



Reproduzierbare EBSD-Messung im REM durch Pattern Streaming und off-line Auswertung

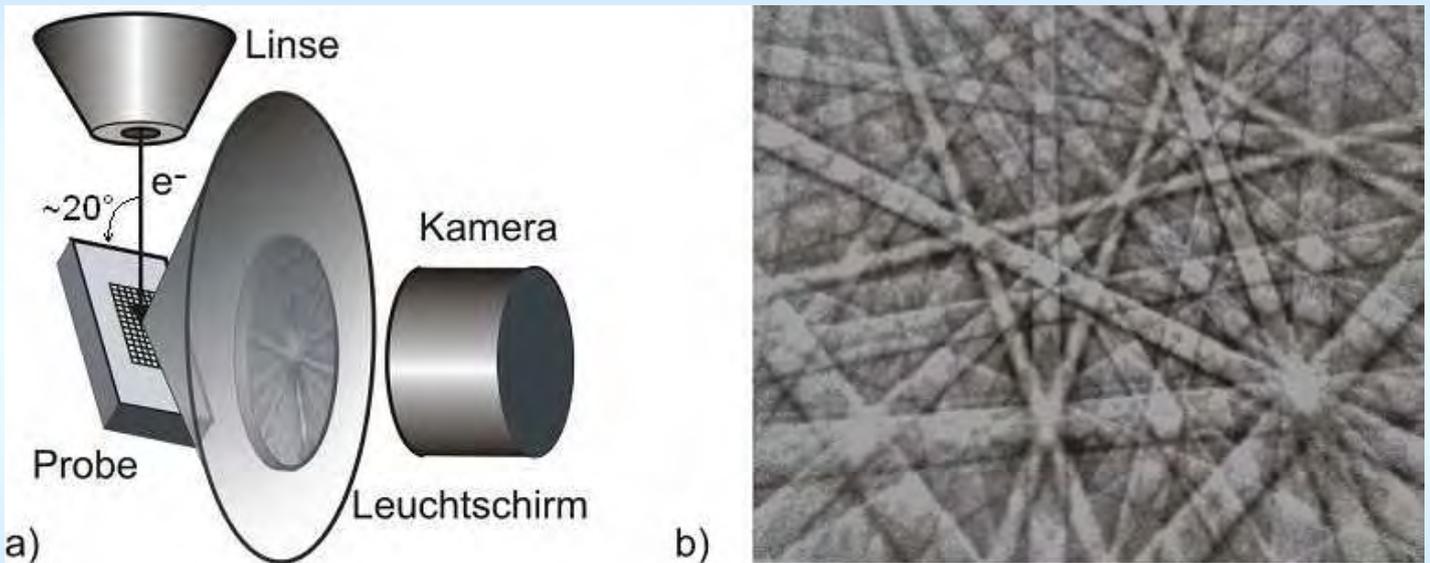
Robert Schwarzer
Kappstr. 65, 71083 Herrenberg
E-mail: post@robert-schwarzer.de

1

Einführung

- Unter *EBSD* = *Electron BackScatter Diffraction* versteht man die *Rückstreu-Kikuchi-Beugung im Raster-Elektronen-Mikroskop* (REM), im engeren Sinn automatisch und mit kommerziellen Systemen.
- EBSD ist in den letzten Jahren ein unverzichtbares und anerkanntes Verfahren der Werkstoffwissenschaften geworden, *vergleichbar mit der Rolle von EDS*.
- EBSD ermöglicht quantitativ die *Gefügecharakterisierung* von Vielkristallen und die *Texturanalyse*.
- Es gibt mehrere *kommerzielle EBSD-Systeme*. Sie sind für alle gängigen Rastermikroskope verfügbar. Sie haben einen hohen Standard erreicht.

Die Aufnahme von Kikuchi-Diagrammen im REM



Die Beugungsgeometrie im REM und ein typisches Rückstreu-Kikuchi-Diagramm (Cd bei 20 kV)

3

Comparison of EBSD detectors and systems

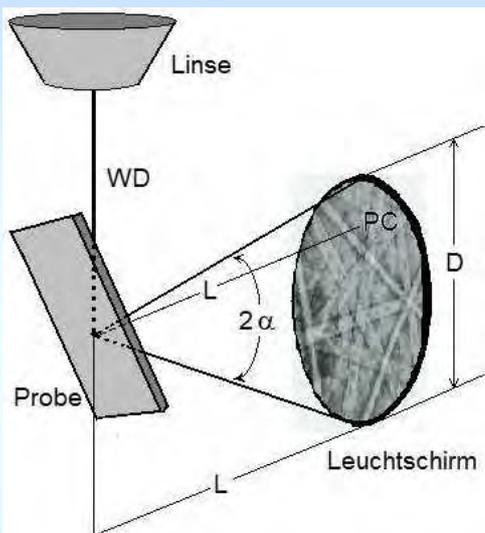
Nov 2012	Bruker e-Flash		EDAX/TSL Hikari		Oxford/HKL NordlysF+		Thermo Fisher QuasOr		NORDIF FastEBSD	
Binning	Pattern resolution	Speed (pps)	Pattern resolution	Speed (pps)	Pattern resolution	Speed (pps)	Pattern resolution	Speed (pps)	Pattern resolution	Speed (pps)
1x1 VGA	640x480	210	480x480		640x480	150	640x480		480x480	205
2x2	320x240	380	240x240		320x240	270	320x240		240x240	388
3x3									160x160	550
4x4	160x120	630	120x120		160x120	450	160x120		120x120	700
5x5	128x96								96x96	830
6x6	107x80		80x80		107x80				80x80	950
7x7									68x68	1070
8x8	80x60	950	60x60	450	80x60	671	80x60	600	60x60	1170
Screen mm	34x25.5 ■		40 diam. ●		38x28 ■		27x27 ■		48 diam. ●	
Interface	Ethernet GigE Vision		Camera Link		Camera Link		Camera Link		Ethernet GigE Vision	
Pattern streaming	yes		no		no		no		yes	
Band localization	Radon transform & Peak form analysis		Hough transform & Butterfly mask		Hough transform & Butterfly mask		Radon transform & Peak form analysis		Radon transform & Peak form analysis	
Pattern solving	on-line		on-line		on-line		on-line		on-line (dual task)	
	off-line sequences & single patterns		off-line single patterns		off-line single patterns		off-line single patterns		off-line sequences & single patterns	
	off-line re-indexing RP		off-line re-indexing HP		off-line re-indexing HP		off-line re-indexing RP		off-line re-indexing RP	
Combined EBSD&EDS	yes		yes		yes		yes		in progress ⁴	

