

KIKUCHIHO TECHNIKA SPÄTNÉHO ODRAZU – - PRINCÍP A POUŽITIE NOVEJ EXPERIMENTÁLNEJ METÓDY V MATERIÁLOVOM INŽINIERSTVE

Terézia KUNÍKOVÁ

Autor: Ing. Terézia Kuniková, interná doktorandka

Pracovisko: Katedra materiálového inžinierstva, Materiálovotechnologická fakulta STU

Adresa: J. Bottu 24, 917 24 Trnava, Slovensko

Tel.: +421 (0)33 5521 119, fax.: +421 (0)33 5521 119 E- mail: kunikova@mtf.stuba.sk

Abstract

This paper describes the basics of Backscattered Kikuchi Diffraction (BKD) technique in scanning electron microscope, oriented to explanation of main terms and specifying its application in the field of materials engineering. Examples from BKD study of nitrogen- added austenitic stainless steel are also presented.

Článok sa zaoberá základmi Kikuchiho techniky spätného odrazu v riadkovacom elektrónovom mikroskope, so zameraním na vysvetlenie základných pojmov a špecifikáciu hlavných oblastí jej použitia v materiálovom inžinierstve. Technika je prezentovaná príkladmi zo štúdia austenitickej nehrdzavejúcej ocele s prídavkom dusíka.

Key words

backscattered diffraction, Kikuchi lines, orientation map, grain boundaries

difrakcia spätne odrazených elektrónov, Kikuchiho čiary, orientačná mapa, hranice zrn

Úvod

Kikuchiho technika spätného odrazu (v angl. terminológii označovaná ako *Backscattered Diffraction technique- BKD* alebo *Electron Backscattered Diffraction technique-EBSD* alebo *Orientation Imaging Microscopy-OIM* alebo *Automated Crystal Orientation Mapping-ACOM*) patrí do skupiny experimentálnych techník vyvinutých pre materiálový výskum na začiatku 90- tých rokov. Dnes je čoraz častejšie používaná predovšetkým pri získavaní kryštalografických údajov, pri štúdiu vlastností priamo sa viažucich na vzájomnú orientáciu zrn, pri štúdiu rozhraní alebo pri rozlišovaní fáz, a to v širokej skupine polykryštalických materiálov (s minimálnou veľkosťou zrna 0,2 µm)- kovov a zliatin, polovodičov a supravodičov, prípadne keramiky.

Technika je založená na automatickej analýze difrakcie spätne odrazených elektrónov z naklonenej masívnej vzorky v riadkovacom elektrónovom mikroskope (REM), doplnenom o zariadenie pre rýchle získavanie a spracovanie difrakčného záznamu.

V porovnaní so svetelnou mikroskopiou pre kvantitatívnu metalografiu umožňuje Kikuchiho technika vykonať presnejšiu charakterizáciu mikroštruktúry, a to s vyššou rozlišovacou schopnosťou. Oproti transmisnej elektrónovej mikroskopii je jej veľkou výhodou používanie masívnych vzoriek namiesto tenkých kovových fólií a väčšie množstvo zrn, ktoré možno naraz analyzovať [1, 2].

Základy Kikuchiho techniky spätného odrazu

Príprava vzoriek

Prvým krokom pri získavaní difrakcie spätno odrazených elektrónov v REM je čo najkvalitnejšia príprava povrchov vzoriek, vzhľadom na veľmi malú hĺbku pod povrchom materiálu, v ktorej dochádza k vzniku spätno odrazených elektrónov. Dnes už existuje celá skupina doporučených postupov prípravy vzoriek pre Kikuchiho techniku, v závislosti od materiálu a jeho predošlého spracovania.

