

Robert Schwarzer:

Röntgen-Rasterapparat zur Aufnahme von Textur-Verteilungsbildern mittels energiedispersiver Beugung

Angemeldet zum 22. Kolloquium des Arbeitskreises für
Elektronenmikroskopische Direktabbildung und Analyse von Oberflächen (EDO)
(10. bis 16. September 1989 in Salzburg / Österreich)

Abstract: X-RAY DIFFRACTION APPARATUS FOR TEXTURE MAPPING BY ENERGY DISPERSIVE DIFFRACTION

For the representation of local orientation distributions (crystal "texture") in the surface of bulk materials, a scanning X-ray apparatus has been developed which is based on energy dispersive diffraction. As compared to conventional projection methods, the advantages are:

- images of large sample areas without defocus
- simultaneous acquisition of several texture maps
- suited for texture mapping, (imaging) X-ray fluorescence analysis, and energy dispersive diffraction studies.

The main drawback of the scanning method is the long time necessary for collecting an image point by point (about 1 to 10 sec per pixel). The setup consists of a "white" X-ray source without filter, a collimator system to confine the X-ray probe, a stepping-motor driven x-y sample stage, and an EDX system (TRACOR TN 2000). Local resolution is presently about 0.2 mm.

Kurzfassung: Für die Darstellung der lokalen Orientierungsverteilung der Kristallite (kristallographische "Textur") an der Oberfläche massiver Werkstücke wurde eine Röntgenapparatur entwickelt, bei der das Signal bildpunktweise mit einem Detektor für energiedispersive Beugung erfaßt wird. Sie weist im Vergleich zu konventionellen Projektionsverfahren folgende grundsätzliche Vorteile auf:

- Abbildung großer Probenbereiche (kein Defokus)
- gleichzeitige Aufnahme mehrerer Textur-Verteilungsbilder
- verwendbar für Textur-Verteilungsbilder, (abbildende) Röntgen-Fluoreszenzanalyse und energiedispersive Beugung.

Als Hauptnachteil des Rasterverfahrens ist der große Zeitaufwand für die punktweise Bilderfassung zu nennen (ca. 1 bis 10 sec je Bildpunkt). Der Versuchsaufbau besteht aus einer ungefilterten ("weißen") Röntgenquelle, einem Kollimatorsystem zur Ausblendung der Röntgensonde, einem x-y-Probentisch mit Schrittmotorsteuerung und einem EDX-System mit Kollimator (TRACOR TN 2000). Die Ortsauflösung liegt derzeit bei 0,2 mm.

Einleitung: Die kristallographische Orientierungsverteilung (kristallographische "Textur") ist ein grundlegender Gefügeparameter. Man muß sie kennen, um physikalische Eigenschaften eines

Anschrift des Verfassers:

R. Schwarzer, Institut für Metallkunde und Metallphysik der TUG,
Großer Bruch 23, D-3392 Clausthal-Z.

Web: www.ebsd.info www.crystaltexture.com

vielkristallinen Festkörpers berechnen, seinen Zustand beschreiben und seine Vorgeschichte aufdecken zu können. Der Begriff Textur stellt jedoch nur eine vereinfachende Abstraktion des realen Gefügebau dar. Er berücksichtigt nicht den Ort, die Größe, Form und gegenseitige Anordnung der Kristallite. In vielen Materialien ist die Textur nicht konstant über das Werkstück verteilt, sondern variiert, wenn kleinere Volumenbereiche miteinander verglichen werden. Die Orientierungsverteilung wird dann allgemeiner durch Angabe der lokalen Texturen der Teilvolumina beschrieben. Die lokale Textur kann mit hoher Ortsauflösung mit elektronenmikroskopischen Verfahren ermittelt werden. Man kann entweder Polfiguren von kleinen Bereichen in der Feinbereichsbeugung messen /1/ oder die Einzelorientierungen Korn um Korn ermitteln /2,3/. Diese Methoden sind jedoch entweder nur auf durchstrahlbar dünne Proben anwendbar oder trotz on-line Messung und Computerauswertung sehr zeitaufwendig. In vielen Fällen genügt es aber bereits, für jeden Ort (an der Probenoberfläche) die kristallographische Orientierung einer ausgewählten Bezugsrichtung zu kennen. Die örtliche Verteilung von Vorzugsorientierungen kann dann in einem Textur-Bild der Oberfläche graphisch dargestellt werden. Für diesen Zweck wurden bereits Röntgenprojektionsapparaturen entwickelt, welche auf der fokussierenden, wellenlängendispersiven Beugung beruhen /4/. Mit ihnen lassen sich Texturinhomogenitäten in einem Projektionsbild im "Lichte" eines ausgewählten hkl-Reflexes auf einem photographischen Film sichtbar machen.

