



ATM Qness GmbH

Emil-Reinert-Str. 2
57636 Mammelzen, Germany

Telefon: +49 2681 9539-0
Telefax: +49 2681 9539-27

E-Mail: info@qatm.com
Webseite: www.qatm.com

Dr. S. Zaefferer,
Max-Planck-Institute for Iron
Research, Düsseldorf

P. Voos,
ATM Qness GmbH, Mammelzen

Dr. G. Lackner,
ATM Qness GmbH, Mammelzen

EBSD GEFÜGEUNTERSUCHUNG MITTELS SEM

Elektronenrückstreubeugung, EBSD (eng. electron backscatter diffraction) – zur qualitativen Gefügeuntersuchung anhand der Rasterelektronenmikroskopie, SEM (eng. scanning electron microscopy)

In dem Feld der Rasterelektronenmikroskopie hat sich die Elektronenrückstreubeugung (EBSD) zu einer sehr breiten und nützlichen Untersuchungsmethode in der kristallografischen Analyse von Werkstoffen entwickelt. Insbesondere wurde dieser Trend durch das Aufkommen hocheffizienter Computeralgorithmen unterstützt, wodurch sich eine neuartige Analysetechnik, die Orientierungsverteilungsanalyse (engl. orientation imaging microscopy, OIM*)^[1] oder auch bekannt als Kristallorientierungsverteilung (engl. crystal orientation microscopy/mapping, COM) etablieren konnte. Diese stützt sich darauf, dass die Beugungsmuster (diffraction patterns) vollautomatisch durch die Computeralgorithmen ausgewertet werden. Die COM Technik basiert darauf, dass zu jedem gescannten Einzelpunkt einer gerasterten Probenoberfläche (abschüssig geneigt) das Beugungsmuster aufgenommen wird. Die Auswertung liefert dann für alle gescannten Punkte die kristallografische Orientierung und Phase sowie einen Wert für die Qualität des Beugemusters. Anhand dieser Daten kann das Gefüge der gerasterten Probenoberfläche rekonstruiert werden. Die so erhaltene Abbildung der Kristallorientierungsverteilung gibt umfangreiche Probeninformationen wie Art und Verteilung der unterschiedlichen Phasen, Größe, Form und Defektzustand von Körnern, Art und Lage von Korngrenzen, örtliche Kristallorientierungen und eine Fehlorientierungsverteilung (Textur) und vieles mehr. Ferner kann EBSD genutzt werden, um die Kristallstruktur zu bestimmen, d.h. die Gittersymmetrie und Gitterparameter. Mit entsprechender Software können ebenfalls Details des Atomgitters ^[2] und Eigenspannungen ^[3] ermittelt werden. EBSD ermöglicht auch die Untersuchung von Vollmaterial mit einer räumlichen Auflösung von bis zu 50 nm. Daher kann auf die aufwendige Präparation von dünnen Folien wie sie z.B. für TEM-Untersuchungen notwendig ist, verzichtet werden. Die Probenpräparation für EBSD besteht üblicherweise aus einem mechanischen,

chemischen oder ionenunterstützten Polieren der Probe, um eine plane und defektfreie Oberfläche, den Schliff, zu erhalten und ist in der Regel leichter zu bewerkstelligen. Eine Übersicht über den Stand der Technik der EBSD wird in einem Buch von Herrn Schwartz [4] gegeben und eine weitere Übersicht hierzu von Herrn Zaefferer [5] befindet sich derzeit im Druck.

Elektronenrückstreubeugungsmuster von Vollmaterialien weisen eine hohe Ähnlichkeit mit Kikuchi-Beugungsmustern auf, die im TEM an dünnen Folien aufgenommen wurden. Abbildung 1 zeigt ein typisches Beugungsmuster: Es weist breite Bänder, die Kikuchi Bänder, auf einem starken Hintergrund auf.

