

Röntgenbeugung & Rasterelektronenmikroskopie

Röntgenbeugung (XRD):

Kristallphasenbestimmung, Textur, Spannungsmessung

Rasterelektronenmikroskopie (REM / SEM mit EDX & EBSD):

Oberflächenmorphologie, Gefügestruktur, Mikrotextur
charakt. Röntgenstrahlung – Elementzusammensetzung

Dr. rer. nat. Martin Balden

Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, EURATOM Association, D-85748 Garching, Germany

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Kurzfassung: REM

Was ist REM (Rasterelektronenmikroskopie)?

fokussierter Elektronen Strahl (PE) über Probe rastern (positionieren)

→ Wechselwirkung der Elektronen mit der Probe

→ Detektieren der Antwort der Probe:

- **SE** Sekundär Elektronen
- **RE** Rückstreu Elektronen (teilweise gebeugt)
- **XR** Charakteristische Röntgenstrahlung
- **AE** Augerelektronen
- **PI** Probenstrom
- **KL** Kathodolumineszenz

.....

2-dimensionale Darstellung mit hoher lateraler Auflösung

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Was ist Röntgenbeugung (X-ray diffraction; XRD)?

Beugung von Röntgenstrahlung am **periodischen Kristallgitter**

Analog zur Beugung von Licht am Spaltgitter

(allg.: Beugung elektromagnetischer Wellen)

→ Beugungsbild (Diffraction pattern, diffraction spectrum)

→ **charakteristisch für Kristallstruktur**

(Symmetrie, Gitterkonstante & Einheitszelle)

Röntgenbeugung

Röntgenbeugung



Was wird alles benötigt für das Verständnis der Röntgenbeugung?

- Grundwissen über Kristallstruktur (einfache Grundlagen)
- Physikalisches Verständnis der Röntgenstrahlung und deren Wechselwirkung mit Materie
- Beugungsbedingung
- Aufbau und Komponenten eines Röntgen-Diffraktometers
- Messmethoden und Beispiele

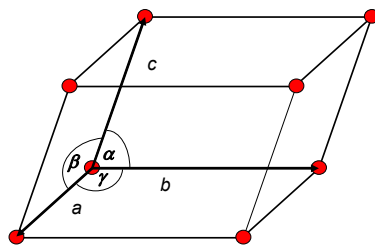
Offene Themen

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

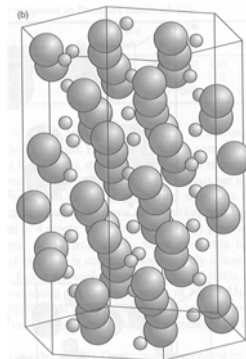
Kristallstruktur



- Kristalline Materie ist aufgebaut aus periodisch angeordneten Atomen oder komplizierten Baugruppen.
- Gitterparameter: a , b , c , α , β , γ und Elementarzelle (höchste Symmetrie)



7 Kristallsysteme
14 Translationsgitter (Bravais-Gitter)
32 Kristallklasse (Punktsymmetrie)
230 Raumgruppe



Hexagonale Elementarzelle von α - Al_2O_3

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

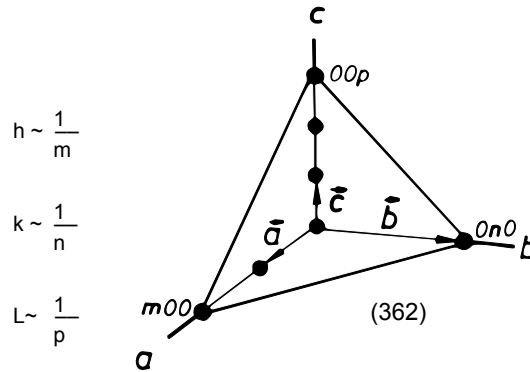
Kristallstruktur



- Richtungen und Abstände beschreiben Ebenen (Ebenenschar)
- Konzept: Millersche Indizes

Millersche Indizes sind definiert als

kleinste ganzzahlige Vielfache der reziproken Achsenabschnitte.



Gitterebenenabstand für **kubische** Gitter:
 $d_{hkl} = a / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$

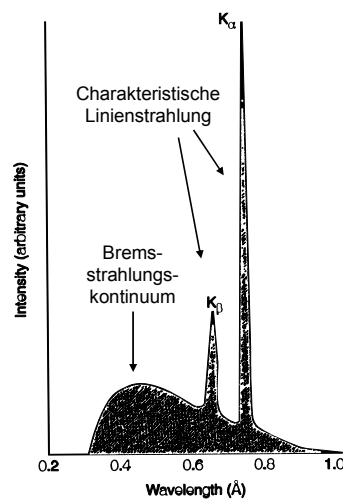
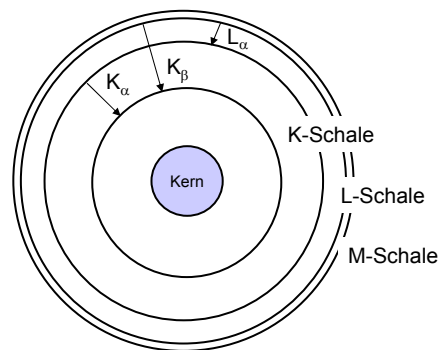
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Röntgenstrahlung: Erzeugung



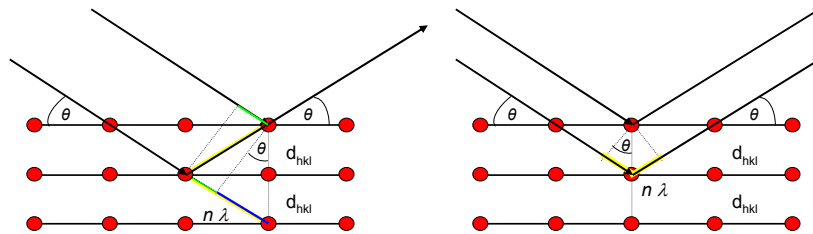
- Richtungs- bzw. Geschwindigkeitsänderung von bewegten Elektronen (Bremsstrahlung, Synchrotronstrahlung)
- Charakteristische Röntgenstrahlung

- $\lambda = hc/E$



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

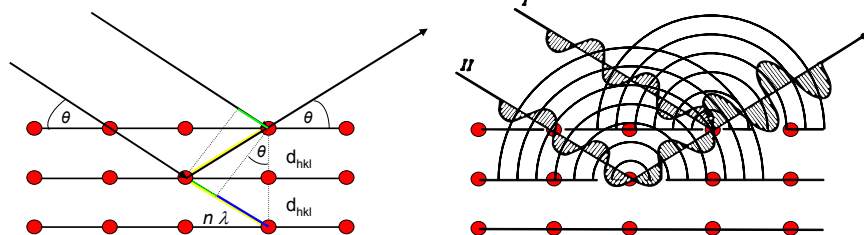
Beugung: Braggsche Gleichung



$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

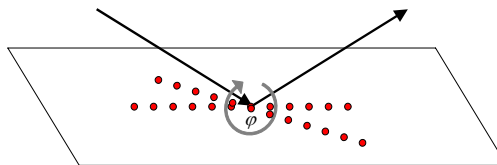
Beugung: Braggsche Gleichung



$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

notwendige Bedingung
für konstruktive Interferenz
eigentlich 3 D Problem

- ↳ nur bei ausgezeichnetem Azimut φ
- ↳ Konzept: Reziprokes Gitter



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

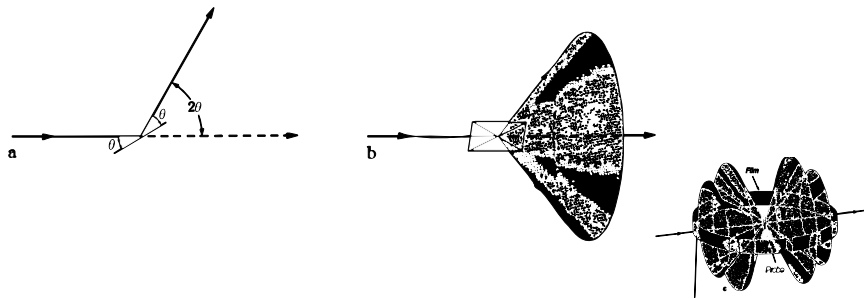
Beugung: Braggsche Gleichung



Monochromatische Röntgenstrahlung:

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

- Einkristall: für einzelne θ und φ Beugungsreflexe (Symmetrie)
 - ↳ Kristallorientierung (weißes Röntgenlicht: Laue-Methode)
- Ideales Pulver: für einige θ und unabhängig von φ Beugungsmaxima
 - ↳ Debye-Scherrer-Verfahren

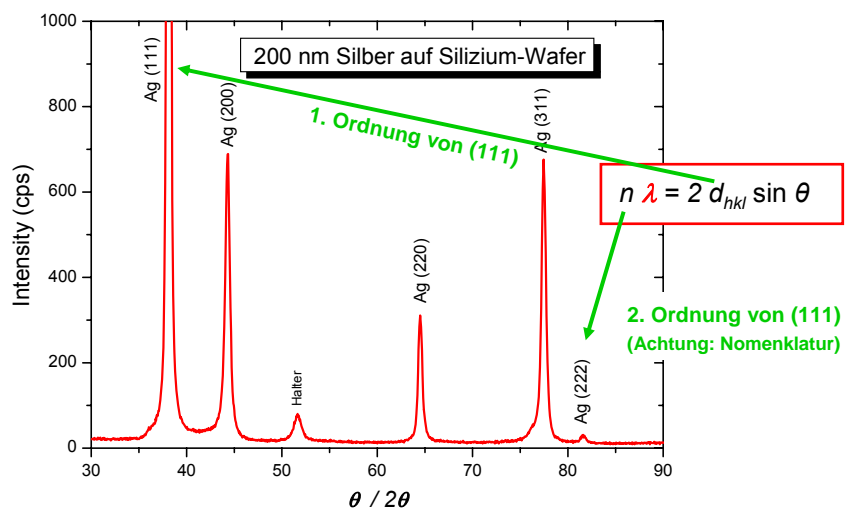


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beugung: Braggsche Gleichung

