

Rückstreuelektronenbeugung im Rasterelektronenmikroskop (REB)

1 Einführung

Beim Rasterelektronenmikroskop wird ein Elektronenstrahl zur Abbildung einer Probe verwendet. Während der Rasterung des Elektronenstrahls über die Oberfläche wird die mit Detektoren erfaßte Anzahl der herausgelösten Elektronen als Bildinformation verwendet. Diese Elektronen umfassen ein Energiespektrum von der Energie der Primärelektronen bis nahe Null. Langsame Elektronen (Sekundärelektronen - SE) liefern eine andere Bildinformation als die schnellen Elektronen (Backscattered Elektronen - BSE). So können Oberflächenunebenheiten (Topografiekontrast), Änderungen der atomaren Beschaffenheit des Materials (Z-Kontrast), unterschiedliche Orientierungen des Kristallgitters (Orientierungskontrast) bzw. Störungen des Gitters (Channelingkontrast) erfaßt werden. Im Versuch wird die Wechselwirkung der Elektronen mit dem Kristallgitter zur Bestimmung der Orientierung des Kristallgitters verwendet. Genutzt wird die **Electron Back Scattered Diffraction** -Technik (EBSD). Für die Elektronen im Kristallgitter gilt wie für die Röntgenstrahlung die Bragg-Beziehung. Verwendet wird ein ortsauflösender Detektor (Szintillationsschirm mit angekoppelter Videokamera). Da die Braggwinkel im Bereich von wenigen Grad liegen, repräsentieren die Interferenzbänder (Kikuchi-Bänder) unterschiedlicher Netzebenenscharen unmittelbar die Schnittlinien dieser Netzebenen mit dem Szintillationsschirm.

2 Aufgabenstellung

- 2.1** Abbildung einer Probenoberfläche im REM
- 2.2** Bestimmung der Orientierung eines Einkristalls mittels EBSD-Technik.
- 2.3** Untersuchung der Breite der Interferenzbänder in Abhängigkeit von der Primärenergie der Elektronen.
- 2.4** Bestimmung der Orientierung einzelner Kristallite eines Polykristalls.
- 2.5** Orientierungsbestimmung eines zusammenhängenden Gebietes eines Polykristalls mittels automatischer Messung und Erfassung.

3 Versuchsdurchführung und Auswertung

- 3.1** Machen Sie sich mit der Bedienung des Rasterelektronenmikroskops unter der Anleitung Ihres Betreuers vertraut. Nutzen Sie unterschiedliche Detektoren und deren Einstellungen zur Abbildung eines Probengebietes. Dokumentieren Sie diese Bilder und vergleichen Sie deren Bildinformationen.
- 3.2** Nach dem Einschleusen des Einkristalls ist dieser zunächst im Mikroskop auszurichten. Anschließend erfolgt eine 70° Drehung um die Längsachse und die Erzeugung und Indizierung der Interferenzbänder. Die Drehung ist notwendig, damit der unmittelbar „reflektierte Strahl“ nicht auf den Detektorschirm trifft und damit die Interferenzbänder überstrahlt. Die Indizierungen der beobachteten Netzebenen sind in den Ausdruck der Bänder einzutragen. Die Orientierung des Kristallgitters in der Probe ist geeignet anzugeben. Die Winkel zwischen den Kristallachsen und der x-Achse der Probe sind zu berechnen. Ferner ist die Richtung der Probenlängsachse im Kristallsystem darzustellen (stereografische Projektion - Polfigur).
- 3.3** Die Erzeugung der Interferenzbänder erfolgt bei verschiedenen Primärstrahlspannungen ($10 \text{ kV} \leq U \leq 30 \text{ kV}$). Die Bilder der Interferenzbänder sind jeweils abzuspeichern und auszudrucken. Die Abhängigkeit der Bandbreite ausgewählter Bänder von der Primärenergie der Elektronen ist geeignet auszuwerten und mit zu berechnenden Bandbreiten zu vergleichen.
- 3.4** Nach dem Einbringen der polykristallinen Probe sind zunächst die einzelnen Kristallite mittels Halbleiter-BSE-Detektor sichtbar zu machen (Orientierungskontrast). Das Bild ist abzuspeichern und auszudrucken. Danach ist im ausgewählten Probengebiet von jedem Kristalliten die Orientierung zu bestimmen (Nutzung des CHANNEL-Programms). Aus den Orientierungsdaten sind für ausgewählte Nachbarschaftslagen die Missorientierungswinkel (minimaler Drehwinkel) und Drehachsen im Kristallsystem zu berechnen. Prüfen Sie, ob Zwillingskorngrenzen im ausgewählten Probengebiet enthalten sind!
- 3.5** Für das gleiche Gebiet wie 3.4. ist mittels BEAM-Job oder Motorstage-Job automatisch die Orientierung zu erfassen. Die Auswertung erfolgt in einem speziellen Mappingprogramm (Imaging Crystals from EBSDs - ICE).

