

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
7. Mai 2009 (07.05.2009)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2009/056564 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

G01N 23/04 (2006.01) H01J 37/08 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/064670

(22) Internationales Anmeldedatum:

29. Oktober 2008 (29.10.2008)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

10 2007 052 794.4

2. November 2007 (02.11.2007) DE

(71) Anmelder und

(72) Erfinder: **SCHWARZER, Robert** [DE/DE]; Kappstrasse
65, 71083 Herrenberg (DE).

(74) **Anwalt: REINSTÄDLER, Diane**; c/o Gulde Hengel-
haupt Ziebig & Schneider, Wallstr. 58/59, 10179 Berlin
(DE).

(81) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ,
LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK,
MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG,
PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,
ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,
VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title:** DEVICE AND METHOD FOR CRYSTAL ORIENTATION MEASUREMENT BY MEANS OF ION-BLOCKING
PATTERN AND A FOCUSED ION PROBE

(54) **Bezeichnung:** VORRICHTUNG UND VERFAHREN ZUR KRISTALLORIENTIERUNGSMESSUNG MITTELS IONEN-
BLOCKING-PATTERN UND EINER FOKUSSierten IONENSONDE

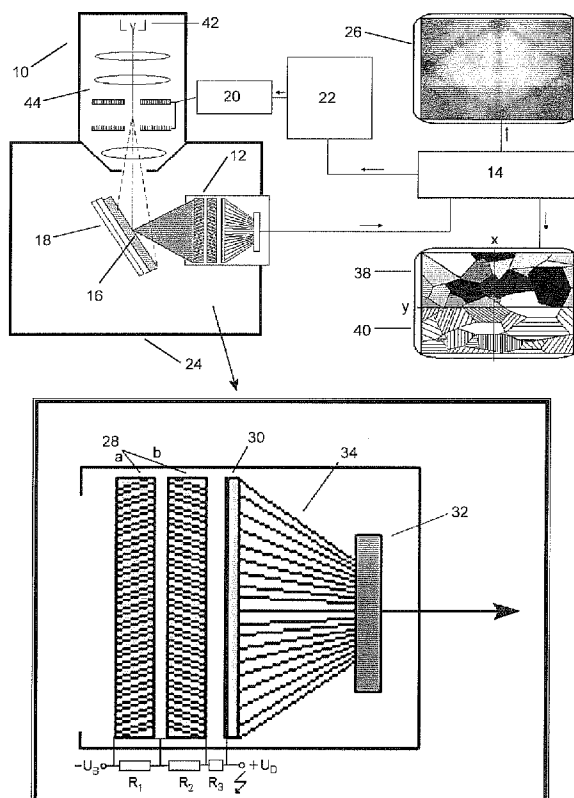


Figure 1

(57) **Abstract:** The invention relates to a device for crystal orientation measurement, comprising an ion source (42); means (44) for focusing ions emitted from the ion source into an ion probe; and means (18) for receiving a crystalline or multicrystalline sample (16), characterized by an imaging ion detector (12) for registering at least one ion blocking pattern (26) in digital form. The invention further relates to the use of a device according to one of the preceding claims for crystal orientation measurement. The invention further relates to a method for crystal orientation measurement, comprising the focusing of ions emitted from an ion source (42) into an ion probe; directing the ion probe onto a crystalline or multicrystalline sample (16); and registering at least one ion blocking pattern (26) in digital form with the aid of an imaging ion detector (12).

(57) **Zusammenfassung:** Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Kristallorientierungsmessung, umfassend eine Ionenquelle (42); Mittel (44) zum Fokussieren von der Ionenquelle abgegebener Ionen zu einer Ionensonde; und Mittel (18) zur Aufnahme einer kristallinen oder vielkristallinen Probe (16), gekennzeichnet durch einen abbildenden Ionen-Detektor (12) zur Registrierung mindestens eines Ionen-Blocking-Pattern (26) in digitaler Form. Die Erfindung betrifft ferner die Verwendung einer Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur Kristallorientierungsmessung. Die Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Kristallorientierungsmessung, umfassend Fokussieren von einer Ionenquelle (42) abgegebener Ionen zu einer Ionensonde;

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2009/056564 A1



(84) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Vorrichtung und Verfahren zur Kristallorientierungsmessung mittels
Ionen-Blocking-Pattern und einer fokussierten Ionensonde

- 5 Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Kristallorientierungsmessung mittels Ionen-Blocking-Pattern und einer fokussierten Ionensonde gemäß den Ansprüchen 1 und 11. Die Vorrichtung ermöglicht die effektive Erfassung der Verteilung der Kornorientierungen und der Phasen in vielkristallinen Festkörperoberflächen bis herab in den Nano-
meterbereich. Anwendungsgebiete sind die Materialwissenschaften, Geologie und Kristallographie mit Fragestellungen aus der Texturanalyse, Rekristallisation und Kornwachstum mit
10 hoher Ortsauflösungen und Oberflächensensitivität.

Die Kristalltextur, das heißt die räumliche und statistische Verteilung der kristallographischen Orientierung der Körner im vielkristallinen Festkörper [*H.J. Bunge: Texture Analysis in*
15 *Materials Science – Mathematical Methods*. Butterworths, London 1982], ist neben der Mikromorphologie, der Phasenverteilung und der Elementverteilung einer der grundlegenden Gefügeparameter. Die Beschreibung der Kristalltextur als statistische Gefügekenngroße und die grafische Darstellung der Orientierungsverteilung in Form von Gefügebildern („Orientierungsmikroskopie“, „Orientation Maps“) setzt die Kenntnis einer sehr großen Anzahl von
20 gemessenen Einzelorientierungen voraus. Da aber bereits die eindeutige Ermittlung einzelner Kristallorientierungen sehr zeitraubend sein kann, wird eine automatisierte, rechnergesteuerte Mess- und Auswertvorrichtung benötigt, die zudem eine hohe Ortsauflösung gestatten muss, um auch feinkristalline Festkörper untersuchen zu können.

- 25 Die heute verfügbaren Verfahren beruhen auf Rastersystemen und der Beugung von fein kollimierten Röntgen-, Synchrotron- oder Elektronenstrahlen. Am häufigsten angewendet wird die Feinbereichs-Elektronenbeugung und die Feinstrahlbeugung an dünnen Proben im Transmissions-Elektronenmikroskop (Ring-, Textur- und Kikuchi-Diagramme) und insbesondere die Rückstreu-Elektronenbeugung (EBSD: Electron Backscatter Diffraction) an
30 massiven Proben mittels Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen im Raster-Elektronenmikroskop.

Die automatische Kristallorientierungsmessung im Raster-Elektronenmikroskop hat sich zu einem anerkannten Verfahren in den Materialwissenschaften entwickelt [*A.J. Schwartz, M. Kumar und B.L. Adams: Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Kluwer
35 Academic/Plenum Press 2000. ISBN 0-306-46487-X]. Wesentliche Nachteile der EBSD-

Technik sind der niedrige Kontrast der Rückstreu-Kikuchi-Diagramme von wenigen Prozent, die limitierte Orts- und Tiefenauflösung infolge der Größe des Wechselwirkungsvolumens hochenergetischer Elektronen mit Materie, die erforderliche Probenkipfung von typischerweise 70° gegenüber dem Primärstrahl infolge der ausgeprägten Vorwärtsstreuung

- 5 hochenergetischer Elektronen und demzufolge eine stark asymmetrische Streckung der Elektronensonde auf der gekippten Probenoberfläche und Reduzierung der Ortsauflösung in Primärstrahlrichtung sowie die Verzeichnung des aus den Orientierungsdaten konstruierten Orientierungsverteilungsbildes (Orientation Map) des Oberflächengefüges.
- 10 Alternativ können Kristallorientierungen mit Hilfe des Ionen-Blocking-Effekts untersucht werden. Beim Abrastern einer kristallinen Probe in einem Raster-Ionenmikroskop hängt die Signalthöhe in einem Bildpunkt nicht allein vom betrachteten Ort auf der Probe, sondern auch vom Einfallswinkel des Ionenstrahls zum Kristallgitter in diesem Probenort ab. Dies führt bei vielkristallinen Proben zu einem ausgeprägten Orientierungskontrast im Gefügebild, eine der
- 15 Hauptanwendungen von Raster-Ionenmikroskopen in den Materialwissenschaften. Die Ursache für die Richtungsabhängigkeit (Anisotropie) des Bildsignals ist der Ionen-Blocking-Effekt. Als Bildsignal werden vorwiegend die Elektronen verwendet, die vom Primärionenstrahl beim Auftreffen auf den Kristalliten ausgelöst werden (ionenausgelöste Elektronen), aber auch die rückgestreuten Ionen, Sekundärionen, Neutralteilchen, ein aus diesen Partikeln
- 20 gemischtes Signal oder der in der Probe absorbierte Ionenstrom (Probenstromsignal).

