

# Mikrotexturmessung am Max-Planck-Institut für Eisenforschung

*S. Zaefferer, D. Raabe*

*Max-Planck-Institut für Eisenforschung  
Max-Planck-Str. 1  
40237 Düsseldorf  
Germany*

*[www.mpie.de](http://www.mpie.de)*



**Keywords: texture, microtexture, EBSD, EBSP, SEM, orientation distribution**

**Stichworte: Textur, Mikrotextur, EBSD, EBSP, REM, Orientierungsverteilung**



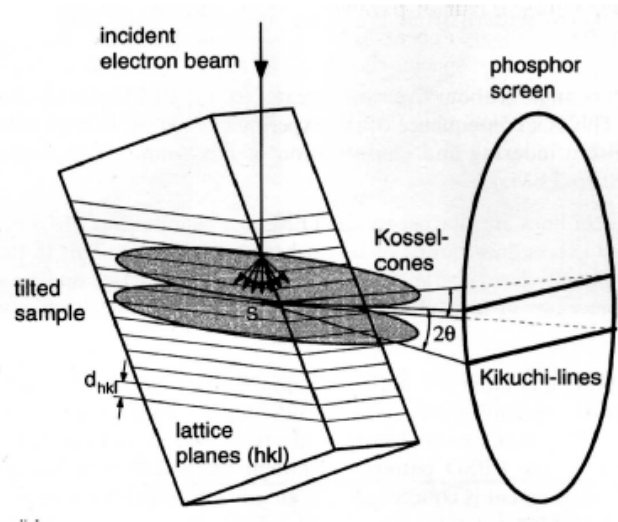
## Meßprinzip

Die Grundlage für das EBSD-Verfahren ist die Entstehung des Rückstreu-Kikuchidiagrammes im REM. Die einfallenden Primärelektronen werden auf die um 70° gekippte Probe fokussiert. Beim Eindringen in die Probe werden die Elektronen elastisch und inelastisch diffus gestreut und verlieren Energie, es entsteht die charakteristische "Streubirne". Einige der gestreuten Elektronen verlieren nur sehr wenig Energie ("low-loss"Elektronen). Sie werden nur einmal über einen großen Beugungswinkel gestreut und bilden eine virtuelle Quelle für Elektronen, die durch die Gitterebenen des Kristalls tunneln. Ein Teil dieser "low-loss"Elektronen der virtuellen Quelle wird auf dem Weg an die Probenoberfläche nach dem Bragg'schen Gesetz an den Gitterebenen gestreut. Diese Elektronen erzeugen auf einem direkt an der Probe positionierten Leuchtschirm einem Beugungsdiagramm. Der wesentliche Unterschied zwischen dem in TEM erzeugten Kikuchidiagramm und dem im REM gebildeten Rückstreu-Kikuchidiagramm liegt in ihrer Entstehung. Im TEM erzeugen die durch die Probe hindurchgehenden Elektronen die Kikuchibilder, im REM die Rückstreuelektronen.

Das Rückstreusignal stammt aus einer Tiefe von wenigen Nanometern, so daß stets die oberflächennahe Kristallorientierung ermittelt wird. Abb. 3.12 zeigt die schematische Darstellung des entstehenden Beugungsdiagrammes, das aus einem Hindergrund mit einem starken Kontrast und aus mittels der gnomonischen Projektion erzeugten Linien besteht. Die ausführlichen Beschreibungen befinden sich in den Arbeiten (Randle und Engler, 2000; Randle, 1993, 1992; Kunze et al., 1993).

Mit den bis vor kurzem üblichen REM mit Wolframkathode (Jeol JSM 840) und der Verwendung von "Silicon-Intensifier Target"(SIT)-Kameras mit Phosphorschirm kann man Meßgeschwindigkeiten von ca. 3 Bildern pro Sekunde und





**Abb. 3.12:** Schematische Darstellung der Entstehung von Kikuchipattern nach Randle und Engler (2000).

eine räumliche Auflösung der Orientierungsmessung von etwa 100 Nanometern erreichen. Unter räumlicher Auflösung versteht man in diesem Fall den kleinsten Abstand, unter dem zwei unterschiedlich orientierte Kristallite noch voneinander unterschieden werden können.

