in Proben können mit einer Genauigkeit von etwa 0,5° durchgeführt werden.

Indem der Elektronenstrahl über einen Bereich der Probenoberfläche gescannt wird, während gleichzeitig EBSP detektiert und analysiert werden, können Bilder erzeugt werden, die die räumliche Verteilung von Orientierung, Phase, EBSP-Qualität und andere damit zusammenhängende Messwerte darstellen. Diese Daten können für die quantitative Strukturanalyse verwendet werden, um z. B. die durchschnittliche Korngröße (und in einigen Fällen die Korngrößenverteilung), die Kristallstruktur (Verteilung von Orientierungen) oder die Menge von Grenzflächen mit besonderen Eigenschaften (z. B. Zwillingsgrenzen), zu bestimmen. Die EBSD kann in Kombination mit einer präzisen seriellen Trenntechnik, z. B. fokussiertes Ionenstrahlätzen, dreidimensionale Darstellungen der Mikrostruktur liefern [4].

Empfehlenswert ist, dass Anwender der EBSD sowohl mit den Grundlagen der Kristallographie als auch mit den verschiedenen Verfahren zur Darstellung der Orientierung (beide sind in der Fachliteratur beschrieben) vertraut sind, um die EBSD und die gewonnenen Ergebnisse bestmöglich zu nutzen [5], [6].

WICHTIG — Die elektronische Datei dieses Dokuments enthält Farben, die nützlich für das korrekte Verständnis des Dokuments sind. Anwender sollten daher dieses Dokument mit einem Farbdrucker ausdrucken.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm liefert eine Anleitung, wie mit der Elektronenrückstreufraktometrie (EBSD) verlässliche und reproduzierbare Messungen der Kristallorientierung durchgeführt werden können. Sie behandelt die Anforderungen an die Probenvorbereitung, an Gerätekonfiguration, Gerätekalibrierung sowie Datenerfassung.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Kristall

Festkörper, dessen Atome regelmäßig wiederholt im Raum angeordnet sind und der üblicherweise durch eine Raumgruppe, ein Kristallsystem, Elementarzellenparameter (einschließlich Längen und Winkel zwischen den Achsen der Elementarzelle) und die Atompositionen innerhalb der Elementarzelle beschrieben ist [7], [8]

ANMERKUNG 1 Ein Aluminiumkristall kann beispielsweise durch einen Würfel (Elementarzelle) mit 0,404 94 nm Kantenlänge und Atomen an den Ecken und in der Mitte der Würfelseiten dargestellt werden.

ANMERKUNG 2 In Bild 1 sind Simulationen der atomaren Anordnung in einem kleinen Aluminiumkristall ($4 \times 4 \times 4$ Elementarzellen) dargestellt, entlang der $[1\ 0\ 0]$ -, $[1\ 1\ 1]$ - und $[1\ 1\ 0]$ -Richtung betrachtet, zusammen mit den zugehörigen Kikuchi-Diagrammen für jede Kristallorientierung. 4-zählige, 3-zählige und 2-zählige Kristallsymmetrien sind leicht zu erkennen, wie auch die Spiegelebenen.

ANMERKUNG 3 Personen, die mit der Kristallographie nicht vertraut sind, wird empfohlen, ein Standardwerk zu konsultieren (z. B. Literaturhinweise [7], [8] und [9]).

ANMERKUNG 4 Anhang C enthält eine kurze Einführung in die Kristallographie und eine Anleitung zur Indizierung von EBSP für Materialien mit kubischer Kristallsymmetrie.