- Die Primärionen dringen besonders tief in einen Kristalliten ein, wenn sie auf ihn unter einem kleineren Winkel als einem kritischen Winkel zu niedrig indizierten kristallographischen Richtungen oder Netzebenen treffen. In diesen sogenannten Channeling-Richtungen ist die
- 25 Ausbeute (d.h. die Anzahl) an ionenausgelösten Elektronen, rückgestreuten Ionen, Sekundärionen und Neutralteilchen pro einfallendes Primärion besonders niedrig. Entsprechend geringer ist das Bildsignal, und so erscheint der entsprechende Bildpunkt im Rasterbild dunkel. Für Einstrahlrichtungen unter größeren Winkeln zum Kristallgitter als die kritischen Winkel ist die Reichweite der Primärionen gering; sie werden „geblockt“. Daher treten in
- 30 diesem Fall mehr ionenausgelöste Elektronen, Rückstreuionen, Sekundärionen und Neutralteilchen aus der Kristallitoberfläche aus. Das höhere Bildsignal in Blocking-Richtungen führt zu hellen Bildpunkten im Rasterbild. Wird das Gefügebild mit dem in der Probe absorbierten Ionenstrom als Signal registriert, so sind die Kontrastverhältnisse umgekehrt. Die kritischen Winkel können mit Hilfe von klassischen ballistischen Theorien der Ionen-
- 35 streuung oder mit der dynamischen Theorie der Ionenbeugung berechnet werden.

Der Orientierungskontrast im Gefügebild gibt die Orientierungsverteilung der Kristallite nur grob qualitativ wieder. Ein Schluss auf die einzelne Kristallitorientierung oder auf Orientierungsdifferenzen ist nicht möglich, da unterschiedlich orientierte Kristallite einen gleichen

5 Anisotropiewert für die jeweilige Einstrahlrichtung aufweisen können und somit im Bild mit dem gleichen Grauwert wiedergegeben werden.

Beim Beschuss eines kristallinen Festkörpers mit einem weitgehend parallelen Ionenstrahl entstehen Ionen-Blocking-Pattern (IBP) [*A.F. Tulinov*: Influence of the crystal lattice on some atomic and nuclear processes. Soviet Physics USPEKHI 5 (1966) 864-872 (engl. Übersetzung aus Usp. Fiz. Nauk 87 (1965) 585-598); *R.G. Livesey*: A 30 keV instrument for ion surface interactions studies. Vacuum 22 (1972) 595-597]. Sie weisen schmale geradlinige

10 Bänder auf und wurden mit speziellen Photoplatten registriert. Sie können als Folge des Ionenblockings nach einer klassisch-ballistischen Theorie der Ionenstreuung oder als Ionen-

15 Beugungsdiagramme gedeutet werden. Wegen der kürzeren Wellenlänge und der im Vergleich zu Elektronen unterschiedlichen Wechselwirkung von Ionen mit dem kristallinen Festkörper unterscheiden sie sich wesentlich von den Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen.

Die Kristallstruktur und die Kristallorientierung einzelner Kristallite kann aus der Intensität und der Lage von Bändern im Ionen-Blocking-Pattern ermittelt werden. Die Bandmitten repräsentieren die beugenden Netzebenenscharen, die Schnittpunkte von Bändern, Pole genannt, repräsentieren Zonenachsen des Kristalls.

20

Bisher wurden in der Literatur nur Einkristalle oder sehr grobkristalline Festkörper mittels Ionen-Blocking-Pattern untersucht. Wenn man die Ionensonde jedoch sehr fein macht und eine kleine Apertur einstellt, so entstehen ebenfalls Ionen-Blocking-Pattern, wobei die Ortsauflösung im wesentlichen nur durch den Sondendurchmesser begrenzt wird. Um die Überlagerung von Ionen-Blocking-Pattern unterschiedlich orientierter Gitter zu verhindern, muss der Durchmesser der Ionensonde grundsätzlich kleiner sein als die Größe der zu

25

30 untersuchenden Kristallite im vielkristallinen Festkörper.

Feine, kollimierte Ionensonden sind Stand der Technik. Als Quellen kommen Gasentladungen, Feldemissions-Ionenquellen und Flüssigmetall-Ionenquellen in Frage [*V.N. Tondare*: J. Vac. Sci. Techn. A 23 (2005) 1498-1508]. Sie werden kommerziell in Ionen-Rastermikroskopen [ORION Helium Ion Microscope der Firma Carl Zeiss SMT, Oberkochen; *J. Morgan*

35

und J. Notte: An introduction to the Helium ion microscope. Materials Today 14 (2006) 24-31] sowie als Zusätze („FIB“) zu Elektronen-Rastermikroskopen eingesetzt.

5 Raster-Elektronenmikroskope und Raster-Ionenmikroskope beruhen auf einem ähnlichen Prinzip der Erzeugung von Gefügebildern von Festkörperoberflächen. Sie unterscheiden sich hauptsächlich in der Art der verwendeten Primärstrahlung (Elektronen bzw. Ionen), den Linsentypen und Ablenkeinheiten sowie den verwendeten Detektoren. Falls im Raster-Ionenmikroskop als bildgebendes Signal nur die ionenausgelösten Elektronen dienen, können im Abbildungsbetrieb dieselben Detektoren wie im Raster-Elektronenmikroskop
10 verwendet werden.

Rückstreu-Kikuchi-Diagramme weisen eine gewisse Verwandtschaft mit den Ionen-Blocking-Pattern auf. Aus beiden kann Information über das Kristallgitter erhalten werden. Die heute als Stand der Technik vorhandenen EBSD-Systeme sind jedoch aus mehreren Gründen
15 nicht für die Kristallorientierungsmessung mittels Ionen-Blocking-Pattern im Raster-Ionenmikroskop geeignet.

Die zur automatisierten Registrierung von Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen verwendeten Detektoren (Leuchtschirm mit angekoppelter Videokamera) eignen sich nicht für die
20 Registrierung von Ionen-Blocking-Pattern. Das Leuchtpulver in Leuchtschirmen wird durch den Beschuss mit den Ionen, die das Pattern bilden, sowie durch hochenergetische, rückgestreute Ionen und Neutralteilchen, die keine Information über das Kristallgitter tragen, zerstört. Des weiteren sind den rückgestreuten Ionen, welche das Ionen-Blocking-Pattern formen, weitere Signale überlagert, die einen starken, die Auswertung erheblich störenden
25 Untergrund im Pattern hervorrufen würden. Bei diesen Signalen handelt es sich im wesentlichen um ionenausgelöste Elektronen und Neutralteilchen. Sie müssen vom abbildenden Ionendetektor ferngehalten werden. Im Fall von Kikuchi-Diagrammen hat man im Gegensatz dazu kein gemischtes Signal, sondern nur die hochenergetischen rückgebeugten Elektronen, welche den Leuchtschirm anregen können aber nicht zerstören. (Gegen den Untergrund aus
30 isotrop rückgestreuten Elektronen werden in EBSD-Systemen spezielle Bildverarbeitungsmethoden eingesetzt.)

In den Arbeiten der Arbeitsgruppe von S. Shimoda und T. Kobayashi werden im Hochenergiebeschleuniger Mikrokanalplatten durch Choppen des Signals für Laufzeitmessungen
35 eingesetzt. Die Mikrokanalplatten stehen daher – im Gegensatz zu der in dieser Patentschrift

vorgesehenen Anordnung – weit auseinander. Es werden nur Ionen durchgelassen, die eine bestimmte Geschwindigkeit (d.h. Masse bzw. kinetische Energie) haben („Laufzeit-Messung“, „Time-of-Flight“ (TOF)). Umladungseffekte nach Eintritt des Ions in dieses TOF-Spektrometer wirken sich nicht nachteilig auf die Auswertung aus. Andere Ionen, Neutralteilchen oder Elektronen erreichen den Ausgang des Detektors nicht. Wird in einer TOF-Anordnung der Primärstrahl selbst gepulst, so reicht eine einzelne Mikrokanalplatte als „Gate“ aus. Der Zweck dieser TOF-Vorrichtung ist nicht die Ermittlung der Kristallorientierung oder von Texturdaten, sondern die Phasenanalyse (d.h. die Bestimmung der Kristallstruktur) als Funktion der Tiefe unter der Probenoberfläche. Die Ortsauflösung ist hier von sekundärer Bedeutung.

Im Artikel von *J. Saarilahti und E. Rauhala*: Interactive personal-computer data analysis of ion backscattering spectra. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B64 (1992) 734-738 werden Mikrokanalplatten nicht zur Registrierung von Ionen-Blocking-Pattern, sondern zur Registrierung von Energiespektren der rückgestreuten Ionen verwendet. Daraus wird interaktiv mit einem Computerprogramm die Elementverteilung (Zusammensetzung) der Probe, auch tiefenauflöst unter der Oberfläche, ermittelt.

Die Ionen-Blocking-Pattern unterscheiden sich in wesentlichen Merkmalen von Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen, die aus der Elektronenbeugung im Raster-Elektronenmikroskop bekannt sind. Der Grund liegt im unterschiedlichen Entstehungsmechanismus (klassische ballistische Ionenstreuung gegenüber der Elektronenbeugung), sowie der unterschiedlichen Spezies (Teilchenmasse, Teilchenladung, Wellenlänge) und der unterschiedlichen Wechselwirkung mit dem Kristallgitter.

