

Protokoll Rückstreuелеlektronenbeugung am REM

Aufgabenstellung:

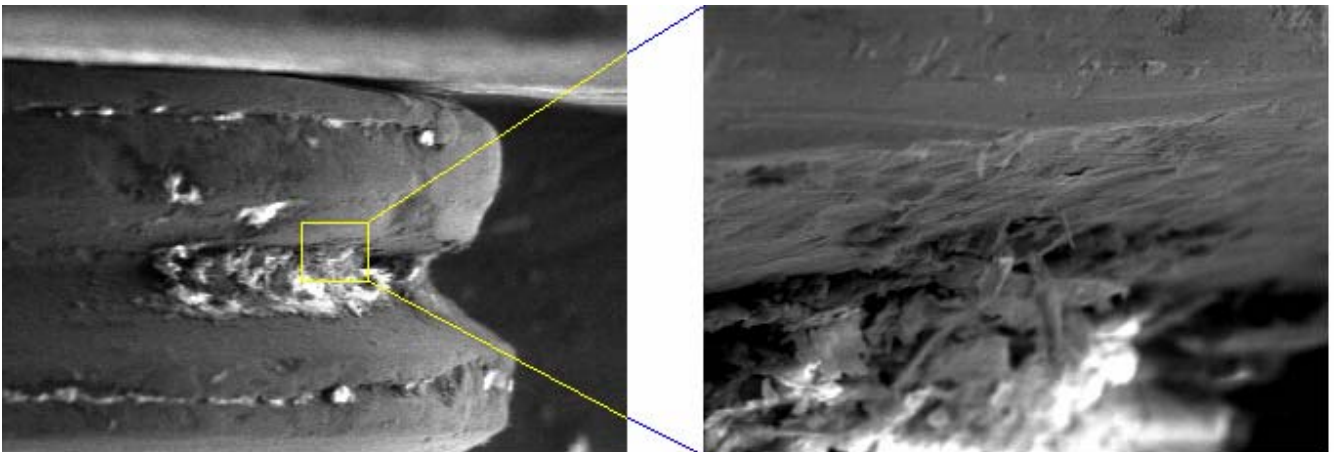
1. Mit dem Elektronenmikroskop vertraut machen
2. Aufnahme eines Bildes der Verwerfungslinien in einem strapazierten Nickel-Einkristall
3. Aufnahme der Kikuchi-Bänder mittels eines BSE-Detektors (Back Scattered Electron-Detektor - ein 4-Quadranten-Szintillationsdetektor direkt oberhalb der Probe mit einem mittigen Loch für die Quellenelektronen)
4. Messung der Kornstruktur eines Polykristalls

Aufbau und Messprinzip:

Bei einem Elektronenmikroskop werden im Hochvakuum fokussierte Elektronen auf eine Probe geschossen und die nach der Interaktion vorhandenen Elektronen detektiert. In unserem Fall befinden sich Elektronenquelle (Kathode) und Detektor auf der selben Seite der Probe.

Durchführung:

zu 1.: Nach einer rasanten Erläuterung aller Tasten des leistungsfähigen digitalen Rasterelektronenmikroskops (REM) durch den Betreuer haben wir in Eigenregie dessen Funktionen ausprobiert und haben dabei die besonders interessante Probenfixier-Schraube erkundet.



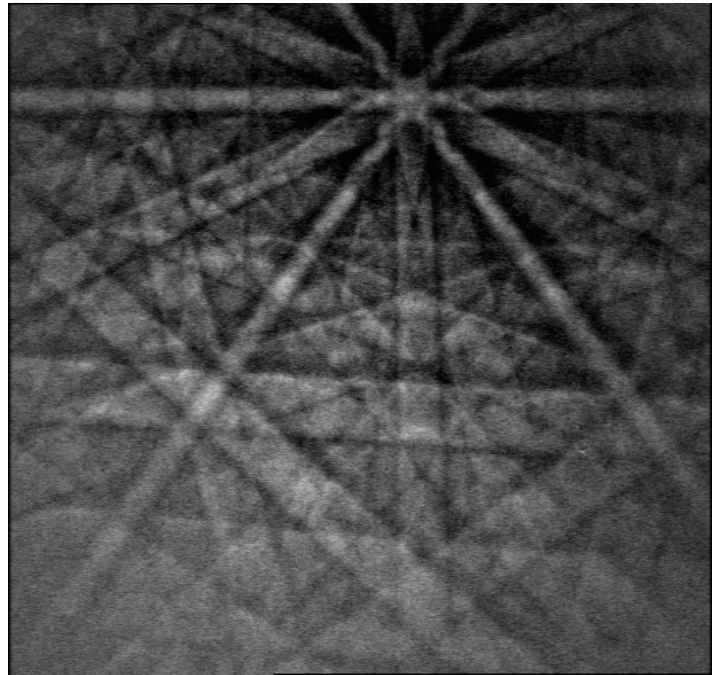
zu 2.: Durch die magnetische Fokussierung des Elektronenstrahls ist es notwendig, die durch die Darstellung auf dem Monitor festgelegte x-Achse mit der x-Achse des Objektisches elektronisch in Einklang zu bringen. Anschließend wurde durch Drehung des Objektisches auch die Kante des Nickeleinkristalls parallel zur x-Achse gebracht. So ist auch in der Abbildung auf der rechten Seite die Probenlängskante waagrecht. Das Bild wurde mittels des SE-Detektors bei 100-facher Vergrößerung erstellt. Der Einkristall wurde wiederholt mit einer Amplitude von 0,25 % der Gesamtlänge gedehnt, um das Alterungsverhalten zu untersuchen. Die dadurch entstandenen Verwerfungen folgen den 111-Ebenen und ihren Äquivalenten im Kristall, da hier der Netzebenenabstand am kleinsten ist.



