



V7 – Rasterelektronenmikroskopie und EBSD

Ort: Labor C60.U09 (Professur Analytik an Festkörperoberflächen)

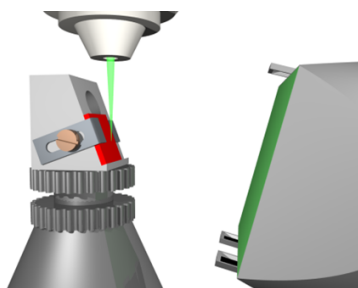
Betreuer: Dr. H. Schletter / D. Dentel

Rasterelektronenmikroskopie

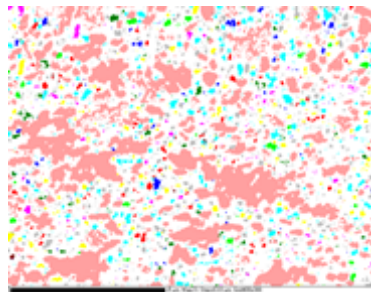
Rasterelektronenmikroskope (engl. scanning electron microscope – SEM) können eine Auflösung im Bereich weniger Nanometer erreichen, was um etwa 2 Größenordnungen besser ist als bei einem Lichtmikroskop. Dazu wird ein fein fokussierter Elektronenstrahl zeilenweise über die Probe geführt. Dabei werden aus der Probenoberfläche Elektronen unterschiedlicher Energie freigesetzt. Die Intensitäten dieser Sekundär- oder Rückstreuelektronen werden für jeden Rasterpunkt des Elektronenstrahls gemessen und als Helligkeitswert zu einer Mikroskopie-Aufnahme zusammengesetzt. Daneben steht in einem SEM eine Vielzahl weiterer Signale zur Verfügung, die aus der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe resultieren und folglich verschiedene Informationen über die Probe enthalten. Die Auswertung dieser Signale wird unter dem Begriff der analytischen Rasterelektronenmikroskopie zusammengefasst.

Rückstreu-Elektronenbeugung – EBSD

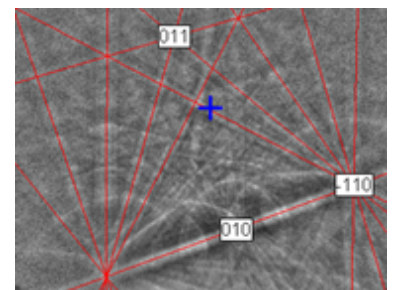
Im vorliegenden Praktikumsversuch wird die Methode der Rückstreu-Elektronenbeugung (engl. electron backscatter diffraction – EBSD) verwendet, um Kristallinformationen des Probenmaterials zu erhalten. Hierfür wird dicht vor der Probe ein ortsauflösender Elektronendetektor positioniert. Die Beugungsbilder, die auf diesem Schirm entstehen, setzen sich zusammen aus sogenannten Kikuchilinien und tragen Informationen über Kristallstruktur und -orientierung der Probe im jeweiligen Rasterpunkt. Aus diesen Daten können sowohl statistische Auswertungen möglicher Verzugsorientierungen ermittelt werden als auch orts aufgelöste Karten der Kristallorientierungen erstellt werden.



(a) Anordnung von Probe (rot) und EBSD-Detektor (grün) im SEM



(b) Karte der Kristallorientierungen in einer polykristallinen Mn₄Si₇-Probe



(c) Rückstreu-Beugungsmuster mit Indizierung der Kikuchilinien



- ▶ Bilden Sie die Oberfläche einer polykristallinen Probe im SEM ab. Testen Sie dabei verschiedene Detektoren und Mikroskopeinstellungen um ein möglichst kontrastreiches Bild mit hoher Auflösung zu erzielen.
- ▶ Untersuchen Sie die Kristallstruktur und -orientierung dieser Probe mittels EBSD.

Ein detailliertes Arbeitsprogramm für diesen Versuch befindet sich am Ende dieser Anleitung.