Im Einzelnen bestehen folgende Unterschiede zwischen Ionen-Blocking-Pattern und Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen. Der Untergrund ist anders strukturiert; der Intensitätsverlauf in Ionen-Blocking-Pattern ist flacher. Das Bandprofil von Ionen-Blocking-Pattern ist glockenförmig, während die Bänder in Kikuchi-Diagrammen zum Teil eine ausgeprägte, für die beugende Netzebenenschar signifikante Struktur aufweisen. Die Breite von Kikuchi-Bändern wird sehr präzise durch die Braggsche Gleichung beschrieben; für Ionen-Blocking-Pattern fehlt dagegen bisher eine ausreichend genaue Theorie, um die Bandbreite (kritische Winkel) für die Indizierung einsetzen zu können. Kikuchi-Bänder sind durch scharfe Kikuchi-Linien am Ort der Braggwinkel begrenzt, was die Auswertung erleichtert; entsprechende Linien fehlen dagegen in Ionen-Blocking-Pattern. In Kikuchi-Diagrammen treten besonders an

niedrig indizierten Bändern höhere Beugungsordnungen in Erscheinung, die für eine exakte Indizierung verwendet werden können; sie fehlen in Ionen-Blocking-Pattern. Schließlich weisen Ionen-Blocking-Pattern ausgeprägte, fast runde Minima um niedrig indizierte Zonenachsen auf, die häufig einen größeren Durchmesser als die Breite der sie kreuzenden
5 Bänder haben; derartige „Flecken“ fehlen in Kikuchi-Diagrammen.

Programme, wie sie für die Bandlokalisierung und Indizierung von Kikuchi-Diagrammen entwickelt wurden, sind daher für die Anwendung auf Ionen-Blocking-Pattern nicht geeignet. Es müssen die Eigenheiten der Ionen-Blocking-Pattern durch spezielle Auswertalgorithmen
10 berücksichtigt werden.

Es ist eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Vorrichtung und ein Verfahren anzugeben, welche eine auf Ionen-Blocking-Pattern basierende rechnergestützte Messung von Kristallorientierungen ermöglichen. Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe mittels einer
15 Vorrichtung mit den im Anspruch 1 genannten Merkmalen oder mittels eines Verfahrens mit den im Anspruch 11 genannten Merkmalen gelöst.

Dadurch, dass die erfindungsgemäße Vorrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren mit einer fokussierten Ionensonde arbeiten, wird das Problem gelöst, dass die Ortsauflösung der
20 zur Zeit verfügbaren Texturmessverfahren nicht für die Untersuchung feinkörniger (Nano-)Werkstoffe ausreicht. Ein wesentlicher Vorteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die hohe Ortsauflösung. Mit Rasterapparaturen, die auf der Röntgen- oder Synchrotronbeugung beruhen, liegt die Ortsauflösung zur Zeit bei einigen Mikrometern bzw. bei einigen zehntel Mikrometern. Mit dem Transmissions-Elektronenmikroskop kann man Einzelorientierungen in dünnen Schichten in der Feinbereichsbeugung (SAD) mit etwa 0,5 μm und in der
25 Feinstrahlbeugung (Transmissions-Kikuchi-Diagramme) bis zu etwa 10 nm herab ermitteln. Die erreichbare Ortsauflösung mit Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen an massiven Probenoberflächen im Raster-Elektronenmikroskop ist durch die Größe des Streuhofs der Elektronen im Festkörper auf einige 10 nm, abhängig von der Beschleunigungsspannung und der
30 Dichte des Probenmaterials, beschränkt, während Ionen-Blocking-Pattern in den obersten Atomlagen des Kristalls erzeugt werden. Somit ist die mit ihnen erreichbare Ortsauflösung durch den Durchmesser der Ionensonde begrenzt. Man kann bei Verwendung von Ionen-Blocking-Pattern von Ortsauflösungen bis in den Sub-Nanometerbereich ausgehen, entsprechend der mit dem He-Ionen-Rasterelektronenmikroskop bereits erreichten Ortsauflösung im

Abbildungsbetrieb. Hinzu kommt, dass das Messverfahren mit Ionen-Blocking-Pattern oberflächensensitiv ist.

Geeignete Ionen zur Erzeugung von Ionen-Blocking-Pattern sind beispielsweise H^+ , He^+ ,
5 Ne^+ , Ar^+ , aber auch positive oder negative Ionen mit hohem Atomgewicht wie Ga^+ und In^+
oder ein Gemisch aus ionisierter Luft. Die Energie E liegt vorzugsweise im keV-Bereich bei
einer Breite von $\Delta E/E < 10^{-2}$. Die Streucharakteristik von Ionen im keV-Bereich weist keine
ausgeprägte Vorwärtsrichtung auf, so dass die Probe nur so weit gegen den Primärstrahl
10 gekippt werden muss, dass ein ausreichend großer Bereich des Beugungsdiagramms vom
Detektor erfasst wird. Die moderate Probenkipfung reduziert die Streckung der Ionensonde
auf der geneigten Probenoberfläche und die Verzerrung des aus den Orientierungsdaten
konstruierten Verteilungsbildes des Oberflächengefüges.

Dadurch, dass die erfindungsgemäße Vorrichtung einen abbildenden Ionen-Detektor zur
15 Registrierung mindestens eines Ionen-Blocking-Pattern in digitaler Form umfasst, wird eine
rechnergestützte Messung von Kristallorientierungen ermöglicht. Hierdurch wird das Problem
gelöst, dass die interaktive Positionierung der Ionensonde auf der Probe, die Registrierung
einzelner Ionen-Blocking-Pattern, die interaktive Lokalisierung der Bänder oder Pole sowie
die manuelle Auswertung durch einen Operateur sehr zeitintensiv und fehleranfällig sind.
20 Diese Vorgehensweise ist für die Texturanalyse wegen der erforderlichen sehr hohen Zahl
von Einzelorientierungen nicht praktikabel.

Die Vorrichtung kann dazu ausgelegt sein, die Ionensonde auf eine ausgewählte Stelle der
Probe zu richten. Alternativ oder in Kombination hiermit ist die Vorrichtung vorzugsweise
25 dazu ausgelegt, die Ionensonde nacheinander auf eine Vielzahl ausgewählter Stellen der
Probe zu richten und dabei an jeder der ausgewählten Stellen mit dem abbildenden Ionen-
Detektor ein Ionen-Blocking-Pattern in digitaler Form zu registrieren. Dadurch wird eine
Messung der Kristallorientierung an einer Vielzahl ausgewählter Stellen ermöglicht.

Besonders bevorzugt ist, dass die Vorrichtung dazu ausgelegt ist, die Probe vollautomatisch
punktweise mit der Ionensonde abzurastern. Dadurch wird das Problem gelöst, dass für die
Gefügecharakterisierung, die statistische Auswertung und die Analyse der Kristalltextur eine
sehr große Anzahl von Messwerten in einem Feld aus regelmäßigen Rasterpunkten benötigt
wird und dies durch interaktive Strahlpositionierung durch den Operateur nicht zu bewerk-
35 stelligen ist. Daher wird in der vorliegenden Vorrichtung die Probenoberfläche punktweise

vollautomatisch abgerastert, entweder durch mechanisches Verschieben der Probe in einem x-y-Tisch gegenüber der feststehenden Ionensonde oder durch Ablenkung des Ionenstrahls gegenüber der feststehenden Probe oder durch kombiniertes Verschieben der Probe und Ablenken des Ionenstrahls. Neben der vollautomatischen Abrasterung eines Probenbereichs
5 mittels einer Steuervorrichtung können ausgewählte Probenorte weiterhin wahlweise auch interaktiv durch den Operateur angefahren werden.

Die Vorrichtung kann Mittel zur interaktiven Darstellung eines in digitaler Form registrierten Ionen-Blocking-Patterns umfassen, welche dazu ausgelegt sind, einem Operateur das
10 Detektieren und Lokalisieren der Bänder in dem Ionen-Blocking-Pattern zu ermöglichen. Dadurch wird das Problem gelöst, dass zur Kalibrierung des Systems die Band- und/oder Polpositionen mit höchster Genauigkeit lokalisiert werden müssen, dass „falsche“ (= nicht wirklich vorhandene) Bänder bzw. Pole automatisch detektiert oder vorhandene, für die Indizierung wichtige Bänder oder Pole nicht automatisch detektiert werden und/oder dass in
15 Einzelfällen die automatische Detektion ganz versagt. Die Lokalisierung von Bändern und/oder Polen im Ionen-Blocking-Pattern kann daher interaktiv durch den Operateur erfolgen. Er kann beispielsweise im Monitorbild des Ionen-Blocking-Patterns mit der Computer-Maus Punkte auf den Bändern oder Polpositionen anklicken, diese Ortskoordinaten an den Auswerterechner übertragen und die Indizierung mit dem Rechenprogramm
20 vornehmen lassen.

Es ist ferner eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine auf Ionen-Blocking-Pattern basierende, automatisierte, rechnergesteuerte Texturmess- und Auswertevorrichtung mit hoher Ortsauflösung und Messgeschwindigkeit sowie ein entsprechendes Verfahren
25 bereitzustellen. Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe mittels einer Vorrichtung mit den im Anspruch 4 genannten Merkmalen gelöst.

