

S. Johansson, J. Moverare, R. Peng

Recent Applications of Scanning Electron Microscopy

Neueste Anwendungen der Rasterelektronenmikroskopie

Received: September 29, 2013
Accepted: September 29, 2013

Eingegangen: 29. September 2013
Angenommen: 29. September 2013
Übersetzung: E. Engert

1. Introduction

Scanning electron microscopy (SEM) has since it was commercially available in the sixties been used in the study of solid inorganic and organic materials at magnifications ranging from 10 to above 10 000 times [1]. The technique attracted investigators in many areas as a good complement and extension of optical microscopy concerning magnification range and depth of focus. The imaging was based on scanning an electron beam along a raster in an electronic lens system under vacuum in combination with a pickup and display of electron intensity on an oscilloscope phosphor screen.

The impact concerning performance was immediate and the applications concerning additional information extracted like chemical analysis of organic and inorganic materials was impressive and the general prin-

1. Einleitung

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) dient seit dem Zeitpunkt ihrer Marktverfügbarkeit in den 60er Jahren der Untersuchung anorganischer und organischer Feststoffe bei 10- bis mehr als 10 000-facher Vergrößerung [1]. Als sinnvolle Ergänzung bzw. Erweiterung der lichtoptischen Mikroskopie in zahlreichen Bereichen zog diese Technik angesichts des Vergrößerungsbereichs und der Schärfentiefe die Aufmerksamkeit der Forscher auf sich. Ein Bild wurde dabei erzeugt, indem ein Elektronenstrahl in einem elektronischen Linsensystem unter Vakuum entlang eines Rasters ein Objekt abtastet. Die Elektronenintensität wird registriert und auf einem Phosphorbildschirm eines Oszilloskops sichtbar gemacht.

Die mit dem Aufprall in Zusammenhang stehende Leistung war unmittelbar und die auf zusätzlich gewonnenen Informationen beruhenden Anwendungen wie beispielsweise die chemische Analyse organischer und an-

Authors:

Sten Johansson, Johan Moverare, Ru Peng Linköping University, Dept. of Management and Engineering, SE-581 83 Linköping, Sweden

principles and handling were understandable even for non-specialists. The importance of the technique for research and technical development in areas like electronics is well known. The development of detection systems for image generation like from low to higher electron energy has been enormous and even STEM detectors with surprisingly good imaging performance are now available.

Analysis tools are now including diffraction phenomena like EBSD for crystallographic studies. The use of X-ray generated was early introduced and the performance of those EDS systems is enormous even if the basic principle of detection is almost the same. Even if the development of digital electronics is one important factor for today's performance of SEM, the most important factor for success is the generation of electron probe size with a small diameter to obtain as high resolving power as possible. In addition to that the electron density plays a major role since the resolving power is dependent on peak to background ratio to get a sharp image, the development of bright guns is the most important factor.

In the beginning, heating of a tungsten wire was enough for many years since a high current and electron probe with good stability was delivered. Other materials than tungsten were developed and LaB₆ was a weaker but more dense alternative. Finally, cold field emission generation through a sharp needle was introduced with higher beam density at the expense of gun stability. Now extremely high resolution was achieved but the versatility of the microscope was limited. Not until the introduction of heated field emission and so called Schottky emission the combination of high performance and wide spread use was reached.

organischer Werkstoffe waren beeindruckend. Allgemeine Prinzipien und Handhabung waren hierbei selbst für Laien verständlich. Die Bedeutung dieser Technik für Forschung und technische Entwicklung in Bereichen wie beispielsweise der Elektronik ist allgemein bekannt. Die Entwicklung von Detektorsystemen für die Bildgenerierung (z. B. von niedriger hin zu hoher Elektronenenergie) war beachtlich. Selbst STEM-Detektoren bieten heute eine überraschend gute Abbildungsleistung.

Im Bereich kristallographischer Untersuchungen nutzen Analyseinstrumente heute Beugungseffekte wie z.B. EBSD. Früh wurden generierte Röntgenstrahlen eingeführt und eingesetzt. Die Leistung dieser EDS-Systeme ist beträchtlich, auch wenn das Grundprinzip der Detektion weitestgehend gleich bleibt. Auch wenn die Entwicklung digitaler Elektronik für die heutige Leistung eines REM ein wichtige Rolle spielt, ist der wichtigste Erfolgsfaktor zum Erzielen eines höchstmöglichen Auflösungsvermögens die Erzeugung eines Elektronenstrahls mit kleinem Durchmesser. Da das Auflösungsvermögen vom Verhältnis Peak/Untergrund abhängig ist, spielt die Elektronendichte zur Gewährleistung scharfer Aufnahmen eine wichtige Rolle. Wesentlich ist, davon abgesehen, die Entwicklung hell strahlender Kathoden.