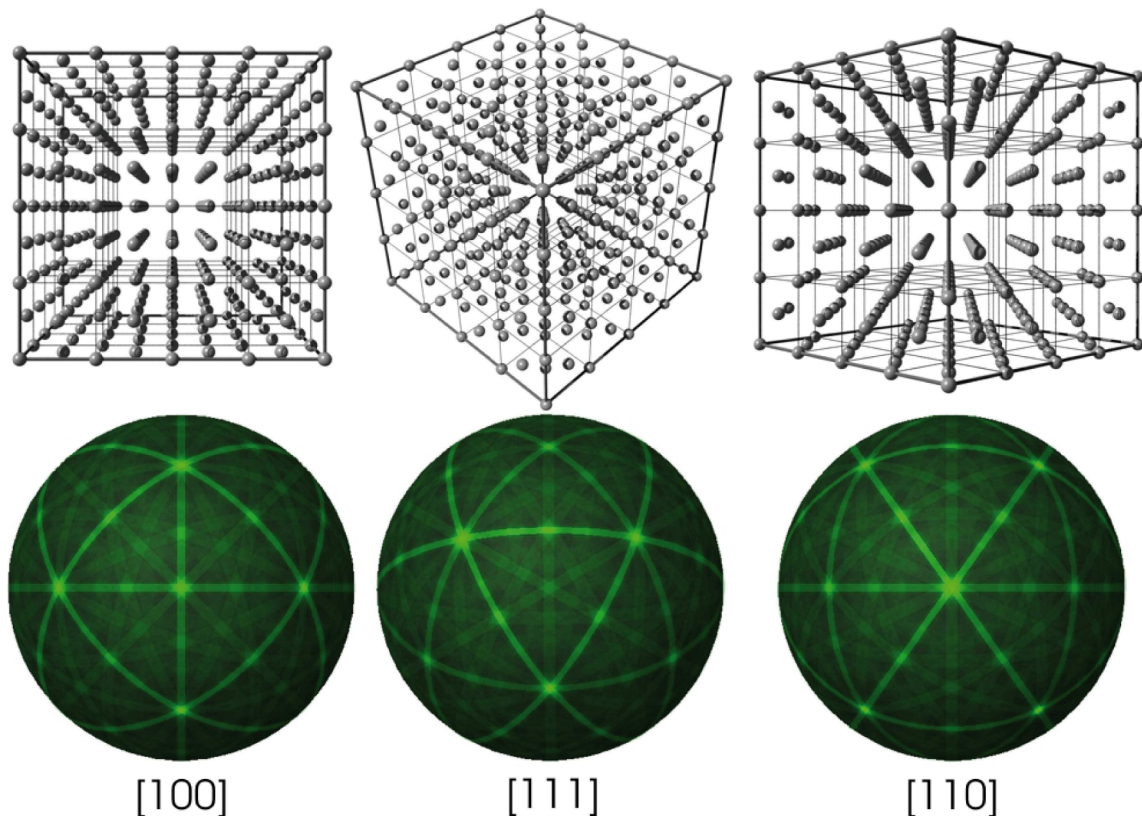


Bild 1 — Simulationen für einen kleinen Aluminiumkristall, entlang der $[100]$ -, $[111]$ - und $[110]$ -Richtung betrachtet, zusammen mit den zugehörigen sphärischen Kikuchi-Diagrammen (unten). Die Symmetrie wird deutlich sichtbar.

3.2

Kristallebene

Ebene, mit (hkl) bezeichnet, durch ihre Schnittpunkte mit den a -, b - und c -Kristallachsen der Elementarzelle bei $1/h$, $1/k$ und $1/l$ dargestellt, wobei h , k und l ganze Zahlen sind

ANMERKUNG 1 Die Indizes (hkl) werden als Millersche Indizes einer Kristallebene bezeichnet.

ANMERKUNG 2 Siehe Anhang C für weitere Informationen.

3.3

Kristallrichtung

Richtung eines mit $[uvw]$ bezeichneten Vektors, der eine Vektorrichtung als Vielfaches der Basisvektoren, die die a -, b - und c -Kristallachsen beschreiben, darstellt

ANMERKUNG Siehe Anhang C für weitere Informationen.

3.4

Elementarzelle des Kristalls

Zelle, die (unendlich oft) wiederholt wird, um den Kristall zu bilden

ANMERKUNG Sie wird allgemein durch drei Längen a , b , und c und drei Winkel α , β und γ festgelegt. Die Längen werden in Ångström oder Nanometer und die Winkel in Grad angegeben.

3.5

kristallographische Orientierung

Ausrichtung des Koordinatensystems des Kristalls (z. B. $[100]$, $[010]$, $[001]$ bei einem kubischen Kristall) in Bezug auf das Koordinatensystem der Probe

ANMERKUNG Das Koordinatensystem der Probe kann mit X , Y , Z bezeichnet werden. Bei Anwendung der EBSD zur Analyse von gewalztem Material wird es häufig mit RD, TD, ND (RD = Bezugs- (oder Walz-) Richtung, TD = Querrichtung und ND = Normalenrichtung) bezeichnet.

3.6

EBSD-Detektor

Detektor, der für die Erfassung der Elektronenrückstreupattern und die Umwandlung in ein auf dem Bildschirm (Computerbildschirm) sichtbares Bild mit Hilfe einer Video-Kamera, in der Regel ein hochempfindlicher ladungsgekoppelter Halbleiter (CCD), verwendet wird

ANMERKUNG Siehe auch 3.21.

3.7

Elektronenrückstreufraktometrie

EBSD

Beugungsvorgang, der zwischen den rückgestreuten Elektronen und den Netzebenen einer stark geneigten kristallinen Probe auftritt, wenn ein feststehender Elektronenstrahl auf sie gerichtet wird

ANMERKUNG Allgemein werden für die EBSD Alternativbegriffe wie „EBSP“ (oder noch häufiger das EBSP-Verfahren) (siehe 3.8), „BKD“ (rückgestreute Kikuchi-Beugung), „BKED“ (rückgestreute Kikuchi-Elektronenbeugung) und „BKDP“ (rückgestreute Kikuchi-Beugungsdiagramme) verwendet.

3.8

Elektronenrückstreupattern

EBSP

sich überschneidende Anordnung von quasi linearen Merkmalen, bekannt als Kikuchi-Bänder (siehe Bild 2), die durch Elektronenrückstreubeugung erzeugt und mit einem geeigneten Detektor beispielsweise auf einem Fluoreszenzschirm oder, weniger häufig, auf fotografischem Film aufgenommen werden

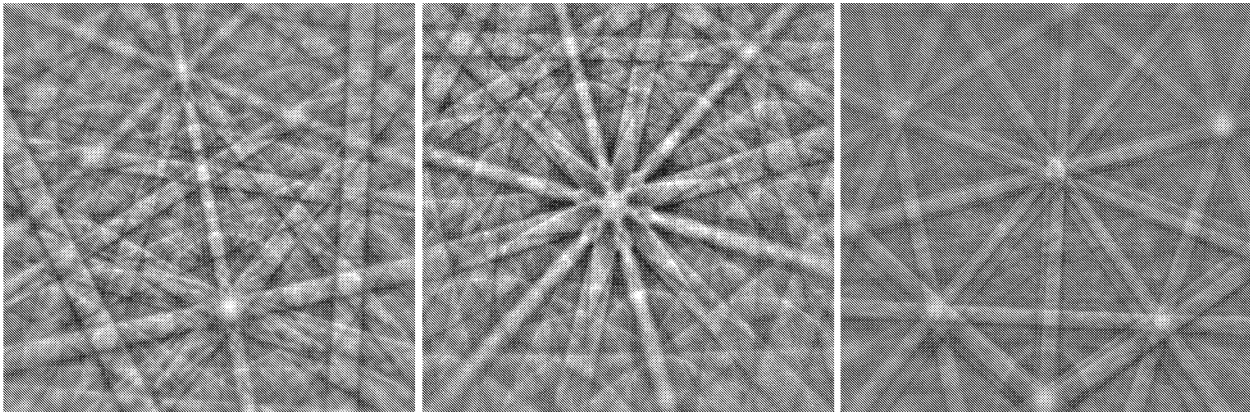


Bild 2 — Beispiele für EBSP, auf denen Anordnungen von sich überlappenden Kikuchi-Bändern sichtbar sind