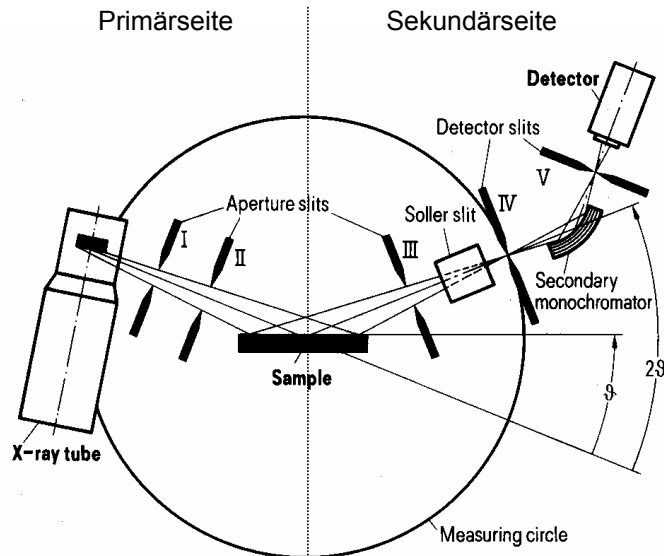


Winkelauflösung: monochromatisch, Strahldivergenz ?



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Diffraktometer: Aufbau



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Diffraktometer: Komponenten



Röntgenröhre

- flächiger Elektronenbeschuss von Anode: z.B. Cu, Mo
 - ↳ z.B. 12 x 4 mm²
- flacher Abnahmewinkel; ~6° (Kompromiss: Intensität zu Divergenz)
 - ↳ Blickwinkel: Punkt oder Strichfokus

Monoenergetischer Röntgenstrahl

- Filter, Kristallmonochromatoren (channel-cut), Multilayer-Spiegel

Stahlformung

- Loch- und Schlitzblenden, Kollimatoren, Sollerblöcke

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Diffraktometer: Komponenten



Detektor

- Halbleiterdetektor (Solid-state-detector)
- Szintillations-Detektor
- Flächenzähler

Goniometer

- Ω Proben- oder Röhrenkreis
 - 2θ Detektorkreis
 - χ Kippwinkel
 - φ Azimutdrehung
 - x-y-z Translationsbewegung
- } 7 Achsen

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Diffraktometer: Messmethoden



$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

Phasenanalyse

$\theta/2\theta$

- Reflexexposition

qualitativ: Vergleich mit **Datenbank**

quantitativ: gutes Pulver, Referenz für Intensitäten

Textur

χ, φ

- **Intensität**

für mehrere Bragg-Reflexe

Orientierungsverteilung der Körner

Vorzugsrichtung

Stress

$\chi, \varphi, \theta/2\theta$

- Peak**verschiebung** ($\sim 0.1-1^\circ$) Makrostress
- Peak**verbreiterung**, $\tan \theta$ Mikrostress

Kristallitgröße

$\theta/2\theta$

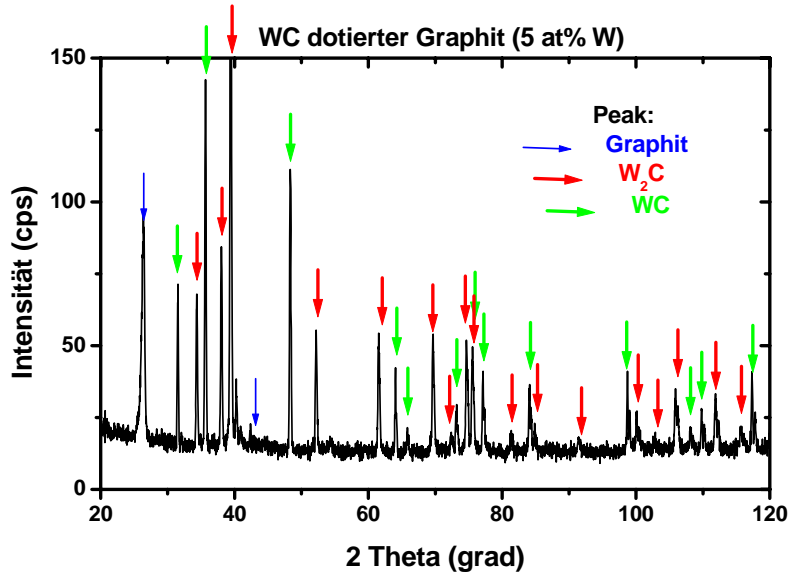
- Peak**verbreiterung**, $1/\cos \theta$

Streifender Einfall (GID): dünne Schichten (insbes. leichte Elemente)

Multilayer-Monochromator (unterdrückt K_β -Strahlung)

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beispiel: Phasenanalyse

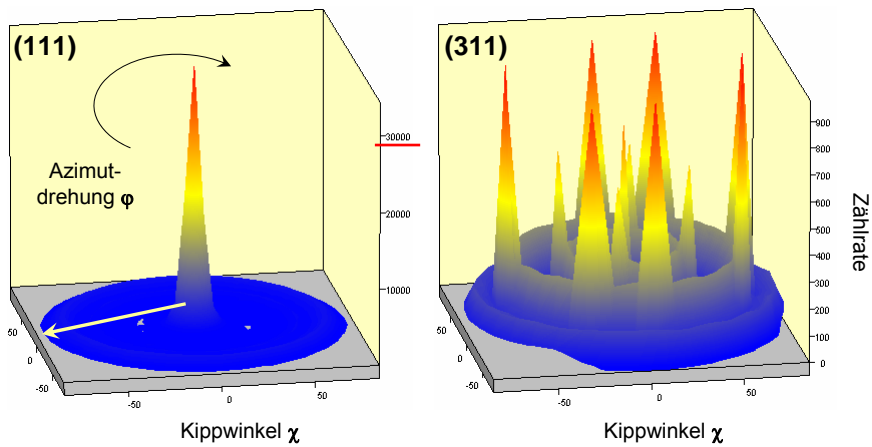


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beispiel: Texturanalyse von 200 nm Ag auf Si



Winkel Quelle – Probe – Detektor: gegeben durch Bragg-Bedingung
 Ω θ



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Offene Themen



Position der Beugungsreflex (bisher)

↳ Größe und Symmetrie der Einheitszelle

Reflexintensität

↳ Art und Position der Atome innerhalb der Einheitszelle

↳ Strukturanalyse (Kristallphasen)

Winkelauflösung (Divergenz & Energieauflösung & Justage)

Konzept: Reziprokes Gitter

Synchrotron (sehr hohe Leuchtstärke der Quelle!)

Reflektometrie, Röntgen-Absorptions-Spektrometrie, Laue-Methode

...

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Teil 2: Rasterelektronenmikroskopie



Rasterelektronenmikroskopie

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Kurzfassung: REM



Was ist REM (Rasterelektronenmikroskopie)?

fokussierter Elektronen Strahl (PE) über Probe rastern (positionieren)

→ Wechselwirkung der Elektronen mit der Probe

→ Detektieren der Antwort der Probe:

- **SE** Sekundär Elektronen
- **RE** Rückstreu Elektronen (teilweise gebeugt)
- **XR** Charakteristische Röntgenstrahlung
- **AE** Augerelektronen
- **PI** Probenstrom
- **KL** Kathodolumineszenz

.....

2-dimensionale Darstellung mit hoher lateraler Auflösung

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Inhalt: REM



Prinzip der Bilderzeugung

Aufbau eines REM

Wechselwirkung der PE mit der Probenmaterie

Signale und Kontraste im REM

Detektoren

Röntgenspektroskopie (EDX, Mikrobereichsanalyse)

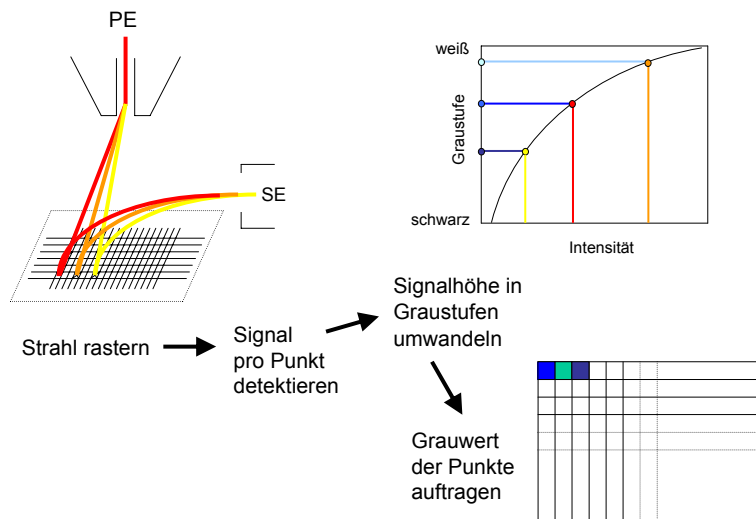
Parameter des REMs

Rückstreuerelektronenbeugung (EBSD)

Beispiele

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Prinzip der Bilderzeugung im REM