4 Hinweise

4.1 Für die normale Abbildung stehen an diesem Mikroskop (ZEISS DSM 962) zwei Detektoren zur Verfügung. Einer ist ein Szintillationsschirm mit angekoppeltem Photomultiplier. Vor dem Szintillator befindet sich ein Drahtgitter, an das eine Spannung gelegt werden kann. Je nach Polarität und Größe der angelegten Spannung gelangen alle Elektronen (SE-Mode) oder nur energiereichere Elektronen (BSE-Mode) zum Detektor. Der zweite Detektor ist ein Vierquadranten-Halbleiterdetektor für energiereichere Elektronen ($> 5 \text{ keV}$). Dieser kann unmittelbar zwischen Strahlaustritt und Probe positioniert werden. Damit erfaßt dieser Detektor viele der rückgestreuten Elektronen (großer Erfassungswinkel). Der Elektronenstrahl trifft durch ein Fenster im Detektor auf die Probe.

4.2 Eine Prinzipskizze zur Entstehung der Interferenzbänder ist in Abb. 1 gegeben. Ein Teil der auftreffenden Elektronen hat nach hinreichend vielen Streuprozessen die anfängliche Bewegungsrichtung „vergessen“ und kann so behandelt werden, als käme er von einer inneren punktförmigen Elektronenquelle mit der Primärenergie. Die geometrische Anordnung der Probe und des Detektorschirmes im REM ist aus Abb. 2 ersichtlich. Bei der Angabe einer Orientierung muß die Lage eines Koordinatensystems (z.B. Kristallachsensystem) in einem anderen (z.B. Probensystem) beschrieben werden. Das kann sowohl mit Hilfe von 3 Winkeln (Eulerwinkel) als auch mit einer Transformationsmatrix erfolgen. Die Eulerwinkeldarstellung ist die Darstellung mit der minimal notwendigen Anzahl von Elementen. Die Transformationsmatrix enthält neun Elemente. Dies sind die Richtungskosinusse zwischen den jeweiligen Achsen. Die 9 Elemente sind nicht unabhängig voneinander. Rechentechnisch ist die Matrizendarstellung vorteilhaft. Für die aus CHANNEL erhaltene Orientierungsmatrix **G** gilt z.B.:

$$\mathbf{r}_c = \mathbf{G} * \mathbf{r}_s.$$

(**r_c** - Vektor im Kristallsystem; **r_s** - Vektor im Probensystem).

Achtung: Der von der Channelsoftware ausgegebene Datensatz für eine Kristallorientierung besteht aus einer Zeile mit neun g-Werten sowie weiteren Informationen. Nur wenn die ersten drei g-Werte als 1.Spalte, die zweiten drei g-Werte als 2.Spalte und die letzten drei g-Werte als 3.Spalte in die Matrix eingetragen werden gilt obige Transformationsvorschrift.

Neben der aufgeführten Problematik zur Beschreibung und Berechnung räumlicher Lagebeziehungen müssen Sie sich in Vorbereitung auf den Versuch auch mit der stereografischen Projektion (Polfigur) zur Abbildung von Raumrichtungen in einer Ebene beschäftigen.

4.3 Der Einkristall besteht aus Nickel. Nickel hat eine kfz-Struktur. Die Gitterkonstante beträgt $3.524 \cdot 10^{-10} \text{ m}$. Für den Netzebenenabstand d beliebiger Netzebenenscharen gilt:

$$d = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

a_0 - Gitterkonstante

$h; k; l$ - Millersche Indizes

Bei den verwendeten Strahlspannungen bis 30 kV (Elektronenenergie $\leq 30 \text{ keV}$) muß

noch nicht relativistisch gerechnet werden.