Dadurch, dass die Vorrichtung vorzugsweise Mittel zum automatischen Detektieren und Lokalisieren von Bändern in Ionen-Blocking-Pattern, zum automatischen Indizieren von in
30 Ionen-Blocking-Pattern detektierten und lokalisierten Bändern, zum Berechnen der entsprechenden Kristallorientierungen, zum Abspeichern der berechneten Kristallorientierungen zusammen mit den Ortskoordinaten der zugehörigen Probenstellen, zum Berechnen der Kristalltextur sowie von Orientierungsverteilungsbildern und davon abgeleiteten Gefügeparametern aus den berechneten Kristallorientierungen, zum Ermitteln der Gitterstrukturen in
35 der Probe enthaltener Kristallite aus den Ionen-Blocking-Pattern sowie zum Differenzieren

oder Ermitteln in der Probe vorliegender Phasen aufgrund der ermittelten Gitterstrukturen umfasst, wird eine automatisierte, rechnergesteuerte Texturmessung und Auswertung mit hoher Ortsauflösung und Messgeschwindigkeit ermöglicht. Die Vorrichtung kann wahlweise auch nur einige der angegebenen Mittel enthalten, um die entsprechenden Auswertungsschritte zu automatisieren, während die verbleibenden Auswertungsschritte soweit erwünscht weiterhin von einem Operateur durchgeführt werden.

Die relative Positionierung der Ionensonde und der Probe kann durch mechanische Verschiebung der Probe gegenüber der Ionensonde und/oder durch Ablenkung der Ionensonde gegenüber der Probe digital steuerbar sein.

Der abbildende Ionen-Detektor umfasst vorzugsweise eine erste Mikrokanalplatte (MCP: Micro-Channel Plate), einen Durchsichtleuchtschirm und einen Multi-Array-Sensor (beispielsweise einen CCD- oder CMOS-Kamerachip). Besonders bevorzugt umfasst der abbildende Ionen-Detektor ferner eine zweite Mikrokanalplatte, die bezüglich der ersten Mikrokanalplatte eine Chevron-Anordnung aufweist. Dadurch werden die Neutralteilchen und Ionen daran gehindert, den Szintillator bzw. Leuchtschirm zu erreichen und zu zerstören. Vorzugsweise weist der Eingang der ersten Mikrokanalplatte relativ zu dem Mittel zur Aufnahme der Probe ein negatives Potential im 100-Volt-Bereich auf. Dadurch werden die ionenausgelösten Elektronen daran gehindert, in den Detektor zu gelangen. Das negative Potential liegt vorzugsweise im Bereich zwischen 50V und 500V und besonders bevorzugt im Bereich zwischen 200V und 300V.

Vorzugsweise ist der Durchmesser der Ionensonde kleiner als die Größe der Kristallite in der Probe. Dadurch wird erreicht, dass Ionen-Blocking-Pattern einzelner Kristallite aufgenommen und dadurch die einzelnen Orientierungen der Kristallite bestimmt werden können. Für die Untersuchung feinkristalliner Nanowerkstoffe und von Metallen nach plastischer Verformung über 95% wird die Ionensonde auf bis zu 1 Nanometer Durchmesser herab fokussiert. Sind die zu untersuchenden Kristallite größer, so braucht nur auf einen größeren SONDENDURCHMESSER von bis zu wenigen 10 Nanometern Durchmesser fokussiert zu werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst vorzugsweise automatisches Detektieren und Lokalisieren von Bändern in Ionen-Blocking-Pattern, automatisches Indizieren von in Ionen-Blocking-Pattern detektierten und lokalisierten Bändern und Berechnen der entsprechenden Kristallorientierungen, Abspeichern der berechneten Kristallorientierungen zusammen mit

den Ortskoordinaten der zugehörigen Probenstellen, Berechnen der Kristalltextur sowie von Orientierungsverteilungsbildern und davon abgeleiteten Gefügeparametern aus den berechneten Kristallorientierungen, Ermitteln der Gitterstrukturen mindestens eines in der Probe enthaltenen Kristallits aus den Ionen-Blocking-Pattern sowie Differenzieren oder Ermitteln in
5 der Probe vorliegender Phasen aufgrund der ermittelten Gitterstrukturen.

Wenn sich die Kristallgitter (Gittertyp, Gitterzentrierung, Gitterkonstanten) der in der Probe vorliegenden Phasen hinreichend unterscheiden, können sie anhand der geometrischen Anordnung und Intensität der Bänder in den Ionen-Blocking-Pattern voneinander getrennt
10 beziehungsweise bestimmt werden (Phasendiskriminierung und Phasenbestimmung).

Das Detektieren, Lokalisieren und Indizieren der Bänder in den Ionen-Blocking-Pattern sowie die Berechnung der Kristallorientierungen können wahlweise vollautomatisch online, d.h. zeitlich parallel zur Registrierung der Ionen-Blocking-Pattern, oder auch offline, d.h. im
15 Nachhinein auf der Grundlage zwischengespeicherter Ionen-Blocking-Pattern, erfolgen.

Vorzugsweise umfasst das automatische Detektieren und Lokalisieren eines Bandes in einem Ionen-Blocking-Pattern das Ausführen einer Radon-Transformation des Ionen-Blocking-Pattern. Dadurch wird die Erkennung linienförmiger Bänder auf die Bestimmung
20 von Extrema der Radon-Transformierten zurückgeführt.

Vorzugsweise umfasst das erfindungsgemäße Verfahren ferner das Korrigieren des Untergrunds in einem Ionen-Blocking-Pattern mit Hilfe eines Leerbildes durch Normierung oder Subtraktion im Ortsraum und/oder im Radon-Raum. Dadurch, dass die Korrektur im Radon-
25 Raum erfolgt, wird erreicht, dass Artefakte, die bei der Transformation von Pattern entstehen können, ebenfalls korrigiert werden. Das Leerbild kann durch Registrieren einer Vielzahl von Ionen-Blocking-Pattern, Berechnen des Leerbildes als Mittelwert der Ionen-Blocking-Pattern und Filtern des Leerbildes gewonnen werden.

Vorzugsweise umfasst das automatische Detektieren und Lokalisieren eines Bandes in einem Ionen-Blocking-Pattern ferner das Abfragen eines Profils entlang einer Geraden und das Ausschließen derjenigen Geraden, die nur stückweise durch ein Band verlaufen, von der Radon-Transformation. Damit wird die Beseitigung von störenden Geisterpeaks und die Schärfung der Peaks im Radon-Raum, und somit eine sicherere Bandlokalisierung erreicht.
35

Besonders bevorzugt werden das Abfragen eines Profils und das Ausschließen von Geraden wie folgt durchgeführt. Es wird die Intensität aufeinander folgender Pixel längs der Geraden ausgewertet und mit dem mittleren Untergrund im bereits untergrundkorrigierten Ionen-Blocking-Pattern verglichen. Zunächst wird ein geglättetes Intensitätsprofil längs der

5 Geraden durch gleitende Mittelwertbildung über eine vorbestimmte Anzahl Pixel berechnet, welche vorzugsweise im Bereich von 5 bis 10 liegt. Es werden folgende Ausschlusskriterien oder eine beliebige Teilmenge derselben angewendet: i) Die Variation der Intensität des geglätteten Intensitätsprofils ist in aufeinander folgenden Pixeln größer als ein vorbestimmter Wert, welcher vorzugsweise 10% bis 30% und besonders bevorzugt 20% beträgt. ii) Die
10 Länge des Plateaus in dem geglätteten Intensitätsprofil ist kürzer als ein vorbestimmter Anteil der Länge der Geraden, welcher vorzugsweise 75% bis 95% und besonders bevorzugt 85% beträgt. Die Gerade verläuft in diesem Fall nicht in einem Band. iii) Die mittlere Intensität des Plateaus in dem geglätteten Intensitätsprofil ist größer als ein vorbestimmter Anteil des mittleren Patternuntergrunds, welcher vorzugsweise 75% bis 95% und besonders bevor-
15 zugt 85% beträgt. Da die Bänder infolge des Blocking-Effektes eine geringere Intensität als der mittlere Untergrund aufweisen, liegt diese Gerade nicht in einem Band, sondern kreuzt ein Band unter einem Winkel von typischerweise $>10^\circ$. Zur Anpassung an komplexe Ionen-Blocking-Pattern, insbesondere im Fall von niedriger Kristallsymmetrie, muss der vorbestimmte Anteil des mittleren Patternuntergrunds experimentell an den Einzelfall angepasst
20 werden. Geraden, die eines oder mehrere der angewandten Ausschlusskriterien erfüllen, werden nicht Radon-transformiert. Durch diese Vorgehensweise wird eine besonders zuverlässige Beseitigung von störenden Geisterpeaks und eine besonders starke Schärfung der Peaks im Radon-Raum, und somit eine besonders sichere Bandlokalisierung erreicht.

25 Vorzugsweise umfasst das automatische Indizieren eines in einem Ionen-Blocking-Pattern detektierten und lokalisierten Bandes das Ermitteln der Lage von Polen, d.h. Durchstoßpunkten einer kristallographischen Zonenachse in dem Ionen-Blocking-Pattern.