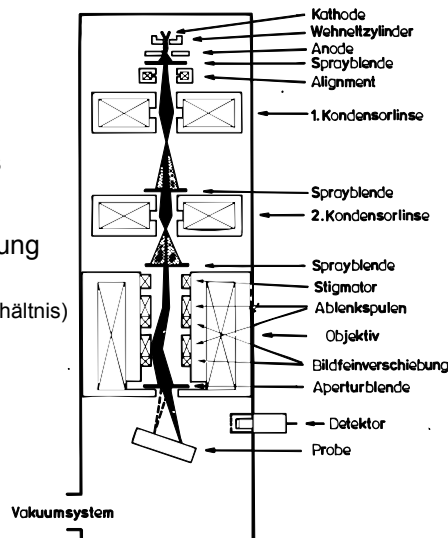


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Aufbau REM



- Vakuumsystem (frei Weglänge)
- Erzeugung (Glüh-, Feldemission), Formung, Fokussierung & Rastern des Elektronenstrahls
- **Detektoren** (Anordnung)
- Signalverarbeitung & -darstellung (Photo/Digital, Bildspeicher, Kontrast/Helligkeit, Signal-Rauschverhältnis)
- Probenmanipulation (Tisch, Kammer, Geometrie)
- Probenanforderungen (Größe, elektr. Leitfähigkeit, Vakuumtauglichkeit)



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Wechselwirkung zw. E-Strahl und Probe



elastische und inelastische Streuung:

Coulombwechselwirkung mit Atomkern (quasi elastisch, <1 eV)

→ Ablenkung (abh. Elektronenenergie) → Mehrfachstreuung → **RE**

Abbremsung der PE im Coulombfeld der Kerne: Bremsstrahlung

Herausschlagen von Elektronen / Anregen des Elektronensystems

äußere Schale: <50 eV: **SE, KL**

innere Schale: Bindungsenergie + kinetische Energie:

Auffüllen → **charakt. Röntgenstrahlung, Augerelektronen, SE, KL**

Anregungen von Gitterschwingungen (inelastisch)

→ Erwärmung (Schädigung der Probe)

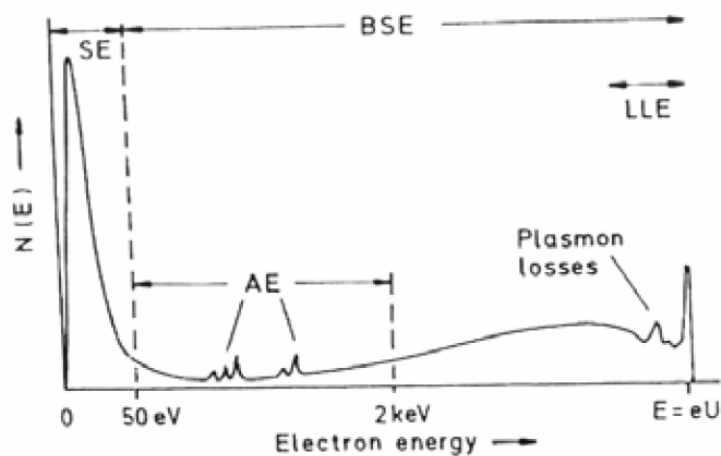
Absorption (Probenstrom / Aufladung)

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Wechselwirkung zw. E-Strahl und Probe



Energieverteilung der aus der Probe kommenden Elektronen (schematisch)



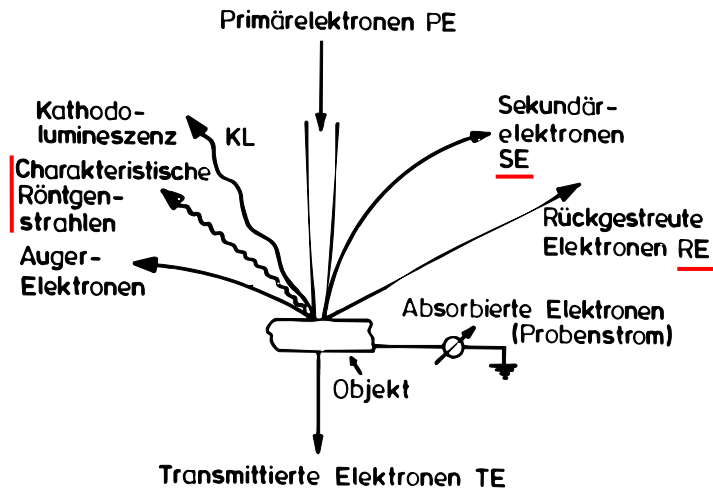
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Wechselwirkung zw. E-Strahl und Probe



Analyse

Abbildung



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Wechselwirkung zw. E-Strahl und Probe



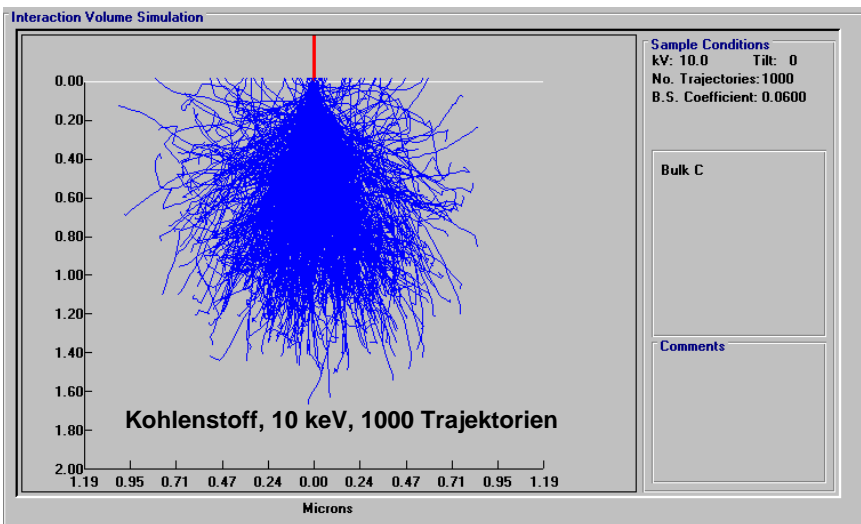
Wechselwirkungsvolumen

elastische und inelastische Streuung: Richtungsänderung
(wie Diffusion)

- lateral größer als Auftreffpunkt der PE
- Eindringtiefe (Reichweite), Austrittstiefe
- Parameter: Primärenergie (E_{PE}), Ordnungszahl Z

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

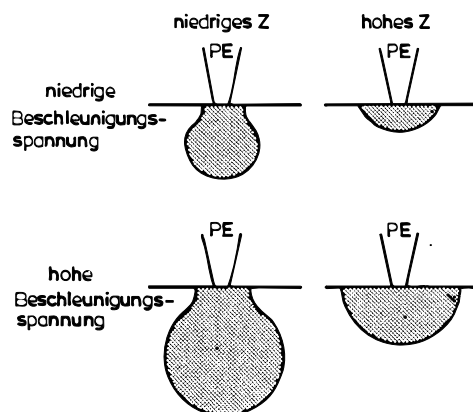
Wechselwirkungsvolumen



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

WW-Volumen

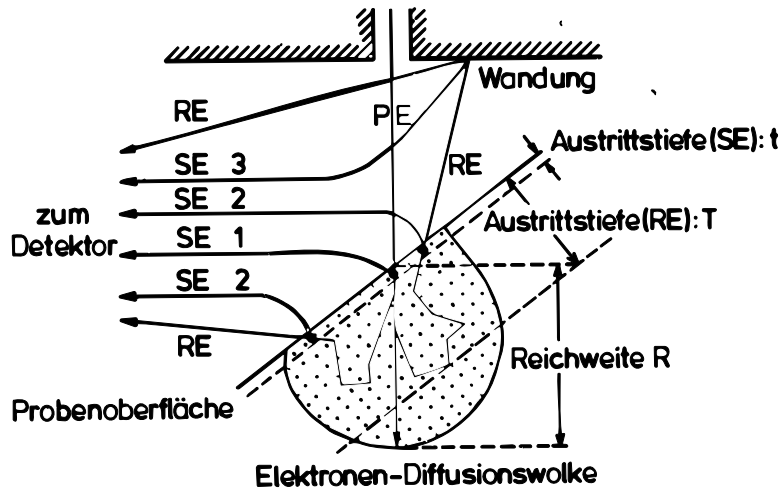
Bereich der Elektronenstreuung



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Wechselwirkung zw. E-Strahl und Probe

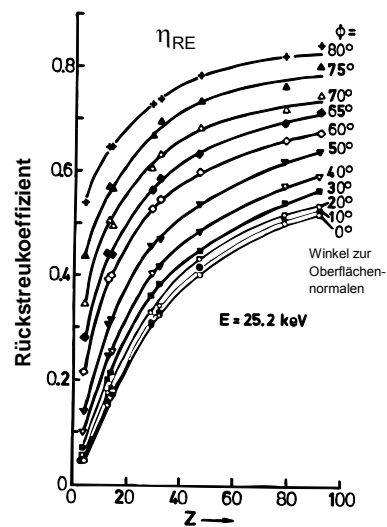
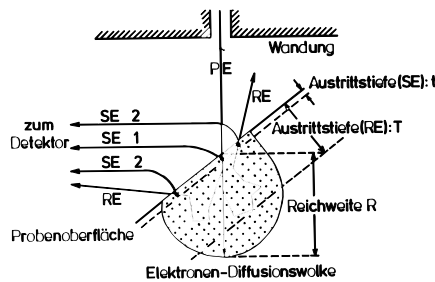
WW-Volumen & Signale



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Signale: Rückstreuerelektronen RE

- RE-Ausbeute η (Rückstreuoeffizient)
 - abhängig von Z
 - quasi unabhängig von E_{PE}
- Austrittstiefe (WW-Volumen)
- Auflösung (WW-Volumen)
- Richtung (Oberflächenneigung)