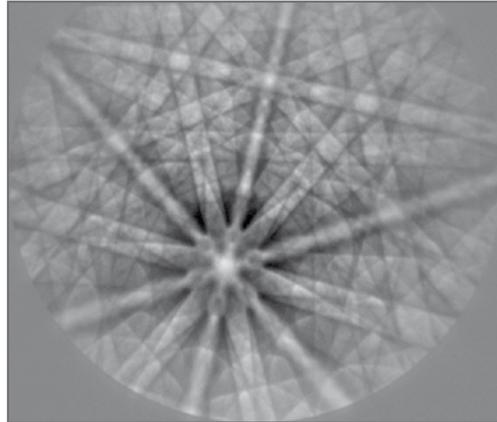


Abbildung 1: Hochaufgelöstes EBSD Muster einer aufgeschleuderten Niobprobe (915 x 915 Pixel). Belichtungszeit 7 s, mit Wegnahme des Hintergrunds

Jedes dieser Bänder entspricht einer ganzen Reihe von Gitterebenen im Kristall. Anhand der Winkel zwischen den Bändern und deren Breite können die zugehörigen Miller'schen Indizes der Gitterebenen bestimmt werden. Darüber hinaus kann von indizierten Bändern die Kristallorientierung berechnet werden. Die Beugungsmuster werden mit Hilfe eines Phosphorschirms und einer lichtempfindlichen Kamera aufgenommen, die nahe der Probe angebracht ist (20 mm - 40 mm), wie es in Abbildung 2 zu sehen ist.

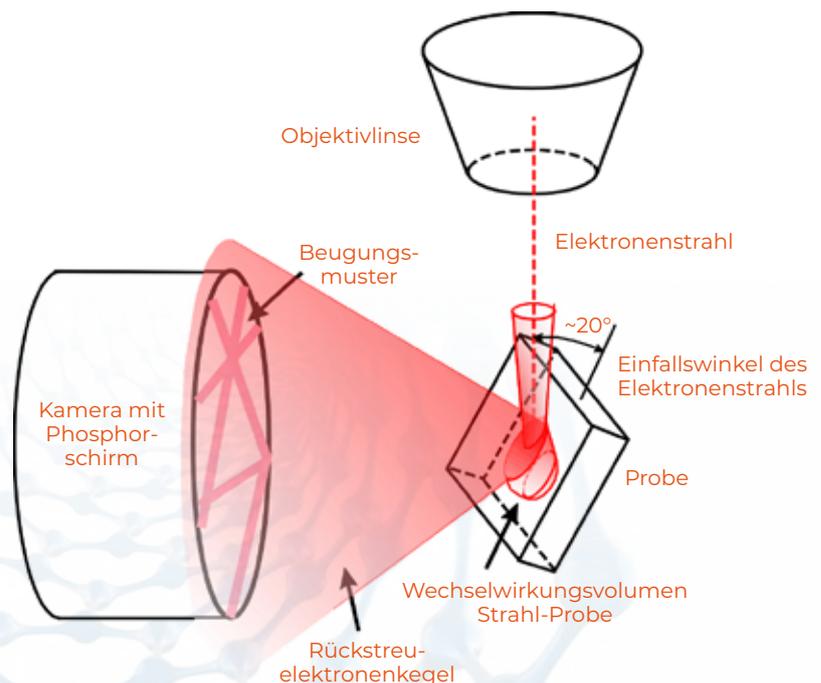
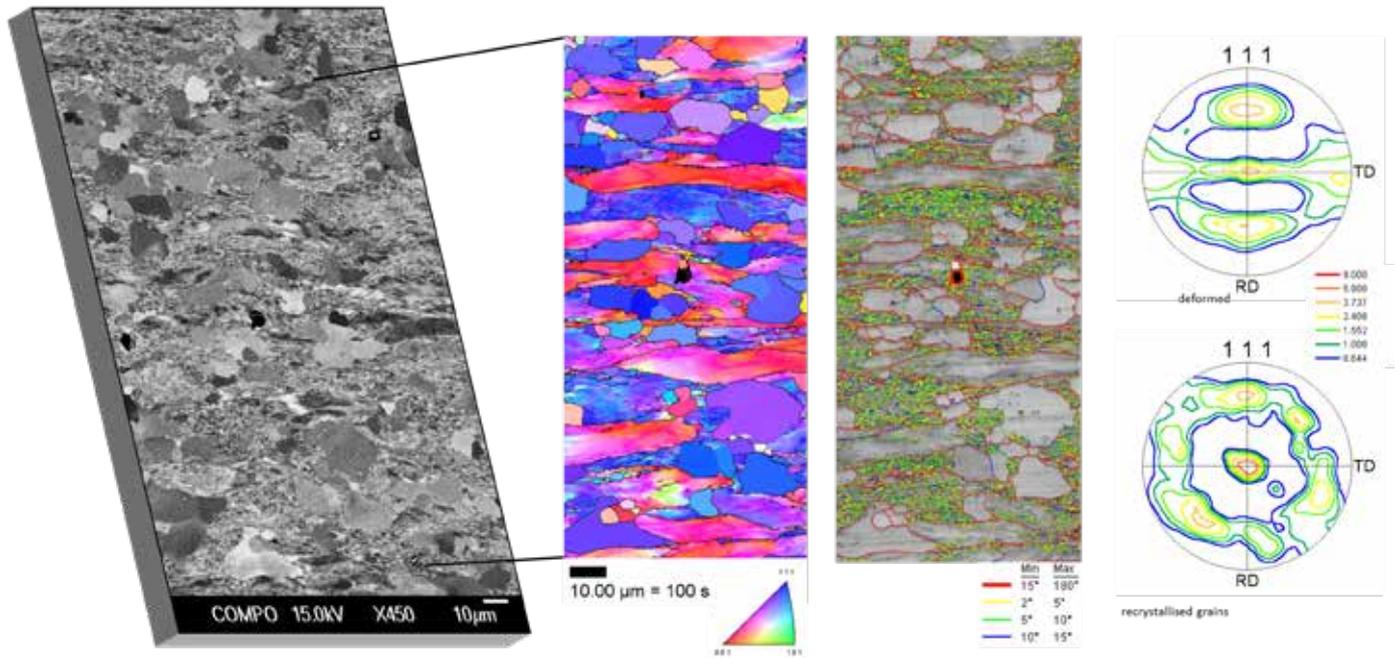


