QUALITY ASSURED

part of VERDER scientific

ООО "Вердер Сайнтифик"
190020, г. Санкт-Петербург
ул. Бумажная, д. 17

Тел.: +7 (812) 777-11-07
Факс: +7 (812) 325-60-73

E-mail: info@verder-scientific.ru
Вэб: www.qatm.ru

Дифракция отраженных электронов в растровом электронном микроскопе

Дифракция отраженных электронов в растровом электронном микроскопе - эффективный метод изучения микроструктуры кристаллов.

С. Цайферер (S. Zaefferer),
Институт исследований металлов общества Макса Планка,
Дюссельдорф, Германия

П. Вооc (P. Voos),
Компания ATM Qness GmbH,
Маммельцен, Германия

Г. Лакнер (G. Lackner),
Компания ATM Qness GmbH,
Маммельцен, Германия

Метод дифракции отраженных электронов (ДОЭ) в растровом электронном микроскопе (РЭМ) активно применяется в кристаллографии. С тех пор как развитие компьютерных алгоритмов позволило полностью автоматизировать процесс анализа дифракционных картин, на базе растровой электронной микроскопии была построена новая методика, получившая известность как микроскопия ориентационного картирования (МОК)* [1]. Эта методика использует компьютерные алгоритмы автоматического анализа дифракционных картин. МОК представляет собой последовательное получение дифракционных картин отраженных электронов для каждой точки кристаллической решетки гладкой поверхности образца, наклоненного под определенным углом. Таким образом, можно получить данные о кристаллографических ориентациях и фазах для каждой точки поверхности образца, а также определить качество дифракционной картины. По этим данным определяется микроструктура изучаемой области поверхности. Получаемые таким образом карты кристаллографических ориентаций позволяют собрать подробные данные о свойствах образца, например о распределении фаз, размерах, форме и дефектах зерен, характере и расположении границ зерен, ориентации кристаллических решеток, нарушениях ориентации (текстуре) и др. Также ДОЭ применяется для изучения структуры кристаллов, например симметрии и других свойств кристаллической решетки. Специальное программное обеспечение позволяет подробно изучить любые детали кристаллической решетки [2], а также остаточные напряжения [3]. ДОЭ также позволяет работать с габаритными образцами, т. е. приготовление тонких срезов, как в случае просвечивающей электронной (ПЭМ), не требуется, так как разрешающая способность ДОЭ составляет около 50 нм. Процесс пробоподготовки, как правило, отличается большей простотой по сравнению с ПЭМ, включая в себя

*Термин OIM (в русском переводе - МОК) является зарегистрированной торговой маркой компании TSL/EDAX

высокоточное механическое, химическое полирование или полирование ионной бомбардировкой для получения почти идеально гладкой поверхности без дефектов. Подробное описание метода в самом современном его применении см.: Шварц и др. [4]. Описание более ранних применений метода в ближайшее время будет опубликовано в [5].

Дифракционные картины, получаемые при анализе габаритных образцов, имеют много общего с линиями Кикучи, получаемыми при анализе тонких срезов методом микроскопии ПЭМ. На Рис. 1 показана типичная дифракционная картина, представляющая собой светлые полосы (так называемые линии Кикучи) на относительно темном фоне.

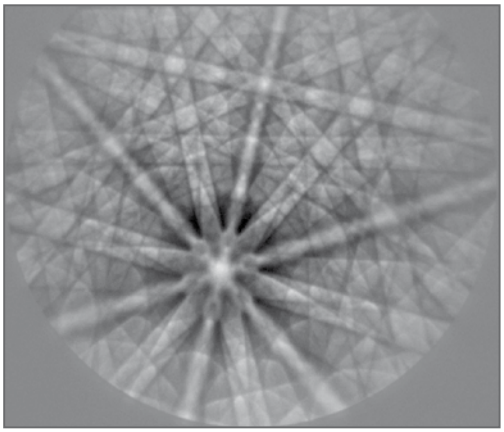


Рис. 1: Дифракционная картина высокого разрешения образца литого ниобия (разрешение 915 x 915 пикселей). Экспозиция 7 с, без фона.

Каждая полоса соответствует определенным плоскостям кристаллической решетки, и по углу наклона и ширине каждой полосы можно определить индексы Миллера кристаллической решетки. Индексированные полосы, в свою очередь, позволяют подробно изучить кристаллографические ориентации и фазы. Для получения дифракционных картин используется детектор, состоящий из люминесцентного экрана и высокочувствительной видеокамеры, расположенных рядом с образцом (на расстоянии 20-40 мм), как показано на Рис. 2.