Aus den eingetragenen Maßen folgt für den experimentellen Scherungswinkel α_{exp}

$$\alpha_{exp} = \arctan \frac{652,0 \mu\text{m}}{368,9 \mu\text{m}} = 60,5^\circ$$

zu 3.: Durch die Detektierung von kohärenten Elektronen, die vom Einkristall gestreut wurden, lassen aus den entstehenden Interferenzmustern (Kikuchi-Bänder) Informationen zur Lage und Symmetrie des Kristallsystem bestimmen (EBSD - Electron Back Scattered Diffraction). Dabei ist einerseits wichtig, dass Sekundärelektronen, die diesbezüglich keine Informationen tragen, vom Signal abgezogen werden. Andererseits müssen die eintreffenden Elektronen unter einem bekannten und konstanten Winkel eintreffen, damit stehende Bilder entstehen können. Außerdem muss für den Detektor eine Position gefunden werden, die nicht von der Braggreflexion einer einzigen Ebenenscharr dominiert wird. In unserem Fall haben wir einen Detektorwinkel von 70° bezüglich der Einfallsrichtung gewählt. Am Einkristall haben wir folgende Untersuchungen anhand der Kikuchi-Bänder durchgeführt:



1. **Kristallgitter:** Durch die Analysesoftware der Firma HKL konnten wir eine halbautomatische Lageanalyse des Kristallgitters innerhalb der Nickelprobe durchführen. Als Eingabedaten dienten neben dem Bild des Mikroskops auch die Kristallstruktur (hier: kfz), die Elementarzelle (4 Nickelatome) und der Netzebenenabstand. Als Ergebnis erhielten wir die rechts angegebene G -Matrix, die zwischen Kristall- r_C und Probenkoordinaten r_S vermitteln kann.

$$G = \begin{pmatrix} -0,80 & 0,01 & 0,60 \\ 0,33 & -0,83 & 0,46 \\ 0,50 & 0,56 & 0,66 \end{pmatrix}$$

$$r_C = G \cdot r_S$$

Aus der G -Matrix lässt sich außerdem der Winkel der Verwerfungslinien theoretisch bestimmen:

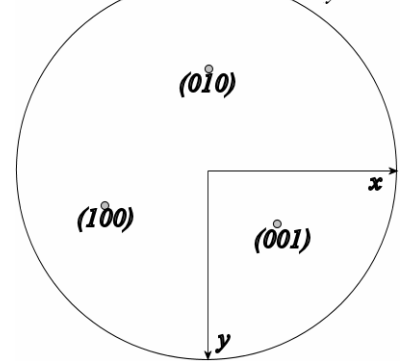
Vektor im Kristallsystem $\begin{pmatrix} r_{C1} \\ r_{C2} \\ r_{C3} \end{pmatrix}$	Vektor im Probensystem $\begin{pmatrix} r_{S1} \\ r_{S2} \\ r_{S3} \end{pmatrix}$	Winkel zur x-Achse $\alpha = -\arctan \frac{r_{S1}}{r_{S2}}$
$\begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -0,19 \\ -0,04 \\ 1,72 \end{pmatrix}$	$\alpha_1 = -78,08^\circ$
$\begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ -1 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -1,39 \\ -0,95 \\ 0,41 \end{pmatrix}$	$\alpha_2 = -55,60^\circ$
$\begin{pmatrix} -1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1,41 \\ -0,70 \\ 0,72 \end{pmatrix}$	$\alpha_3 = 63,55^\circ$
$\begin{pmatrix} 1 \\ -1 \\ 1 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -0,21 \\ 1,61 \\ 0,60 \end{pmatrix}$	$\alpha_4 = 7,44^\circ$

Dabei sind die angegebenen Vektoren die auf den betrachteten Ebenen senkrecht stehenden. Von den 4 theoretisch gleichwertigen Ebenen liegt α_3 mit einer Abweichung von 5% zu α_{exp} am nächsten. Es ergibt sich außerdem, dass die Probenlängsachse im Kristallsystem in Richtung $(-0,80 / 0,33 / 0,50)$ zeigt.