Abbildung 2: Geometrischer Aufbau von Probe und Detektor im Rasterelektronenmikroskop.

Die Erkennung der Bänder und deren Lage, sowie die Auswertung erfolgt automatisiert mittels einer Software.

Bei der COM Analyse wird der Elektronenstrahl schrittweise über die Probe geführt und zu jedem einzelnen Punkt das Beugungsmuster aufgenommen und analysiert. Die Aufnahme und Analyse der Beugungsmuster werden bei modernen Maschinen zwischen 50 bis 100 mal pro Sekunde durchgeführt. Ein ausgewertetes Bild der COM-Methode zeigt Abbildung 3.



a) BSE Abbild eines teilweise rekristallisierten IF Stahls

b) inverse Polfigurenkarte

c) Korngrenzencharakter

d) Polfiguren

Abbildung 3: Beispiel einer COM Analyse eines teilweise rekristallisierten Gefüges eines IF Stahls.
a) Electron Channeling Contrast Image, aufgenommen mit dem Elektronenrückstreudetektor (BSE) einer unverkippten Probe.
b) Beugungsmuster mit Qualitätsindizes der gerasterten Fläche.
c) Kristallrichtungsverteilung, die die Kristallrichtung parallel zur Probennormalen aufzeigt. Korngrenzen mit Fehlorientierung größer als 15° sind schwarz markiert.
d) (111) Polfigur des deformierten und rekristallisierten Teilgebiets der Probe. Sie zeigt, dass die Rekristallisierung die Kristallrichtung (111) parallel zur Probennormalen (Zentrum der Polfigur) stark unterstützt (mit freundlicher Genehmigung von I. Thomas).