Aus der Bragggleichung erhalten Sie nur den Öffnungswinkel (2Φ) zu den beiden Bandkanten. Für die Berechnung der absoluten Bandbreite wird neben der Geometrie der Mikroskopanordnung (Abb. 2) auch noch der Abbildungsmaßstab zwischen Bild auf dem Detektorschirm und Ihrem Ausdruck benötigt, was von der jeweiligen Bildverarbeitung und Darstellung abhängt. Die benötigten Angaben sind vom Betreuer zu erfragen.

- 4.4** Zwei gleiche Kristallsysteme lassen sich immer durch Drehung um eine Achse mit einem bestimmten Winkel zur Deckung bringen. Die Lage dieser Achse (im Kristallsystem) und der Drehwinkel sind zu berechnen. Dazu ist die Missorientierungsmatrix \mathbf{M} zu ermitteln. Sie ist leicht aus den Orientierungsmatrizen beider Kristallite im Probensystem zu bestimmen. Sie transformiert einen Vektor aus dem einen Kristallsystem in das andere.

Aus der Missorientierungsmatrix $\mathbf{M} = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} & m_{13} \\ m_{21} & m_{22} & m_{23} \\ m_{31} & m_{32} & m_{33} \end{pmatrix}$ ergibt sich der Drehwinkel ϕ zu:

$$\cos\phi = (m_{11} + m_{22} + m_{33} - 1)/2$$

und die Drehachse zu:

$$\begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} (m_{32} - m_{23}) / 2 \sin \phi \\ (m_{13} - m_{31}) / 2 \sin \phi \\ (m_{21} - m_{12}) / 2 \sin \phi \end{pmatrix}$$

Bei kubischer Symmetrie (Ununterscheidbarkeit von x-, y- und z-Achse) gibt es 24 verschiedene Drehungen, um die Kristallsysteme ineinander zu überführen. Alle 24 Möglichkeiten sind zu berechnen und die Variante mit dem kleinsten Drehwinkel ist auszuwählen. (Zur Reduzierung Ihres Auswerteaufwandes können Sie vom Betreuer ein EXCEL-Programm zur Bestimmung aller 24 gleichwertigen Missorientierungsmatrizen nach Eingabe einer Missorientierungsmatrix erhalten.)

- 4.5** Hinweise zum automatischen Orientierungsmapping erhalten Sie am Versuchsplatz. Schrittweise mit vorgebbarer Schrittweite und Schrittzahl werden die Probenpunkte orientiert. Orientierung und Ort werden erfaßt. Zur Auswertung gibt es ein spezielles Mappingprogramm. Mit diesem können wählbare Orientierungsdaten dargestellt werden.

5 Versuchsablauf

Termin: freitags gemäß Plan, jeweils 7.00 - 16.00 Uhr
 Versuchsort: TU Physikgebäude Raum B 2
 Betreuer: Dr. W. Tirschler, Physikgebäude Zi. C 12
 Tel. (0351) 463 36687
 e-mail: tirschler@physik.tu-dresden.de

6 Literatur

(1 Satz Literaturkopien liegt zur Ausleihe bereit!)

- [1] Randle, *The measurement of grain boundary geometry*, Institute of Physics, Bristol and Philadelphia, 1993, Kap.2: S.17-29; Kap.4: S.63-89
- [2] Handbuch zur Channel + Software
- [3] Bedienungsanleitung des DSM, Kap. 5
- [4] Blochwitz, J. Brechbühl and W. Tirschler. "Analysis of activated slip systems in fatigued nickel polycrystals using the EBSD-technique in the scanning electron microscope" *Mat. sci. Engn. A210 (1996) 42-47*
- [5] Reimer, Scanning Electron Microscopy