4

Bemerkung zu Geschwindigkeit

- *Bis 2000* bestand kein Grund zur Geschwindigkeitserhöhung, weil die Videokameras nur 25 (Voll-)Bilder/sec schafften, *Heute: Digitalkameras mit Pixelbinning (Superpixel).*
- Die Geschwindigkeit numerischer Berechnungen geht mit typisch 2/3 der Erhöhung der *CPU-Clock-Rate*, *hoher Geschwindigkeitsgewinn mit Parallelprocessing.*
- Die Geschwindigkeit, mit der ein Band lokalisiert wird, nimmt linear ab mit der Pixelzahl im Diagramm und der Anzahl der φ - ρ Punkte in der diskreten Radon-Transformation.
→ Hough-Transformation mit Intensitätsschwellen
- *Trivial* ist das *Vergrößern des BKP* und – entsprechend – Verkleinern des Radon-Raums.
Unerwünschter Nebeneffekt: *schlechtere Winkelauflösung*
→ *Nur sinnvoll um einen ersten Eindruck von der Textur und der Qualität der Probenpräparation zu bekommen.*

Bemerkung zu Leuchtschirm und Kamera



- Vorteile eines **großen Schirms** bei gleichem Öffnungswinkel $\sim 90^\circ$, $\tan \alpha = D/(2L) \sim 0.85$
- großer freier Raum vor der Probe schützt Leuchtschirm und Probe
 - Abschattung ist unkritisch
 - Relativbewegung des Patterncenters $\sim 1/D$
 - Kalibrierung weniger kritisch
 - größerer Bereich für Arbeitsabstände WD
 - geringere Aufladung des Leuchtschirms
- Vorteil eines **kleinen Schirms**
- kompakter Detektor, Flanschöffnung
 - billiges Standardobjektiv

Kamerasensor mit **600x480 Pixel für OM völlig ausreichend**, schnell.
1200x1600 Pixel nur für Phasenanalyse und Gitterdehnungsmessung.
Rechteckiger „Panorama“-Schirm ist unzweckmäßig.

Orts- und Winkelauflösung

Was können wir von EBSD erwarten?

Die **Ortsauflösung** hängt ab von:

- Größe des WW-Volumens
- Spannung
- Dichte des Probenmaterials
- Kippwinkel
- Durchmesser des Strahls
- korrekte Fokussierung
- Astigmatismuskorrektur
- Strahlstrom / Strahlblende / Kondensator
- Software
- Trennung überlappender Diagramme an Korngrenzen

Beste Praxiswerte mit Materialien von mittlerer Dichte sind etwa:

- 10 - 20 nm mit FE-Kathode**
- 30 nm mit therm. W- Kathode**

Die **Winkelauflösung** hängt ab von:

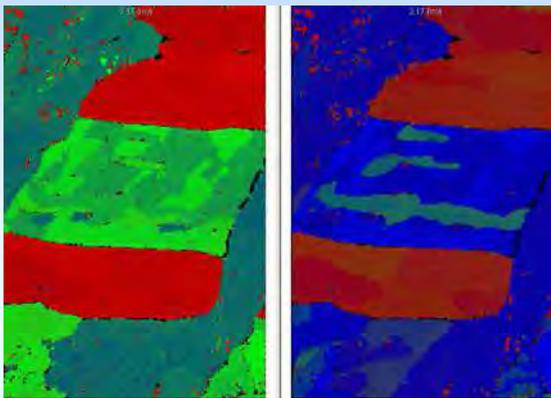
- Korrektur Kalibrierung
- Ausrichtung der Probe und des makroskopischen Koordinatensystems
- Genauigkeit der Bandlokalisierung
- „Hough“-Parameter sind sehr kritisch
- Binning-Faktor
- Schärfe der Pattern, Rauschen
- Strahlstrom
- Integrationszeit / Messgeschwindigkeit
- Probenpräparation

Praxiswerte mit scharfen Diagrammen

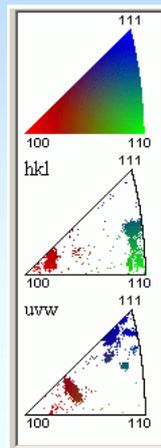
- relativ: 0,2 - 0,5°**
- absolut: 1° - 5°**

7

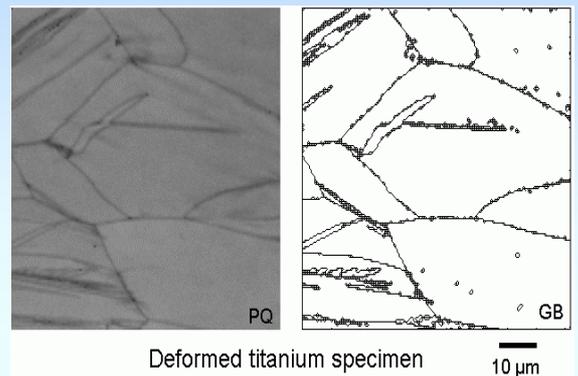
Standardanwendungen von EBSD



Meteor - COM



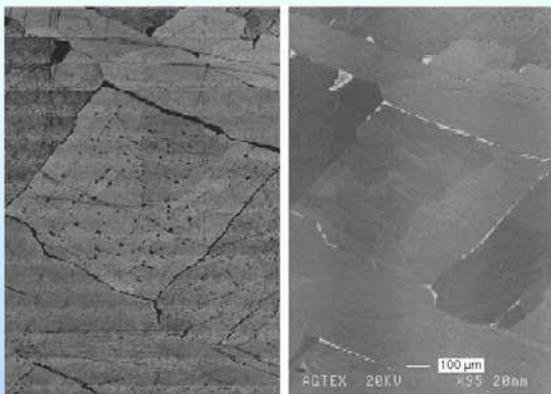
Polfiguren



Deformed titanium specimen

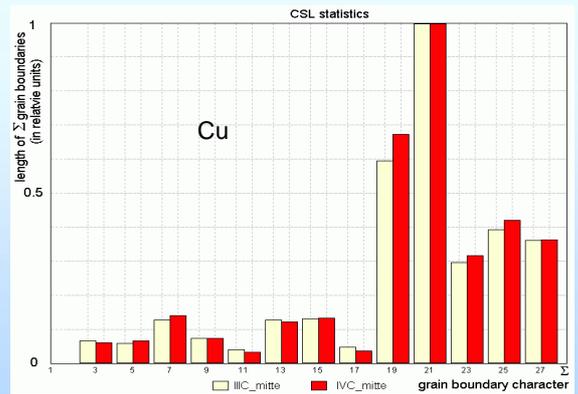
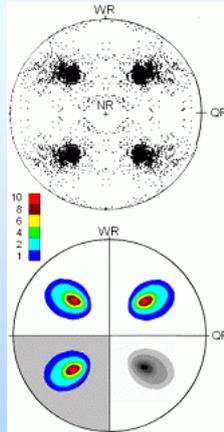
PQ Map

GB Map



PQ Map

SE Bild



KG-Statistik & -Charakter

Unbefriedigende Daten und Filtern 1

EBSD ist heute ein *unverzichtbares Standardverfahren*, aber nicht so selten ist der Anwender von den Resultaten enttäuscht.