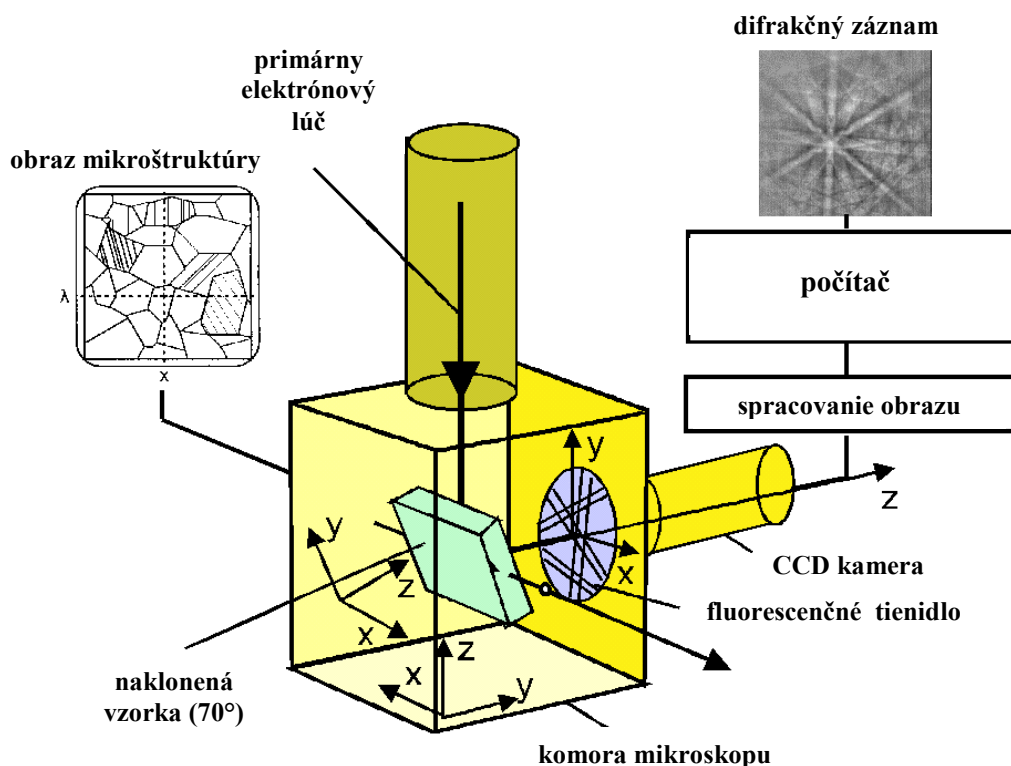
Väčšina materiálov skúmaných touto technikou vyžaduje určitý stupeň mechanického leštenia, zvyčajne zakončený finálnym leštením v suspenzii SiO_2 . Hoci je pre niektoré materiály tento krok pre dosiahnutie kvalitného signálu od spätno odrazených elektrónov dostačujúci, je často nutné použiť ďalší postup prípravy. Vhodnými metódami sú elektrolytické leštenie alebo chemické leptanie.

Relatívne novou metódou prípravy vzoriek je tzv. leptanie iónovým lúčom v mikroskope s fokusovaným iónovým lúčom (*Focused Ion Beam microscope- FIB*), v niektorých prípadoch používané aj na odstraňovanie nežiadúcich oxidických alebo iných kontaminovaných vrstiev zo skúmaných povrchov [3, 4].

Ďalšie požiadavky

Okrem starostlivej prípravy vzoriek je ďalšou požiadavkou pre úspešnú aplikáciu Kikuchiho techniky malý uhol zvieraný povrchom vzorky a dopadajúcim primárnym elektrónovým lúčom, aby sa znížila absorpcia primárneho lúča materiálom a maximalizovala výsledná intenzita signálu spätno odrazených elektrónov.