Einige Jahre lang genügte zunächst die Erwärmung von Wolframdraht, da hoher Strom und ein Elektronenstrahl mit guter Stabilität generiert wurden. Es wurden weitere Werkstoffe entwickelt, dabei bot LaB₆ eine schwächere allerdings dichtere Alternative. Schließlich wurde die Generierung kalter Feldemission mittels einer scharfen Nadel eingeführt. Auf Kosten der Kathodenstabilität wird hierbei eine höhere Strahldichte erzeugt. So konnte eine äußerst hohe Auflösung erreicht werden, die Einsetzbarkeit des Mikroskops war jedoch begrenzt. Erst durch Einführung der warmen Feld- und der sogenannten Schottky-Emission konnten eine hohe Leistung und vielseitige Einsetzbarkeit gewährleistet werden.

Another factor that has been very important for the development in microscopy is the possible use of EBSD as a complement to other analysis tools [2]. The development of those techniques has in common that they were in the beginning only used by specialists due to their limitations in performance and speed. The aim of this paper is to give a few examples of how old but not so often used detection techniques can be made available as extremely good and new tools in the study of microstructure in metal alloys.

2. Crystallographic Contrast Imaging and Channeling

Crystallographic contrast as a result of the interaction between a well collimated electron beam and crystals has been known and used to a limited extent in materials research [3, 4] for a long time and only used for specific materials to solve specific problems since contrast enhancement equipment had to be used due to low intensity in the beam. The backscattered electrons in the upper energy range with a high beam current will produce sharp contrast between crystal grains as a result of a difference in crystal orientation. This means that a polycrystalline grain structure in a polished metallographic sample can be studied without etching. In normal secondary electron imaging this type of surface would appear as totally featureless. Knowing that a high beam current together with detection of high energy back scattered electrons is not the ideal situation for high resolution imaging in SEM, the fact that high contrast is sometimes more important than spatial resolution makes channeling promising in situations where phenomena affecting diffraction like strain fields and dislocations appear in the crystal [5].

Ein anderes, für die Entwicklung der Mikroskopie bedeutendes Kriterium ist die Möglichkeit, EBSD ergänzend zu anderen Analysemethoden einzusetzen [2]. Eine Gemeinsamkeit in der Entwicklung dieser Techniken ist ihr zunächst aufgrund der Einschränkungen bei Leistung und Geschwindigkeit Experten vorbehaltener Einsatz. Die vorliegende Arbeit möchte einige Beispiele anführen, wie alte, jedoch nicht allzu häufig eingesetzte Detektionstechniken, als ausgezeichnete und neuartige Instrumente bei der Untersuchung von Mikrostrukturen von Metalllegierungen eingesetzt werden können.

2. Bildgebung durch kristallographischen Kontrast und „Channeling“ (Kanalisation)

Ein kristallographischer Kontrast als Effekt der Interaktion eines entsprechend kollimierten Elektronenstrahls mit Kristallen war ein bekanntes Phänomen, das in begrenztem Maße lange Zeit in der Materialforschung Anwendung fand [3, 4]. Zur Lösung spezifischer Probleme kam es allerdings lediglich für bestimmte Werkstoffe zum Einsatz, da aufgrund der geringen Intensität im Strahl eine Ausrüstung zur Verstärkung des Kontrastes notwendig war. Bei einem hohen Strahlstrom erzeugen die Rückstreuелеktronen im oberen Energiebereich aufgrund einer unterschiedlichen Kristallorientierung zwischen Kristallkörnern einen scharfen Kontrast. Das bedeutet, dass ein polykristallines Korngefüge in einer polierten metallographischen Probe ohne Ätzung untersucht werden kann. Bei normaler Bildgebung mittels Sekundärelektronen würde diese Art von Oberfläche komplett strukturlos erscheinen. Weiß man, dass ein hoher Strahlstrom in Kombination mit der Detektion hochenergetischer Rückstreuелеktronen keine ideale Voraussetzung für eine hohe Auflösung im REM ist, erscheint das Channeling in Situationen vielerorts, in denen Phänomene im Kristall auftreten, die sich auf die Beugung auswirken, wie z. B. Spannungsfelder und Versetzungen, da ein hoher Kontrast zeitweise wichtiger ist als räumliche Auflösung [5].