Rasterelektronenmikroskop, Sekundär- & Rückstreuelektronen, Astigmatismus, Kristallstrukturen, Beugung am Kristallgitter, Rückstreu-Elektronenbeugung (EBSD), Polfiguren

Folgende Literatur ist über die Universitätsbibliothek verfügbar:

- [1] Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Joseph R. Michael, Nicholas W.M. Ritchie, John Henry J. Scott, David C. Joy: Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, 2018;
<https://link.springer.com/book/10.1007%2F978-1-4939-6676-9>
- [2] Anwar Ul-Hamid, A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy,
<https://link.springer.com/book/10.1007%2F978-3-319-98482-7>
- [3] Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, David P. Field, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, 2009, <https://link.springer.com/book/10.1007%2F978-0-387-88136-2>
- [4] Gert Nolze, Ralf Hielscher, Aimo Winkelmann: Electron backscatter diffraction beyond the mainstream, Cryst. Res. Technol. 52, No. 1, 1600252 (2017) / DOI 10.1002/crat.201600252
<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/crat.201600252>
- [5] Dejan Stojakovic: Electron backscatter diffraction in materials characterization, Processing and Application of Ceramics 2012 Volume 6, Issue 1, Pages: 1-13; <https://doi.org/10.2298/PAC1201001S>

Sowie jede weitere Literatur zu den Schlagwörtern (Raster-) Elektronenmikroskopie und EBSD

Außerdem erhalten Sie vom Betreuer vorab (oder spätestens am ersten Versuchstag) einen Auszug aus dem Handbuch der EBSD-Software.



Das Versuchsprogramm umfasst die Bereiche Probenvorbereitung, Abbildung im SEM und EBSD. Die einzelnen Untersuchungen gliedern sich nach folgendem Schema:

0. Allgemeine Arbeiten

- ▶ Probenvorbereitung
 - ▶ Reinigung der Proben
 - ▶ Fixierung der Proben auf geeigneten Probenhaltern (für EBSD: Probenhalter mit 70° Neigung)
 - ▶ Einschleusen der Proben ins SEM
- ▶ Starten des SEM
- ▶ Nach Ende der Messungen: Probenausbau, gegebenenfalls SEM herunterfahren

1. Schwerpunkt: elektronenmikroskopische Abbildung

- ▶ Auswahl von mindestens 2 geeigneten Probenausschnitten
- ▶ Einstellung von Fokus und Astigmatismus-Korrektur
- ▶ Optimierung des Bildkontrasts (u.a. mittels Rasterzeit und Aufnahmemodus)
- ▶ Nutzung verschiedener Detektoren für Sekundär- und Rückstreuelektronen (z.B. Everhart-Thornley-Detektor, dedizierter Rückstredetektor) und Vergleich der entstehenden Aufnahmen (für identische Probenausschnitte).
- ▶ Speicherung von Bildern der gewählten Probenausschnitte in unterschiedlichen Vergrößerungen

2. Schwerpunkt: EBSD-Messung

- ▶ Auswahl einer relevanten Probenstelle bei geeigneter Vergrößerung (ca. 10.000-fach).
- ▶ Abbildung dieser Probenstelle unter Einbeziehung der Kipp-Korrektur
- ▶ Einrichten des EBSD-Detektors
- ▶ Aufnahme von Kikuchi-Beugungsbildern verschiedener Probenpunkte
- ▶ EBSD-Mapping des Probenbereichs (ca. 400 × 300 Pixel, Schrittweite 0,05 µm)
 - ▶ Mapping läuft über Nacht (Dauer ca. 5 Stunden)
 - ▶ Auswertung erfolgt am nächsten Versuchstag

3. Schwerpunkt: EBSD-Auswertung

- ▶ Erstellung von Kartendarstellungen und Polfiguren basierend auf den Messdaten.
- ▶ Auswahl und Erstellung der verschiedenen Darstellungen erfolgen weitgehend selbstständig mit Hilfe des Software-Handbuchs. Die Auswertung soll insbesondere Antworten auf folgende Fragen liefern:
 - ▶ Welche Stoffe / Kristallstrukturen wurden gefunden und wie sind diese verteilt?
 - ▶ In welcher Größenordnung liegen die Kristallitgrößen?
 - ▶ Existieren Vorzugsorientierung der Kristallite in der Schicht? Wie können diese charakterisiert werden?

Die durchzuführenden Arbeiten hängen auch von der Probenauswahl ab, die für die verschiedenen Praktikumsgruppen unterschiedlich sein kann. Die einzelnen Arbeiten können auch an verschiedenen Proben durchgeführt werden. Die konkrete Festlegung erfolgt am Versuchstag durch den Betreuer. Die Bedienung des Mikroskops und des EBSD-Systems wird Ihnen vor Ort vom Betreuer erläutert. Die einzelnen Messungen erfolgen dann weitgehend eigenständig.