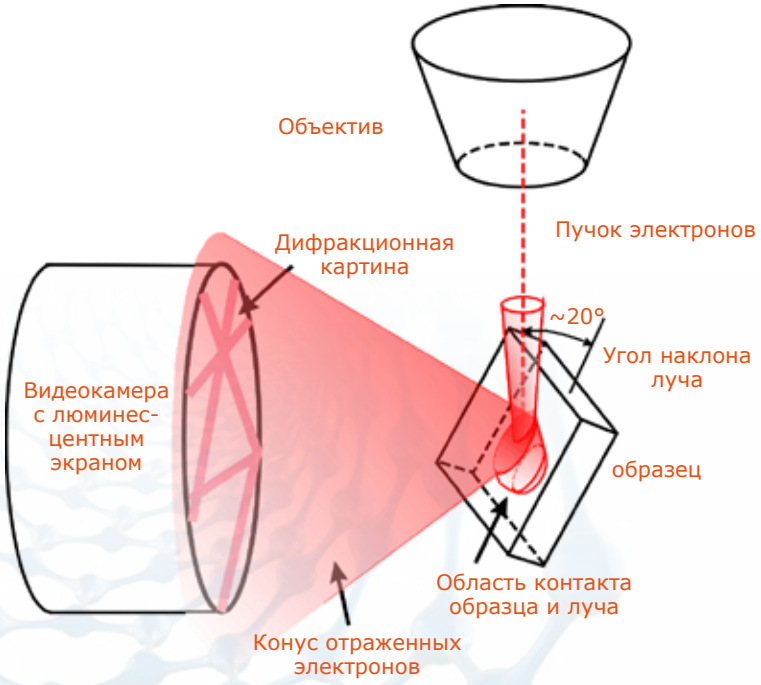
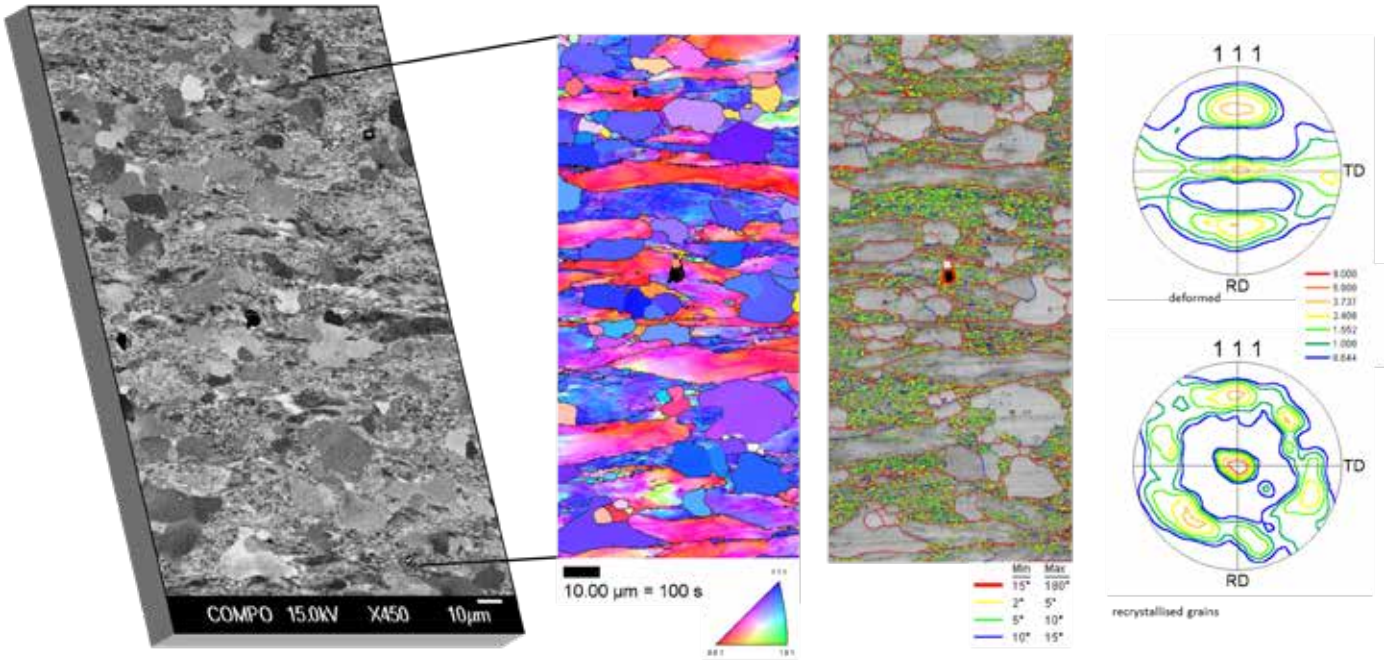


Рис. 2: Расположение образца и детектора в растровом электронном микроскопе (РЭМ).