Since the channeling process has been known for a long time and not been used frequently in materials science, it is the question if it is useful today. The answer is that with the development of new generations of SEM with bright Schottky emitters and the possibility to form images from electrons in the entire energy range using in lens detection system and new solid state annular back scatter detectors would make it possible to use channeling as a more general tool in the study of microstructural development in metallic materials [5, 6].

The application of channeling in the study of crystalline materials with focus on microstructure rather than orientation has been denominated electron channeling contrast imaging (ECCI [9]). Also electron channeling patterns are produced under the conditions described above as lines representing the intersection of crystal planes with the sample surface [1]. The information obtained from these effects has been limited since the contrast produced is too weak to allow quantitative evaluation and the development of the electron backscattering pattern technique, EBSD, has instead become a successful tool to evaluate orientation relations between crystals.

2.1 Applications of Channeling Contrast

Applied studies of microstructural development in high temperature materials using ECCI will be presented below. Studies of the effect of static and dynamic loading on the microstructure at high temperature has been done for many years and phenomena like fatigue and creep and their mechanisms have been investigated using optical microscopy, SEM and TEM. The fact that damage introduced during

Da der Prozess des Channeling lange Zeit bekannt war, in der Werkstoffkunde aber nicht allzu häufig angewendet wurde, stellt sich die Frage, ob er heute von Nutzen ist. Die Antwort lautet, dass mit der Entwicklung neuer REM-Generationen mit hell strahlenden Schottky-Emittern und der Möglichkeit unter Verwendung von Inlens-Detektorsystemen und neuartigen Halbleiter-Ringdetektoren für Rückstreuerelektronen Bilder auf der Basis von Elektronen im gesamten Energiebereich aufzubauen, das Channeling als vielseitigeres Instrument bei der Untersuchung der Gefügeentwicklung in metallischen Werkstoffen eingesetzt werden könnte [5, 6].

Die Anwendung des Channeling bei der Untersuchung kristalliner Materialien, bei der das Hauptinteresse eher auf der Mikrostruktur als auf der Orientierung liegt, wurde als Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI, Bildgebung mittels Elektronen-Channeling-Kontrast) bezeichnet [7–9]. Unter zuvor beschriebenen Bedingungen werden zudem Elektronen-Channeling-Muster erzeugt, Linien, die die Schnittfläche von Kristallebenen mit der Probenoberfläche konstituieren [1]. Die anhand dieser Phänomene gewonnenen Informationen waren begrenzt, da der erzeugte Kontrast zu schwach für eine quantitative Auswertung ausfällt. Stattdessen wurde die Entwicklung der Technik der Elektronenrückstremuster, EBSD, ein für die Auswertung der Orientierungsbeziehungen zwischen Kristallen erfolgreich eingesetztes Instrument.

2.1 Anwendungsbereiche des Channeling-Kontrast

Weiter unten werden anwendungsorientierte Untersuchungen der mikrostrukturellen Entwicklung in Hochtemperaturwerkstoffen mittels ECCI vorgestellt. Jahrelang wurden die Auswirkungen der statischen und dynamischen Beanspruchung auf die Mikrostruktur bei hoher Temperatur und Erscheinungen wie Materialermüdung und Kriechen und deren Mechanismen mittels lichtoptischer Mikroskopie, REM und TEM untersucht. Die Tatsache,

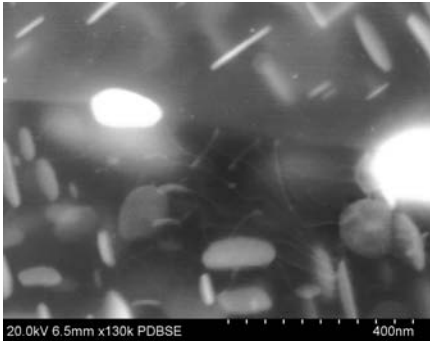


Fig. 1: ECCL image of Al-Cu alloy showing channeling contrast of disk like precipitates and dislocations

Bild 1: Die ECCL-Aufnahme einer Al-Cu-Legierung zeigt den Channeling-Kontrast plättchen-artiger Ausscheidungen und Versetzungen

mechanical loading is generally based on local processes has been a problem since specimen preparation is very difficult and time consuming especially if cracks are involved. Another complication is that it is very difficult to find areas of interest to study even if new techniques like focused ion beam (FIB) are available.