Abbildende Röntgen-Beugungsapparatur nach dem Rasterverfahren:

Die hier vorgestellte, nach dem Rasterverfahren arbeitende Röntgen-Apparatur mit energiedispersiver Beugung weist für die Aufnahme von Texturverteilungsbildern im Vergleich zu Projektionsapparaturen folgende Vorteile auf:

- Abbildung großer Probenbereiche: Die Größe der abbildbaren Fläche ist nur durch den Hub des Probentisches begrenzt. Wegen der engen Kollimation der Röntgensonde wird eine große Schärfentiefe erzielt. Insbesondere tritt keine Defokussierung am Bildrand auf.
- Es können gleichzeitig mehrere Verteilungsbilder für verschiedene, sich ergänzende hkl-Reflexe aufgenommen werden. Der mechanische Aufbau ist einfach. Die Ortsauflösung kann unabhängig von der Winkelauflösung durch Vorgabe der Sondengröße und der Schrittweite des Rastertisches bzw. der Apertur des Primärstrahls und der abgebeugten Strahlen eingestellt werden.
- Die Röntgenapparatur ist vielseitig zu verwenden. Sie kann bei gleicher Ortsauflösung sowohl für die Aufnahme von Textur-Verteilungsbildern, die (abbildende) Röntgen-Fluoreszenzanalyse, als auch für Untersuchungen mit energiedispersiver Beugung eingesetzt werden.

Das System besteht aus einer ungefilterten ("weißen") Röntgenquelle, einem Kollimatorsystem für die Röntgensonde, einem Probentisch mit Schrittmotorsteuerung zur x-y-Rasterung, einem EDX-System mit Kollimator und einem Auswerterechner für die Datenerfassung mittels energiedispersiver Beugung. Abbildung 1 zeigt den für Vorversuche aufgebauten Prototyp. Die Steuerung des Probentisches, die Aufnahme der Beugungsspektren und die Darstellung der Verteilungsbilder erfolgt mit einem EDX-System TN 2000 der Firma TRACOR.

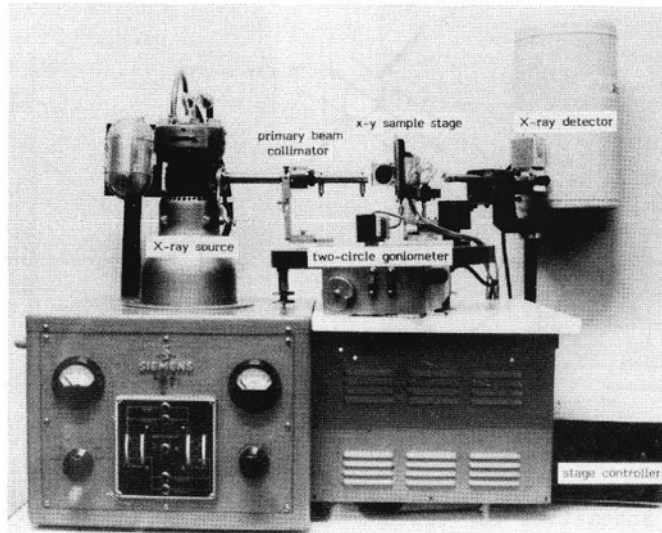


Abb. 1 Aufbau der Röntgen-Beugungsapparatur für die Aufnahme von Textur-Verteilungsbildern
Fig. 1 Setup of X-ray diffraction apparatus for texture mapping.