3.9

EBSD-Korn

Bereich mit ähnlicher Orientierung, von Grenzflächen umschlossen, bei denen die Fehlorientierung zwischen benachbarten Messpunkten größer als ein von der Anwendung abhängiger definierter Wert ist [10]

3.10

räumliche Auflösung der EBSD

Mindestabstand zwischen zwei Punkten in verschiedenen Körnern (durch eine scharfe Grenze getrennt), bei dem zwei deutlich voneinander unterscheidbare EBSP entstehen, die mit einem EBSD-System präzise indiziert werden können

ANMERKUNG In Bild 3 ist ein Beispiel dargestellt, wo der Elektronenstrahl eine Grenze in einer Meteoritenprobe passiert. In den Bildern links und rechts außen sind zwei deutlich voneinander unterscheidbare EBSP-Orientierungen sichtbar, während das EBSP in der Mitte eine Mischung der beiden darstellt. Mit modernen Indizier-Algorithmen ist es häufig möglich, derartige überlappende Bilder aufzulösen, was zu einer wirksamen Verbesserung der räumlichen Auflösung der EBSD führt.

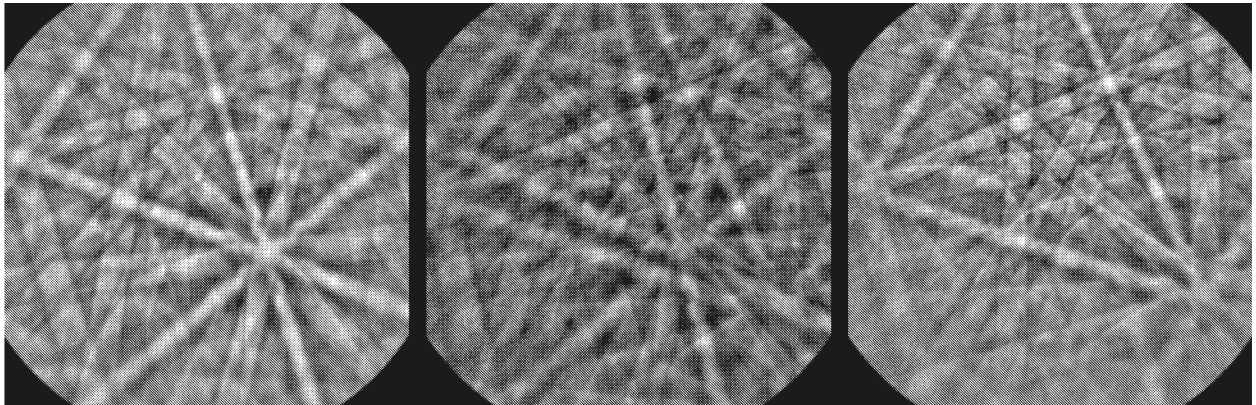


Bild 3 — Beispiele für EBSP von beiden Seiten (links und rechts) und auf der Korngrenze (Mitte)

(Diese Bilder wurden in einem Abstand von 30 nm aufgenommen; das EBSP in der Mitte stellt eine Kombination der anderen beiden EBSP dar)

3.11

Eulersche Winkel

drei Rotationsachsen zur Darstellung der Orientierung eines Kristalls in Bezug auf die Probenachsen

ANMERKUNG Zur Beschreibung von EBSD-Daten wird am häufigsten die Bunge-Konvention (Rotation um die Z -, X' - und Z'' -Richtungen) angewendet. Die Eulerschen Winkel geben die Rotation an, die erforderlich ist, damit die Koordinaten der Probe mit dem Koordinatensystem des Kristalls übereinstimmen. Es sollte berücksichtigt werden, dass es in Abhängigkeit von der Kristallsymmetrie äquivalente Sätze von Eulerwinkeln gibt [6].

3.12

Hough-Transformation

mathematisches Verfahren der Bildbearbeitung, das die automatische Erkennung von Merkmalen mit einer besonderen Form in einem Bild ermöglicht

ANMERKUNG Bei der EBSD wird zur Identifizierung der Lage und Orientierung der Kikuchi-Bänder eine lineare Hough-Transformation auf das EBSP angewendet, mit der das EBSP indiziert werden kann. Jedes Kikuchi-Band wird als Maximum im Hough-Raum identifiziert. Die Hough-Transformation ist ein Sonderfall der Radon-Transformation. Im Allgemeinen ist die Hough-Transformation für Binärbilder und die Radon-Transformation für Graustufenbilder geeignet [11], [12]. Für weitere Details siehe 5.3.7.

3.13

Indizierung

Verfahren zur Identifizierung der Kristallorientierung entsprechend zu den Merkmalen in einem bestimmten EBSP, z. B. welche Kristallebenen den aufgezeichneten Kikuchi-Bändern entsprechen oder welche Kristallrichtungen mit den Überschneidungen der Kikuchi-Bänder übereinstimmen (Zonenachsen) und damit die Orientierung (und Phase) bestimmen

3.14

Mikrotextur

Gesamtheit kristallographischer Orientierungen, deren einzelne Komponenten durch ihre räumliche Lage innerhalb der Mikrostruktur verknüpft sind [13]

3.15

Fehlorientierung

Unterschied in der Ausrichtung der Koordinatensysteme zweier Kristalle, meist als ein Winkel-/Achsenpaar ausgedrückt

ANMERKUNG 1 Fehlorientierung ist die Rotation, die erforderlich ist, um einen Kristall in Übereinstimmung mit einem anderen Kristall zu bringen. Sie kann durch eine Rotationsmatrix, einen Satz Eulerwinkel, ein Winkel-/Achsenpaar oder einen Rodriguez-Vektor beschrieben werden. Ein Winkel-/Achsenpaar ist am häufigsten, im Allgemeinen wird jedoch die kleinste Winkelbeschreibung verwendet.