To illustrate the results obtainable with ECCL a picture of a polished sample of an Al-Cu type of alloy is shown in Fig. 1 at high magnification. The disk like hardening precipitates produced by aging and a grain boundary are imaged with an almost three dimensional appearance due to channeling from below the surface. Also dislocations can be clearly seen. Fig. 2 illustrates the good contrast conditions and the more clear view of the grain boundary region giving the same information as with TEM imaging but in addition a possibility to cover areas in the size range of cm^2 .

2.2 Single Crystal Super Alloy

In a study of damage mechanisms from thermo mechanical fatigue (TMF) of the

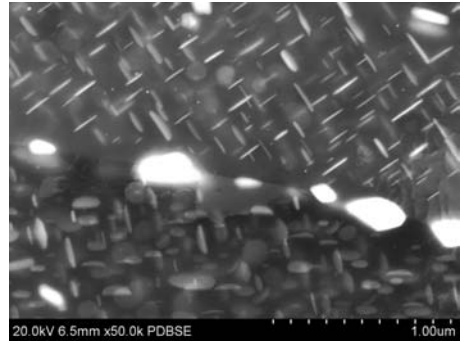


Fig. 2: ECCL image at lower magnification showing details of the grain boundary region more clearly

Bild 2: ECCL-Aufnahme bei geringer Vergrößerung mit deutlich erkennbaren Einzelheiten des Korngrenzenbereichs

dass ein während mechanischer Belastung eingetretener Schaden im Allgemeinen auf lokale Prozesse zurückgeht, stellte ein Problem dar, da die Probenpräparation, insbesondere wenn Risse auftreten, sehr schwierig und zeitaufwendig ist. Auch wenn neue Techniken wie fokussierte Ionenstrahlen (FIB) zur Verfügung stehen, kommt erschwerend das komplizierte Ermitteln zu untersuchender Bereiche hinzu.

Bild 1 zeigt zur Illustration der mittels ECCL erzielbaren Ergebnisse die Aufnahme einer polierten Probe einer Legierung des Typs Al-Cu bei starker Vergrößerung. Die durch Härtung aufgetretenen plättchenförmigen Ausscheidungen und eine Korngrenze werden durch Channeling von unterhalb der Oberfläche fast dreidimensional erscheinend abgebildet. Versetzungen sind zudem klar zu erkennen. Bild 2 illustriert den guten Kontrast und die freiere Sicht auf den Bereich der Korngrenze. Es bieten sich die gleichen Informationen wie bei der TEM-Bildgebung mit der zusätzlichen Möglichkeit, Bereiche in einer cm^2 -Größenordnung abzudecken.

2.2 Einkristallsuperlegierung

In einer Studie zum Schadensmechanismus bei thermisch-mechanischer Ermüdung (TMF) der

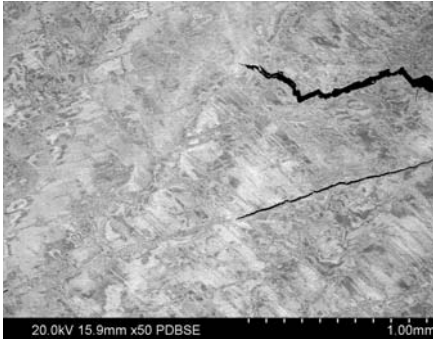


Fig. 3: Low mag ECCI image of CMSX4 single crystal showing contrast from homogeneous deformation without localized slip

Bild 3: Die ECCI-Aufnahme niedriger Vergrößerung eines CMSX-4-Einkristalls zeigt den durch homogene Verformung ohne lokalisiertes Gleiten entstandenen Kontrast

single crystal Superalloy CMSX 4 [7, 10] polished cross sections were studied in a Hitachi SU70 FEG SEM using an annular backscatter detector. The ECCI imaging makes it possible to get an overview over larger areas and the channeling is showing clearly variations in contrast from misorientation at lower magnifications. Homogeneous plastic deformation may be of great importance for the properties of an alloy. The contrast pattern displayed in Fig. 3 indicates that the plastic deformation in the cracked region is homogeneous since no slip bands are visible. This can be verified by using EBSD misorientation mapping [11].