Dies geschieht mit Hilfe eines Konvolutionsfilters, das an die Form der dunklen „Flecken“ an den Kreuzungspunkten von Bändern angepasst ist. Diese Information wird zusätzlich zur
30 Information aus den Bandlagen bei der Indizierung verwendet und erhöht die Sicherheit der Orientierungsbestimmung.

Weitere bevorzugte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den übrigen, in den Unteransprüchen genannten Merkmalen.

Der erfindungsgemäße abbildende Ionendetektor löst die oben dargelegten Probleme, die bei Verwendung von zur automatisierten Registrierung von Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen verwendeten Detektoren auftreten würden.

- 5 Mit Hilfe der Mikrokanalplatten in Chevron-Anordnung werden die Neutralteilchen und Ionen daran gehindert, den Szintillator bzw. Leuchtschirm zu erreichen und zu zerstören. Das Ionen-Blocking-Pattern wird in ein Elektronen-Pattern umgewandelt. Ferner werden durch Anheben des Potentials auf der Eingangsseite der ersten Mikrokanalplatte auf etwa 100 V negativ gegenüber der geerdeten Probe die ionenausgelösten Elektronen daran gehindert, in
10 den Detektor zu gelangen, da sie – wie Sekundärelektronen – mit niedrigen Energien von typischerweise 50 eV aus dem Festkörper austreten und nicht nachbeschleunigt werden. Sie würden beim Eintritt in die erste Mikrokanalplatte Sekundärelektronen auslösen und zu einem verstärkten Untergrund ohne Information über das IBP führen. Die das Pattern erzeugenden Ionen werden wegen ihrer hohen Energie (typischerweise 30 bis 100 keV) von dem
15 schwachen elektrostatischen Bremsfeld vor den Mikrokanalplatten nicht in ihrer Bahn abgelenkt, so dass das Pattern keine Deformation aufweist. Die zweite Mikrokanalplatte steht in einem Abstand von wenigen Millimeter dicht hinter der ersten Mikrokanalplatte, so dass keine Unschärfe im Pattern infolge des Austrittskegels der Elektronen aus der ersten Platte verursacht wird. Die Kanäle der beiden Platten sind um etwa 10° gegeneinander geneigt.
20 Diese Anordnung verhindert den geradlinigen Durchtritt von hochenergetischen Ionen und Neutralteilchen bis zum Leuchtschirm.

- Bei den in der Literatur beschriebenen Anwendungen von Ionen-Blocking-Pattern brauchen diese Maßnahmen nicht getroffen zu werden. Bei der Registrierung von Ionen-Blocking-
25 Pattern auf Photoplatten störten die ionenausgelösten Elektronen nicht, weil sie die Emulsion nicht schwärzen können. Der starke Untergrund wurde durch mehrfaches Umkopieren ausgeglichen.

- Die digitale Strahlrasterung oder die mechanische Rasterung mit dem Probenstisch sowie das
30 Registrieren, Auslesen und Abspeichern von Pattern sind Stand der Technik. Die einfachste Implementierung der Vorrichtung dieser Erfindung ist mit einem kommerziellen Raster-Ionenmikroskop möglich, weil die Ablenkeinheit und eine fokussierbare Ionensonde bereits vorhanden sind. Weil die Geschwindigkeit der Indizierung der Pattern von der Komplexität des aktuellen Patterns und damit von der Orientierung abhängt, wird bei der Online-Orientierungsbestimmung nicht der Rasterscan-Generator des Mikroskops verwendet. Er ist für den
35

üblichen Abbildungsbetrieb optimiert und verschiebt den Strahl in konstanten Zeitintervallen von einem Probenpunkt zum nächsten („constant dwell time“). Die digitale Strahlsteuerung bzw. die Probentischsteuerung wird vielmehr extern synchron mit dem Auslesen der Pattern mit dem Auswerterechner als „Master“ kontrolliert, die Ablenkeinheit des Rastermikroskops
5 fungiert als „Slave“.

Wird die Auswertung der Pattern offline vorgenommen, so können die Pattern mit konstanter Geschwindigkeit aufgenommen und ausgelesen werden. Die Rasterung kann in diesem Fall grundsätzlich mit Hilfe der für den konventionellen Abbildungsbetrieb optimierten Strahl-
10 ablenkeinheit des Rastermikroskops erfolgen. Eine zeitliche Synchronisierung von Messung und Auswertung ist also hier nicht erforderlich.

Der Untergrund in den Pattern kann auf verschiedene Weise ermittelt und korrigiert werden.

15 Es kann vor der Messung ein Leerbild aufgenommen werden, d.h. ein Pattern möglichst ohne Details des Ionen-Blocking-Pattern. Dazu wird entweder während des Rasterns über einen großen Probenbereich ein Pattern integriert, das einen Mittelwert über sehr viele Pattern unterschiedlich orientierter Kristallite ergibt. Die Struktur der einzelnen Ionen-Blocking-Pattern wird dabei herausgemittelt. Eine Alternative ist, den Primärstrahl so stark zu
20 defokussieren, dass die Strahlapertur wesentlich größer als die kritischen Winkel des Ionenblockings ist. Die Banddetails verschwinden in diesem Leerbild, so dass im wesentlichen nur die Untergrundinformation im Pattern verbleibt. Das Leerbild dient dazu, den Untergrund von den zu indizierenden Pattern abzuziehen oder die Pattern auf das Leerbild zu normieren.

25 Ein Leerbild kann auch analytisch durch Filtern des Patterns mittels Median- oder Sobelfilter gewonnen werden. Dies ist Stand der Technik. Für Ionen-Blocking-Pattern müssen die Filter jedoch an die spezielle Struktur der Bänder und Pole in den Diagrammen angepasst werden.

30 Bei der Offline-Auswertung von Messsequenzen kann ein Leerbild durch nachträgliche Integration einer Anzahl (typisch sind mehrere hundert) von Pattern der Sequenz als ein Mittelwert berechnet werden, der zusätzlich noch einer Filterung unterzogen wird. Mit diesem Leerbild wird für jedes auszuwertende Pattern die Untergrundkorrektur durch Normierung oder Subtraktion vorgenommen.

Die Detektion von Bändern in Ionen-Blocking-Pattern kann durch die Anwendung von Kantendetektionsalgorithmen, beispielsweise dem Burns-Algorithmus oder der Radon- oder Hough-Transformation und Konvolutionsfiltern, mit dem Rechenprogramm vollautomatisch erfolgen. Die Bänder sind wegen der im Vergleich zu den Netzebenenabständen kleinen Wellenlänge von Korpuskularstrahlen nur einige Bogenminuten breit und praktisch geradlinig. Die Pole werden alternativ durch Konvolutionsfilter im Ionen-Blocking-Pattern oder durch einen speziellen Suchalgorithmus im Pattern detektiert. Das Rechenprogramm macht Gebrauch von bekannten Winkelbeziehungen zwischen Netzebenen und Richtungen im Kristall.

Für die Lokalisierung von Bändern in Rückstreu-Kikuchi-Diagrammen wird gemäß dem Stand der Technik üblicherweise eine modifizierte Hough-Transformation eingesetzt. Erfindungsgemäß wird neben der Hough-Transformation auch die Radon-Transformation für die Lokalisierung von Bändern in Ionen-Blocking-Pattern verwendet.

Die vollautomatische Messung der Bandpositionen erfolgt nicht im realen Ionen-Blocking-Pattern, sondern nach einer Radon-Transformation (*J. Radon: Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten. Ber. Sächs. Akad. Wiss. Leipzig 69 (1917) 262-267*) des Grauwert-Bildes $f(x, y)$:

$$R(\rho, \phi) = \int_{-\infty-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \cdot \delta(\rho - x \cdot \cos \phi - y \cdot \sin \phi) dx dy$$

Sie beruht auf der Hesseschen Normalform der Geradengleichung:

$$\rho = x \cdot \cos \phi + y \cdot \sin \phi$$

ρ ist der Abstand der Geraden vom Ursprung, ϕ der Steigungswinkel zur x-Achse, δ die Diracsche Delta-Funktion. Eine Gerade $\{x, y\}$ als Bildmotiv wird somit in einen einzigen Punkt (ρ, ϕ) im Radon-Raum mit den kartesischen Koordinatenachsen $\rho - \phi$ abgebildet. Die Bänder, als Überlagerung der eingeschlossenen und sie kreuzenden Linien, ergeben schmale, schmetterlingsförmige Intensitätsverteilungen. Diese Radon-Peaks lassen sich wesentlich einfacher lokalisieren als bandartige Motive. Zur Auffindung der Peaks werden spezielle Konvolutionsfilter („Schmetterlingsfilter“) oder eine lineare Fouriertransformation eingesetzt; die Algorithmen nach Anpassen der Filter sind Stand der Technik. Nach der

Rücktransformation kennt man sowohl die Breite, die Lage als auch das Intensitätsprofil des betrachteten Bandes. Sind mindestens drei Bänder eines Diagramms bestimmt, kann die Indizierung erfolgen. In der Praxis sind jedoch wesentlich mehr Bänder erforderlich, um eine eindeutige und zuverlässige Lösung zu erhalten.