ANMERKUNG 2 Die EBSD-Software berechnet die Kristallorientierung eines bestimmten Punktes auf der Probenoberfläche anhand des EBSPs an diesem Punkt. Mit der Software kann anschließend die Fehlorientierung zwischen sämtlichen beliebigen zwei Erfassungspunkten (die im Orientierungs-Map benachbart sein können oder nicht) berechnet werden [14].

3.16

Orientierung

Ausrichtung eines Kristalls in Bezug auf die Probenachsen

ANMERKUNG Sie wird meist mit Hilfe der Eulerwinkel (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2) oder einer 3×3 -Orientierungsmatrix der Richtung der Kosinus zwischen den Kristall- und den Probenachsen und/oder einem Rodrigues-Frank-Faktor dargestellt.

3.17

Orientierungs-Verteilungskarte

OM

(en: orientation map)

kartenähnliche Darstellung von Kristallorientierungsdaten, die aus sequentiellen Messungen der Kristallorientierung an allen Gitterpunkten abgeleitet ist [15]

ANMERKUNG Alternative Begriffe sind Kristallorientierungs-Verteilungskarte (COM), automatisierte Kristallorientierungs-Verteilungskarte und OIM-Verteilungskarte.

3.18

Orientierungsrauschen

Verteilung von Orientierungen, die aus einer Vielzahl von Messungen der Orientierung innerhalb eines Bereichs eines perfekten Einkristalls resultiert

ANMERKUNG 1 Der Bereich muss ausreichend klein sein, so dass die Bewegung des Elektronenstrahls über diesen Bereich keine nachweisbare Änderung der Orientierung verursacht.

ANMERKUNG 2 Die Verteilung widerspiegelt die statistische Natur der Winkelauflösung des EBSD-Verfahrens.

3.19

Patternzentrum

PC

Punkt in der Ebene der Detektorfläche auf einer zur Detektorfläche normalen Linie, der durch den Punkt hindurchgeht, an dem der Elektronenstrahl die Probe streift

3.20

Phasenidentifikation

kristallographische Identifikation einer unbekannten Phase in einer Probe, indem die Merkmale des aufgenommenen EBSP mit simulierten Phasen oder mit einem Datensatz möglicher zur Auswahl stehenden Phasen verglichen werden [16], [17], [18]

ANMERKUNG Es kann sich dabei um einen automatischen Vorgang handeln, bei dem die EBSD-Software nach einem vorgewählten Satz von Kristallphasen aus Datenbanken und die Phase, deren simuliertes EBSP am besten mit dem detektierten EBSP übereinstimmt, sucht. Dieses Verfahren wird als Phasendiskriminierung bezeichnet. Alternativ kann dieser Vorgang manuell erfolgen, indem Merkmale eines EBSP, wie Symmetrie, Bandbreite und HOLZ-Linien (Laue-Zonen höherer Ordnung) beim Identifikationsverfahren verwendet werden. In beiden Fällen können Informationen über die chemische Zusammensetzung, die mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenspektrometrie (EDX) oder der wellenlängen-dispersiven Röntgenspektrometrie (WDX) gewonnen wurden, zusätzlich verwendet werden, um die Liste der möglichen Phasen zu verringern, womit das Verfahren beschleunigt und die Ergebnissicherheit verbessert wird.

3.21

Fluoreszenzschirm

Bildschirm, der dazu dient, die Elektronenbeugungspattern in ein sichtbares Lichtsignal umzuwandeln, das mit einer restlichtverstärkenden Kamera aufgezeichnet werden kann

ANMERKUNG Die meisten EBSD-Fluoreszenzschirme bestehen aus einer dünnen Schicht fluoreszierender Partikel von etwa 4 µm bis 10 µm Größe, die von einem Bindemittel zusammengehalten werden und eine abschließende Aluminiumbeschichtung haben, die sowohl die Ladung ableitet und als Spiegel fungiert, um das EBSP-Signal zu erhöhen, als auch ausreichend dünn ist, um möglichst elektronentransparent zu sein.

3.22

Pseudosymmetrie

Möglichkeit, ein EBSP aufgrund interner Ähnlichkeiten zwischen den EBSP für bestimmte Kristallorientierungen auf verschiedene Art mehrdeutig indizieren zu können

ANMERKUNG 1 Bei einigen Mineralien, z. B. bei Quarz und Olivin, stellt das ein Problem dar und kann auch bei einigen metallischen Phasen auftreten.

ANMERKUNG 2 Ein bekanntes Beispiel dafür ist, wenn die $\langle 111 \rangle$ -Zone in bcc-Eisen in der Nähe der Mitte des EBSPs liegt, wie in Bild 4 dargestellt. Wenn für die Aufzeichnung der Bänder nur der eingekreiste Bereich verwendet wird, ist es sehr schwer, zwischen diesen beiden Orientierungen zu unterscheiden. Die $\langle 111 \rangle$ -Zone hat eine scheinbar 6-zählige Achse, obwohl sie in Wirklichkeit nur eine 3-zählige Symmetrie aufweist, und nur schwächere Kikuchi-Bänder im Bereich von Randzonen können die beiden möglichen 3-zähligen Achsen unterscheiden.

ANMERKUNG 3 Pseudosymmetrische Effekte können gewöhnlich durch Verringern des Abstands Probe zum Bildschirm minimiert werden, um mehr Kikuchi-Bänder zu erfassen und für die Indizierung mehr Bänder zu nutzen.