Abb. 3.13 zeigt den Unterschied zwischen konventionellen und neuen Feldemissionsmikroskopen. Ein REM mit einer thermischen Feldemissionskathode dagegen erzeugt einen Elektronenstrahl mit einer erheblich höheren Stromdichte und ermöglicht so eine Auflösung im Bereich von 10 bis 20 Nanometern. Der Nachteil einer Feldemissionsquelle ist, daß der Gesamtstrom im Primärstrahl relativ klein ist was zu relativ langen Belichtungszeiten auf der Kamera führt. Durch eine spezielle Kathodenkonstruktion wird bei dem neuesten Gerät mit Feldemissionsquelle der Firma Jeol (JSM 6500 F) eine 4-fach höhere Strahlintensität erreicht als bei anderen vergleichbaren Geräten. Dadurch verkürzt sich die Meßzeit, die notwendig ist um ein scharfes Beugungsbild zu erhalten erheblich. Alternativ erhält man bei gleicher Meßzeit ein schärferes Bild, das sich mit höherer Genauigkeit auswerten läßt. Verwendet man gleichzeitig statt einer SIT-Kamera eine digitale CCD Kamera mit hoher Auslesegeschwindigkeit (Kamera DigiView der

Firma TSL), so kann man gute Probenpräparation vorausgesetzt - mehr als 30 Beugungsbilder pro Sekunde auswerten und erreicht gleichzeitig die hohe Auflösung eines Feldemissionsgerätes. Mit dieser Gerätekombination lassen sich nun innerhalb von wenigen Stunden Hunderttausende von Punkten auf einer Probe ausmessen und damit große Bereiche mit sehr hoher Auflösung untersuchen, d.h. einer räumlichen Auslösung von 10 nm und einer Winkelauflösung 1°.

## JEOL JSM6500 F with Shottky-type field emitter



Resolution	Analytical condition 3.0nm (5nA, 15kV, WD10mm) High resolution condition 1.5nm (15kV), 5.0nm (1kV)
Magnification	x10 to x500,000
Probe current	a few pA to 200nA continuous, up to 20nA by the smallest aperture
Probe current detector	option
Accelerating voltage	0.5kV to 30kV, alignment automated
Electron gun	In-Lens Thermal FEG
Objective lens	Multi purpose conical lens
Specimen chamber	Multi purpose large chamber
Specimen exchange	One action mechanism, 150mm specimen, (200mm:option)
Specimen stage	X:70mm, Y:50mm, WD:3 to 41mm, Tilt:-5 to 70deg, Rotate:360deg
Optional stage	X:110mm, Y:80mm, WD:3 to 41mm, Tilt:-5 to 60deg, Rotate:360deg
Motor control	X, Y, Rotation (standard), WD, Tilt (option)
Digital image display	1,280 x 1,024 pixels for live image and stored image
Operation knobs	Provided
Operation system	Windows NT
Take off angle	35 deg at WD10mm for EDS and WDS