In this paper the combined use of ECCI and EBSD made it possible to evaluate if the general slip character (homogeneous or localized) depending on mechanical and thermal treatment by using misorientation EBSD mapping (Fig. 5). This information i. e. the coupling established could then be used to study larger areas without doing EBSD mapping in each case. It was also possible to study local twinning in a cracked region and to evaluate this as local damage

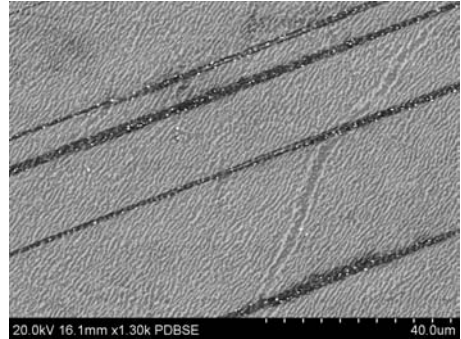
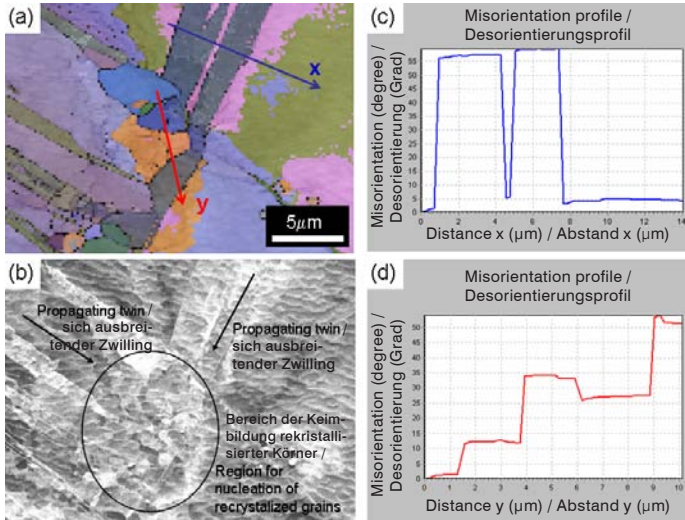


Fig. 4: ECCI image of rafted γ' structure in CMSX4 single crystal with deformation twins close to the cracked region in CMSX4

Bild 4: ECCI-Aufnahme der γ' -Struktur gerichteter Vergrößerung in einem CMSX-4 Einkristall mit Verformungszwillingen nahe dem gerissenen Bereich

Einkristallsuperlegierung CMSX 4 [7, 10] wurden Querschnitte in einem Hitachi SU70 FEG REM unter Einsatz eines ringförmigen Rückstreudetektors untersucht. Die ECCI-Bildgebung ermöglicht einen Überblick über größere Bereiche und das Channeling zeigt deutlich Kontrastveränderungen durch Desorientierung bei geringeren Vergrößerungen. Eine homogene plastische Verformung könnte sich erheblich auf die Eigenschaften einer Legierung auswirken. Das in Bild 3 gezeigte Kontrastmuster zeigt, dass die plastische Verformung im gerissenen Bereich – es sind keine Gleitbänder zu erkennen – homogen ist. Dies kann durch das EBSD-Mapping der Desorientierung bestätigt werden [11].

Bei vorliegender Arbeit ermöglichte die Kombination von ECCI und EBSD (EBSD-Mapping der Desorientierung) die Beurteilung der allgemeinen, von der mechanischen und thermischen Behandlung abhängigen Beschaffenheit des Bandes (homogen oder lokalisiert)(Bild 5). Diese Information, d. h. die erstellte Verknüpfung kann dann dazu dienen, größere Bereiche zu untersuchen, ohne jedes Mal ein EBSD-Mapping durchzuführen. Es war ferner möglich, lokale Zwillingsbildung in einem gerissenen Bereich



Figs. 5a to d: Evaluation of twinning as a failure mechanism: a) by EBSD mapping, b) from ECCI picture; c) using misorientation profiles x twinning; d) y recrystallisation
Bilder 5a bis d: Auswertung der Zwillingsbildung als Schadensmechanismus: a) durch EBSD-Mapping; b) anhand einer ECCI-Aufnahme; c) mittels Desorientierungsprofilen x Zwillingsbildung; d) y Rekristallisation

mechanism together with local recrystallization (verified by EBSD) acting as a final failure mechanism.

External loading of metallic material is often causing concentrated local damage in the microstructure commonly referred to as slip band or even deformation bands if the origin is not clear. Those bands often cause initiation of cracks and subsequently fracture. The bands do not always originate from dislocation slip but also from deformation twins as is shown in Fig. 4 thanks to ECCI. The ECCI micrograph shown in Fig. 6 is a single crystal superalloy MD2 with white γ' precipitates. The deforma-

zu untersuchen und dies als lokalen Schadensmechanismus zusammen mit lokaler Rekristallisation (überprüft mittels EBSD) als letztendlichem Schadensmechanismus zu beurteilen.