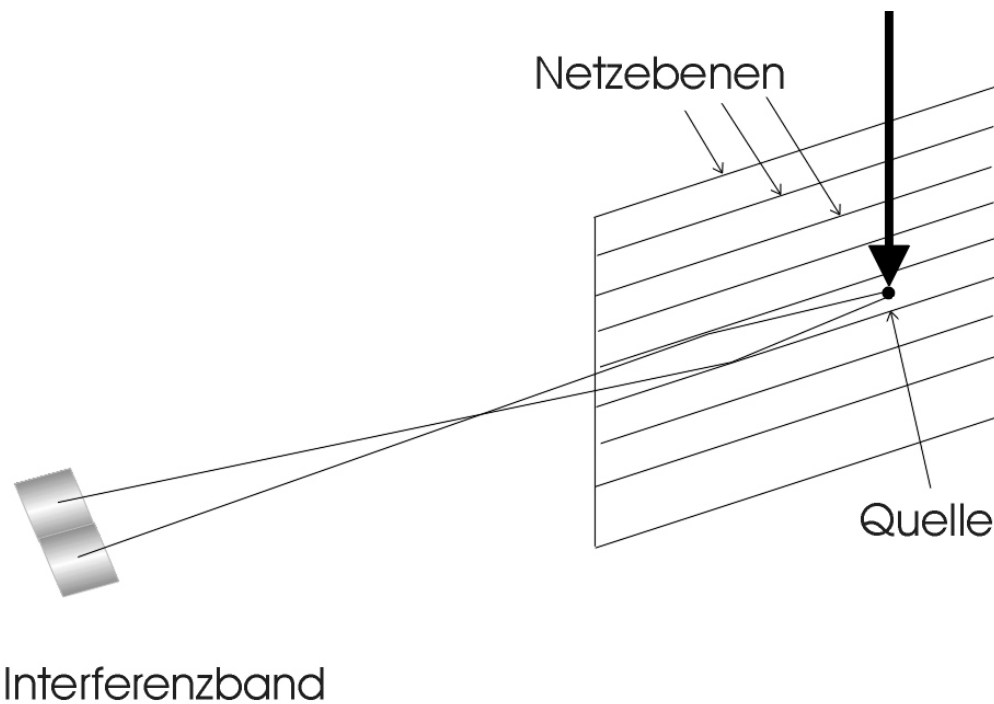
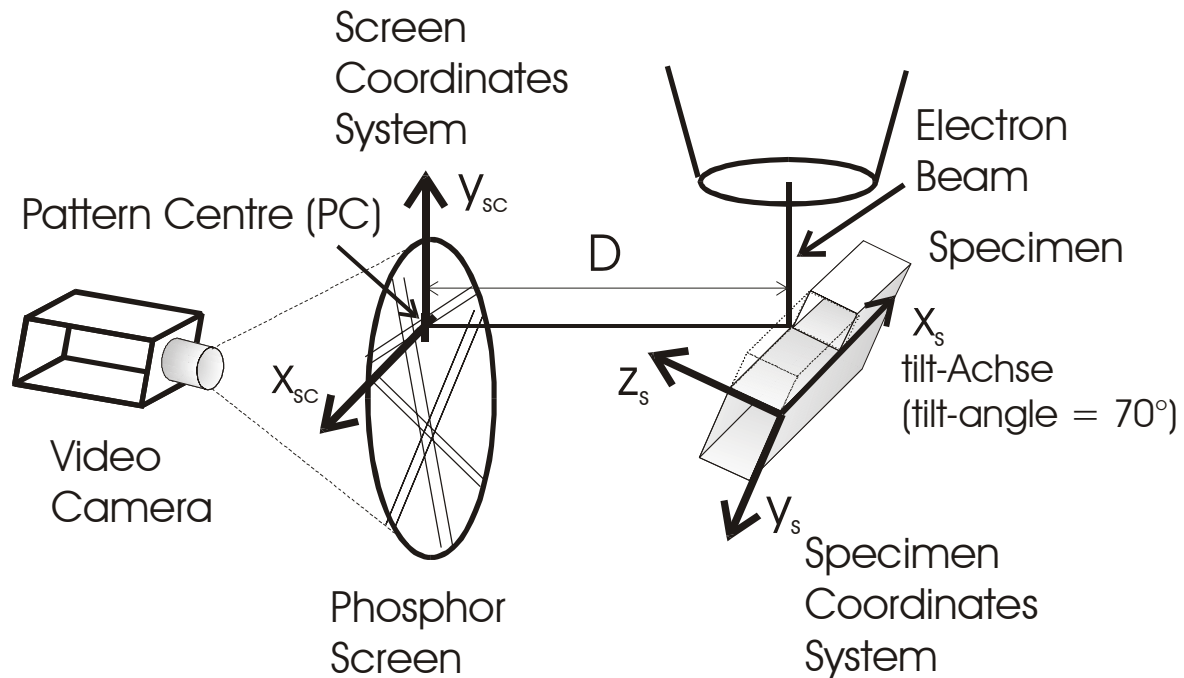