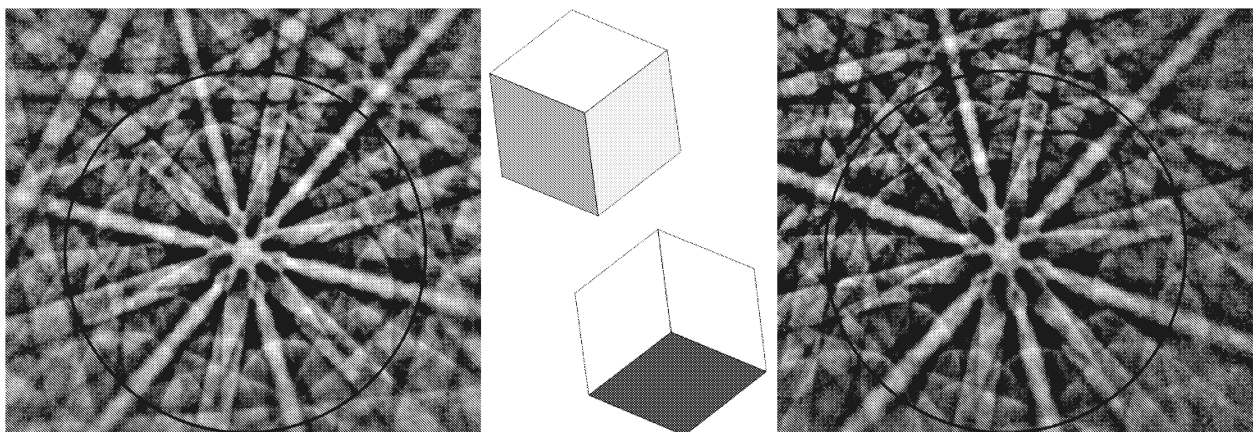


Bild 4 — Pseudosymmetrie in bcc-Eisen um eine $\langle 111 \rangle$ -Zone

(wenn nur die stärkeren Kikuchi-Bänder innerhalb des Kreises verwendet werden, können beide EBSP als eine der beiden dargestellten Orientierungen indiziert werden, die durch eine Rotation von 60° um $\langle 111 \rangle$ zusammenhängen)

3.23

Abstand Probe zur Detektorfläche

SSD

Abstand zwischen den Ebenen der Detektorfläche und des Punktes, wo der Elektronenstrahl die Probe streift, senkrecht zum Patternzentrum gemessen

ANMERKUNG Wenn der Abstand Probe zum Bildschirm abnimmt, erscheint es so, als ob das EBSP um das Patternzentrum gezoomt wird, d. h. es werden mehr Kikuchi-Bänder sichtbar.

3.24

sphärische Kikuchi-Map

SKM

Darstellung des Beugungsmusters des EBSPs durch Projektion auf die Oberfläche einer Kugel, wie in Bild 5 dargestellt, wobei das Beugungssignal kugelförmig von einer Punktquelle auf der Probenoberfläche ausgeht

ANMERKUNG 1 Sphärische Kikuchi-Maps sind nützlich, da sie die mit der gnomischen Projektion auf den flachen Fluoreszenzschirm verbundene Verzerrung des für das Erfassen des EBSPs verwendeten EBSD-Signals vermeiden.

ANMERKUNG 2 Die sphärische Kikuchi-Map ist um die Probe zentriert und deckt sich mit den kristallographischen Richtungen des untersuchten Kristalls. Beim Drehen des Kristalls dreht sich die sphärische Kikuchi-Map synchron mit.

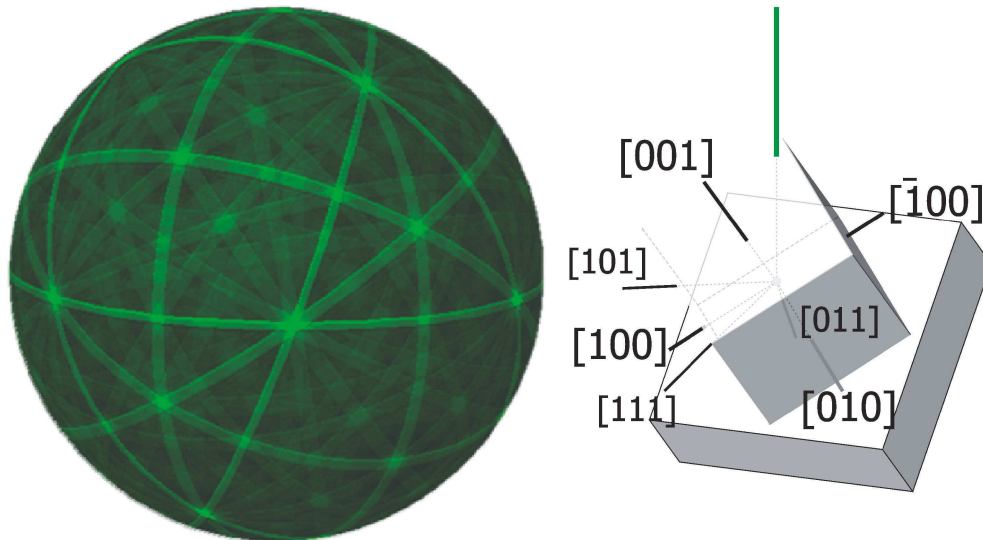


Bild 5 — Schematische Darstellung einer Elementarzelle von Silicium (rechts) mit den Hauptkristallrichtungen und einer sphärischen Kikuchi-Map von Silicium mit der gleichen Orientierung (links)

(Diese Orientierung stellt die Kalibrierungsorientierung von Standard-Silicium bei einer um 70° gekippten Probe dar; die Einfallsrichtung des Elektronenstrahls ist angegeben)

3.25

Symmetrie

Eigenschaft eines Objekts, auf sich selbst abgebildet zu werden, wenn es auf bestimmte Art gedreht, verschoben oder gespiegelt wird

ANMERKUNG Für weitere Informationen siehe Anhang C.