Belastung metallischer Werkstoffe von außen führt häufig zu lokal konzentriertem Schaden in der Mikrostruktur, der gemeinhin als Gleitband bezeichnet wird, oder auch, bei unklarem Ursprung, als Deformationsband. Solche Bänder führen häufig zur Initiierung von Rissen und anschließend zu einem Bruch. Die Bänder haben nicht immer ihren Ursprung im Versetzungsgleiten, sondern auch in Verformungszwillingen wie es dank ECCI in Bild 4 deutlich wird. Die in Bild 6 gezeigte mikroskopische ECCI-Aufnahme zeigt eine Einkristallsuperlegierung MD2 mit weißen

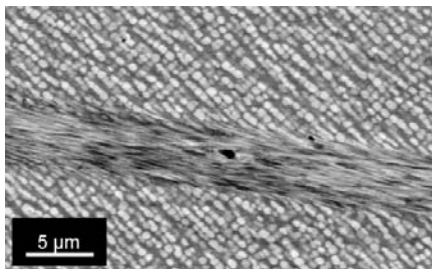


Fig. 6: ECCI SEM picture of MD2 single crystal superalloy with white γ' precipitates subjected to TMF loading up to 950°C. The origin of the elongated deformation band is from local rafting

Bild 6: ECCI REM-Aufnahme der MD2 Einkristall-Superlegierung mit weißen γ' -Ausscheidungen, die einer TMF-Belastung bis zu 950°C ausgesetzt wurde. Das gelängte Deformationsband findet seinen Ursprung im lokalen Rafting

tion band in the middle of the micrograph could easily be mistakenly identified as a slip band but the clear channeling contrast in combination with EBSD would exclude both slip and twinning. A careful study of the micrograph will identify this phenomenon as local concentrated rafting, a process driven by a combination of high local stress and diffusion at a high temperature. A suggestion of a name for the damage is thus super-rafting.

2.3 Cracking in a Polycrystalline Super Alloy IN718

The microstructure in the vicinity of a growing crack has been of interest in many fatigue studies but in most cases only the most severe plastic deformation has been visible in optical micrographs at fairly low magnification since secondary imaging in SEM is not sensitive enough to show good contrast of slip bands. In

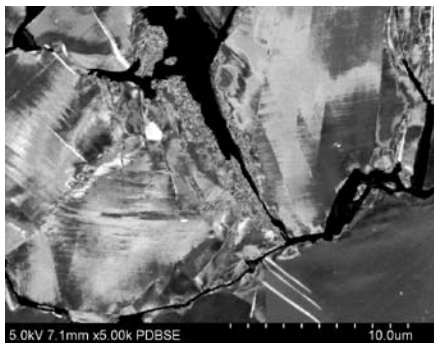


Fig. 7: SEM ECCI micrograph showing local deformation along the crack front in IN718. Slip lines in the grains can be seen and signs of damage in the crack wake are clearly visible

Bild 7: Die REM ECCI-Aufnahme zeigt die lokale Verformung entlang der Rissfront in IN718 auf. Es sind Gleitlinien in den Körnern zu erkennen. Anzeichen von dem Riss nachfolgenden Schäden sind deutlich zu erkennen

γ' -Ausscheidungen. Das Deformationsband in der Mitte der mikroskopischen Aufnahme könnte irrtümlicherweise leicht als Gleitband identifiziert werden. Der klare Channeling-Kontrast in Verbindung mit EBSD würde allerdings sowohl Gleiten als auch Zwillingsbildung ausschließen. Eine sorgfältige Betrachtung der mikroskopischen Aufnahme führt zur Identifizierung dieses Phänomens als lokal konzentrierte gerichtete Vergrößerung, das sogenannte „Rafting“, ein durch eine Kombination hoher lokaler Belastung und hohen Temperatur vorantriebener Prozess. Daher lautet ein Benennungsvorschlag für den Schaden „Super-Rafting“.

2.3 Rissbildung in einer polykristallinen Superlegierung IN718

Die Mikrostruktur in der Nähe eines wachsenden Risses war Hauptinteresse zahlreicher Ermüdungsuntersuchungen. In den meisten Fällen jedoch war bei recht geringer Vergrößerung lediglich die stärkste plastische Verformung in lichtmikroskopischen Aufnahmen zu erkennen, da die Empfindlichkeit bei sekundärer Bildgebung im REM nichtausreichend