Die Ortsauflösung wird durch die Fleckgröße der Röntgensonde auf der Probe begrenzt. Da keine Linsen für weiße Röntgenstrahlen verfügbar sind, kann die Sondengröße nur durch geeignete Kollimatorblenden verkleinert werden. Feine Glaskapillaren sind als Kollimator besonders gut geeignet, da sie zu einem Intensitätsgewinn in kleinen Sonden führen /5/. Durch die Kollimation wird ferner auch die Apertur des einfallenden Strahls und damit die Winkelauflösung für die gewählte Kristallrichtung festgelegt. Für die meisten Texturuntersuchungen genügen Aperturen von etwa ± 2 Grad. Bisher wurde eine Ortsauflösung von 0,2 mm erreicht.

Grundlagen der energiedispersiven Beugung: In der energiedispersiven Beugung (ED Beugung) werden im Gegensatz zur wellenlängendispersiven Beugung (WD Beugung) alle interessierenden Reflexe unter demselben Beugungswinkel gemessen, d.h. die Winkel zwischen der Probenoberfläche und dem Primärstrahl (α_1) bzw. den abgebeugten Strahlen (α_2) werden konstant gehalten (Abb. 2). Bei der Beugung an einer Schar von Netzebenen mit dem Abstand d_g wird vom Kristallit aus dem "weißen" Spektrum des Primärstrahls ein Teilstrahl mit der Wellenlänge λ_g reflektiert, derart daß für ihn die Bragg'sche Gleichung erfüllt ist

$$(1) \quad \lambda_g = 2 \cdot d_g \cdot \sin \theta.$$

$\theta = (\alpha_1 + \alpha_2)/2$ ist der Bragg'sche Winkel. Mit

$$(2) \quad E = h \cdot c / \lambda$$

folgt für die Quantenenergie E_g des Strahls

$$(3) \quad E_g = 1,24 / (2 \cdot d_g \cdot \sin \theta) \text{ keV nm.}$$

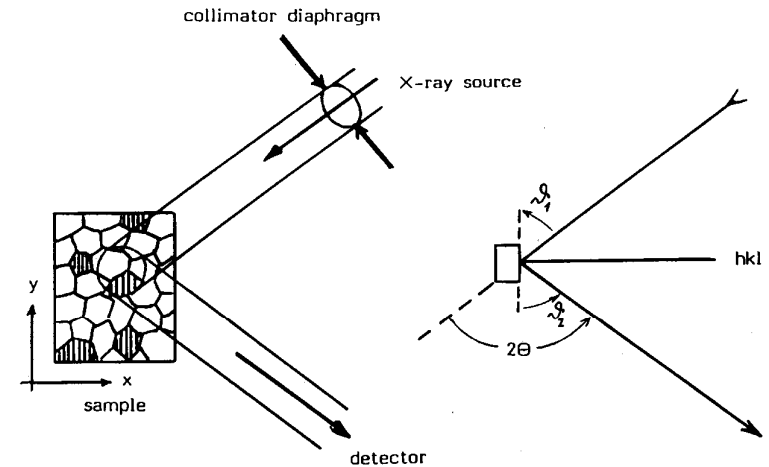


Abb. 2 Strahlengang zur Aufnahme von Textur-Verteilungsbildern
Fig. 2 Schematics for texture mapping.