Для автоматического выполнения регистрации и анализа дифракционных полос используется программное обеспечение, доступное на рынке.

При использовании метода МОК пучок электронов движется ступенчато, и для каждого положения регистрируется своя дифракционная картина. Время измерения и анализа на современном оборудовании составляет порядка 50-200 дифракционных картин в секунду. Пример отображения результатов МОК показан на Рис. 3.



Карта образца частично рекристаллизованной стали без атомов внедрения

Карта обратных полюсных фигур

Границы зерен

Полюсные фигуры

Рис. 3: Пример КОМ микроструктуры образца частично рекристаллизованной стали без атомов внедрения, а) контрастное изображение, полученное методом ДОЭ (ненаклоненный образец), а) карта исследуемой области поверхности образца, в) карта кристаллографических ориентаций, расположенных параллельно нормальному направлению (ND). Границы зерен с отклонением более 15° отмечены черными линиями, г) (111) полюсные фигуры деформированных и рекристаллизованных областей образца показывают отклонение ориентаций от (111) || нормальных ориентаций (центр полюсной фигуры). Изображения предоставлены: И Томас (I. Thomas).

На Рис. 3 показана микроструктура образца частично рекристаллизованной стали без атомов внедрения ([6]), полученная методом каналирования электронов и методом МОК. На карте кристаллографических ориентаций определенные цвета соответствуют определенным ориентациям, взятым относительно нормальных ориентаций. Грани с равномерными ориентациями (например, рекристаллизованные) показаны одним цветом, а грани с градиентом ориентаций показаны разными цветами. Это позволяет изучать форму и размеры зерен, рекристаллизованные и нерекристаллизованные области поверхности, типы границ зерен и текстуру определенных областей поверхности (на примере показаны полюсные фигуры деформированных и рекристаллизованных областей).

Перед анализом выполняется тщательная и бережная полировка образца для получения идеально гладкой поверхности без деформаций. Для наиболее эффективной передачи энергии образцу используется специальная вибрационная полировальная машина QATM, вибрационный двигатель которой также обеспечивает низкий уровень шума во время работы.

Поскольку деформация образца и связанное с ней воздействие на поверхность более глубоких слоев могут значительно исказить микроструктуру поверхности образца, для обеспечения результатов анализа требуется прецизионная полировка. Снятие тонкого слоя материала представляет собой непростую задачу, с которой может справиться только вибрационная полировальная машина, показанная на Рис. 4.

Рис. 4: Вибрационная полировальная машина производства ATM Qness GmbH: Qpol Vibro

Вибрационное полирование, выполненное должным образом, сводит к минимуму деформацию образца. Для снятия слоя материала используются тонкая полировальная суспензия и полировальное сукно, а процесс полирования выполняется в специальном поддоне. Это предотвращает возникновение любых дефектов поверхности (артефактов), и образец может использоваться для дальнейшего анализа, результаты которого будут достоверны и воспроизводимы, как требуют стандарты материалографии.

Используемая литература

[1] Adams, B.L., Wright, S.I., Kunze, K.: Orientation imaging: the emergence of a new microscopy, Metall. Trans. 24A, 819–831 (1993).

[2] Wilkinson, A.J., Meaden, G. & Dingley, D. J. (2006): High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity. Ultramicroscopy, 106, 307–320.

[3] Winkelmann, A.Trager-Cowan, C.Sweeney, F.Day, A, P. & Parbrook, P. (2007): Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. Ultramicroscopy, 107, 414–421.

[4] Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, BL. & Field, D. P. (2009): Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Springer, New York

[5] Zaefferer, S., Habler, G.: Scanning electron microscopy and electron backscatter diffraction, in: Mineral reaction kinetics: microstructures, textures, chemical and isotopic signatures, EMU Notes in Mineralogy, 2016, in print.

[6] Thomas, I., Zaefferer, S., Friedel, F., Raabe, D.: High resolution EBSD investigation of deformed and partially recrystallised IF steel, Adv. Eng. Mat. 5, 566 – 570 (2003).