Eine *niedrige "Hit Rate" (Bruchteil der indizierten Diagramme)*, *"Orientierungsrauschen" in Orientierungs-Maps und falsche Peaks in Polfiguren und der ODF* können verschiedene Ursachen haben:

1. Diffuse, verwaschene Diagramme

- Eigenspannungen – Martensitische Umwandlung
- Probenpräparation ungenügend
- starke plastische Verformung der Probe
- Fremdschichten, Kontamination
- Strahlsonde oder Kamera defokussiert

9

Unbefriedigende Daten und Filtern 2

2. Verrauschte und unbrauchbare Diagramme

- Strahlstrom zu niedrig, Integrationszeit zu kurz
- Einstellung der Kamera nicht in Ordnung
- Schwankungen von Strahlstrom, Detektorempfindlichkeit

3. Überlagerte Diagramme

- zu kleine Körner (global und/oder lokal)
- an Korngrenzen Strahlsonde unzureichend fokussiert

4. Bildverarbeitungs-Parameter sind nicht in Ordnung

- Untergrundkorrektur
- UG variiert mit (x, y) bei niedrigen Vergrößerungen
- kann von Phase abhängen
- experimenteller UG kritisch bei groben Körnern
- analytischen Untergrund durch Filtern
- Schattenbildung durch Oberflächenrelief

10

Unbefriedigende Daten und Filtern 3

5. Systemkalibrierung ungenügend
→ speziell bei niedrigen Vergrößerungen
unbedingt dynamisch kalibrieren
6. Bandlokalisierung versagt
→ „Hough“-Parameter sind kritisch
7. Fehlerschranken für Prüfung auf richtige Indizierung
→ zu eng oder zu weit
8. Anzahl der zu indizierenden Bänder
→ zu niedrig oder zu viele
9. Phasen, mit denen nicht gerechnet wurde.

11

Unbefriedigende Daten und Filtern 4

Die Aussicht auf unbefriedigende Ergebnisse ist hoch.

Der Anwender ist eventuell versucht, die ***Orientierungs-Maps durch Filtern der Orientierungsdaten zu „schönen“***. Schlimmer noch, wenn das Filtern von der Software unbemerkt vorgenommen wird.

Warnung: Die Daten werden so verfälscht oder völlig unbrauchbar.

Filtern oder „cleaning“ ist nur zulässig, um

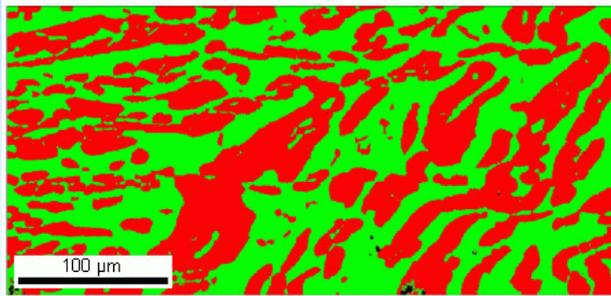
- *einzelne, isolierte Pixel zu entfernen oder*
- *zur Analyse der Textur,*

beispielsweise als Funktion der Korngröße, des Verformungsgrads in Kombination mit der PQ (Anteil der rekristallisierten Körner, Rekristallisationsgrad, Martensitidentifizierung) oder der Phasen.

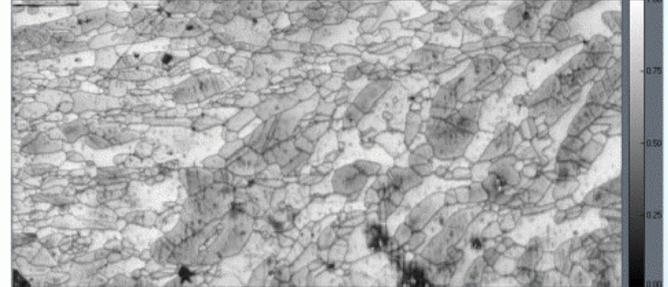
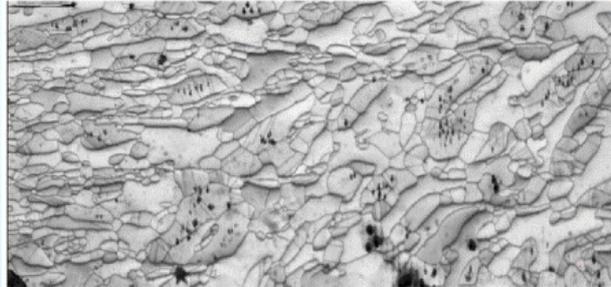
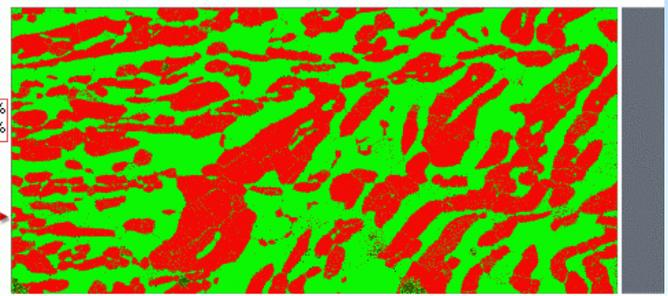
12

Unbemerkt Filtern durch die EBSD-Software

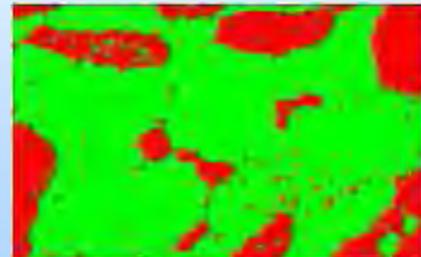
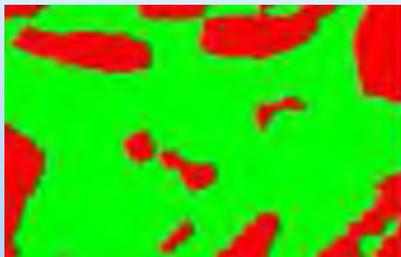
EBSD-System, das mit einem Wahrscheinlichkeitsfilter analysiert



Analyse mit SEMdif des FastEBSD-Systems



Ferritisch-austenitischer Stahl. Die Diagrammsequenz wurde mit dem FastEBSD-Detektor aufgenommen.



13

Unbefriedigende Daten und Filtern 4

Nochmals zum Mitschreiben:

Filtern ist nur zulässig, um einzelne, isolierte Pixel zu entfernen oder zur Analyse der Textur, beispielsweise als Funktion der Korngröße, des Verformungsgrads in Kombination mit der PQ (Anteil der rekristallisierten Körner, Rekristallisationsgrad) oder der Phasen.

Bei unbefriedigenden Ergebnissen die Messung wiederholen, oder, wenn die Diagramme scharf sind, die Auswertung in den Fällen 4 – 9 off-line mit den Originaldiagrammen durchführen, nicht aber mit den (bereits eventuell verfälschten!) „Hough-transformierten“.

==> schnelles und zuverlässiges FastEBSD

Warum schnelles EBSD?