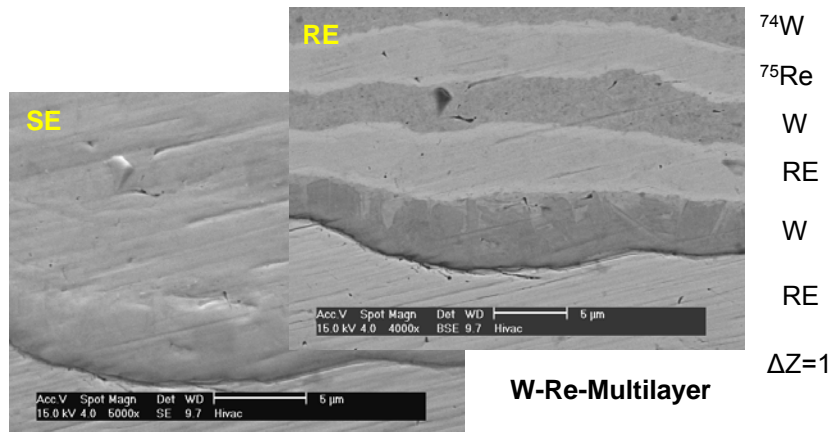
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Kontraste: Rückstreuelektronen RE



- Materialkontrast:

Z-Abhängigkeit der RE-Ausbeute



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Kontraste: Rückstreuelektronen RE



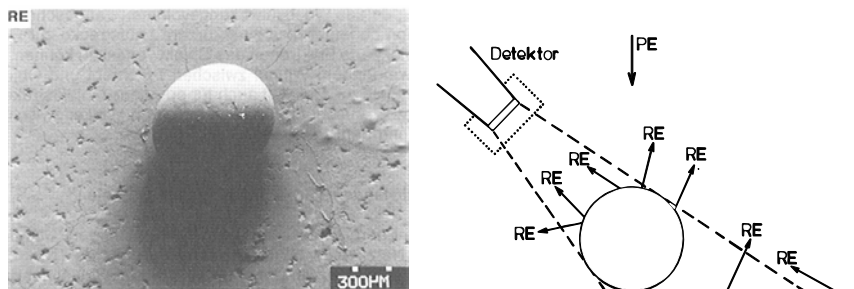
- Materialkontrast:

Z-Abhängigkeit der RE-Ausbeute

- Topographiekontrast:

Geradlinige Ausbreitung der RE außerhalb der Probe

→ Detektorposition, Abschattung

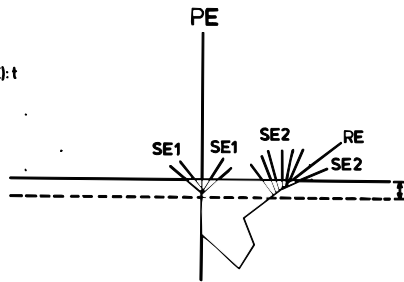
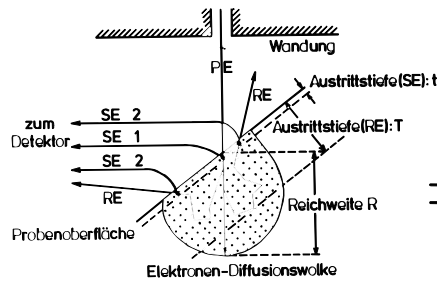
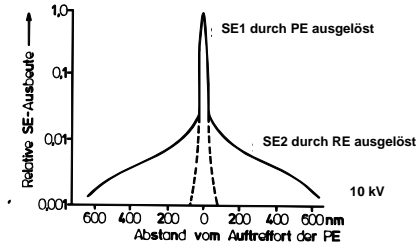


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Signale: Sekundärelektronen SE



- Austrittstiefe (Mean-free path)
nahe Oberfläche (<50 nm)
- Auflösung
dominierte durch SE1
↳ Strahldurchmesser



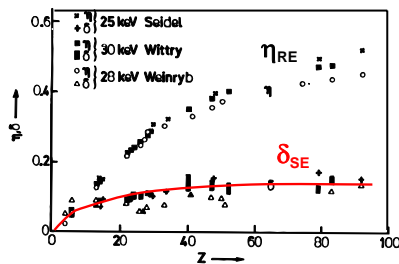
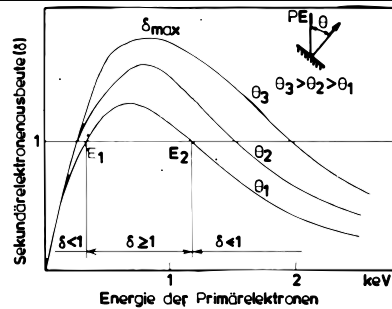
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Signale: Sekundärelektronen SE



- Austrittstiefe (Mean-free path)
nahe Oberfläche (<50 nm)
- Auflösung
dominierte durch SE1
↳ Strahldurchmesser
- SE-Ausbeute δ :

- E_{PE} -Abhängigkeit
- quasi Z -Unabhängigkeit
- Kippwinkel-Abhängigkeit
- Kanteneffekt
- ↳ Anschneiden des WW-Volumens

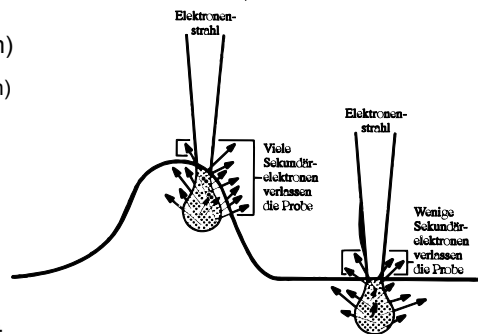


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Signale: Sekundärelektronen SE



- Austrittstiefe (Mean-free path)
nahe Oberfläche (<50 nm)
- Auflösung
dominierte durch SE1
↳ Strahldurchmesser
- SE-Ausbeute δ :
 E_{PE} -Abhängigkeit
quasi Z -Unabhängigkeit
Kippwinkel-Abhängigkeit
Kanteneffekt
↳ Anschneiden des
WW-Volumens

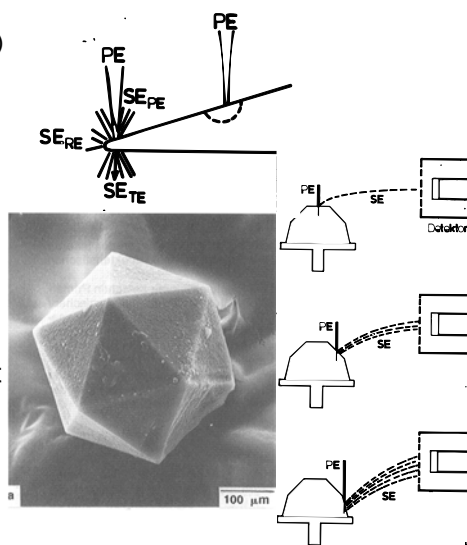


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Signale: Sekundärelektronen SE



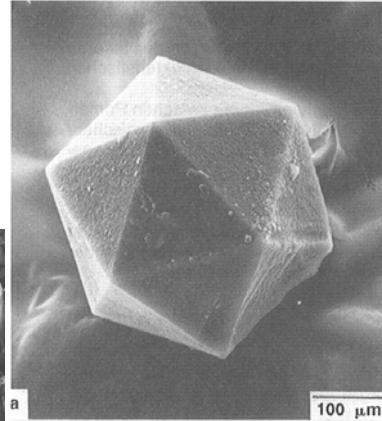
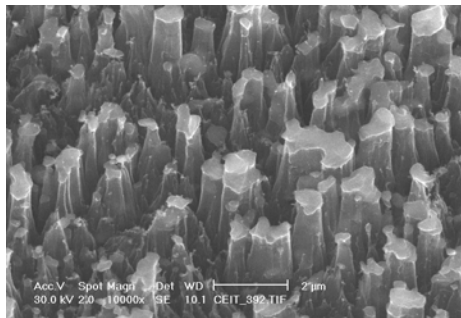
- Austrittstiefe (Mean-free path)
nahe Oberfläche
- Auflösung
dominierte durch SE1
↳ Strahldurchmesser
- SE-Ausbeute δ :
 E_{PE} -Abhängigkeit
quasi Z -Unabhängigkeit
Kippwinkel-Abhängigkeit
Kanteneffekt
↳ Anschneiden des
WW-Volumens



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Kontraste: Sekundärelektronen SE

- Topographiekontrast:
Kanteneffekt der SE-Ausbeute
→ Plastizität der REM-Bilder

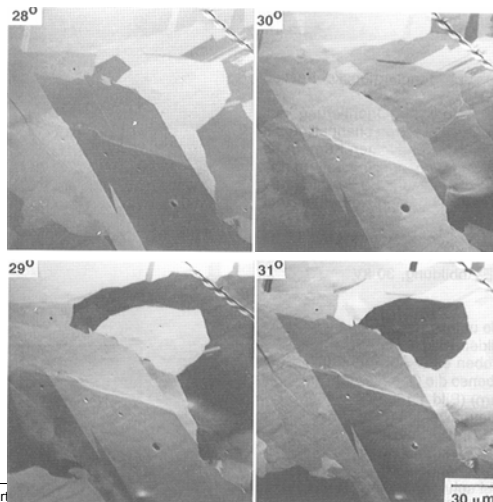
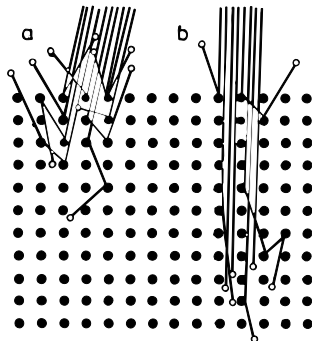


Materialkontrast:
indirekt über RE in SE2

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

weitere Kontraste

- **Kristallorientierungskontrast** (Channeling)
RE-Ausbeute abhängig von Kristallorientierung



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

weitere Kontraste



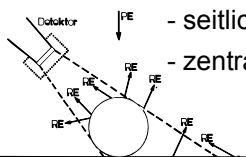
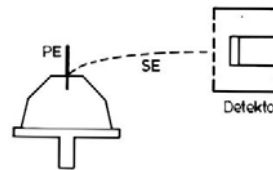
- Kristallorientierungskontrast (Channeling)
RE-Ausbeute von Kristallorientierung
manchmal sichtbar in SE-Bildern über SE2 (generiert durch RE)
→ hohe Anforderung an Probe (Deformation / Kontamination)
- Materialkontrast in SE-Bildern
über SE2 (generiert durch RE)
- Elementkontrast (analytisch, EDX-map)
- Potentialkontrast & Magnetokontrast
Elektrische Felder über Proben ändern SE-Ausbeute
Magnetfelder ändern SE- bzw. RE-Ausbeute
- Kathodolumineszenz
- ...