3.26

Zonenachse

Punkt in einem EBSP, in dem sich die Mittellinien von verschiedenen Kikuchi-Bändern schneiden

ANMERKUNG Sie entspricht einer niedrig indizierten Kristallrichtung in dem EBSP.

3.27**Bravais-Gitter**

dreidimensionale geometrische Anordnung von Atomen oder Molekülen oder Ionen, um einen Kristall zu bilden

4 Ausrüstung für die EBSD

4.1 REM, EPMA oder FIB, die mit einer Elektronenstrahlsäule ausgestattet sind, einschließlich der Steuerung von Strahlposition, Probentisch, Fokus und Vergrößerung (siehe Bild 6).

4.2 Zubehör für die Detektion und Indizierung von Elektronenrückstreupattern, einschließlich:

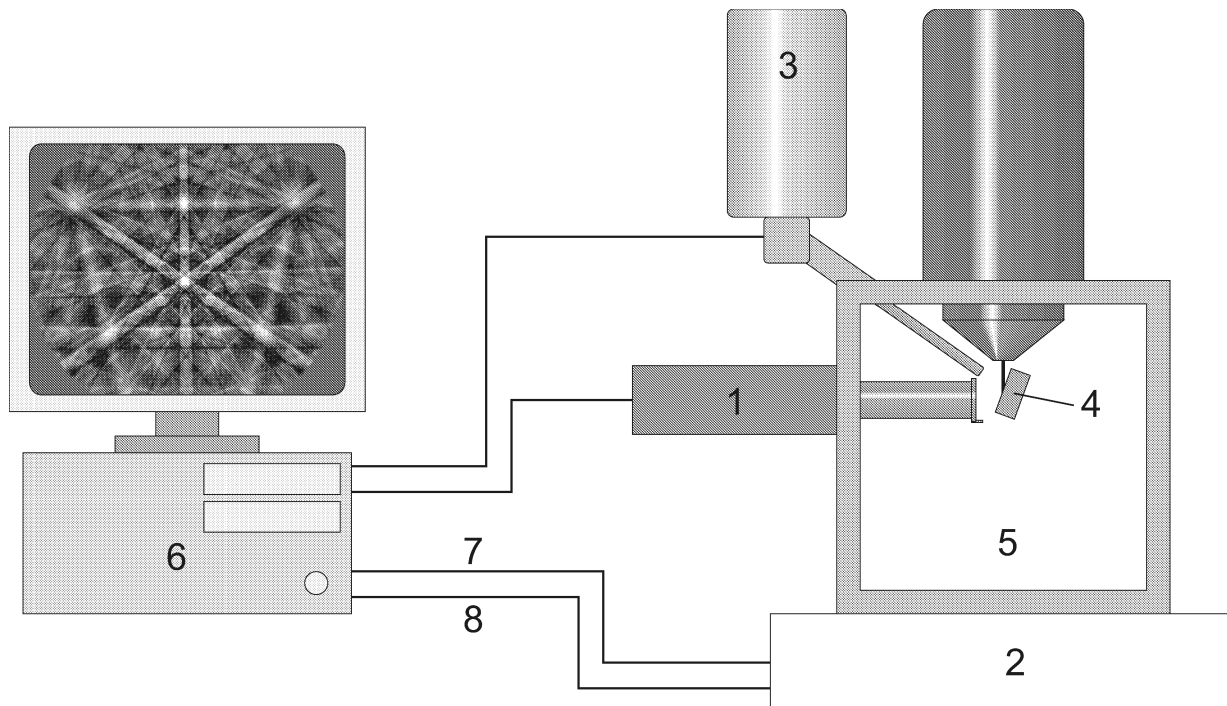
4.2.1 fluoreszierende Detektorfläche (Fluoreszenzschirm), die durch Elektronen aus der Probe zum Leuchten angeregt wird und dadurch Beugungspattern darstellt.

4.2.2 Videokamera mit restlichtverstärkender Empfindlichkeit, damit das auf dem Bildschirm erzeugte Beugungspattern sichtbar ist.

4.2.3 Computer mit Bildbearbeitung, mit rechnergestützter Pattern-Indizierung, Datenspeicher und Datenverarbeitung sowie mit REM-Strahlsteuerung (oder Probentisch-Steuerung), um die Aufnahme von Verteilungsbildern zu ermöglichen.

ANMERKUNG 1 Moderne Systeme sind meist mit ladungsgekoppelten Halbleiterelementen (CCDs) ausgestattet.

ANMERKUNG 2 Bei einigen Systemen sind um den Fluoreszenzschirm montierte Detektoren integriert, um von der Probe vorwärtsgestreute Elektronen zu erfassen; die Detektoren sind meist Silicium-Dioden, ähnlich den bei Festkörper-Rückstreudetektoren verwendeten. Die Bilder (Orientierung und Ordnungszahlkontrast) geben einen raschen Überblick zur Mikrostruktur der Probe [19].



Legende

- 1 EBSD-Gerät
- 2 REM
- 3 EDX (energiedispersives Röntgenspektrometer) (wahlweise)
- 4 gekippte Probe
- 5 Kammer
- 6 EBSD-Computer
- 7 Elektronenstrahlsteuerung
- 8 REM- und Probentisch-Steuerung

Bild 6 — Schema einer experimentellen EBSD-Anordnung

4.3 Wenn die Proben für die EBSD präpariert werden müssen, könnte folgende Ausrüstung erforderlich sein (abhängig von der Art der zu präparierenden Proben — siehe Anhang B): Geräte zum Trennen und Einbetten, zum mechanischen Schleifen und Polieren, zum elektrolytischen Polieren, zum Ultraschallreinigen, zum Ionenstrahlsputtern und zum Beschichten.