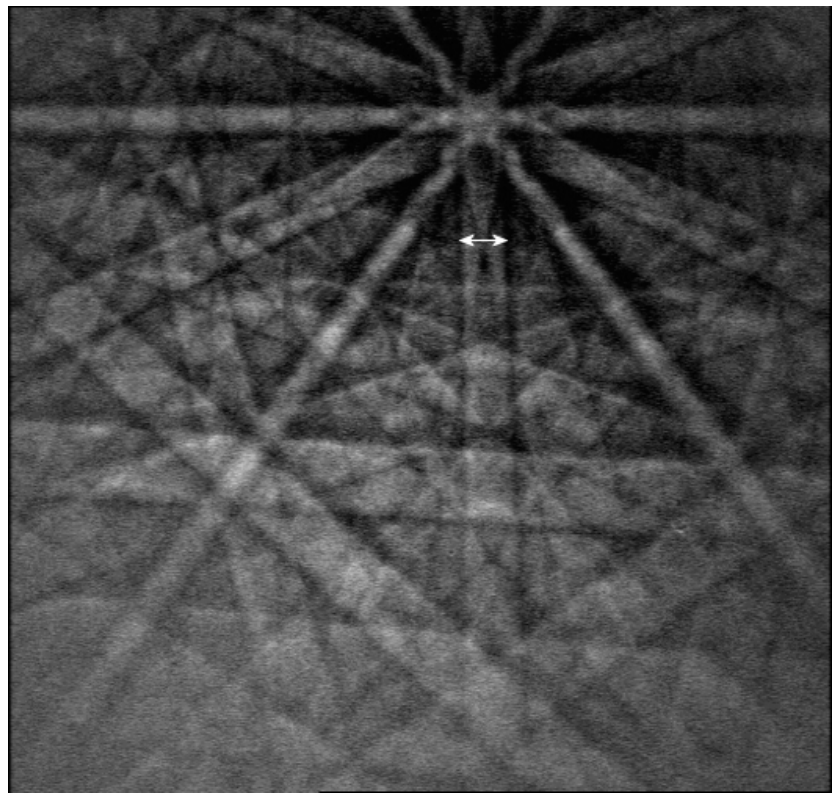
Polfigur: Die softwaretechnisch gewonnene Orientierung des Kristallgitters lässt sich auch in einer Polfigur darstellen. Das ist eine stereographische Projektion eines Vektors \vec{r} in die Äquatorebene der Kugel. Der Punkt, an dem die Flächennormale eines Kristalls, welche auch durch den Mittelpunkt der Kugel geht, die Kugeloberfläche durchstößt, wird mit dem Pol der gegenüberliegenden Kugelsphäre verbunden. Der Schnittpunkt dieser letzteren Gerade mit der Äquatorebene ist der Projektionspunkt. Entsprechend folgen die Formeln für den Vektor in der Äquatorebene \vec{p} :

$$p_x = \frac{r_x}{1 + |r_z|} \quad \text{und} \quad p_y = \frac{r_y}{1 + |r_z|}$$

Kristallvektoren im Probensystem



Linienbreite: Die Breite der Kikuchi-Bänder wird nur durch den Bragg-Reflexionswinkel Θ der interferierenden Elektronen bestimmt. Aus der Bragg-Bedingung $2d \sin \Theta = n\lambda$ folgt, dass Θ von λ abhängt, das wiederum über $\lambda = h / \sqrt{2meU}$ von der Beschleunigungsspannung im Mikroskop, also der Primärenergie der Elektronen abhängt. Zur Bestätigung dieser Beziehung haben wir uns verschiedene Spannungen vorgegeben und dazu die Linienbreite der senkrecht durch das Symmetrie-Zentrum verlaufenden Schnittlinie der 022-Netzebene bestimmt. Die Breite der Bildschirmfotos beträgt dabei $P = 524$ Pixel, die einer Breite von $x_{CS} = 2,8$ cm der aktiven