Abb. 1



Der Abstand Schirm - Probe (D) beträgt 26 mm

Der von der Videocamera erfasste Schirmausschnitt ist nachfolgend dargestellt:

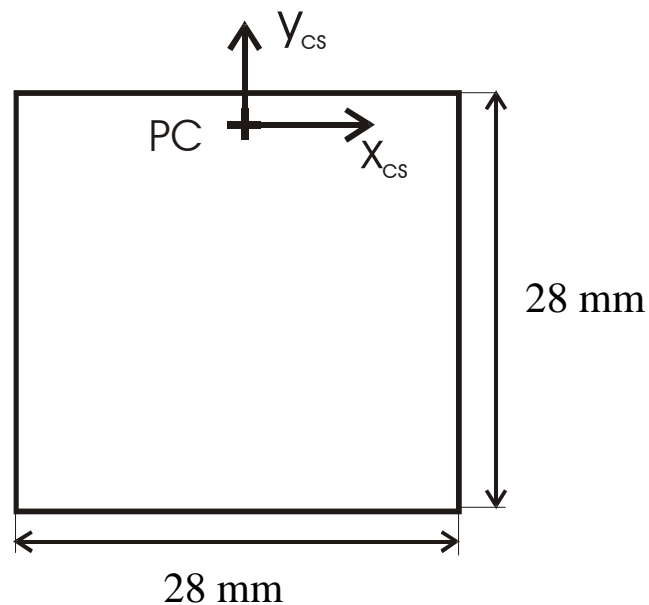


Abb. 2

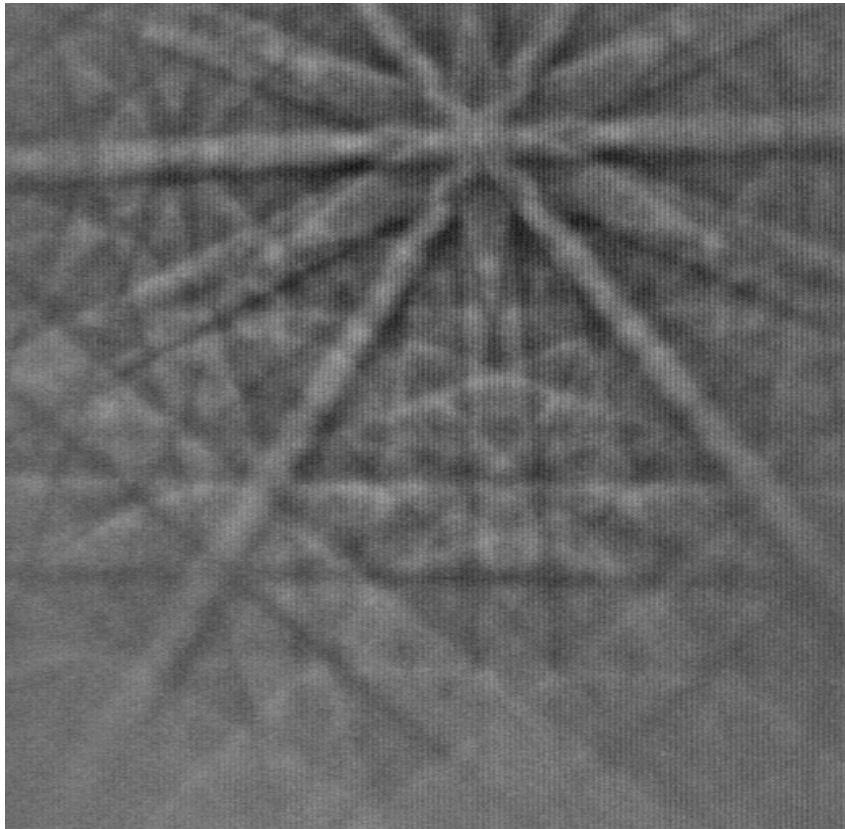


Abb. 3