5

Ein einfacher Sonderfall der allgemeinen Radon-Transformation ist die Hough-Transformation [*P.V.C. Hough: A method and means for recognizing complex patterns*. US Patent 3,069,654 (1962)], die in der Bildverarbeitung fast ausschließlich zur Lokalisierung von scharfen Linien und geraden Kanten in binären Bildern eingesetzt wird. Ein Punkt im Bild

10 wird in den Hough-Raum mit den kartesischen Koordinatenachsen $\rho - \varphi$ auf eine sinusähnliche Kurve

$$\rho(\varphi) = x \cdot \cos \varphi + y \cdot \sin \varphi$$

15 abgebildet, welche alle möglichen Referenzgeraden durch diesen Bildpunkt repräsentiert.

Der sinusähnlichen Kurve, die aus der Transformation eines Bildpunktes im Pattern hervorgeht, wird über ihren gesamten Kurvenverlauf einheitlich die Intensität dieses Bildpunktes zugeordnet. Schließlich werden die sinusähnlichen Kurven aller Bildpunkte überlagert

20 („akkumuliert“). Für die Punkte auf einer Geraden im Pattern schneiden sich diese Kurven im Hough-Raum in genau einem Punkt und bilden durch Akkumulation ein Maximum. Ihm kommt die aufsummierte Intensität der kollinearen Bildpunkte zu. Benachbarte Referenzgeraden innerhalb eines Bandes und das Bündel von Referenzgeraden, die dazu um kleine Winkel gegeneinander geneigt sind, bilden schmetterlingsförmige Peaks. Ein Band mit

25 rechteckigem Intensitätsprofil im Pattern wird so durch die Transformation der eingeschlossenen oder das Band kreuzenden Geraden in eine schmetterlingsförmige Intensitätsverteilung übergeführt, ganz ähnlich wie mit der Radon-Transformation.

Die Radon-Transformation bietet gegenüber der Hough-Transformation als besonderen

30 Vorteil die Möglichkeit, das gesamte Motiv – im Fall der Ionen-Blocking-Pattern sind dies Geraden, welche die Bänder bilden oder kreuzen – noch vor der Transformation in den Radon-Raum zu bearbeiten. Diese Möglichkeit wird erfindungsgemäß angewandt, um das Profil längs der Geraden abzufragen. Auf diese Weise werden Referenzgeraden, die nur stückweise durch Bänder verlaufen, diese also nur kreuzen, von der Transformation

35 ausgeschlossen. Nur Geraden, welche überwiegend in einem Band verlaufen, werden in den

Radon-Raum transformiert. Dies führt zu einer Beseitigung von störenden Geisterpeaks und Schärfung der Peaks im Radon-Raum, und somit zu einer sicheren Bandlokalisierung.

Die Untergrundkorrektur kann wahlweise nicht nur im Pattern, sondern auch im Radon-Raum vorgenommen werden. Dazu wird zunächst das Leerbild transformiert. Die transformierten Pattern werden nun auf das transformierte Leerbild normiert, d.h. pixelweise durch das transformierte Leerbild dividiert. Mit diesem Verfahren werden Artefakte, die bei der Transformation von Pattern entstehen können, ebenfalls korrigiert.

- 10 Pole, d.h. Durchstoßpunkte von kristallographischen Zonenachsen im Ionen-Blocking-Pattern werden, ebenfalls zur Indizierung des Diagramms verwendet. Ihre Lage im digitalisierten Pattern wird mit einem Konvolutionsfilter ermittelt, das an die Form der dunklen „Flecken“ an den Kreuzungspunkten von Bändern angepasst ist. Diese Information wird zusätzlich zur Information aus den Bandlagen bei der Indizierung verwendet und erhöht die
- 15 Sicherheit der Orientierungsbestimmung.

- Die Bandmitten entsprechen den Schnittlinien der bis zum Leuchtschirm verlängert gedachten niedrig indizierten Netzebenen des Kristalliten unter dem Primärionenstrahl. Der Auftreffpunkt des Primärstrahls entspricht somit dem Zentrum einer gnomonischen
- 20 Projektion des Kristallgitters auf den ebenen Leuchtschirm. Die gnomonische Projektionsverzerrung wird analytisch im Programm korrigiert. Die Winkel zwischen Bandmitten sind dann gleich den Winkeln zwischen niedrig indizierten Netzebenen im Kristall, die Winkel zwischen Polen sind Winkel zwischen niedrig indizierten Richtungen im Kristall. Die gemessenen Winkel werden mit den aus der Kristallographie der Probe bekannten Winkeln abgeglichen,
- 25 so dass sich für die gefundenen Bänder eine konsistente Indizierung ergibt. Daraus wird mit bekannten Formeln aus der Kristallographie die Orientierung des Kristalliten berechnet, von dem das Ionen-Blocking-Pattern erzeugt wurde. (Diese kristallographischen Berechnungen sind Stand der Technik.)

- 30 Die Berechnung von Texturkennwerten (z.B. Orientierungsdichtefunktion ODF, Polfiguren, kristallographische Missorientierungen, Sigma-Korngrenzen, Orientierungskorrelationsfunktionen) sowie die grafische Darstellung von Orientierungskartographien in Falschfarben („Orientierungsmikroskopie“, Orientation Maps) aus dem Datensatz der Messsequenz ist Stand der Technik.

35

Die Erfindung wird nachfolgend in einem Ausführungsbeispiel anhand der zugehörigen Zeichnung näher erläutert.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in Fig. 1 schematisch dargestellt. Die Vorrichtung besteht in diesem Beispiel aus einem Raster-Ionenmikroskop 10, einer offenen Mikrokanalplatten-Bildverstärker-Kamera als abbildendem Ionendetektor 12 und einem Steuer-/Auswerterechner 14. Die Probe 16 befindet sich auf dem Probentisch 18 des Raster-Ionenmikroskops 10. Die Steuerung des primären Ionenstrahls kann wahlweise durch die im Mikroskop vorhandene Rastereinheit 20 (insbesondere für die Offline-Auswertung) oder durch eine externe Strahlsteuerung 22 (digital beam scan) erfolgen. Der Strahl kann auch interaktiv durch den Operateur auf der Probenoberfläche positioniert werden. Die erforderlichen Anschlüsse für die externe Strahlsteuerung 22 sind in Raster-Ionenmikroskopen vom Werk aus vorhanden oder können als Option geordert werden.

Der abbildende Ionendetektor 12 ist an der Probenkammer 24 des Raster-Ionenmikroskops 10 mit Blickrichtung auf die Probenoberfläche angebracht. Die Probe 16 ist typischerweise um 45° aus der Horizontalen gegen den Primärstrahl gekippt, der Detektor 12 blickt typischerweise unter 45° auf die Probe 16. Diese Winkel sind nicht kritisch, weil das Ionen-Blocking-Pattern 26 unter einem weiten Winkel abgestrahlt wird. Die Umwandlung des Ionen-Blocking-Patterns 26, dessen Öffnungskegel in Fig. 1 grau unterlegt ist, in ein Elektronenbild erfolgt beim Eintritt der Ionen in die Mikrokanalplatte 28. An den Wänden der Mikrokanäle lösen die Ionen Elektronen aus, welche im Spannungsgefälle in Richtung zum Durchsichtleuchtschirm 30 beschleunigt werden. Die zusätzliche Elektronenvervielfachung durch Erzeugung von Sekundärelektronen in den Kanälen (Bildverstärkung) ist erwünscht, aber für die Funktion nicht zwingend erforderlich. Ein Teil der am Kristallgitter rückgestreuten Ionen kann durch Umladungseffekte in der Probe 16 und auf dem Weg zum Detektor 12 seine Ladung ändern oder verlieren, ohne dass sich ihre Bewegungsrichtung merklich ändert. Diese Korpuskeln enthalten somit weiterhin die Information des Ionen-Blocking-Patterns 26. Sie können – unabhängig von ihrer Ladung – mit diesem Ionendetektor 12 zur Abbildung verwendet werden, weil sie beim Eintritt in die Kanäle der Mikrokanalplatte 28 ebenfalls Elektronen auslösen. Die Betriebsspannung U_D des Ionendetektors 12 braucht dazu nicht geändert zu werden. Der Durchsichtleuchtschirm 30 liegt auf positiver Hochspannung. In den Kanälen bildet sich ein Spannungsgefälle aus, in dem die Primär- und Sekundärelektronen in Richtung auf den Leuchtschirm 30 beschleunigt werden. Die Widerstände R_1 , R_2 und R_3 dienen als Potentialteiler mit Werten im Megaohm-Bereich.

Zur Optimierung des Bildsignals wird der Eingang der Mikrokanalplatte 28 anstatt auf Erdpotential auf ein negatives Potential im 100-Volt-Bereich gelegt. Diese Gegenspannung U_B verhindert, dass niederenergetische Elektronen, die durch Ionenbeschuss an der Proben-
5 oberfläche oder an Oberflächen in der Probenkammer 24 ausgelöst wurden, in den Ionen-
detektor 12 gelangen und den Untergrund im Ionen-Blocking-Pattern 26 erhöhen.

Vorteilhaft ist eine Chevron-Mikrokanalplatte 28 – in Fig. 1 schematisch durch den abgewinkelten Verlauf der Mikrokanäle dargestellt –, da sie den direkten Durchtritt von hochenergetischen Ionen und Neutralteilchen bis zum Leuchtschirm 30 unterdrückt, was andernfalls zur
10 Zerstörung des Leuchtschirms 30 führen könnte.