Eine möglichst hohe Geschwindigkeit bei der Aufnahme der Diagramme

- verringert Anforderungen an die Langzeitstabilität des REM. Kalte Feldemissionsquellen mit typisch geringer Stabilität werden unterstützt.
- ist vorteilhaft für schnelle *in-situ dynamische Experimente*, *3D OM* und die *industrielle Prozess- und Qualitätskontrolle*.
- ist *wirtschaftlich*, weil das REM nur kurze Zeit belegt ist.
- Die Belegungszeit des REM sollte nicht vom Auswerten der Messung abhängen.

15

Off-line Auswertung abgespeicherter Diagrammsequenzen → zuverlässiges EBSD

==> Trennung von Aufnahme und off-line Auswertung der Diagrammsequenzen („*pattern streaming*“)

- Die Auswertung der im Rohformat gespeicherten Diagramme kann *jederzeit wiederholt* werden:
 - + hohe Zuverlässigkeit
 - + Die Parameter des Indizierungsprogramms können bequem nach der Registrierung optimiert werden.
 - + Prüfung auf zunächst nicht erwartete Phasen.
- *Kein Kompromiss* nötig zwischen der Messzeit am REM und der Zuverlässigkeit Auswertung.

16

Deshalb *FastEBSD*

- Getrenntes Aufnehmen und Auswerten von EDS und EBSD-Daten ermöglicht *quantitative Analysen unter jeweils optimalen Bedingungen*.
- *Off-line Indizieren* beruht auf der gleichen Philosophie wie *EDS Spectral Imaging*, wo vollständige Röntgenspektren auf 2D-Punktrastern registriert und später off-line ausgewertet werden.
- Ermöglicht *effektiveres 3D OM*, weil die Zeit während des FIBens der nachfolgenden Schicht zur Berechnung der Orientierungen genutzt werden kann.
Bei den bisherigen EBSD-FIB-Kombinationen ist auch wegen der Auswertung während der EBSD-Messung die Belegungsdauer des Mikroskops extrem lang.

EBSD wird mit *FastEBSD* ein zuverlässiges Werkzeug für die *Prozess- und Qualitätskontrolle*. 17

***FastEBSD* – technische Details**

- Die *extrem hohe Aufnahmegeschwindigkeit* ist nur begrenzt durch den noch zulässigen Strahlstrom, die Empfindlichkeit der Kamera und dem Datenspeichern.
- *Die Kamera läuft im Fast-Video-Modus*, wie bei einem Film. Sie braucht nur einmal zu Beginn der Sequenz initialisiert zu werden.
- Die Verweilzeit je Messort ist konstant, während die Zeit fürs Indizieren von der aktuellen Kornorientierung und der Anzahl der Phasen abhängt.
- Das REM wird, dank der hohen Geschwindigkeit, nur kurze Zeit während der Aufnahme der Sequenz belegt.

Hardware *NORDIF 1000UF* *)

für die Aufnahme und das Abspeichern der Diagrammsequenzen

- Hochempfindliche, schnelle Kamera (GigE Vision)
- Pixel-Binning auf dem Sensorchip
- Datenübertragung entsprechend GigE-Vision-Standard
 - + hohe Geschwindigkeit: Die hohe Bandbreite (1 Gb/sec) lässt große *nichtkomprimierte* Bilder in Echtzeit zu.
 - + bis zu 100 m Kabellänge, dünne CAT5e Kabel, Fernsteuerung des REM möglich
 - + preiswerte Ethernet- statt Framegrabber-Steckkarten
 - + einfach zu programmieren (Standard GenICam-Protocoll)
 - + Kameras nach *GenICam* können ersetzt werden ohne die Software oder Treiber ändern zu müssen

(Vorteil: rapider Fortschritt der Kameras für industrielle Bildverarbeitung, niedrige Kosten, zukunftssicherer Standard, mehrere Kameraanbieter)

*) Prof. Jarle Hjelen, NTNU Trondheim (Norwegen)

www.nordif.com

Leistung des *FastEBSD*-Systems

- Aufnahme: *>1000 Diagramme pro Sekunde* mit geeigneten Proben (Al, Ni; 20 kV, ≈ 30 nA), d.h. aktuell *fast 4 Millionen Orientierungen/Stunde*.
(Die Diagramme werden auf dem Sensorchip in der Regel auf 96 x 96 Bildpunkte gebinnt und auf die Festplatte gestreamt.)
- Indiziert *>2000 Orientierungen/sec* von Rohpattern, etwa 5 mal mehr von Radon-Peaks mit einem Quad-Core PC.
- Die weitere Auswertung (Filtern, GB, Σ GB, Statistik, Orientierungsstereologie, Quantitative Texturanalyse) erfolgt getrennt mit besonderen Programmen (SEMtex, WinODF).
- Die Diagrammsequenzen können auch ohne Indizierung zur Abbildung im Material- und Reliefkontrast verwendet werden, d.h. der *EBSD-Detektor fungiert gleichzeitig wie ein Halbleiterdetektor (FSD)*, die Felder der gemessenen Rückstreuintensitäten auf dem Detektor sind jedoch frei wählbar. Kein zusätzlicher Platzbedarf.