5 Betriebsbedingungen

5.1 Probenpräparation

Das Volumen des bei der EBSD-Analyse mit dem Elektronenstrahl abgetasteten Materials muss kristallin sein. Die Kristallmerkmale (z. B. Korngröße, Deformationszustand) dieses Volumens müssen für die gesamte Probe oder bei der segmentierten Mikrostrukturbestimmung (z. B. bei schichtförmigen Dünnschichten oder wärmebeeinflussten/nicht wärmebeeinflussten Bereichen in der Nähe von Schweißverbindungen) für den Teil der Probe, von dem die Mikrostruktur abgeleitet wird, repräsentativ sein. Da das EBSD durch Elektronenbeugung in einem oberflächennahen Bereich von wenigen Zehn Nanometern erzeugt wird, ist dafür eine sehr gute Präparation der Probenoberfläche erforderlich, und um zu verhindern, dass die EBSD-Daten durch mangelhafte Präparation schädlich beeinflusst werden. Die zu untersuchende oberste Schicht muss frei von Deformationen durch die Probenpräparation und plan sein. Eine mangelhafte Präparation kann Deformationen auf oder direkt unter der Oberfläche sowie Verunreinigungen, Oxidschichten oder Reaktionsprodukte auf der Probenoberfläche hinterlassen. Aufgrund der starken Neigung der Probenoberfläche zum Elektronenstrahl (typischerweise 70°) spielt auch das Oberflächenrelief eine wichtige Rolle bei einer sorgfältigen Oberflächenpräparation. Anhang B enthält einen Leitfaden zur Probenpräparation für die EBSD.

5.2 Probenausrichtung

Präzise Kalibrierung (siehe Abschnitt 6) und Messung mit der EBSD erfordern eine sorgfältige Spezifikation der Ausrichtung zwischen den Koordinatensystemen der Probe, der REM-Scanningspulen, des Probenstischs und des EBSD-Detektors. Die Probe muss im Mikroskop so ausgerichtet werden, dass die Normale der Aufnahme­fläche in einem ausgewählten Neigungswinkel (typischerweise etwa 70°) zum Elektronenstrahl gekippt ist, so dass eine Bezugsrichtung auf der Aufnahme­fläche, häufig eine Probenkante, parallel zum Neigungswinkel des Probenstischs und beim Elektronenstrahlscannen parallel zu einer Achse des Elektronenstrahlscanner-Systems ist. Eine präzise Ausrichtung kann leichter erreicht werden, wenn die Probe auf einem Probenstisch montiert ist, mit der die Probe innerhalb der geneigten Ebene gedreht werden kann, weil dann die Feinjustierung der Probe im Mikroskop erfolgen kann. Zuerst muss die Bezugsrichtung der Probe mit der Neigungsachse des Probenstischs in Übereinstimmung gebracht werden. Diese Ausrichtung kann kontrolliert werden, indem der Probenstisch entlang der Neigungsachse vor- und zurückbewegt und das Elektronenbild überprüft wird, wobei sich die Richtung der Bezugsprobe durch einen festen Punkt auf der Anzeige vor- und zurückbewegt, wie z. B. durch einen bestimmten Schnittpunkt auf dem Raster. Die Längsachse des Elektronenstrahlrasters kann anschließend ausgerichtet werden, indem die Raster-Rotation justiert wird, bis diese beiden Richtungen im Elektronenbild übereinstimmen. Wenn ein vorgeneigter Probenhalter verwendet wird (oder der Probenstisch keine Rotation innerhalb der Aufnahme­ebene gestattet), ist es von entscheidender Bedeutung, die Probe so zu montieren, dass die Bezugsrichtung der Probe möglichst nah an einer der orthogonalen REM-Probenstischachsen ausgerichtet ist.

Für den manuell geneigten Probenstisch wird ein mechanischer Endanschlag beim gewünschten Neigungswinkel empfohlen, so dass der Probenstisch mit einer besseren Reproduzierbarkeit bis auf den gewünschten Neigungswinkel gekippt werden kann.

5.3 Schritte zum Erfassen eines EBSD

5.3.1 Einstellen der Betriebsbedingungen des Mikroskops

5.3.1.1 Beschleunigungsspannung

Um zur Erzeugung eines Patterns beizutragen, müssen die Elektronen ausreichend Energie besitzen, so dass sie beim Rückstreuen genügend Energie zurückbehalten, um den Fluoreszenzschirm zu fluoreszieren. Damit nimmt außerdem die Anzahl von Elektronen zu, die auf dem Bildschirm auftreffen, und gleichzeitig die Helligkeit des Beugungsmusters. Dadurch kann die Integrationszeit der Kamera verringert werden, verschlechtert jedoch auch durch Vergrößerung des Elektronenstrahldurchmessers die räumliche Auflösung. Diese verschlechterte Auflösung ist gewöhnlich nur von geringer Wirkung. Für die meisten Anwendungen wird eine Beschleunigungsspannung zwischen 15 kV und 30 kV empfohlen. Erhöhen der Beschleunigungsspannung verringert die Elektronenwellenlänge und reduziert somit die Breite der EBSD-Bänder im Beugungsmuster. Höhere Beschleunigungsspannungen innerhalb dieses Bereichs sind von Vorteil für die Analyse von Material unter einer sehr dünnen (bis etwa 10 nm) leitfähigen Beschichtung oder unter einer sehr dünnen oberflächendefinierten Schicht. Niedrigere Beschleunigungsspannungen könnten für die Analyse dünner (10 nm bis 50 nm) Oberflächenschichten erforderlich sein oder um Aufladungen auf Proben mit geringer Leitfähigkeit zu verringern.