Vzorka je teda v komore mikroskopu naklonená, pre tento účel sa často používa špeciálny držiak, pričom štandardným uhlom náklonu je 70° , obr. 1.[6, 7]



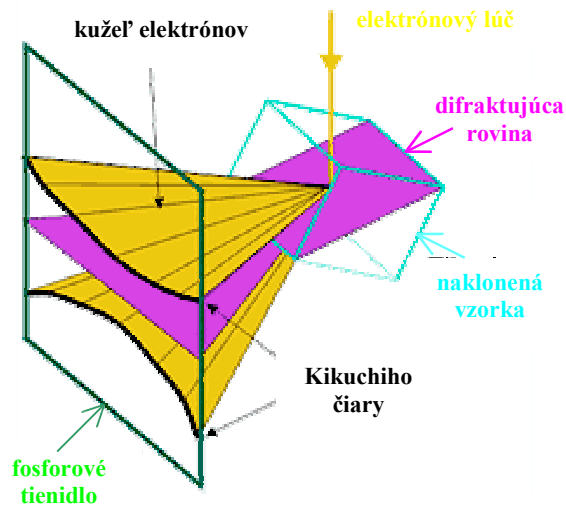
Obr. 1 Schematické znázornenie REM komory s detektorom Kikuchiho čiar a postupnosť výstupu informácií [5]

Tvorba difrakčného záznamu

Pri dopade primárneho elektrónového zväzku na preparát v elektrónovom mikroskope, dochádza v dôsledku kolízie lúča s atómami vzorky v hĺbke niekoľkých nanometrov (typicky ~50 nm) okrem iného k elastickému rozptylu primárnych elektrónov, s minimálnou stratou ich energie (~1%). Hovoríme, že sa tvoria tzv. späťne odrazené, resp. rozptýlené elektróny.

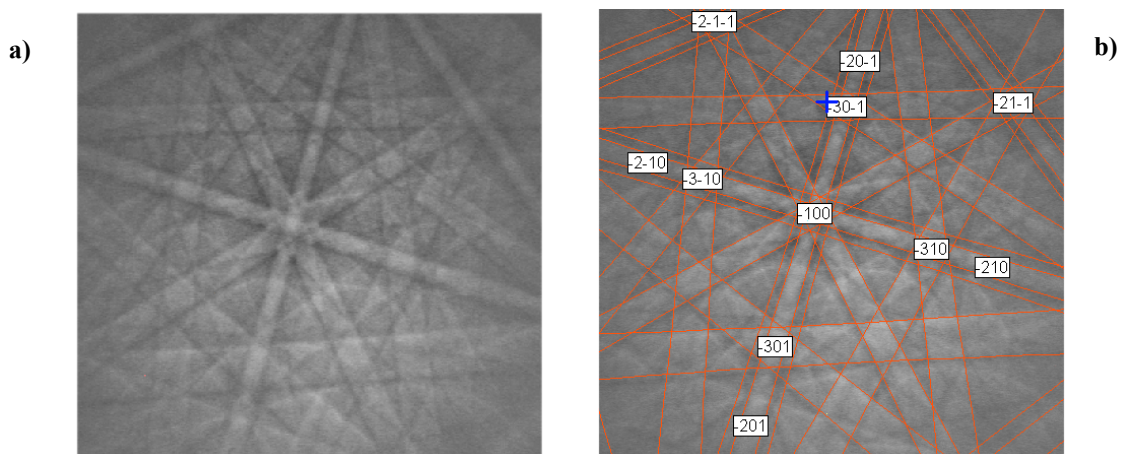
Pohybom elektrónového lúča po povrchu naklonenej masívnej vzorky sa v dôsledku uvedeného elastického rozptylu vytvárajú pre každý súbor kryštalografických rovín dva ploché kužele relatívne intenzívneho difraktovaného žiarenia, pokiaľ je splnená Braggova podmienka.

Na fluorescenčnom tienidle, umiestnenom v blízkosti vzorky tak, že pretína tieto kužele (obr. 1), sa potom získajú priesečníky pripomínajúce dvojicu takmer paralelných čiar, označované ako **Kikuchiho čiary**. [6,7] Schematické znázornenie tvorby jednej dvojice Kikuchiho čiar je na obr. 2.