Die optische Ankopplung des Sensors 32 (beispielsweise eines CCD- oder CMOS-Kamerachips) an den Leuchtschirm 30 kann mit einer (verjüngten) Faseroptik 34 oder mit einem
15 lichtoptischen Objektiv erfolgen. Die Exposition des Sensors 32 kann auch direkt, ohne lichtoptischen Umweg über einen Leuchtschirm 30, durch die aus dem Bildwandler austretenden Elektronen erfolgen.

Ein typisches Ionen-Blocking-Pattern 26 ist auf dem Monitorbild rechts oben dargestellt. Das
20 Monitorbild rechts unten zeigt schematisch in der oberen Bildhälfte ein Orientierungsverteilungsbild 38, das aus den Orientierungsdaten in den einzelnen Rasterpunkten konstruiert wird, sowie in der unteren Bildhälfte schematisch ein konventionelles Bild 40 des vielkristallinen Gefüges.

Anstelle der oben beschriebenen Kombination aus Mikrokanalplatte 28 und Videokamera als
25 abbildendem Flächendetektor 12 sind auch andere abbildende Ionendetektoren 12 möglich.

Eine mögliche Ausführung ist eine Kombination aus einem Szintillator und einem lichtempfindlichen 2D-Sensorarray. Als Szintillatoren bieten sich zur Zeit Scheiben insbesondere aus
30 Einkristallen (Garnets) aus YAG:Ce und aus YAP:Ce an, doch sind auch andere Szintillatormaterialien verfügbar (www.crytur.com). Wegen des hohen Brechungsindex der Garnet-Einkristalle müssen sie faseroptisch an das Sensorarray angekoppelt werden, um eine hohe Lichtübertragung zu erreichen. Die Langzeitbeständigkeit von Garnet-Szintillatoren gegen Ionenbeschuss muss erst geprüft werden. Gegen eine mögliche Fluoreszenzanregung durch
35 Elektronen, die durch die Primärionen an der Probe ausgelöst werden, muss die Frontseite

der Szintillatoren gegebenenfalls auf ein negatives Potential von etwa 100 V gegen Erde gelegt werden. Als lichtempfindliches 2D-Sensorarray kommen derzeit beispielsweise CCD- oder CMOS-Bildsensoren in Betracht.

- 5 Zukünftig könnte die direkte Registrierung von Ionen-Blocking-Pattern auch mit einem zweidimensionalen, abbildenden Festkörperdetektor möglich sein. Bisher wurde nur ein eindimensionaler (d.h. Zeilendetektor) realisiert [*M.P. Sinha, M.V. Wadsworth*: Direct detection of low-energy particles using metal oxide semiconductor circuitry. Patent US 6,576,899 B2 (2003)]. Dieser Detektortyp kann auch unter moderatem Hochvakuum bis zu
- 10 Atmosphärendruck betrieben werden und wird nicht durch Ionenbeschuss zerstört.

PATENTANSPRÜCHE

- 5 1. Vorrichtung zur Kristallorientierungsmessung, umfassend
eine Ionenquelle (42);
Mittel (44) zum Fokussieren von der Ionenquelle abgegebener Ionen zu einer
Ionensonde; und
10 Mittel (18) zur Aufnahme einer kristallinen oder vielkristallinen Probe (16),
gekennzeichnet durch
einen abbildenden Ionen-Detektor (12) zur Registrierung mindestens eines Ionen-
Blocking-Pattern (26) in digitaler Form.
- 15 2. Vorrichtung nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Vorrichtung dazu ausgelegt ist, die Ionensonde nacheinander auf eine Vielzahl
ausgewählter Stellen der Probe (16) zu richten und dabei an jeder der ausgewählten
Stellen mit dem abbildenden Ionen-Detektor (12) ein Ionen-Blocking-Pattern (26) in
20 digitaler Form zu registrieren.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Vorrichtung dazu ausgelegt ist, die Probe (16) vollautomatisch punktweise mit der
Ionensonde abzurastern.
- 25 4. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
gekennzeichnet durch
Mittel zur interaktiven Darstellung eines in digitaler Form registrierten Ionen-Blocking-
Patterns (26), welche dazu ausgelegt sind, einem Operateur das Detektieren und
30 Lokalisieren der Bänder in dem mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern zu
ermöglichen;
Mittel zum automatischen Detektieren und Lokalisieren mindestens eines Bandes in
dem mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26);

Mittel zum automatischen Indizieren mindestens eines in dem mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26) detektierten und lokalisierten Bandes und zum Berechnen der mindestens einen entsprechenden Kristallorientierung;

Mittel zum Abspeichern der mindestens einen berechneten Kristallorientierung

5 zusammen mit den Ortskoordinaten der zugehörigen Probenstelle;

Mittel zum Berechnen der Kristalltextur sowie von Orientierungsverteilungsbildern und davon abgeleiteten Gefügeparametern aus der mindestens einen berechneten Kristallorientierung;

10 Mittel zum Ermitteln mindestens einer Gitterstruktur mindestens eines in der Probe (16) enthaltenen Kristallits aus dem mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26); und
Mittel zum Differenzieren oder Ermitteln mindestens einer in der Probe (16) vorliegenden Phase aufgrund der mindestens einen ermittelten Gitterstruktur.

15 5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die relative Positionierung der Ionensonde und der Probe (16) durch mechanische Verschiebung der Probe (16) gegenüber der Ionensonde und/oder durch Ablenkung der Ionensonde gegenüber der Probe (16) digital steuerbar ist.

20 6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
der abbildende Ionen-Detektor (12) folgendes umfasst:
eine erste Mikrokanalplatte (28a);
einen Durchsichtleuchtschirm (30); und
25 einen Multi-Array-Sensor (32).

7. Vorrichtung nach Anspruch 6,
dadurch gekennzeichnet, dass
der abbildende Ionen-Detektor (12) ferner eine zweite Mikrokanalplatte (28b) umfasst,
30 die bezüglich der ersten Mikrokanalplatte (28a) eine Chevron-Anordnung aufweist.

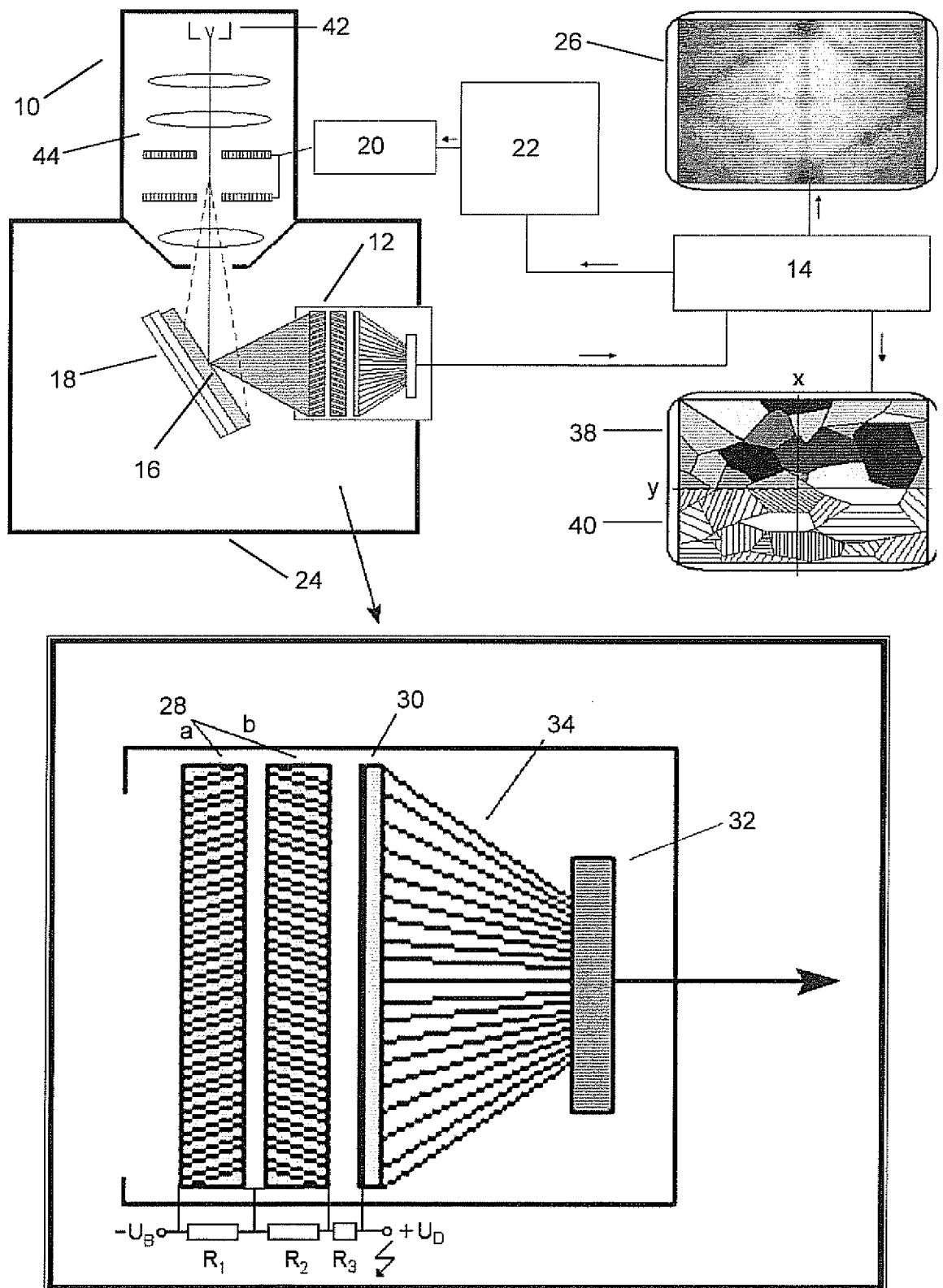
8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7,
dadurch gekennzeichnet, dass
der Eingang der ersten Mikrokanalplatte (28a) relativ zu dem Mittel (18) zur Aufnahme
35 der Probe und/oder zu der Probe (16) ein negatives Potential aufweist, wobei das

negative Potential vorzugsweise im Bereich zwischen 50V und 500V liegt und besonders bevorzugt im Bereich zwischen 200V und 300V liegt.