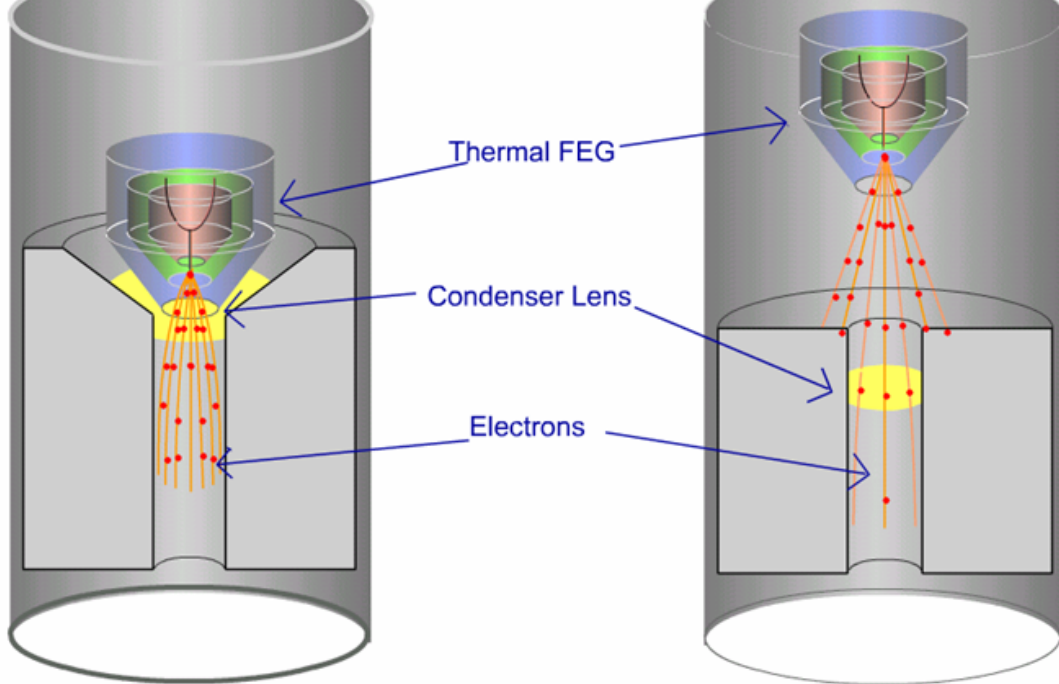


## High resolution high current FEG

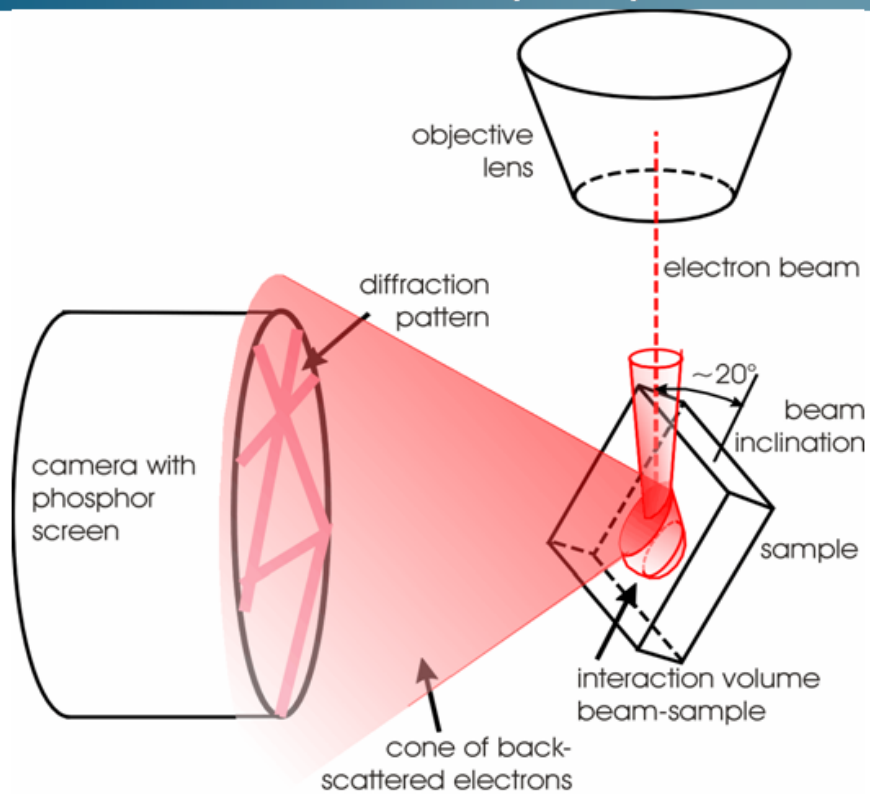


In Lens Thermal FEG for JSM-6500F

Conventional Thermal Gun and Lens



## Electron Backscatter Diffraction (EBSD)



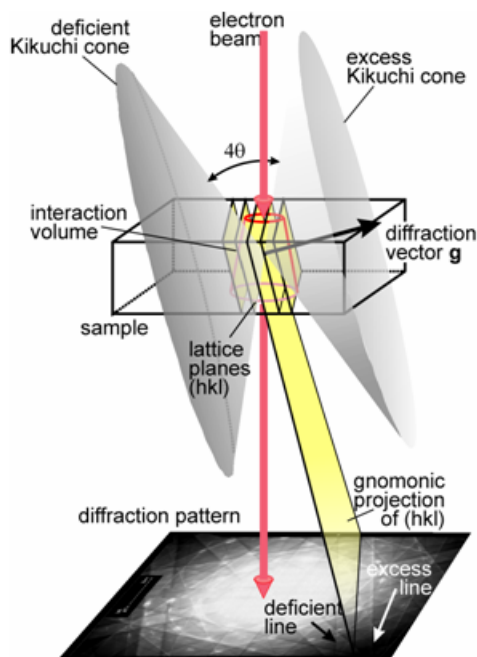


## Electron Backscatter Diffraction (EBSD)



- Application of EBSD in the FEGSEM JSM 6500F:
  - high spatial resolution (20 - 50 nm)
  - high measurement speed (> 30 /s)
  - high accuracy of orientation determination
  - good long-term stability
- EBSD system:
  - OIM 3.x of TSL
  - Camera: DigiView (TSL) digital CCD camera with up to 1200 x 1200 pixel and up to 30 (60) frames /s

## Beugungsverfahren im TEM



- Kikuchibeugung (Feinstrahlbeugung)
  - hohe räumliche Auflösung (< 10 nm)
  - hohe Winkelauflösung
  - große Übersicht über den reziproken Raum
  - Anwendung für Kippexperimente