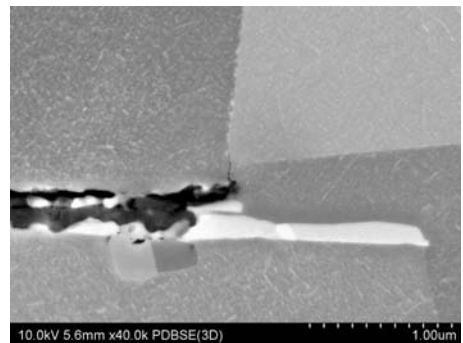


Fig 8: ECCI micrograph showing a micro crack in a grain boundary together with the coherent γ' precipitates

Bild 8: Die mikroskopische ECCI-Aufnahme zeigt einen Mikroriss in einer Korngrenze zusammen mit den zusammenhängenden γ' -Ausscheidungen

studies, cross sections of fatigue cracks in IN718 from cycling in the 550°C region ECCI were used for imaging of damage. In Fig. 7, an ECCI micrograph of a fatigue crack in IN718, a polycrystalline alloy used in turbine disks.

The crack has grown under the influence of fatigue loading and applied dwell time without cycling at 550°C. The crack growth is thus a mixture between fatigue growth and transgranular environmental cracking during the hold time period. The micrograph show clear slip lines across the grains and strain contrast in the grain boundaries. Areas in the crack wake also appear fine grained as if fragmentation or recrystallization has appeared. Many fatigue mechanisms originate from processes taking place at a microscopic level. In Fig. 8, a very small crack in a triple grain boundary is shown and channeling contrast is capable of showing the hardening precipitates γ'' in the matrix and grain boundaries. Also contrast from dislocations is visible.

3. Discussion

A few examples were shown of how to use of SEM to study phenomena that are not normally visible and possible to identify by introducing a known phenomenon called Electron Channeling. The channeling is best utilized in a FEG SEM not because of the in lens detection system but due to the fact that the highly coherent high electron density probe is creating a high contrast image with a resolution that is high enough to image crystal defects on a dislocation level.

ist, um einen guten Kontrast der Gleitbänder zu erzeugen. In den Untersuchungen kamen Querschnitte von durch Wechselbeanspruchung im Bereich um 550°C entstandenen Ermüdungsrisse in IN718 zum Einsatz. Zur Bildgebung des Schadens wurde ECCI angewendet. Bild 7 zeigt eine mikroskopische ECCI-Aufnahme eines Ermüdungsrisse in IN718, einer in Turbinenscheiben zur Anwendung kommenden polykristallinen Legierung.

Der Riss wuchs unter dem Einfluss von Ermüdungsbeanspruchung und der entsprechenden Haltezeit ohne Wechselbeanspruchung bei 550°C. Das Risswachstum ist somit eine Mischung aus Wachstum durch Ermüdung und transkristalliner umgebungsbedingter Rissbildung während der Haltezeit. Die mikroskopische Aufnahme zeigt über die Körner hinweg deutlich Gleitlinien und Spannungscontrast in den Korngrenzen. Dem Riss nachfolgende Bereiche erscheinen ebenso feinkörnig wie bei Auftreten einer Fragmentierung oder Rekrystallisation. Zahlreiche Ermüdungsmechanismen haben ihren Ursprung in Prozessen, die auf mikroskopischer Ebene ablaufen. Bild 8 zeigt einen sehr kleinen Riss in einer dreifachen Korngrenze. Channeling-Kontrast kann die Härtungsausscheidungen γ'' in der Matrix und den Korngrenzen aufzeigen. Außerdem ist ein Versetzungscontrast erkennbar.

3. Diskussion

Angeführt wurden einige Beispiele zum Einsatz von REM zur Untersuchung von Erscheinungen, die normalerweise nicht sichtbar sind und durch die Anwendung eines bekannten Phänomens, dem Elektronen-Channeling, identifiziert werden können. Das Channeling wird idealerweise in einem FEG REM angewendet. Nicht aufgrund des Inlens-Detektionssystems, sondern aufgrund der Tatsache, dass der stark gebündelte Strahl, der eine hohe Elektronendichte aufweist, für ein kontrastreiches Bild mit einer Auflösung sorgt, die hoch genug ist, um Gitterfehler auf Versetzungsniveau abzubilden.

The fact that diffraction phenomena are involved in channeling is also of great importance for the contrast formation. The technique allows the user to choose to either just take a picture or decide if the image should be based on careful determination of the Bragg condition. The biggest advantage with channeling in addition the good contrast produced is the possibility to literally combine it with other techniques like EBSD. In fact, it is also possible to use thin foils to combine ECCI, EBSD, EDS and STEM in a modern FEG SEM. The development of a eucentric specimen stage of the same class as a TEM stage would allow even more advanced microscopy in SEM.

