DIN ISO 24173:2025-11 (D)

Mikrobereichsanalyse - Leitfaden zur Messung der Orientierung mit Elektronenrückstreubeugung (ISO 24173:2024)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort 6

Vorwort 7

Einleitung 8

1 Anwendungsbereich 9

2 Normative Verweisungen 9

3 Begriffe 9

4 Ausrüstung für die EBSD 14

5 Betriebsbedingungen 15
5.1 Probenpräparation 15
5.2 Probenausrichtung 16
5.3 Schritte zum Erfassen eines EBSP 16
5.3.1 Einstellen der Betriebsbedingungen des Mikroskops 16
5.3.2 Detektor- und Arbeitsabstand 17
5.3.3 Kameraintegration/Belichtungszeit 17
5.3.4 Binning 17
5.3.5 EBSP-Mittelwertbildung 18
5.3.6 EBSP-Hintergrundkorrektur/EBSP-Signalkorrektur 18
5.3.7 Bändererfassung 19

6 Für die Indizierung der EBSP erforderliche Kalibrierungen 20

7 Analyseverfahren 24
7.1 Betriebsbedingungen 24
7.2 Stabilitätskontrolle der Geräte 24
7.3 EBSD-Analyse 24

8 Messunsicherheit 24
8.1 Allgemeines 24
8.2 Unsicherheit der Messung der Kristallorientierung 24
8.3 Absolute Orientierung 25
8.4 Relative Orientierung 25

9 Angabe der Ergebnisse 25

Anhang A (informativ) Kurzbeschreibung der EBSD 27

Anhang B (informativ) Probenpräparation für die EBSD 29
B.1 Allgemeines 29
B.2 Trennen 29
B.3 Einbetten 29
B.4 Schleifen 30
B.5 Polieren 30
B.6 Ätzen 31
B.7 Ionenstrahlätzen 32
B.8 Leitfähige Beschichtungen [23] 34

Anhang C (informativ) Kurze Einführung in die Kristallographie und die Indizierung von EBSP sowie sonstige für die EBSD nützliche Informationen 35

C.1 Allgemeines ... **35**
C.2 Symmetrie ... **35**
C.3 Elementarzelle ... **36**
C.4 Kristallrichtungen ... **37**
C.5 Kristallebenen ... **37**
C.6 Kristallsysteme ... **37**
C.7 Laue-Gruppen ... **38**
C.8 Bravais-Gitter ... **39**
C.9 Manuelle Indizierung eines kubischen EBSP ... **40**
C.10 Beispiele für indizierte kubische EBSP ... **41**
C.11 Hexagonale Indizes ... **43**
C.12 Nützliche Gleichungen und Informationen ... **45**
C.12.1 Symbole ... **45**
C.12.2 Elektronenwellenlänge als Funktion der Beschleunigungsspannung ... **45**
C.12.3 Interplanarer Abstand für ($h\ k\ l$)-Ebene ... **46**
C.12.4 Volumen der Elementarzelle ... **46**
C.12.5 Winkel zwischen zwei Ebenen ($h_1\ k_1\ l_1$) und ($h_2\ k_2\ l_2$) ... **46**
C.12.6 Finden der zur Ebene [$u\ v\ w$] senkrechten Ebene ($h\ k\ l$) ... **47**
C.12.7 Beziehungen zwischen Zonen und Ebenen ... **47**
C.12.8 Bedingungen, unter denen ein Kikuchi-Band sichtbar ist ... **47**
C.12.9 Kubische interzonale und interplanare Winkel ... **48**
C.12.10 Kristallographische Angaben für ausgewählte kubische Phasen ... **49**
C.12.11 Kristallographische Angaben für ausgewählte hexagonale, tetragonale und orthorhombische Phasen ... **50**
C.12.12 Beziehungen der Fehlorientierungen bei kubisch überlagerten Gitterplätzen (CSL) ... **50**

Literaturhinweise ... **52**

Bilder

Bild 1 — Simulationen eines kleinen Aluminiumkristalls (oben), entlang der [1 0 0]-, [1 1 1]- und [1 1 0]-Richtung betrachtet, mit den zugehörigen sphärischen Kikuchi-Diagrammen (unten). Die Symmetrie ist deutlich sichtbar. ... **10**

Bild 2 — Beispiele für EBSP, auf denen Anordnungen von sich überlappenden Kikuchi-Bändern sichtbar sind ... **11**

Bild 3 — Schematische Darstellung einer Elementarzelle von Silizium (rechts) mit den Hauptkristallrichtungen und einer sphärischer Kikuchi-Map von Silizium mit der gleichen Orientierung (links) ... **14**

Bild 4 — Schema einer experimentellen EBSD-Anordnung ... **15**

Bild 5 — Schematische Darstellung des Effekts von Kamera-Binning auf Bildgröße, -intensität und -geschwindigkeit ... **18**

Bild 6 — Schematische Darstellung a) eines verkleinerten EBSPs von etwa 100 Pixel Breite; b) einer Hough-Raum-Parametrisierung; c) einer Hough-Transformation des unter a) dargestellten EBSPs; d) des originalen EBSPs mit den detektierten Bändern 1 bis 7 entsprechend den nummerierten Peaks in c) überlagert ... **20**

Bild 7 — Schematische Darstellung der für die EBSD-Geometrie wichtigsten Kalibrierparameter ... **21**