Setzt sich der bestrahlte Bereich aus unterschiedlich orientierten Kristalliten zusammen, so reflektiert jeder Kristallit aus dem weißen Primärspektrum einen Satz von Teilstrahlen heraus, deren Wellenlängen mit den entsprechend orientierten Scharen von Netzebenen die Bragg'sche Gleichung erfüllen. Der Detektor empfängt somit ein Teilspektrum von Röntgenstrahlen, deren Linien nach Gl. 3 bestimmten d -Werten zugeordnet sind und den herkömmlichen Beugungsreflexen entsprechen. Aus der Linienintensität läßt sich der Volumenanteil von Kristalliten einer bestimmten Orientierung im bestrahlten Bereich ermitteln. Wird der Bragg'sche Winkel von θ nach θ' variiert, so wandert auf der Energieskala das Zentrum des Beugungspeaks der Netzebenen mit Abstand d_g entsprechend Gl. 3 vom Energiekanal E_g nach E_g' . Mit kommerziellen EDX-Systemen wird ein Energiebereich der Röntgenstrahlen von 0,5 bis 40 keV (Si(Li)-Detektoren) bzw. 0,5 bis 80 keV (Ge(Li)-Detektoren) erfaßt. Da die Energieauflösung des EDX-Systems bei 5,9 keV (Mn-K-Linie) besser als 155 eV ist, lassen sich ohne große Probleme für die Beugungswinkel α_1 und α_2 Werte finden, derart daß die niedrig indizierten Beugungsreflexe von Metallproben weder untereinander noch mit den Escape-Peaks des EDX-Systems überlappen (Abb. 3). Bei schwacher Belegung eines interessierenden Polfigurpunktes kann der Beugungsreflex zur Intensitätserhöhung auf eine charakteristische Linie des Primärstrahlspektrums gelegt werden.

Verteilungsbilder: Die Aufnahme der Textur-Verteilungsbilder erfolgt punktweise durch Verschieben der Probe im Rastertisch unter der feststehenden Röntgensonde. Für jeden Bildpunkt wird ein ED Spektrum aufgenommen. Für ein Verteilungsbild, d.h. einen ausgewählten hkl -Reflex, wird ein Fenster mit dem Energiewert E_g als Zentrum ins Spektrum gelegt, falls erforderlich werden

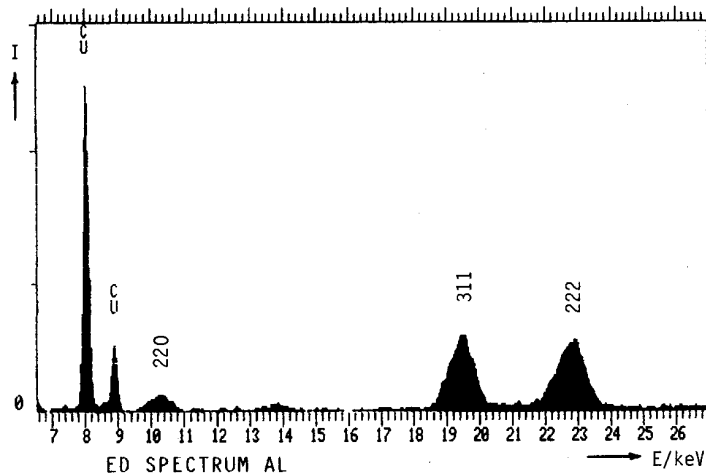


Abb. 3 ED Beugungsspektrum von gewalztem Aluminium
Fig. 3 ED diffraction spectrum from rolled aluminium.

die sich überlappende Peaks entfaltet, und der Untergrund abgezogen. Der erhaltene Intensitätswert ist ein Maß für den Volumenanteil der in diesen Reflex beugenden Kristallite, d.h. für die Belegungsdichte des eingestellten Polfigurpunktes. Falls der Wert eine vorgewählte Schranke übertrifft, wird auf dem Monitorschirm dieser Bildpunkt des Verteilungsbildes hell gezeichnet, andernfalls bleibt er dunkel. Schließlich wird die Probe um einen Rasterschritt weiterbewegt und der nächste Bildpunkt ausgewertet. Im gegenwärtigen Versuchsaufbau können auf diese Weise bis zu vier Verteilungsbilder gleichzeitig gemessen werden.

Die Intensität des Primärstrahls und somit auch die der abgebeugten Strahlen ist bei Verwendung extrem kleiner, durch Ausblenden erzeugter Sonden sehr gering. Um eine ausreichend hohe Zählstatistik zu erreichen, müßte die Meßzeit je Bildpunkt auf impraktikable Werte verlängert werden. Wird beispielsweise ein Verteilungsbild aus 100x100 Punkten aufgebaut und für die Messung eines Punktes 1 sec angesetzt, so dauert die Aufnahme eines Bildes bzw. einer Bildserie bereits 2 3/4 Stunden. Mit einer intensitätsstarken Feinfokus-Röntgenquelle ist unter diesen Bedingungen eine Ortsauflösung von besser als 0,1 mm zu erwarten.