4. Conclusions

The introduction of a known technique in SEM has been possible due to the development of the FEG electron gun, digital electronics and application of information technology has led to a silent revolution in scanning electron microscopy by making it possible to combine ECCI and EBSD.

References / Literatur

- [1] Goldstein, J.; Newbury, D.E.; Joy, D.; Lyman, C.; Echlin, P.; Lifshin, E.; Sawyer, L.; Michael, J.: Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. Third ed 2007: Springer.
- [2] Gutierrez-Urrutia, I.; Zaefferer, S.; Raabe, D.: Coupling of Electron Channeling with EBSD: Toward the Quantitative Characterization of Deformation Structures in the SEM. JOM, 2013, 65(9): pp. 1229–1236. DOI:10.1007/s11837-013-0678-0
- [3] Davidson, D.L.: Uses of electron channelling in studying material deformation. International metals reviews, 1984, 29(2): pp. 75–95.

Die Tatsache, dass beim Channeling Beugungsphänomene auftreten, ist außerdem für die Kontrastinformationen besonders wichtig. Die Technik ermöglicht es dem Benutzer, entweder lediglich eine Aufnahme zu machen oder eine sorgfältigen Herleitung der Bragg-Bedingung als Basis für die Aufnahme zu wählen. Vom guten Kontrast abgesehen ist der größte Vorteil beim Channeling die Möglichkeit der Kombination mit anderen Techniken, wie z. B. mit EBSD. Tatsächlich ist es ebenso möglich, Dünnfolien einzusetzen, um ECCI, EBSD, EDS und STEM in einem modernen FEG REM miteinander zu kombinieren. Die Entwicklung eines euzentrischen Objektisches der gleichen Kategorie wie bei einem TEM-Objektisch würde eine noch fortschrittlichere Mikroskopie im REM ermöglichen.

4. Schlussfolgerungen

Die Entwicklung der Feldemissionselektronenkanone, digitale Elektronik und der Einsatz der Informationstechnologie ermöglichte die Einführung einer bereits bekannten Technik in der Rasterelektronenmikroskopie und löste durch die Möglichkeit der Kombination von ECCI und EBSD in diesem Bereich eine stille Revolution aus.

- [4] Wilkinson, A.J.; Ahmed, J.; Roberts, S.G.: SEM based studies of crack initiation and early growth, in: TMS Annual Meeting D.L. Davidson, Editor 2002.
- [5] Kaneko, Y.; Ishikawa, M.; Hashimoto, S.: Dislocation structures around crack tips of fatigued polycrystalline copper. Materials Science and Engineering: A, 2005, 400–401(0): pp. 418–421.
- [6] Kaneko, Y.; Hashimoto, S.: Electron channeling contrast imaging of dislocation structures in fatigued austenitic stainless steels. Materials Science and Engineering: A, 2005, 400–401: pp. 413–417.

- [7] Moverare, J.J.; Johansson, S.; Reed, R.C.: Deformation and damage mechanisms during thermal-mechanical fatigue of a single-crystal superalloy. *Acta Materialia*, 2009. 57(7): pp. 2266–2276.
DOI:10.1016/j.actamat.2009.01.027
- [8] Gutierrez-Urrutia, I.; Zaefferer, S.; Raabe, D.: Electron channeling contrast imaging of twins and dislocations in twinning-induced plasticity steels under controlled diffraction conditions in a scanning electron microscope. *Scripta Materialia*, 2009. 61: pp. 737–740.
DOI:10.1016/j.scriptamat.2009.06.018
- [9] Moverare, J.J.; Johansson, S.: Damage mechanisms of a high-Cr single crystal superalloy during thermomechanical fatigue. *Materials Science and Engineering α -Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2010. 527(3): pp. 553–558.
- [10] Johansson, S.; Moverare, J.; Leidermark, D.; Simonsson, K.; Kanesund, J.: Investigation of localized damage in single crystals subjected to thermal mechanical fatigue (TMF). *Procedia Engineering, Fatigue 2010*, 2010. 2(1): pp. 657–666.
- [11] Dmitrieva, O.; Dondl, P.; Müller, S.; Raabe, D.: Lamination microstructure in shear deformed copper single crystals. *Acta Materialia*, 2009. 57(12): pp. 3439–3449.
DOI:10.1016/j.actamat.2009.03.035

Autor 1



Autor 2



PDF of this article: www.practical-metallography.com
Den Beitrag als PDF finden Sie unter: **PM 110272**