- 5 9. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
der Durchmesser der Ionensonde kleiner ist als die Größe der Kristallite in der Probe
(16).
- 10 10. Verwendung einer Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur
Kristallorientierungsmessung.
- 15 11. Verfahren zur Kristallorientierungsmessung, umfassend
Fokussieren von einer Ionenquelle (42) abgegebener Ionen zu einer Ionensonde;
Richten der Ionensonde auf eine kristalline oder vielkristalline Probe (16); und
15 Registrieren mindestens eines Ionen-Blocking-Pattern (26) in digitaler Form mit Hilfe
eines abbildenden Ionen-Detektors (12).
- 20 12. Verfahren nach Anspruch 11,
gekennzeichnet durch
20 automatisches Abrastern der Probe (16) mit der Ionensonde.
- 25 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 oder 12,
gekennzeichnet durch
automatisches Detektieren und Lokalisieren mindestens eines Bandes in dem
25 mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26).
- 30 14. Verfahren nach Anspruch 13,
dadurch gekennzeichnet, dass
das automatische Detektieren und Lokalisieren des mindestens einen Bandes in dem
30 mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26) das Ausführen einer Radon-
Transformation des mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26) umfasst.
- 35

15. Verfahren nach Anspruch 14,
dadurch gekennzeichnet, dass
das automatische Detektieren und Lokalisieren des mindestens einen Bandes in dem
mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26) ferner umfasst:
5 Abfragen eines Profils entlang mindestens einer Geraden; und
Ausschließen derjenigen Geraden, die nur stückweise durch ein Band verlaufen, von
der Radon-Transformation.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 15,
10 gekennzeichnet durch
automatisches Indizieren mindestens eines in dem mindestens einen Ionen-Blocking-
Pattern (26) detektierten und lokalisierten Bandes;
Berechnen der mindestens einen entsprechenden Kristallorientierung; und
Abspeichern der mindestens einen berechneten Kristallorientierung zusammen mit den
15 Ortskoordinaten der zugehörigen Probenstelle.
17. Verfahren nach Anspruch 16,
dadurch gekennzeichnet, dass
das automatische Indizieren mindestens eines in dem mindestens einen Ionen-
20 Blocking-Pattern (26) detektierten und lokalisierten Bandes das Ermitteln der Lage
mindestens eines Durchstoßpunktes einer kristallographischen Zonenachse in dem
mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26) umfasst.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 oder 17,
25 gekennzeichnet durch
Berechnen der Kristalltextur sowie von Orientierungsverteilungsbildern und davon
abgeleiteten Gefügeparametern aus der mindestens einen berechneten
Kristallorientierung.
- 30 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 18,
gekennzeichnet durch
Ermitteln mindestens einer Gitterstruktur mindestens eines in der Probe (16)
enthaltenen Kristallits aus dem mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26); und
Differenzieren oder Ermitteln mindestens einer in der Probe (16) vorliegenden Phase
35 aufgrund der mindestens einen ermittelten Gitterstruktur.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 19,
gekennzeichnet durch
Korrigieren des Untergrunds in dem mindestens einen Ionen-Blocking-Pattern (26) mit
5 Hilfe eines Leerbildes durch Normierung oder Subtraktion im Ortsraum und/oder im
Radon-Raum.
21. Verfahren nach den Ansprüchen 15 und 20,
dadurch gekennzeichnet, dass
10 das Abfragen eines Profils entlang der mindestens einen Geraden umfasst:
Auswerten der Intensität aufeinander folgender Pixel längs der mindestens einen
Geraden;
Berechnen eines geglätteten Intensitätsprofils längs der mindestens einen Geraden
durch gleitende Mittelwertbildung über eine vorbestimmte Anzahl Pixel; und
15 Vergleichen der Intensität mit dem mittleren Untergrund im bereits
untergrundkorrigierten Ionen-Blocking-Pattern,
und das Ausschließen von Geraden das Anwenden mindestens eines der folgenden
Schritte auf die mindestens eine Gerade umfasst:
Auswerten, ob die Variation der Intensität des geglätteten Intensitätsprofils
20 längs der mindestens einen Geraden in aufeinander folgenden Pixeln größer als ein
vorbestimmter Wert ist;
Auswerten, ob die Länge des Plateaus in dem geglätteten Intensitätsprofil
kürzer ist als ein vorbestimmter Anteil der Länge der mindestens einen Geraden;
und/oder
25 Auswerten, ob die mittlere Intensität des Plateaus in dem geglätteten
Intensitätsprofil größer ist als ein vorbestimmter Anteil des mittleren
Patternuntergrunds,
wobei die mindestens eine Gerade von der Radontransformation ausgeschlossen wird,
wenn mindestens eine der Auswertungen ein positives Ergebnis ergibt.
30
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 oder 21,
gekennzeichnet durch
Registrieren einer Vielzahl von Ionen-Blocking-Pattern (26) in digitaler Form;
Berechnen des Leerbildes als Mittelwert der Ionen-Blocking-Pattern (26); und
35 Filtern des Leerbildes.



Figur 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/064670

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. G01N23/04 H01J37/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 03 289551 A (HITACHI LTD) 19 December 1991 (1991-12-19) abstract	1-22
X	ELLMER H ET AL: "Crystal adjustment by means of blocking pattern" REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, AIP, MELVILLE, NY, US, vol. 71, no. 7, 1 July 2000 (2000-07-01), pages 2693-2697, XP012038386 ISSN: 0034-6748 the whole document	1-22
P, X	SCHWARZER, R.A.: "Spatial Resolution in ACOM - What Will Come After EBSD" MICROSCOPY TODAY, January 2008 (2008-01), pages 34-37, XP002515710 the whole document	1-22
-/--		

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 Februar 2009

Date of mailing of the international search report

02/03/2009

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Huenges, Alexandra

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/064670

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KOBAYASHI ET AL: "Development of three-dimensional medium-energy ion scattering using a large solid angle detector" NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH, SECTION - B: BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 249, no. 1-2, 1 August 2006 (2006-08-01), pages 266-269, XP024958805 ISSN: 0168-583X [retrieved on 2006-08-01] pages 266-267	1-22
A	US 3 622 782 A (SMITH DAVID P ET AL) 23 November 1971 (1971-11-23) column 2, lines 62-71 column 5, line 9 - column 6, line 49	1-22

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2008/064670

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 3289551	A	19-12-1991	NONE	
US 3622782	A	23-11-1971	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/064670

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. G01N23/04 H01J37/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
G01N H01J

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	JP 03 289551 A (HITACHI LTD) 19. Dezember 1991 (1991-12-19) Zusammenfassung -----	1-22
X	ELLMER H ET AL: "Crystal adjustment by means of blocking pattern" REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, AIP, MELVILLE, NY, US, Bd. 71, Nr. 7, 1. Juli 2000 (2000-07-01), Seiten 2693-2697, XP012038386 ISSN: 0034-6748 das ganze Dokument -----	1-22
P, X	SCHWARZER, R.A.: "Spatial Resolution in ACOM - What Will Come After EBSD" MICROSCOPY TODAY, Januar 2008 (2008-01), Seiten 34-37, XP002515710 das ganze Dokument -----	1-22
-/-		



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

19. Februar 2009

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

02/03/2009

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5318 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Huenges, Alexandra

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/064670

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	KOBAYASHI ET AL: "Development of three-dimensional medium-energy ion scattering using a large solid angle detector" NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH, SECTION - B: BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, Bd. 249, Nr. 1-2, 1. August 2006 (2006-08-01), Seiten 266-269, XP024958805 ISSN: 0168-583X [gefunden am 2006-08-01] Seiten 266-267 -----	1-22
A	US 3 622 782 A (SMITH DAVID P ET AL) 23. November 1971 (1971-11-23) Spalte 2, Zeilen 62-71 Spalte 5, Zeile 9 - Spalte 6, Zeile 49 -----	1-22

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/064670

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 3289551	A	19-12-1991	KEINE
US 3622782	A	23-11-1971	KEINE