Falls die Körner kleiner als der Durchmesser der Primärstrahlsonde sind, entspricht die gemessene Beugungsintensität dem Volumenanteil der Körner mit der betrachteten hkl-Orientierung im bestrahlten Volumen. Man erhält ein Textur-Verteilungsbild. Ist die Sonde kleiner als die Korndurchmesser, so beugen die Körner einzeln in den betrachteten Reflex. Eine Gewichtung nach Volumenanteil ist in diesem Fall nicht erforderlich

(Orientierungs-Verteilungsbild). Im Gegensatz zur Abbildung im Orientierungskontrast mit dem Lichtmikroskop (z.B. nach einer Farbätzung oder im polarisierten Licht) läßt das Orientierungs-Verteilungsbild unmittelbar quantitative Aussagen über die örtliche Orientierungsverteilung zu. Der Kontrast wird ja ähnlich wie in der Dunkelfeldabbildung im TEM durch Braggsche Beugung unter Verwendung eines bestimmten reziproken Gittervektors erzeugt.

Ausblick: Die abgebeugten Strahlen gehören zwar je nach Energie zu verschiedenen Kristallrichtungen hkl, diese Kristallrichtungen haben aber im Probenraum dieselbe räumliche Orientierung (α, β), da sie alle unter demselben Beugungswinkel registriert wurden. Die Texturverteilungsbilder geben also die örtliche Häufigkeitsverteilung für den festgehaltenen Polfigurpunkt (α, β) auf den betrachteten hkl-Polfiguren wieder. Wird beispielsweise $\alpha = \beta$ gewählt, so können nur parallel zur Oberfläche stehende Netzebenen in den Detektor beugen. In diesem symmetrischen Strahlengang gehören die Textur-Verteilungsbilder zum zentralen Bereich der Polfiguren. Sollen die Abbildungen der Probe andere Texturkomponenten wiedergeben, so ist ein Polfigurpunkt außerhalb des Zentrums einzustellen. Dazu muß die Probe vor der Messung aus der symmetrischen Lage um eine Achse herausgekippt und eventuell um ihre Normale gedreht bzw. um zwei Achsen gekippt werden.

Wegen der engen Kollimation des primären Strahls läßt sich eine große Schärfentiefe erzielen. Wird auch der abgebeugte Strahl eng kollimiert, so wird punktweise nur das kleine Probenvolumen analysiert, das im Schnittbereich des primären mit dem abgebeugten Strahlenbündel liegt. Das Verteilungsbild gibt dann eine entsprechend dünne Schicht parallel zur Probenoberfläche wieder. Mit harter Röntgenstrahlung ließe sich auf diese Weise auch eine Untersuchung tiefergelegener Schichten oder durch Vergleich mehrerer solcher optischer Schnitte sogar eine dreidimensionale Texturanalyse durchführen. Dies wäre von besonderem praktischen Interesse, da häufig die Textur über die Probendicke variiert.

Literatur

- /1/ R. Schwarzer: Polfigurmessungen mit einem computergesteuerten Transmissions-Elektronenmikroskop. Beiträge elektronenmikr. Direktabb. Oberfl. 18(1986)61-68
- /2/ H. Weiland und R. Schwarzer: On-line Auswertung von Kikuchi- und Channeling-Diagrammen. Beiträge elektronenmikr. Direktabb. Oberfl. 18(1985)55-60
R.A. Schwarzer und H. Weiland: Texture Analysis by the Measurement of Individual Grain Orientations - Electron Microscopical Methods and Application on Dual-Phase Steel. Textures and Microstructures 8&9(1988)551-557
- /3/ D.J. Dingley, Proc. 8th Intern. Conf. on Textures of Materials (ICOTOM 8), Santa Fe 1988, S. 189-194
- /4/ E. Born, in H.J. Bunge (Hrsg.): Theoretical Methods of Texture Analysis, DGM Informations-Ges. Oberursel 1987, S. 435-442
- /5/ H.J. Bunge, persönliche Mitteilung