Detektorfläche, die $D = 2,6$ cm vom Kristall entfernt ist. Damit folgt mit

$$\tan \Theta = \frac{L_{exp} x_{CS}}{2P \cdot D}$$

für

den

Netzebenen-Abstand

d_{exp}

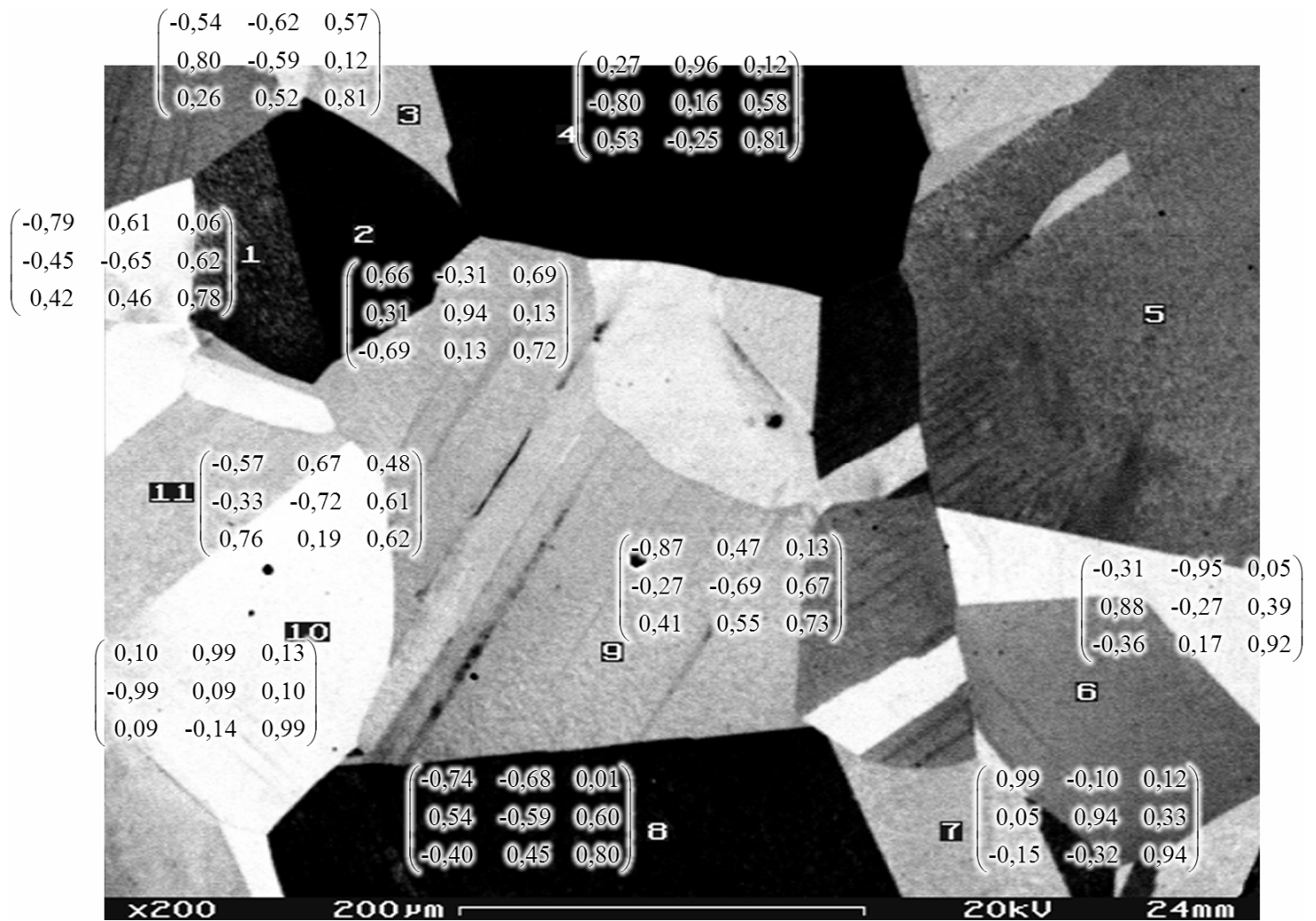
$$d_{exp} = \frac{n\lambda}{2 \sin \Theta} = \frac{nh}{2 \sin \Theta \sqrt{2meU}} = \frac{nh}{L_{exp} x_{CS}} \sqrt{\frac{4P^2 D^2 + L_{exp}^2 x_{CS}^2}{8meU}}$$

$$\Delta d_{exp} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} + \frac{\Delta \Theta}{\tan \Theta} \quad \text{mit} \quad \frac{\Delta \lambda}{\lambda} = \frac{1}{2U}, \quad \frac{\Delta \Theta}{\tan \Theta} = \frac{4P^2 D^2}{4P^2 D^2 + L_{exp}^2 x_{CS}^2} \left(\frac{\Delta L_{exp}}{L_{exp}} + \frac{\Delta x_{CS}}{x_{CS}} + \frac{\Delta P}{P} + \frac{\Delta D}{D} \right)$$

Die Gitterkonstante a_0 folgt über die Formel $d = a_0 / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = a_0 / \sqrt{8}$.