Obr. 2 Detailné zobrazenie tvorby jedného páru Kikuchiho čiar pre jeden súbor kryštalografických rovín [8]

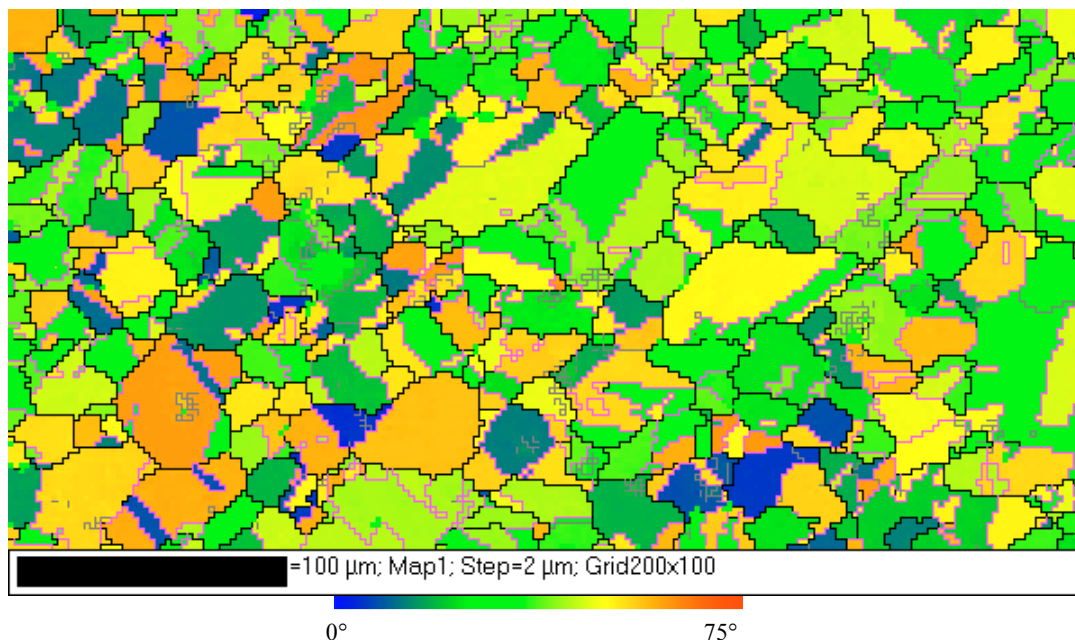
Získaný difrakčný obrazec, tvorený súborom Kikuchiho čiar, je potom zachytávaný citlivou CCD kamerou, pripojenou na obrazový procesor, a napokon dodávaný do počítača na zobrazenie a analýzu. Počítačový program určí pozíciu najsilnejších difrakčných čiar, z ktorých vypočíta priestorovú orientáciu vopred definovaného prítomného typu kryštálu. Orientácia je následne zobrazená ako Millerove indexy priamo do difrakčného záznamu Kikuchiho čiar, obr. 3. Všetky parametre procesu (t.j. medzizónové uhly, súradnice každého bodu, v ktorom bola vykonaná analýza, prítomnosť rôznych fáz, atď.) sa ukladajú v počítači. Presnosť získaných kryštalografických údajov je 1° [1,6].



Obr. 3 Příklad difrakčného záznamu získaného detektorom: a) pred indexovaním; b) po indexovaní