Bild 8 — Beispiel für eine EBSP-Indizierung als Funktion der PC-Position: a) präzise Indizierung mit einem präzisen PC (weißes Kreuz) — die simulierten Bänder (schwarz) stimmen gut mit den tatsächlichen Kikuchi-Bändern überein); b) das PC ist horizontal

verschoben und c) das PC ist vertikal verschoben, daraus resultieren deutliche Fehler in den simulierten Bänderpositionen 22

Bild 9 — Beispiel für das EBSP von Silizium (links), mit den wichtigsten Ebenen und Zonen gekennzeichnet (rechts) 22

Bild 10 — Schematische Darstellung, wie ein Kalibrierungs-EBSP (rechts als „Drachen" markiert) missdeutet werden kann, wenn es zur Kalibrierung eines EBSD-Detektors verwendet wird. Es gibt verschiedene Blickrichtungen für den EBSD-Detektor, die das gleiche EBSP erzeugen würden (durch die markierten „Drachen" links dargestellt). Eine derartige Fehlkalibrierung wird zu immer wieder gedrehten, falschen Orientierungsdaten führen. 23

Bild 11 — PC-Kalibrierung durch das Verfahren des bewegten Fluoreszenzschirms. Durch Bewegen des EBSD-Detektors wird das EBSP um das PC heran- und weggezoomt erscheinen. Das ist auf dem linken Bild schematisch dargestellt. Das indizierte EBSP ist rechts dargestellt. In diesem Fall stellt die [1 1 4]-Zonenachse das Patternzentrum dar. 24

Bild A.1 — Mechanismus zur Erzeugung der Kikuchi-Bänder für eine bestimmte Schar von Kristallebenen 28

Bild B.1 — Entfernen von restlichen Oberflächenschäden durch chemo-mechanisches Polieren 31

Bild B.2 — Für eine elektrolytische Zelle charakteristische Kurve 32

Bild B.3 — Effekt des Ionenstrahlätzens auf Titan [Pattern der Rückstreuelektronenbeugung (BSE)] 33

Bild B.4 — Einfluss der Ätzdauer des Ionenstrahlätzens auf die Qualität des Patterns bei einer Kupferprobe 33

Bild C.1 — Schematische Darstellung: a) die Symmetrien eines Würfels b) und die Symmetrien von fcc-EBSP, c) auch als sphärische Kikuchi-Map dargestellt 35

Bild C.2 — a) sechs auf die Seiten eines Würfels aufgebrachte fcc-EBSP zur Darstellung der Symmetrie experimenteller EBSP; b) und c) der Würfel wurde „aufgeblasen", um eine sphärische Kikuchi-Map und die Symmetrien darzustellen — Spiegel sind als Strich, Diaden als Ellipse, Triaden als Dreieck und Tetraden als Quadrat hervorgehoben 36

Bild C.3 — Schematische Darstellung: a) der Parameter der Elementarzelle, b) der gebrochenen Koordinaten, die verwendet werden, um die Position eines Atoms innerhalb der Elementarzelle anzugeben und c) der Kristallrichtungen oder Zonen 36

Bild C.4 — Schematische Darstellung für Beispielen von Kristallebenen 37

Bild C.5 — Schematische Darstellung der Bravais-Gitter (Die Kristallsysteme und Zentrierungen sind angegeben) 40

Bild C.6 — Beispiel für Ausschnitte des EBSPs bei bcc-Eisen (obere Reihe) und fcc-Eisen (untere Reihe) mit Spiegeln, Triaden (3-zählige Rotation), Tetraden (4-zählige Rotation) und Diaden (2-zählige Rotation), wie angegeben 41

Bild C.7 — EBSP von fcc-Nickel (links) sowie Hauptsymmetrien (Mitte) und indizierte Zonen (rechts) 42

Bild C.8 — EBSP von bcc-Eisen (links) sowie Hauptsymmetrien (Mitte) und indizierte Zonen (rechts) 43

Bild C.9 — Schematische Darstellung mit hexagonalen Indizes für Kristallebenen (in beiden Fällen links) und Kristallrichtungen (in beiden Fällen rechts) **44**

Bild C.10 — Detail eines EBSP von Silizium mit den (1 1 1)-Ebenen **48**

Tabellen

Tabelle C.1 — Übliche Kristallsysteme **38**

Tabelle C.2 — Laue-Gruppen **38**

Tabelle C.3 — Symmetrie bei fcc und bcc **41**

Tabelle C.4 — Die Umwandlung der üblichen Indizes der Kristallebenen **44**

Tabelle C.5 — Die Umwandlung der üblichen Indizes der Kristallrichtung **44**

Tabelle C.6 — Die Elektronenwellenlängen bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen **45**

Tabelle C.7 — Regeln für die Sichtbarkeit von Kikuchi-Bändern **47**

Tabelle C.8 — Häufigste Winkel zwischen zwei Ebenen oder zwei Zonen innerhalb einer Familie Interzonale oder interplanare Winkel in Grad **48**

Tabelle C.9 — Kristallographische Angaben für ausgewählte kubische Phasen **49**

Tabelle C.10 — Kristallographische Angaben für ausgewählte hexagonale, tetragonale und orthorhombische Phasen **50**

Tabelle C.11 — Beziehungen zwischen dem Zufallsortgitter (CSL) und der Fehlorientierung für die kubische Phasen **51**