U	$gemessene \text{ Linienbreite } L_{exp}$	$Netzebenen-Abstand d_{exp}$	$\frac{\Delta d_{exp}}{d_{exp}}$	Δd_{exp}
10 kV	54 Pixel	1,35 Å	18,7%	0,25 Å
15 kV	43 Pixel	1,39 Å	19,2%	0,27 Å
20 kV	41 Pixel	1,26 Å	19,8%	0,25 Å
25 kV	35 Pixel	1,32 Å	21,9%	0,29 Å
30 kV	29 Pixel	1,45 Å	21,4%	0,31 Å

zu 4.: Nach dem Einbau einer polykristallinen Nickelprobe haben wir diese zuerst mit dem BSE-Detektor, der durch den Anteil an stark gestreuten Primärelektronen bereits einen Kornkontrast liefern kann. Um nachzuweisen, dass es sich dabei um einen Orientierungskontrast handelt, haben wir den Probenstisch auf -3° , 0° und $+3^\circ$ gegenüber der waagerechten verkippt, wobei die Quellenelektronen senkrecht von oben eintreffen. Anhand dieser Bilder haben wir bei 200-facher Vergrößerung eine Karte der Körner von einem kleinen Ausschnitt der Probe von ca. $500 \times 400 \mu\text{m}$ angefertigt. Anschließend haben wir analog zu 2.1 mittels eines ortsauflösenden Detektors bei konstanter, d.h. nicht rasternder Beleuchtung eines einzelnen Korns mit einem Szintillationsschirm mit angekoppelter Videokamera die Kikuchi-Bänder von 11 Körnern aufgenommen und mittels der Channel-Software der Firma HKL daraus die Kristallorientierung ermittelt. In der folgenden Grafik wurden die Trans-



formationsmatrizen G für jedes Korn mit angegeben.

Leider sind aus bisher unbekannten Gründen für das Korn 5 keine Orientierungsdaten vorhanden.

Außerdem lässt sich über die Gleichung $r_{11} = G_{11}r_S = \underbrace{G_{11}G_{10}^{-1}}_M r_{10}$ die Missmatch-Matrix M definieren.

Mit einem Excel-Auswertungsprogramm kann man die 24 möglichen Projektionen der Kristallachsen des Korn 11 auf die des Korn 10 nach dem kleinsten Winkel durchsuchen. Dabei werden die 24 Projektionen durch Matrizen J dargestellt:

$$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{1} & \mathbf{0} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{0} & \mathbf{-1} \\ \mathbf{0} & \mathbf{1} & \mathbf{0} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \\ \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Es gibt also für die erste Achse 6 Freiheitsgrade, für die zweite noch 4. Die letzte Achse hat keinen Freiheitsgrad, weil sie durch die Händigkeit des Koordinatensystems festgelegt ist, die bei Drehungen erhalten bleibt.

Durch Multiplikation von M mit einer der obigen 24 Matrizen entsteht eine neue, 3 Winkel enthaltende Matrix

$$\tilde{M}, \text{ in diesem Fall } M = \begin{pmatrix} 0,66 & 0,67 & 0,34 \\ -0,66 & 0,32 & 0,67 \\ 0,34 & -0,67 & 0,66 \end{pmatrix} \Rightarrow \tilde{M} = JM = \begin{pmatrix} 0,66 & 0,67 & 0,34 \\ -0,34 & 0,67 & -0,66 \\ -0,66 & 0,32 & 0,67 \end{pmatrix}.$$

$$x_{11} \rightarrow x_{10}$$

Dabei wurde projiziert: $y_{11} \rightarrow z_{10}$. Für den Drehwinkel ϕ gilt: $\cos \phi = \frac{M_{11} + M_{22} + M_{33} + 1}{2}$.

$$z_{11} \rightarrow -y_{10}$$

So kommt man auf den Missmatch-Winkel $\phi = 59,7^\circ$. Dabei sind die Drehwinkel im Kristallsystem $32,50^\circ$; $33,17^\circ$ und $-33,56^\circ$, je zu den Achsen x; y und z.