Spracovanie získaných dát

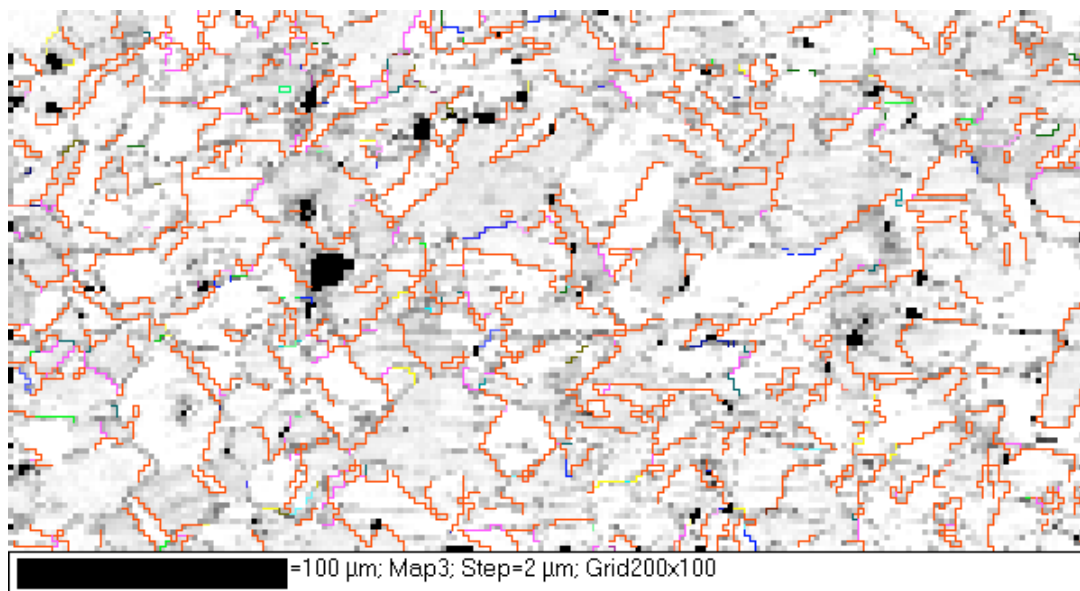
Typickým výsledkom analýzy Kikuchiho technikou je tzv. **orientačná mapa** (z angl. *orientation map* alebo *orientation image*), poskytujúca na základe farebného zakresľovania základné informácie o orientácii a morfológii individuálnych zŕn, informácie o rozdelení zŕn s rovnakou orientáciou vo vybranom úseku povrchu vzorky, ako aj štatistiku prítomných typov hraníc zŕn, vyplývajúcu zo získaných orientačných vzťahov (vrátane farebného rozlišovania jednotlivých typov hraníc zŕn priamo v mape), obr. 4. Distribúciu jednotlivých orientácií zŕn na skúšanej ploche vzorky možno taktiež získať vo forme histogramu. [6, 7]



Obr. 4 Orientačná mapa zo vzorky austenitickej nehrdzavejúcej ocele AISI 316 LN žihanej 0,5 hod. pri 700°C . Pre zobrazenie orientácie zŕn bola zvolená farebná stupnica, reprezentujúca uhlovú odchýlku od ideálnej kubickej textúry. Pre základné rozdelenie hraníc zŕn boli použité nasledovné farby: dezorientácia $<10^\circ$ - šedá, $<55^\circ$ - čierna a $>55^\circ$ - ružová farba

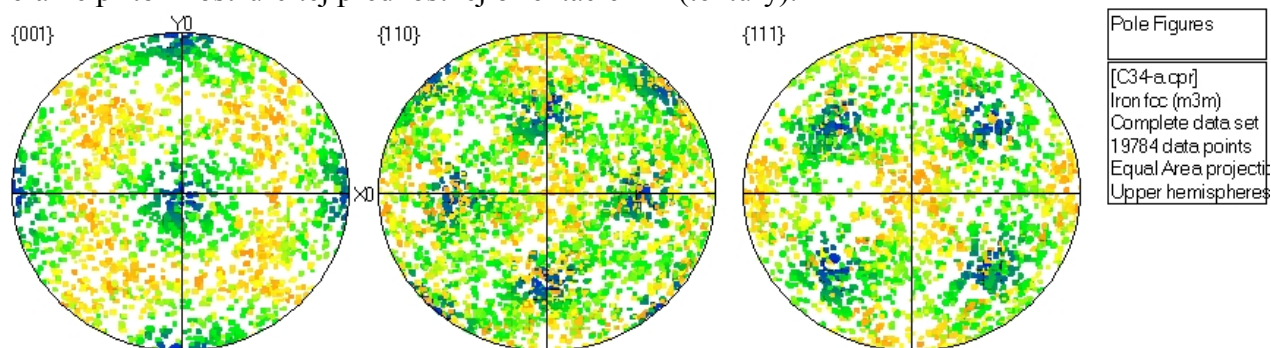
Ak je cieľom analýzy Kikuchiho technikou zistiť prítomnosť „špeciálnych“ alebo tzv. CSL hraníc zŕn, je nutné vykonať ďalšie grafické spracovanie získanej orientačnej mapy. Podľa typov prítomných CSL hraníc zŕn, možno voľbou príslušnej farby do mapy zobraziť miesta ich výskytu, obr. 5. Rovnako možno vykonať štatistickú analýzu prítomných typov špeciálnych hraníc zŕn, a to vo forme histogramu.