5.3.1.2 Sondenstrom

Die Erhöhung des Sondenstroms wird die Anzahl der Elektronen erhöhen, die zum Beugungsmuster beitragen und so ermöglichen, die Integrationszeit der Kamera zu verringern, was schnelleres Mapping ermöglicht. Dieser Vorteil muss jedoch gegen die damit zusammenhängende Verschlechterung der räumlichen Auflösung abgewogen werden, weil die Erhöhung des Sondenstroms dazu führt, dass das EBSD-Signal von einem größeren Probenvolumen erzeugt wird und außerdem Probleme durch Aufladungen und Verunreinigungen zunehmen.

Der Elektronenstrahl muss auf die Probenoberfläche fokussiert werden und gegebenenfalls muss eine dynamische Fokussierung angewendet werden, um die Neigung der Probe zu kompensieren.

5.3.2 Detektor- und Arbeitsabstand

Bei üblichen Anwendungen ist der ideale Arbeitsabstand bei der EBSD der Arbeitsabstand, bei dem die hellste Region des rohen EBSP (d. h. ohne Hintergrundkorrektur) im Zentrum des Fluoreszenzschirms erscheint. Andere Experimente können eine abweichende Position vorschreiben. Die Intensität des EBSPs kann durch Erhöhen der Kameraverstärkung gesteigert werden, aber zu Lasten eines erhöhten Rauschens. Kurze Arbeitsabstände werden im Allgemeinen die räumliche Auflösung der EBSD-Messungen verbessern, obwohl zusätzlich darauf geachtet werden muss, eine Kollision zwischen Probe und Polstück oder Rückstreu-Detektor (falls vorhanden) zu vermeiden.

Der ideale Detektorabstand (Probe zum Bildschirm) bei der EBSD hängt von der Größe des Fluoreszenzschirms und von der Art der durchgeführten Analyse ab. Bei einer typischen EBSD-Analyse wird der Fluoreszenzschirm etwa 15 mm bis 25 mm vom Schnittpunkt zwischen Elektronenstrahl und Probe angeordnet. Bei einem kürzeren Abstand Probe zum Bildschirm werden in jedem EBSP mehr Bänder detektiert, was nützlich für die Verbesserung der Indizierung von Phasen niedriger Symmetrie und für die Verbesserung der Unterscheidung zwischen Phasen oder von Orientierungen mit ähnlichen (pseudosymmetrischen) EBSP ist. Bei einem größeren Abstand Probe zum Bildschirm wird ein kleinerer Bereich des Beugungsraumes auf dem Fluoreszenzschirm abgebildet und in dem aufgenommenen EBSP sind die Bänder breiter. Trotzdem könnte ein automatisiertes Indizieren nicht mehr möglich sein, wenn der Detektorabstand über einen bestimmten Wert erhöht wird.

Bei geringen Vergrößerungen wird sich die Position des Patternzentrums während des Elektronenstrahl-scannens deutlich verschieben, und das wiederum wird die Genauigkeit der erfassten Orientierungsdaten beeinflussen. Einige Systeme haben Indizierungs- und Kalibrierungsroutinen, die diese Verschiebung berücksichtigen. Bei einigen Systemen sind Kalibrierungen bei verschiedenen Arbeitsabständen möglich, und sie interpolieren zwischen diesen für die dazwischenliegenden Arbeitsabstände. Der Bereich des Arbeitsabstands, für den die Genauigkeit des EBSD-Systems präzise kalibriert bleibt, muss bestimmt werden.

5.3.3 Kameraintegration/Belichtungszeit

Bei den meisten modernen CCD-Kameras kann der Zeitraum gesteuert werden, über den die Kamerapixel belichtet werden. Dieser Parameter wird generell als Kameraintegration oder Belichtungszeit bezeichnet. Lange Belichtungszeiten werden im Allgemeinen qualitativ bessere EBSP mit geringerem Rauschen ergeben; ist die Belichtungszeit jedoch zu lang, können Abschnitte des Bildes gesättigt (d. h. vollständig weiß) sein.

Die Integrationszeit sollte so eingestellt werden, dass die EBSP-Rohdaten (d. h. ohne Hintergrundkorrektur) so hell wie möglich sind, ohne dass Abschnitte des EBSPs übersättigt sind. Die zum Erreichen dieses Zustands erforderliche Integrationszeit nimmt mit zunehmender Ordnungszahl der untersuchten Phase, mit steigender Beschleunigungsspannung, steigendem Sondenstrom, abnehmendem Detektorabstand, sinkender Kameraauflösung (höheres Binning) und höherer Verstärkereinstellung ab. Die Integrationszeit muss für jede Analyse an die spezifischen Bedingungen optimal angepasst werden, um den dynamischen Bereich der CCD-Kamera voll auszunutzen. Eine nützliche Kontrolle liefert das Überprüfen des Graustufen-Histogramms der unbearbeiteten Rohdaten des EBSPs und das Justieren der Einstellungen, so dass etwa 75 % des Bereichs genutzt werden.

5.3.4 Binning

Die meisten modernen CCD-Kameras ermöglichen die Kombination von Pixelblöcken, um ein verbessertes, d. h. helleres, Signal und höhere Kameraempfindlichkeit jedoch zu dem Preis eines Bildes mit geringerer Auflösung zu ergeben. Zur Erhöhung der Geschwindigkeit des EBSP-Mapping kann Binning angewendet werden, da erhöhtes Binning in einer schnelleren CCD-Auslesegeschwindigkeit resultiert. Binning erhöht außerdem die effektive Empfindlichkeit des Detektors.

Die in Bild 7 dargestellte Bilderreihe zeigt den Effekt von Binning auf das EBSP-Signal und die Auslesegeschwindigkeit, wenn der Binningfaktor mehrfach verdoppelt wird. Jede Verdoppelung entspricht einer Halbierung der EBSP-Bildbreite in Pixeleinheiten.