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

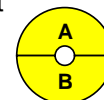
Detektoren



- **SE:** Abgesaugt mit 50-200 V
(nach beschleunigt auf einige keV)
hohe Signale (Bildqualität)
Detektor zugewandte Seite heller
→ „Beleuchtung“ aus Detektorrichtung
geringe Anforderung an Position des Detektors
- **RE:** geradlinige Ausbreitung
Detektorfläche (Raumwinkel) entscheidet über Signalhöhe
Position des RE-Detektors: Einfluss auf darstellbare Kontraste



Halbleiterdetektor



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Detektoren



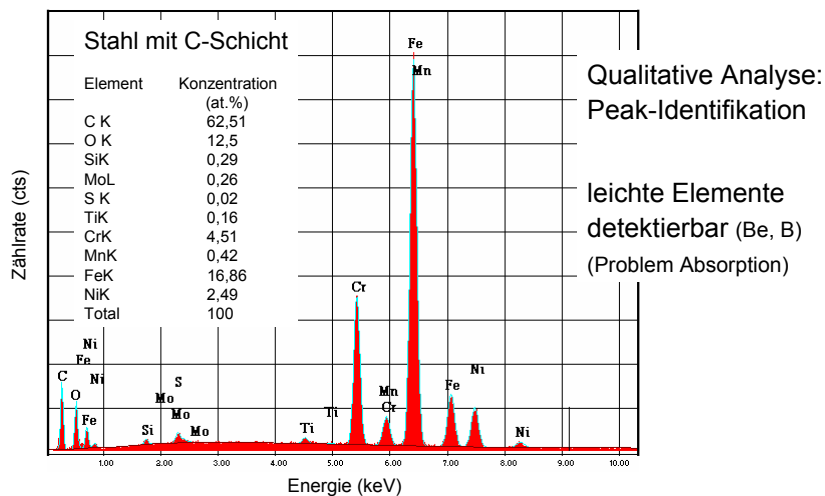
- Szintillator – Photomultiplier – Detektor
(Everhart-Thornley-Detektor, Robinson-Detektor)
- Halbleiterdetektor (segmentiert) (sensitiv bis Strahlströme von 10^{-9} – 10^{-11} A)
- Mircochannel-Plate-Detektor (Verstärkung bis zu 10^7)
- Röntgenspektrometer (wd-Position fix)
 - Kristallspektrometer (Röntgenbeugung, sequenziell, kleine Zählrate, 10 eV)
(WDX = Wavelength dispersive X-ray spectroscopy)
 - Halbleiterdetektor (Pulshöhenanalyse, hohe Zählrate, 130 eV)
(EDX = Energy dispersive X-ray spectroscopy)
- ...

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Röntgenspektroskopie



- charakteristische Röntgenlinien der Atome



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Röntgenspektroskopie

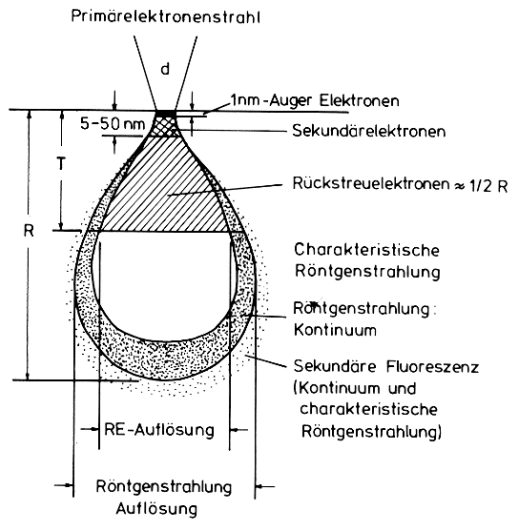


- charakteristische Röntgenlinien der Atome

- WW-Volumen:
Z-Abhängigkeit
Absorption
Fluoreszenz

quantitative Analyse:
↳ schwierig

Voraussetzung:
flach & homogen



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

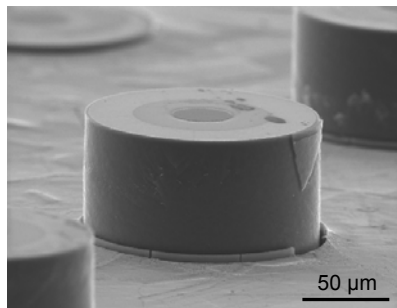
Elementverteilungsbild



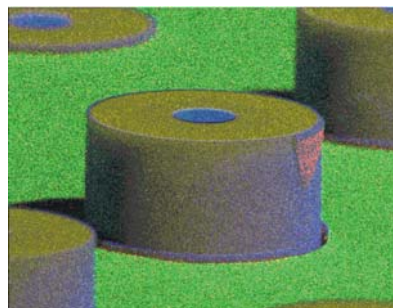
- SiC-Faser mit Ti-Beschichtung in Cu-Matrix

↳ 2-dimensionale Darstellung der Elementverteilung

SE-Bild



EDX - Bild



■ C ■ Cu ■ Si ■ Ti

(Achtung: Schattenwurf abhängig von Detektorposition)

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Strahlstrom



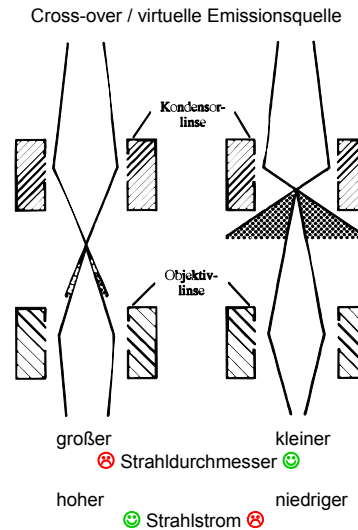
Strahlstrom \leftrightarrow Strahldurchmesser



Signal-Rausch-Verhältnis ($>10^{-12}$ A)
(Kontrast, Rastergeschwindigkeit)

Strahldurchmesser

- Durchmesser Emissionsquelle
(Cross-over / virtuelle Quelle)
- Linsenfehler
- Mechanische Vibrationen
- Elektromagnetische Streufelder
- ...



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

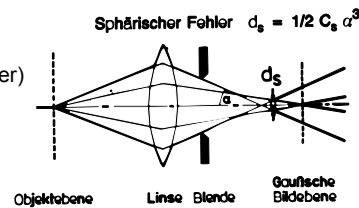
Parameter des REMs: Linsenfehler



Linsenfehler

- Sphärische Aberration (Öffnungsfehler)

$$d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3 \quad (\alpha \text{ Apertur}) \quad (C_s \sim wd)$$



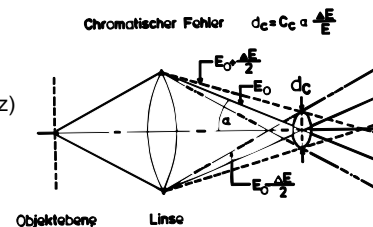
- Chromatischer Fehler

$$d_c = C_c \Delta E / E_{PE} \alpha \quad (C_c \sim wd)$$

- Axialer Astigmatismus

$$d_A = \Delta f_A \alpha \quad (\Delta f_A \text{ Brennweitendifferenz})$$

\rightarrow Korrektur (x-y-Stigmator)



- Beugungsfehler

$$d_B = 1,22 \lambda / \alpha \quad (\lambda \text{ Elektronen-Wellenlänge})$$

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Linsenfehler



Linsenfehler

- Sphärische Abberation (Öffnungsfehler)

$$d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3 \quad (\alpha \text{ Apertur}) \quad (C_s \sim wd)$$

- Chromatischer Fehler

$$d_c = C_c \Delta E / E_{PE} \alpha \quad (C_c \sim wd)$$

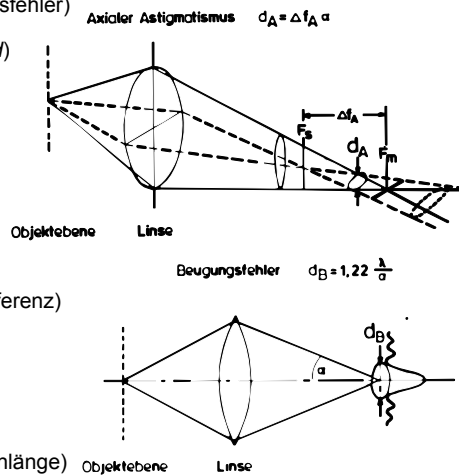
- Axialer Astigmatismus

$$d_A = \Delta f_A \alpha \quad (\Delta f_A \text{ Brennweitendifferenz})$$

↳ Korrektur (x-y-Stigmator)