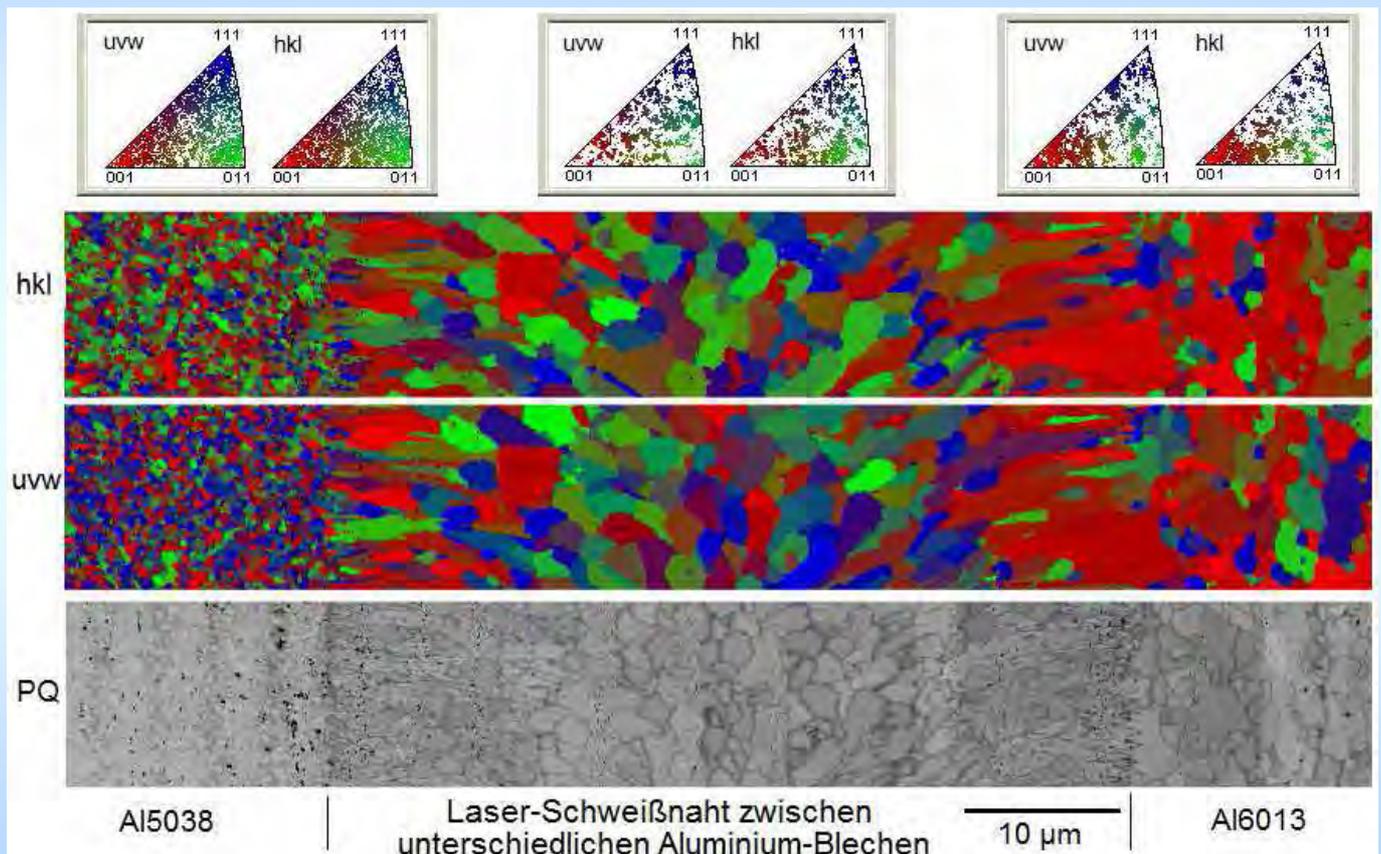
Als Beispiel das Menü von SEMdif - FastEBSD

The screenshot shows the SEMdif V2.0 software interface. The 'Extras' menu is open, displaying a list of languages with corresponding flags: ChineseBig5, ChineseGB, C_ChineseBig5, C_ChineseGB, deutsch, english, español, français, norsk, polski, portugües, svenska, and русский. The main window displays a selected language (deutsch) and a central image with red lines and coordinates (240, 220). Below the main window are panels for 'Kikuchidiagramm' and 'Autokalibrierung'. A 'contrast' dialog box is also visible, showing sliders for 'max. Bänder' and 'pc.X'. On the right, there are input fields for 'Phasen' (fcc), 'max. Bänder' (7), and 'geom. Kalibrierung' (anwenden). A table below these fields shows calibration data for SEM, PC, and P axes.

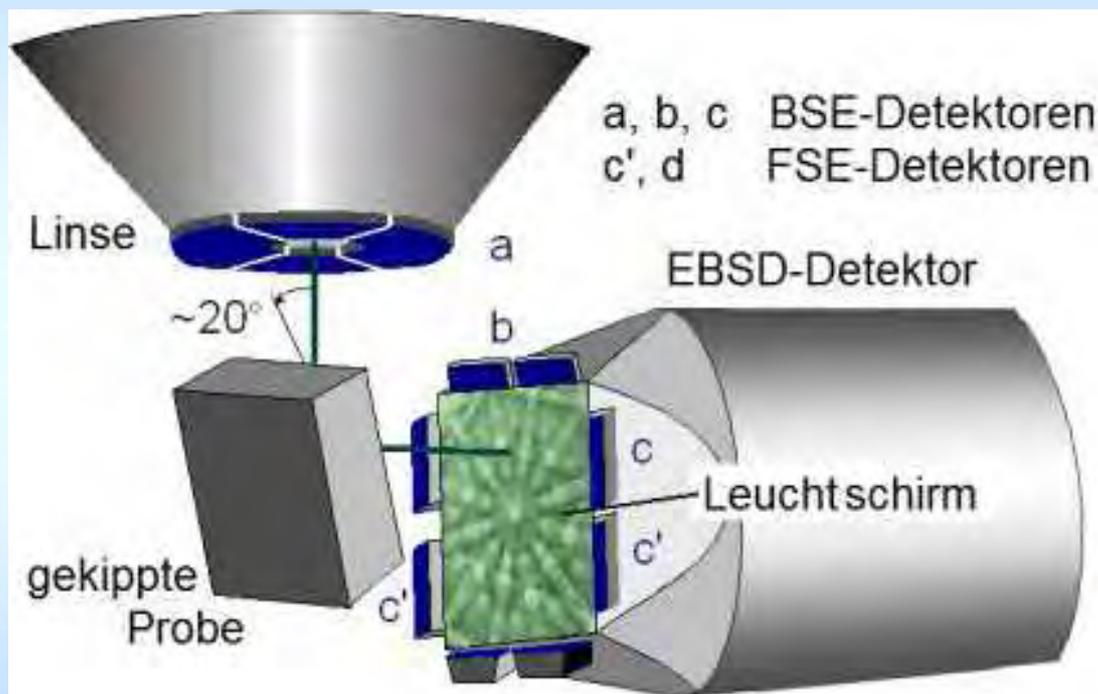
	A [ok]	B [ok]	C [ok]	D [ok]	φ_1	Φ	φ_2
SEM.X	45	303	300	34			
SEM.Y	84	80	319	332	Orientierungsmatrix g		
PC.X	240	240	240	240			
PC.Y	220	220	220	220			
P.C.L	250	250	250	250			

21

Inverse Polfiguren und das Gefügebild



RE-Detektoren im REM bei geneigter Probe



Konventionell werden Si-Dioden eingesetzt.

23

Konventionelle RE-Detektoren im REM



Halbleiter-Dioden als RE-Detektoren

- nehmen viel Platz in der Probenkammer weg.
- sind zerbrechlich und eine teure Angelegenheit.
- Die optimale Einstellung von Bildhelligkeit, Kontrast und Probenstrom kann ziemlich knifflig und zeitraubend sein.

- Die Signalhöhen hängen stark vom Abnahmewinkel ab. Diese Einstellungen sind meist nur für eine Art Bildkontrast (Topographie oder Material) optimal (– falls die Elektronik überhaupt für mehrere Signalkanäle ausgelegt ist).
- Die gleichzeitige Aufnahme von Gefügebildern mit unterschiedlichen Kontrasten ist nur ausnahmsweise möglich ==> Zeitverlust.
- Die Signalintensität hängt vom Abstand des Messortes vom Detektor ab. Daher muss beim Abrastern der Verstärker dynamisch abgeglichen werden.
- Die analogen Signale eignen sich schlecht für die Bildverarbeitung.