Abbildung 3 zeigt das Gefüge eines teilweise rekristallisierten IF Stahls [6], aufgenommen durch COM und den Electron Channeling Contrast. In der Kristallorientierungsverteilung bezeichnen gleiche Farben gleiche Kristallrichtungen, die zur Probenormalen zeigen. Körner gleicher Orientierung (z.B. rekristallisierte Körner) erscheinen in gleicher Farbe, wohingegen Körner mit inneren Orientierungsgradienten in einem Farbgradienten resultieren. Somit können Kornform und Korngröße, rekristallisierte und nicht rekristallisierte Gebiete, Korngrenztypen und die lokale Textur (hervorgehoben in Form von Polfiguren und getrennt von deformierten und rekristallisierten Gebieten) leicht erkannt und voneinander quantifiziert werden.

Bei der Probenpräparation liegt ein besonderes Augenmerk auf einer verformungsfreien Schliifoberfläche, da die Verformung und die damit verbundenen tieferliegenden Verformungsschichten das Gefüge verfälschen. Eine verformungsfreie Präparation des Schliiffes kann über eine sehr schonende Abtragsweise erzielt werden, die mit einer Vibrationspoliermaschine (Abbildung 4) realisiert werden kann.

Die Probenpräparation verläuft sehr materialschonend, um artefaktfreie Schlitte herzustellen. Hierbei wird ein spezieller Mechanismus zur Schwingungserzeugung für einen optimalen Energieeintrag auf die Probe eingesetzt. In Kombination mit der für die Firma QATM typischen robusten Bauweise gewährleistet der innovative Schwingungsmotor einen geräuscharmen Betrieb.



Abbildung 4:
Vibrationspoliermaschine der
Firma ATM Qness GmbH:
„Qpol Vibro“.

Mit diesem Ansatz sind Verformungen an der Oberfläche und in den oberflächennahen Schichten bei adäquaten Geräteeinstellungen nahezu vollkommen auszuschließen. Der Materialabtrag wird durch Verwendung einer feinkörnigen Poliersuspension mit einem Poliertuch auf einer schwingungsfähigen Unterlage (Vibrationsteller) erzielt. Die zumeist beiläufige und stets hinderliche Generierung von Artefakten während der Probenpräparation wird dadurch unterdrückt und es können praktisch reale, unverfälschte Abbildungen des Gefüges aufgenommen und zur weiteren Analyse verwendet werden. Die Resultate einer solchen Analyse sind somit aussagekräftig, zuverlässig und reproduzierbar, was insbesondere der Interpretation der Analysedaten bei materialwissenschaftlichen Fragestellungen im Grenzbereich sehr zugute kommt.

Literaturverweise

- [1] Adams, B.L., Wright, S.I., Kunze, K.: Orientation imaging: the emergence of a new microscopy, Metall. Trans. 24A, 819–831 (1993).
- [2] Wilkinson, A.J., Meaden, G. & Dingley, D. J. (2006): High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity. Ultramicroscopy, 106, 307–320.
- [3] Winkelmann, A., Trager-Cowan, C., Sweeney, F., Day, A. P. & Parbrook, P. (2007): Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. Ultramicroscopy, 107, 414–421.
- [4] Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L. & Field, D. P. (2009): Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Springer, New York
- [5] Zaefferer, S., Habler, G.: Scanning electron microscopy and electron backscatter diffraction, in: Mineral reaction kinetics: microstructures, textures, chemical and isotopic signatures, EMU Notes in Mineralogy, 2016, in print.
- [6] Thomas, I., Zaefferer, S., Friedel, F., Raabe, D.: High resolution EBSD investigation of deformed and partially recrystallised IF steel, Adv. Eng. Mat. 5, 566 – 570 (2003).