- Beugungsfehler

$$d_B = 1,22 \lambda / \alpha \quad (\lambda \text{ Elektronen-Wellenlänge})$$



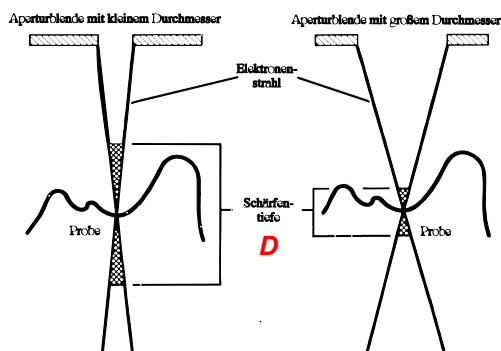
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Auflösung, Schärfentiefe



Parameter:

- Strahldurchmesser (d)
- Aperturblende (a)
(Strahlstrom)
- Energie der PE (E_{PE})
- Arbeitsabstand (wd)
(Linsenfehler, Geometrie, min. Vergrößerung)
- Vergrößerung (M)



Kenngroße:

- Auflösung: τ (d, a, E_{PE}, wd)

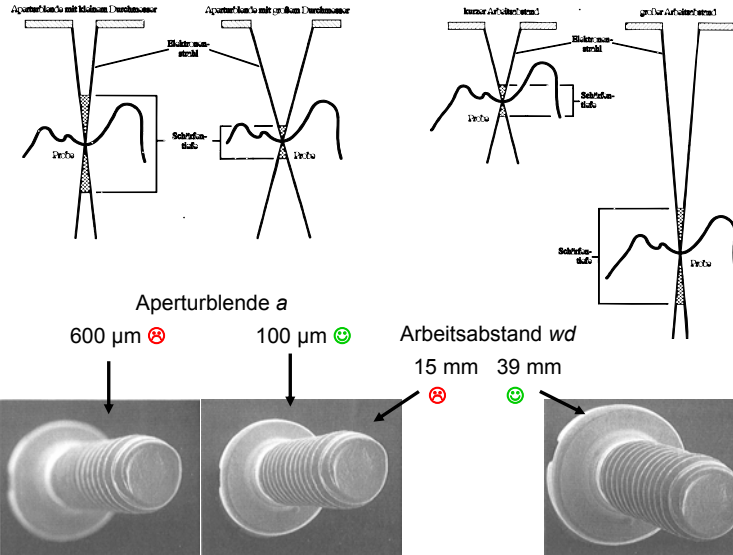
- Schärfentiefe: $D = (r / M - d) / \alpha$

$$\tau / D = \tan \alpha / 2 \quad \approx 0,1 \text{ mm Auflösungsgrenze des Auges}$$

$$\tan \alpha / 2 = a / 2 / wd + x$$

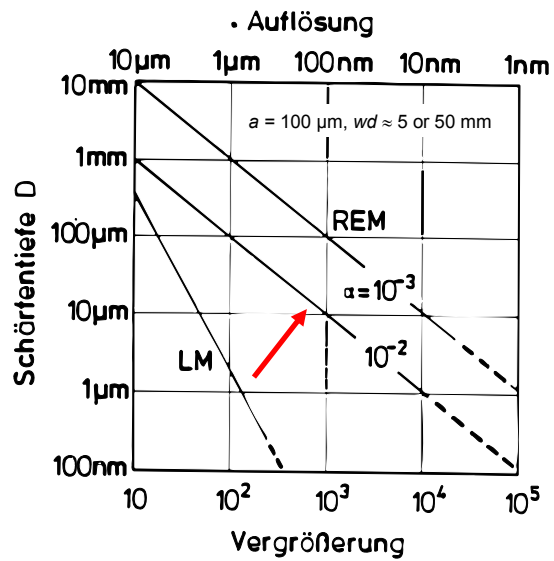
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Schärfentiefe



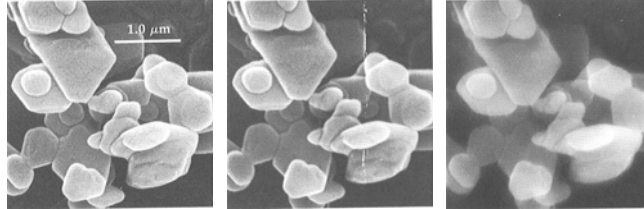
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Schärfentiefe



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Auflösung



Aperturblende a : 100 μm ☺

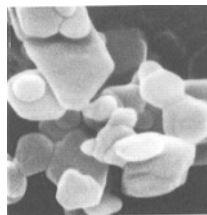
200 μm

600 μm ☹

Arbeitsabstand wd -----

15 mm ☺

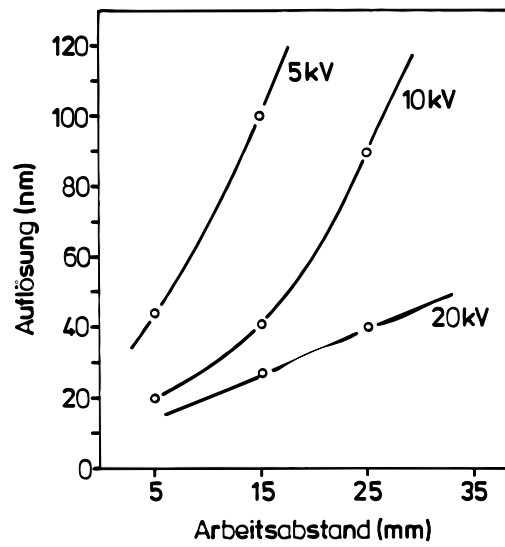
39 mm ☹



Magnesiumhydroxidkristalle

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Auflösung



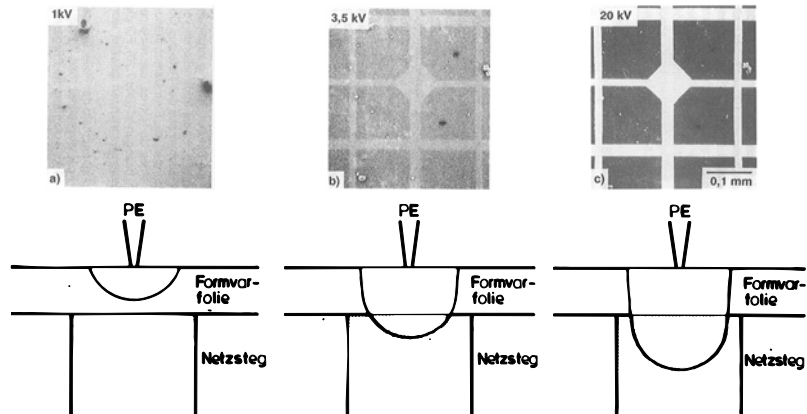
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Energie der PE



Energie der PE (E_{PE})

- Informationstiefe



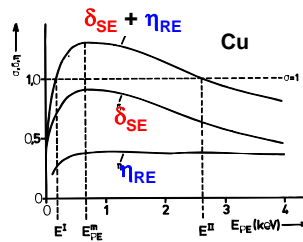
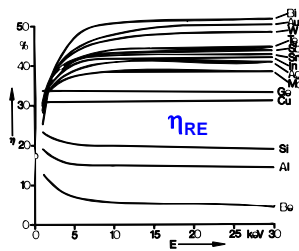
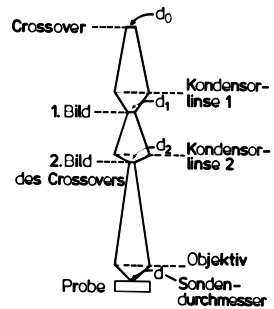
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Energie der PE



Energie der PE (E_{PE})

- Informationstiefe
- Kanteneffekt
- Aufladung
- Strahldurchmesser (Cross-over)
- Kontrast



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs: Elektr. Leitfähigkeit



Elektr. Leitfähigkeit

- Aufladung (z.B. Teilchen weiß mit schwarzen Hof, Streifen in Rasterrichtung)

Vermeiden durch:

- RE benutzen
- TV abrastern
- niedrige E_{PE}
- Bedampfen
- ESEM, Low-Vacuum:

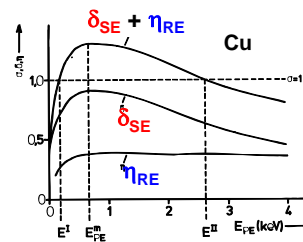
Vakuum: 2-50 mbar

Ionenbildung durch PE → Ionen neutralisieren Aufladung

SE abgesaugt / nach beschleunigt

Kaskade

Detektion



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs



Aufnahmeartefakte

- Signalaussteuerung
- Moiré Effekt (Rasterlinienabstand – periodische Struktur in Probe)
- Präparation:
 - Montage (keine Bewegung / Drift)
 - Zielpräparation
 - Kontakt, elektr. Leitfähigkeit (Aufladung)
 - Sauberkeit (Reinigung, Kontamination z.B. Staub, Fingerabdruck)
 - Bedampfungsartefakte, Schichtstruktur
 - ...
- Strahlenschäden, Wärmeschäden (Strahlstrom, Rastergeschwindigkeit)

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs



Strahldurchmesser		groß	← →	klein
Strahlstrom (A)	10 ⁻⁹	← →		10 ⁻¹²
Auflösung	niedrig	← →		hoch
SE-Signal	groß	← →		gering
Rauschen	gering	← →		groß
SE-Abbildung			█	
RE-Abbildung			█	
AE-Abbildung			█	
XR-Analyse			█	
Kontamination	stark	← →		gering
Strahlenschäden	stark	← →		gering