Pretože zmeny orientácie zŕn zachytené v mape zvýraznia všetky hranice zŕn na ploche vzorky, využíva sa Kikuchiho technika aj pri meraní skutočnej veľkosti zrna. Ak je vzdialenosť bodov, v ktorých sa analýza Kikuchiho technikou vykonáva, zvolená vhodne vzhľadom na danú mikroštruktúru, je možné priamo v mape merať skutočnú veľkosť zrna, a zároveň aj určiť rozdelenie jednotlivých veľkostí zrna na zvolenej ploche výbrusu. [1,7]



Obr. 5 Farebné znázornenie CSL hraníc pre vzorku na obr. 4. Pre najfrekvencovanejšie zastúpené CSL hranice boli zvolené nasledovné farby: $\Sigma 3$ - červená, $\Sigma 9$ - ružová, $\Sigma 11$ - žltá a $\Sigma 29a$ - zelená farba

Štatistickú analýzu kryštalografickej orientácie zŕn možno vykonať aj vo forme pólových obrazcov alebo inverzných pólových obrazcov, obr. 6. Tieto dvojdimenzionálne stereografické projekcie možno získať vo forme kontúr alebo individuálnych bodov, zvyrazňujúc tak pre každé meranie prítomnosť určitej prednostnej orientácie zŕn (textúry).



Obr. 6 Príklad pólových obrazcov z plochy analyzovanej na vzorke na obr. 4

Záver

V článku boli vysvetlené teoretické základy a hlavné oblasti využitia Kikuchiho techniky spätného odrazu v REM. Použité boli príklady zo štúdia austenitickej nehrdzavejúcej ocele touto technikou.

Pod'akovanie

Príklady použité v článku sú súčasťou výskumu vykonaného v laboratóriách Inštitútu pre výskum tuhých látok a materiálov v Drážďanoch, Nemecko, pod odborným dohľadom Dr. H. Wendrocka a Prof. K. Wetziga.

Zároveň ďakujem mojej školiteľke, prof. Ing. Dáši Hrivňákovej, za cenné rady a pripomienky pri zostavovaní tohto prípevku.

Literatúra:

- [1] HUMPREYS, F. J.: Review. Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, *Journal of Materials Science*, 36, 2001, s. 3833- 3854
- [2] DINGLEY, D. J., RANDLE, V.: Review- Microtexture determination by Electron Backscatter Diffraction, *Journal of Materials Science*, 37, 1992, s. 4545- 4566
- [3] KATRAKOVA, D. , MÚCKLICH, F.: Specimen preparation for Electron Backscattered Diffraction. Part I. Metals, *Practical Metallography*, 38, 2001, s. 547- 565
- [4] www.tsl.oim.com/sampleprep
- [5] KUNÍKOVÁ, T., WENDROCK, H., MENZEL, S., WETZIG, K., HRIVŇÁKOVÁ, D.: Combined study of grain boundaries in austenitic stainless steel using EBSD and FIB technique, *Materiálové inžinierstvo*, 9, 2002, s. 35- 42
- [6] RANDLE, V.: Application of Electron Backscatter Difraction to steel products, *Ironmaking and Steelmaking*, 21, 1994, s. 209- 214
- [7] RANDLE, V.: Mapping microstructures, *Materials World*, 10, 1997, s. 574- 576
- [8] www.hkltechnology.com