24

Der EBSD-Detektor misst bereits die Winkelverteilung des RE-Stroms

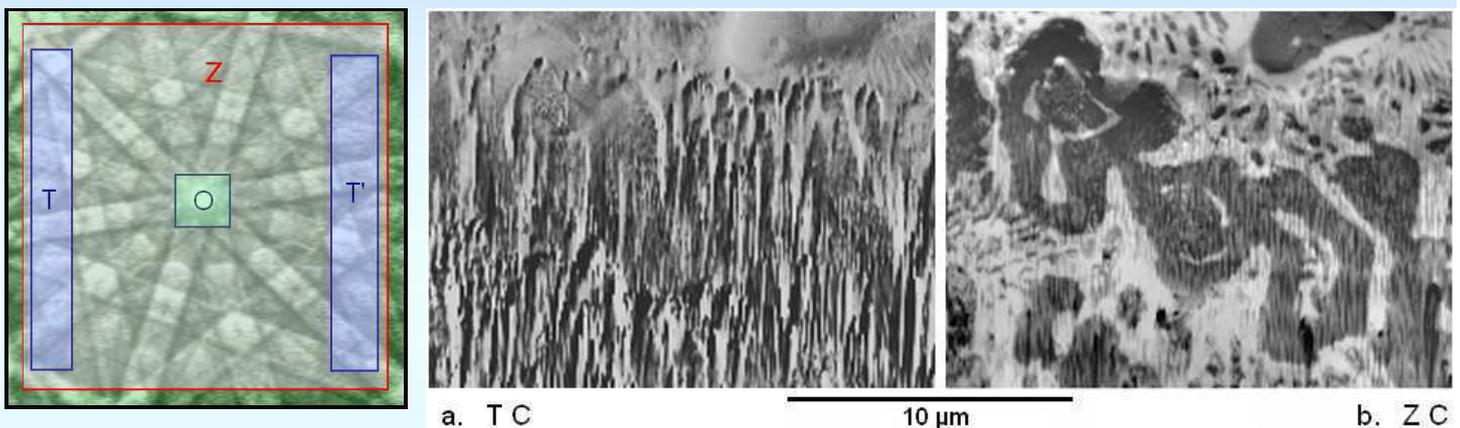
Ein *Kikuchi-Diagramm* gibt die *Winkelverteilung der RE-Ausbeute* wieder, die auf den zweidimensionalen Leuchtschirm projiziert wird. Die Intensität der RE, die in ein Raumwinkelement emittiert wird, kann somit erfasst werden, indem man den Strom in dem entsprechenden Flächensegment auf dem Leuchtschirm misst.

Wenn dies für alle Diagramme einer Sequenz erfolgt, kann ein *RE-Verteilungsbild des Gefüges* punktweise konstruiert werden. Die Diagramme brauchen dazu nicht indiziert zu werden.

Das Signal für das Gefügebild und für das Orientierungsverteilungsbild stammen aus derselben Quelle, dem Kikuchi-Diagramm. Daher haben beide Abbildungen dieselbe *hohe Ortsauflösung*.

Der EBSD-Detektor arbeitet wie ein *Multi-Array-Stromdetektor*.²⁵

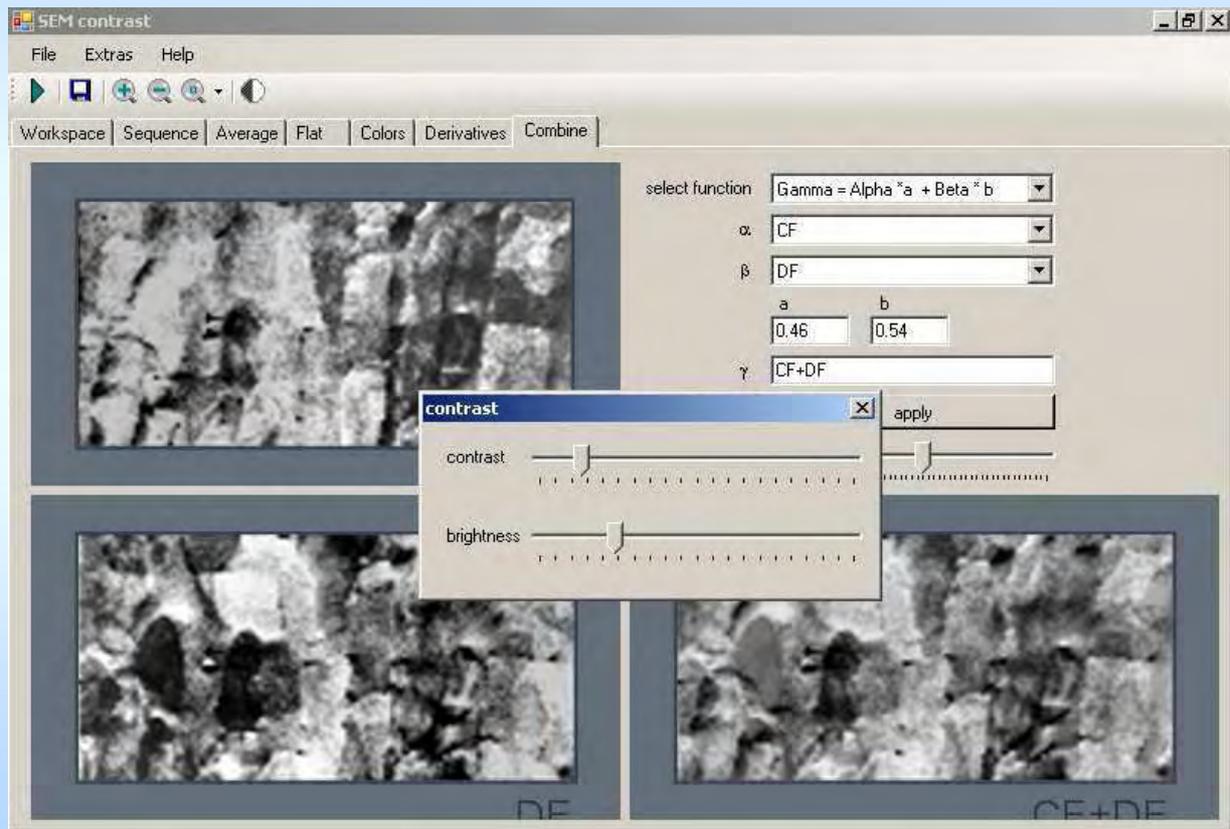
EBSD-Detektor ersetzt BSE- und FSE-Detektoren ***Er arbeitet im FastEBSD wie ein Multi-Array-Detektor.***