Aperturblenden a		groß	← →	klein
Schärfentiefe	gering	← →		groß
Auflösung	niedrig	← →		hoch
Strahlstrom	groß	← →		gering
Rauschen	gering	← →		groß
Betriebsart	XR		█	SE

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Parameter des REMs

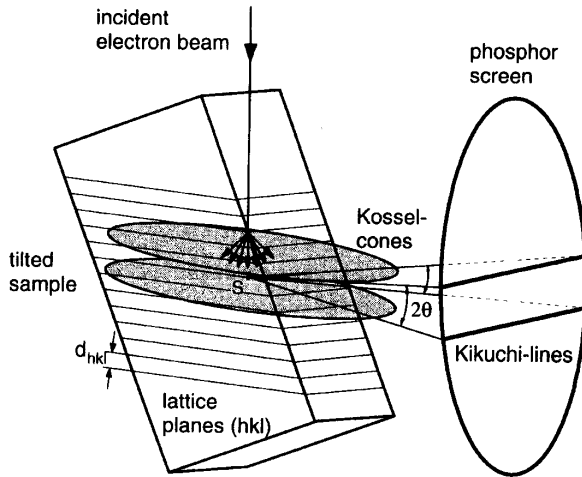


Beschleunigungsspannung		1	2	3	10	15	20	25	30 kV
Kanteneffekt	gering	← →							groß
Tiefeninformation	gering	← →							groß
Aufladung	gering	← →							groß
Strahlstrom	niedrig	← →							groß
Rauschen	stark	← →							gering
Strahlstromdurchmesser	groß	← →							klein
Auflösung	niedrig	← →							hoch
nichtleitender Proben	leicht	← →							
SE-Signal	groß	← →							schwach
Einfluß von Störungen	groß	← →							klein
XR (EDX)								█	

Arbeitsabstand		groß	← →	klein
Schärfentiefe	groß	← →		klein
Auflösung	niedrig	← →		hoch
Min. Vergrößerung	klein	← →		groß
Kippwinkel	groß	← →		klein

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

EBSD: Electron backscattering diffraction



Schema der Erzeugung von Kikuchi-Linien (zuerst in TEM):

diffus rückgestreute Elektronen plus Bragg-Gleichung

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

⇒ Kossel-Kegel ($\theta < 1^\circ$)

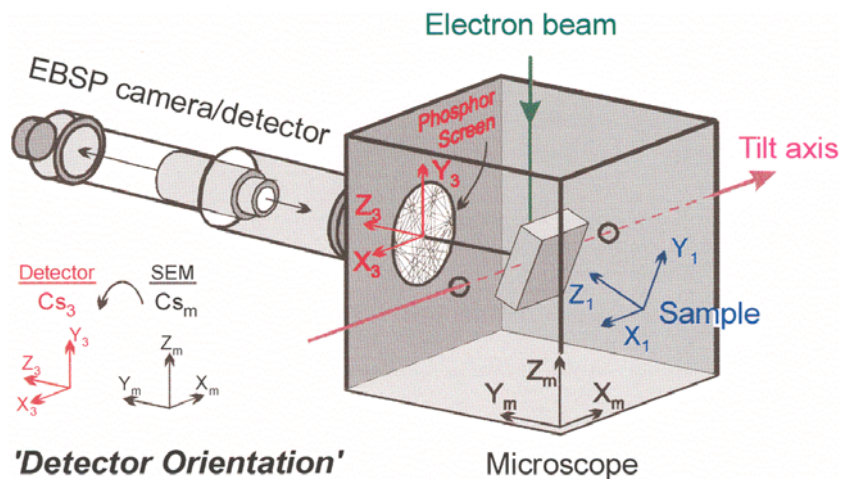
⇒ „Bänder“ auf Schirm

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

EBSD: Electron backscattering diffraction



Geometrie von EBSD mit den verschiedenen Koordinatensystemen



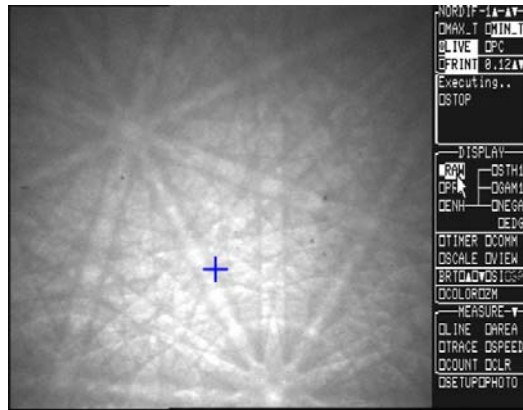
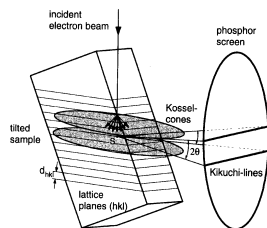
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

EBSD: Electron backscattering diffraction



- Fixierter Elektronenstrahl
- Diffus gestreute Elektronen erzeugen sehr schwache Beugungsmuster
- Probe auf 60-80° gekippte Probe, um gebeugten Intensität gegenüber diffusen umstrukturierten Untergrund zu erhöhen

- Erneute Wechselwirkung mit Probe zerstört Beugungsmuster \Rightarrow Informationstiefe < 50 nm \Rightarrow gute störungsfreie Oberfläche
(lateral: Wechselwirkungsvolumen < 1 μ m möglich)



Beispiel eines sehr guten EBSD Diagramms (W)

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

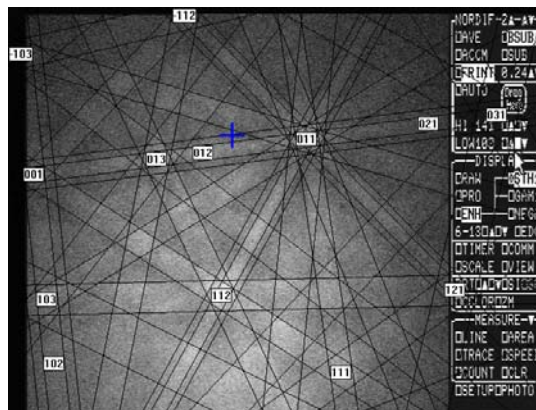
EBSD: Electron backscattering diffraction



- Bildverarbeitung (Untergrund, Bändererkennung)
- Berechnen der Beugungsmuster für alle Orientierungen und Vergleich mit Messung (Bänder starr mit Kristall verbunden)

\Rightarrow Indizieren

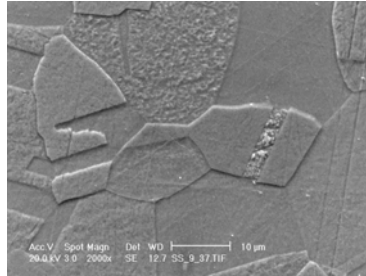
- Automatisierung:
- Rastern über Probe
- **Orientierungsmikroskope**



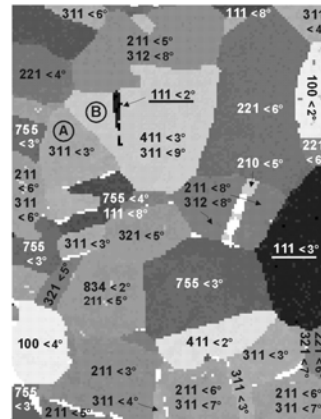
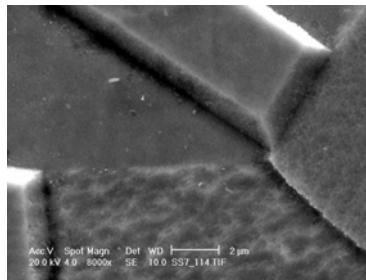
Normale Bildqualität des EBSD Musters zusammen mit der berechneten, angepassten indizierten Bändern

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beispiel: Gefügestruktur



Sekundärelektronenbild & EBSD-Bild



(polierter und Ionen-geätzter Stahl)

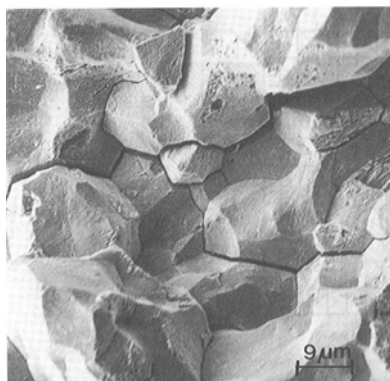
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beispiel: Sprödbbruch



