

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	

vershoben 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 Rückstreuungselektronenbeugung (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