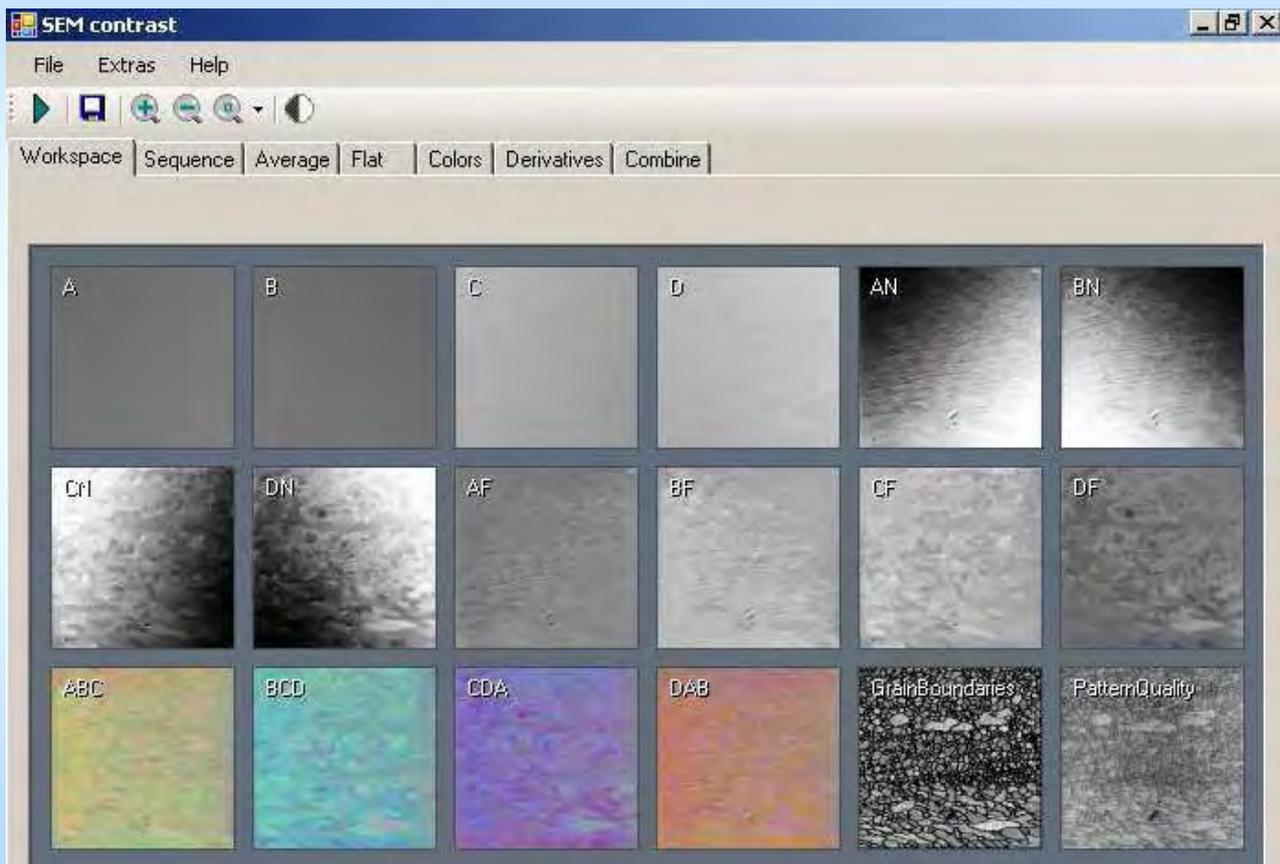
Links: Vier Messbereiche auf einem Cd-Diagramm. Z markiert den Bereich für die Konstruktion von Materialkontrast-, T und T' für Reliefkontrast- und O für Orientierungskontrast-Bilder.

Rechts: (a) Reliefkontrast- und (b) Materialkontrast-Bild einer Silberlotnaht nach zu starkem Ionenbeschuss (FIB).

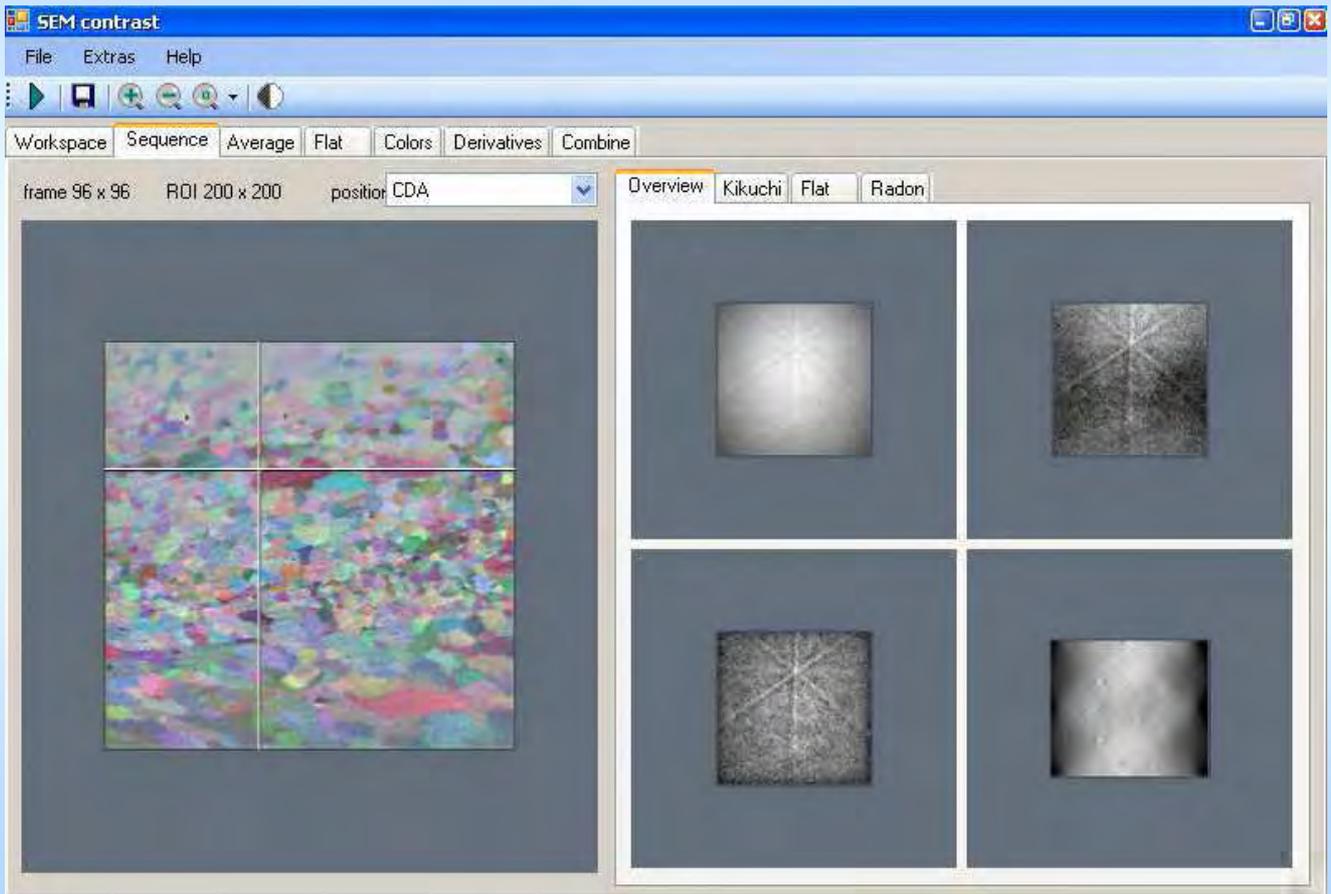
Mischen der Signale und Anpassen des Kontrastes in den Bildern



Gallery of maps



Zusätzliche Funktionen, wenn die Orientierungsdaten bereits abgespeichert wurden



Zusammenfassung

FastEBSD mit getrennter Aufnahme (“pattern streaming”) und Auswertung der Diagramme hat viele Vorteile gegenüber dem konventionellen on-line EBSD.