Topographiekontrast im **Sekundär**elektronenbild
(Interkristalline Sprödbbruch entlang Korngrenze in Metallen)

normal SE



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

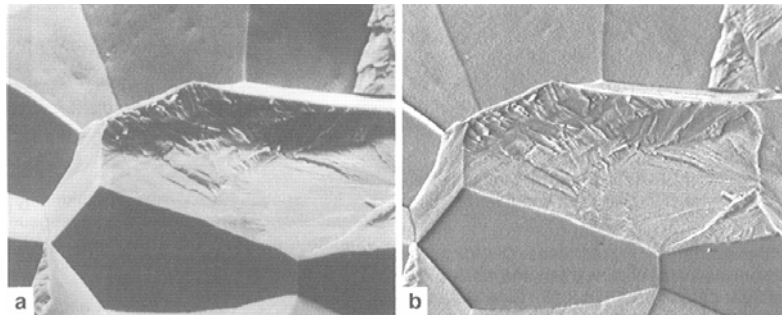
Beispiel: Bruchfläche



Topographiekontrast im **Sekundär**elektronenbild
(Bruchfläche Wolframdraht)

normal SE

differenziert



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beispiel: Aufnahmearten

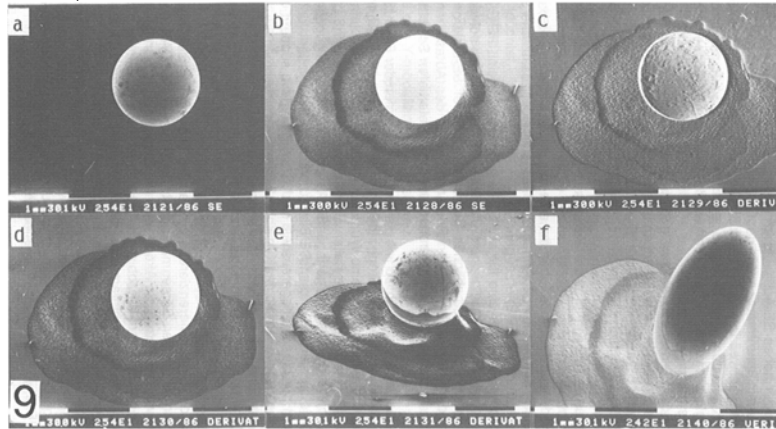


Topographiekontrast im **Sekundär**elektronenbild
(Fe-Kugel auf Al-Unterlage mit Graphit-Klebstoff geklebt)

normal, senkrecht

Kontrast: Gamma

differenziert



Mischung: Gamma / diff. wie d + Kippung

tilt correction + scan rotation

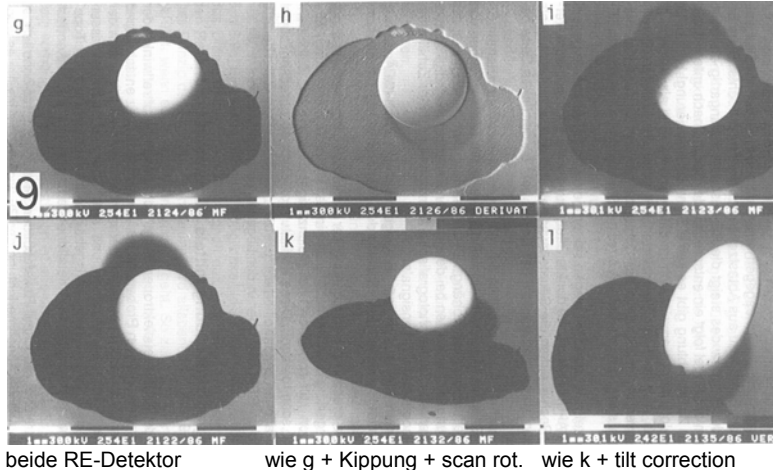
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Beispiel: Aufnahmearten



Topographie- und Materialkontrast mittels **Rückstreu**elektronen
(Fe-Kugel auf Al-Unterlage mit Graphit-Klebstoff geklebt)

RE-Detektor: links oben differenziert RE-Detektor: rechts unten



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Literatur / Quellen



P.F. Schmidt et al., *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse* (Expert-Verlag, Renningen-Malmsheim, 1994)

S.L. Flegler, J.W. Heckman, K.L. Klomparens, *Elektronenmikroskopie: Grundlagen, Methoden, Anwendungen* (Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg, 1995)

L. Reimer, *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis* (Springer Verlag, Heidelberg, 1998)

T.G. Rochow, P.A. Tucker, *Introduction to Microscopy by Means of Light, Electrons, X Rays, or Acoustics* (Plenum Press, New York, London, 1994)

B.D. Cullity, *X-ray Diffraction* (Addison-Wesley Publishing, Reading USA, 1956)

E. Lifshin (Ed.), *X-ray Characterization of Materials* (Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 1999)

D. Brandon, W.D. Kaplan, *Microstructure Characterisation of Materials* (Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 1999)

W. Borchardt-Ott, *Kristallographie* (Springer, Berlin, 1997)

V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexturwe and Orientation Mapping* (Taylor & Francis LTD, London, 2002).

Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Laborbesuch: XRD & SEM (EDX, EBSD)



Am Dienstag, den 18. Juli 2006, im Foyer WKM, 2. Stock vor Sekretariat

Treffen 8.45 Uhr st, Losgehen zum IPP: 9.00 Uhr st für Gruppe 1

Treffen 10.15 Uhr st, Losgehen zum IPP: 10.30 Uhr st für Gruppe 1

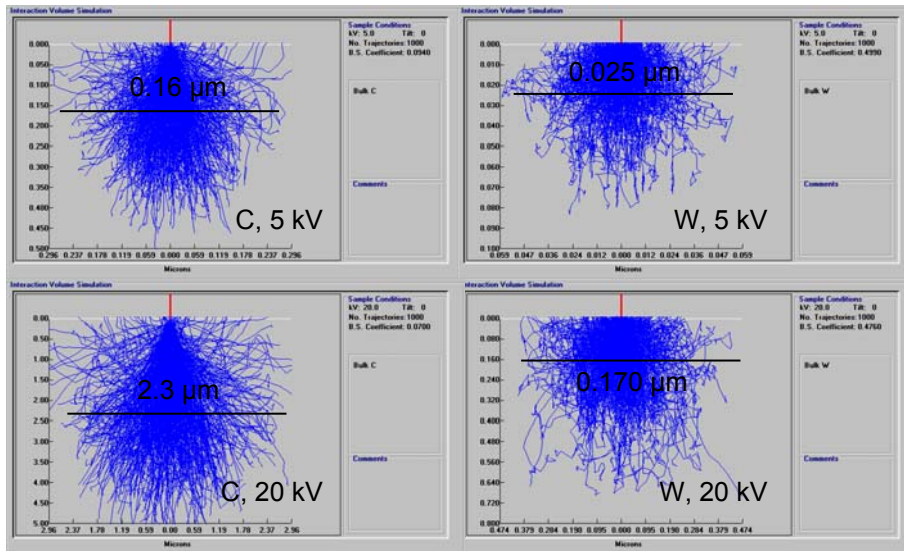
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Zusatz



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Wechselwirkungsvolumen



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Diffraktometer: Modularität



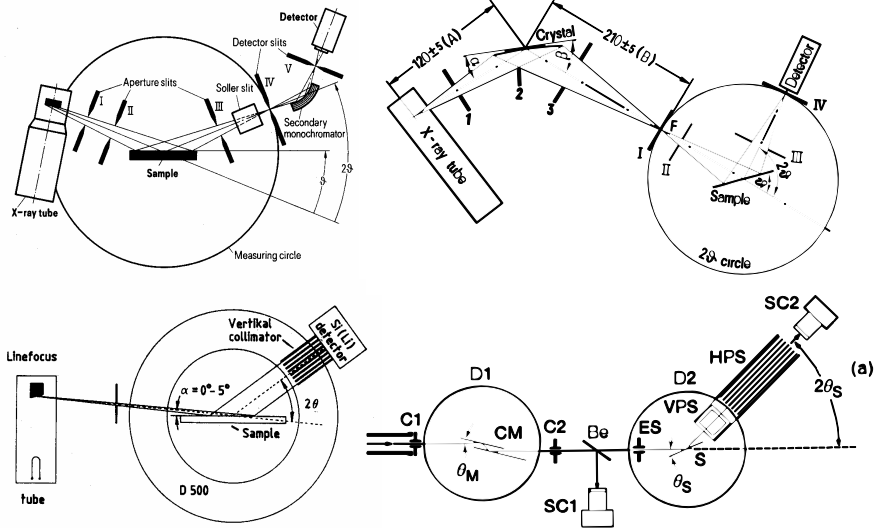
- Punkt-, Strichfokus (Textur, Stress / Phasenanalyse)
- Multilayer-Monochromator (Parallelstrahlgeometrie, Intensitätsbündelung, Strichfokus)
- Blenden-, Kollimator- und Sollerblendensatz
- sekundär-seitiger, planarer / gebogener Graphitmonochromator (unterdrückt Fluoreszenzstrahlung von Fe)
- Mikrostrahl (100 μm Strahl): alle Messmöglichkeiten, aber geringe Intensität
- Positionierung (Nachtmessung mehrerer Proben)
- Reflektometrie: Schichtdicke, Rauigkeit, (e^- -)Dichte

weitere Möglichkeiten:

- anderes Anodenmaterial
- prim. Monochromator (Si-Channel-cut)
- Orts-empfindlicher Detektor

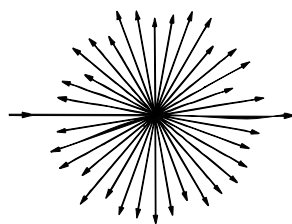
Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Diffraktometer: modularer Aufbau

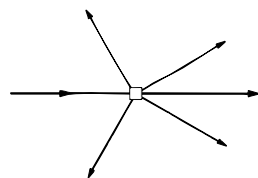


Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

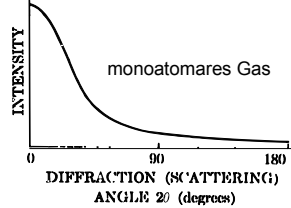
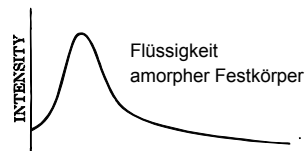
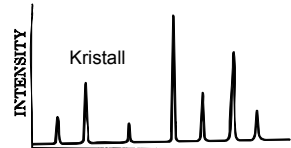
Streuung / Beugung



Streuung am Atom



Beugung am Kristall



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden

Röntgendiffraktometer



Einführung in die Werkstoffanalytik, Sommersemester 2006, Martin Balden