- + Auswertung der Originaldaten jederzeit zuverlässig möglich.
- + Sehr hohe Geschwindigkeit der Aufnahme und Auswertung.

Der EBSD-Detektor kann auch Si-Dioden-Detektoren ersetzen:

- + Digitale Bildverarbeitung statt teurer analoger Hardware.
- + Der freie Raum vor der Probe wird nicht beschnitten.
- + Keine zusätzliche Messzeit am REM erforderlich.
- + Die Diagramme müssen für Material- und Topographie-Kontrast-Gefügebilder nicht indiziert zu werden.
- + Die selbe hohe Ortsauflösung wie in Orientierungs-Maps.

Besuchen Sie doch mal meine Webseiten

www.ebsd.info www.ebsd.de
www.crystaltexture.com

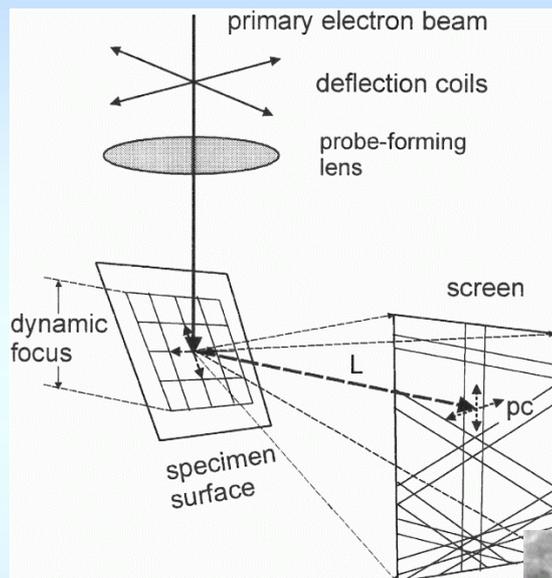
Danke für Ihre Aufmerksamkeit.

0,1 mm

Laser welding seam

AZ61 metal sheet

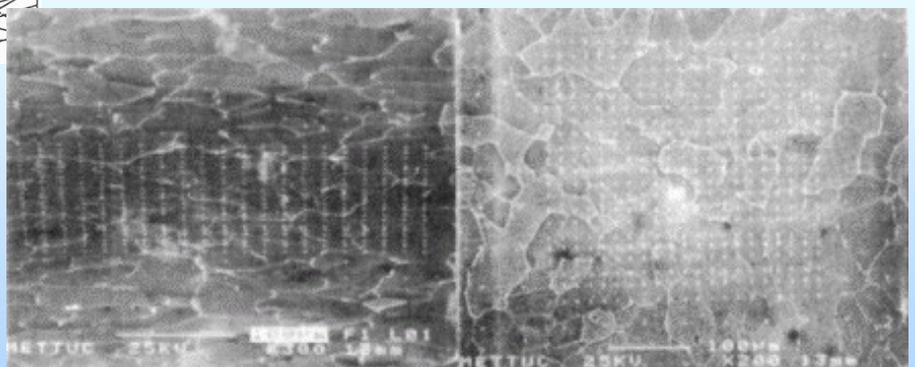
Systemkalibrierung



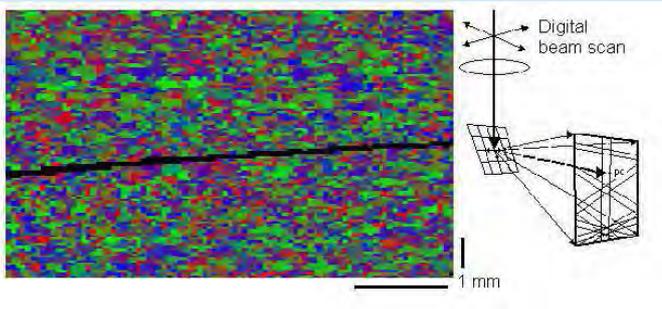
Digitale Strahlrasterung

Das Pattern Center PC bewegt sich, der Abstand L zwischen Probe und Leuchtschirm und der Fokus ändern sich beim Abrastern der schräg stehenden Probenoberfläche.

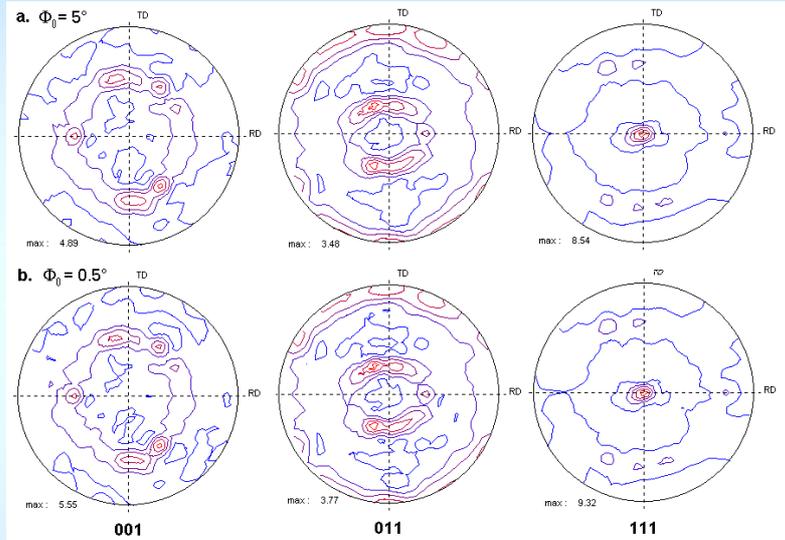
Prüfe nach, dass das Rasterfeld nicht verzerrt ist.



Messung der globalen Textur im REM mit digitaler Strahlsteuerung



Orientierungs-Map (OM) einer Tantalprobe und Polfiguren vom selben Bereich, berechnet aus der ODF.



⇒ **Der volle Vergrößerungsbereich des REM** kann für die Messung der globalen Textur genutzt werden, wenn bei der digitalen Strahlrasterung *dynamisch fokussiert und dynamisch kalibriert* wird. Das Aneinanderfügen von Maps („stitching“) ist ³³unnötig.

Secondary and backscattered electrons



By interaction of the energetic primary electron beam with the sample, Secondary *Electrons* (SE), *Backscatter Electrons* (BE), Auger *Electrons* (AE), X-rays and, under some conditions, light photons (*Cathodo-Luminescence* CL) are released.

These signals are acquired with dedicated detectors and used to control the brightness of a synchronously scanning beam on the monitor screen thus producing maps („images“) of the microstructure.