

SZABÓ PÉTER JÁNOS

A lokális szemcseorientáció meghatározása pásztázó elektronmikroszkóppal

A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálati technika és a vele együtt végzett elektronsugaras mikroanalízis évtizedek óta alkalmazott mikroszerkezetvizsgálati módszer. Az elektronmikroszkóphoz illeszkedik az a jóval kevésbé elterjedt berendezés is, a visszaszórtelektron-detektor, elterjedt rövidítésével az EBSD, amelynek hatékony alkalmazási lehetőségeit mutatja be a szerző. Az EBSD a fázisanalízis mellett rendkívül sokrétű információkat biztosít a kristallitok orientációs viszonyairól, mégpedig a különösen hasznos eloszlástérképek sokoldalú megjelenítésével, amelyekről számos példát ismertet a dolgozat.

Bevezetés

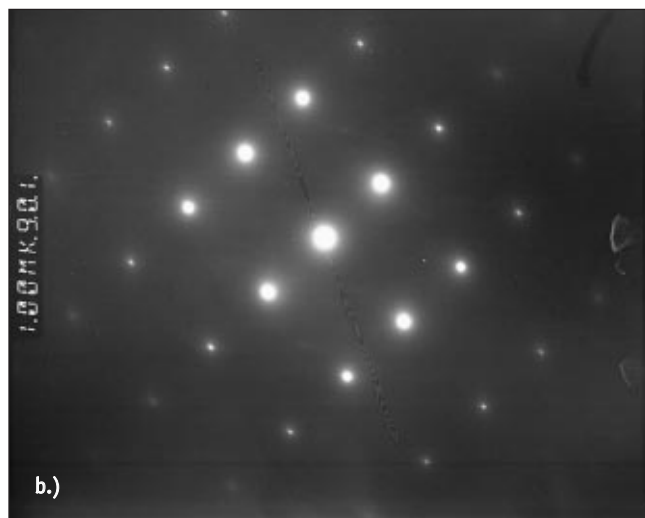
Hagyományos anyagaink jó része polikristályos fém, amelyet olyan térfogatrészek (szemcsék) építenek fel, melyeken belül a kristálytani szerkezet azonos. Ezeknek a szemcséknek a mérete – e fogalom alatt jellemzően az ASTM E112-96(2004) szabvány szerinti „átlagos szemcseméret” értendő – a néhány mikrométertől a néhány száz mikrométerig terjed, emiatt bizonyos tulajdonságaik mikroszkópos, illetve elektronmikroszkópos technikákkal vizsgálhatók.

A szemcsét felépítő kristálytani rend és a test makroszkopikus kiterjedése közti geometriai kapcsolatot szemcseorientációnak hívjuk. Ismert, hogy az anyag makroszkopikus mechanikai (szilárdsági, alakváltozási, keménységi) tulajdonságai és a szemcseorientáció között szoros kapcsolat áll fenn. Az utóbbi évek kutatási

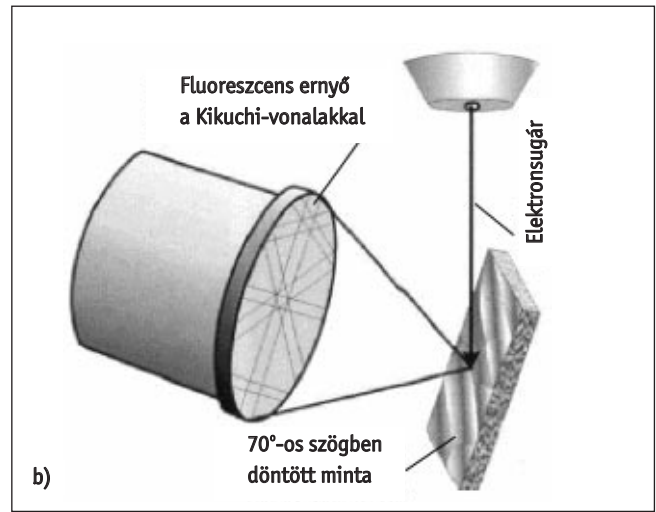
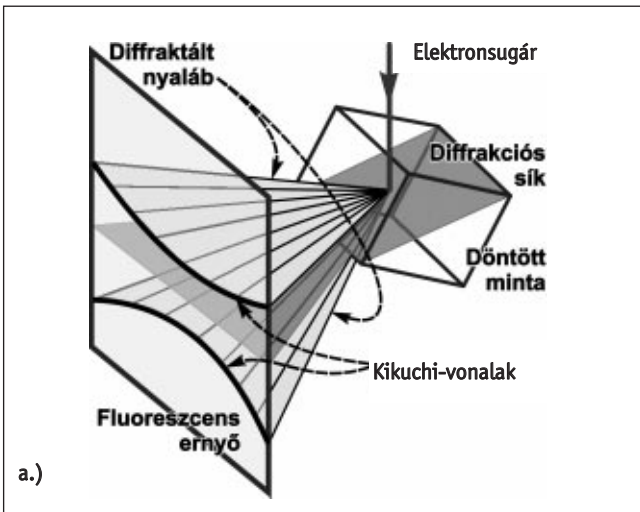
eredményei alapján az is világossá vált, hogy a szemcsehatár minősége döntő hatással van (elsősorban) a korróziós, kúszási és precipitációs tulajdonságokra [1]. Noha a szemcsehatár közvetlenül csak nagyon nehezen vizsgálható (pl. atomerőmikroszkóp segítségével), tulajdonságaira mégis következtethetünk, ha az általa elválasztott két szemcse egymáshoz képesti orientációját ismerjük. Ezt a szemcsehatár-tulajdonságot elorientáltságnak (misorientation) nevezzük, és többféleképpen határozhatjuk meg.

A szemcseorientáció meghatározásának legelterjedtebb módja a *transzmissziós elektronmikroszkópos* (TEM) vizsgálat. Ennek során egy kiválasztott területről (kihasználva a TEM kettős működését,

Szabó Péter okleveles villamosmérnök, a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékének egyetemi docense. 1995-ben Ph.D. fokozatot szerzett a nagyfelbontású röntgen vonalprofil-analízis témaköréből. Fő kutatási témája az anyagok mikroszerkezetének vizsgálata elektronmikroszkópos módszerekkel.



1. ábra. 15Mo3 típusú acél TEM-képe (a) és az ötszög alakú szemcse elektrondiffrakciós ábrája (b)



■ 2. ábra. A Kikuchi-vonalak keletkezése (a.), ill. a mérési elrendezés (b.)

hogy ti. egyidejűleg képes nagy nagyítási képek előállítására és az adott terület elektrondiffrakciós vizsgálatára) elektrondiffrakciós felvételt készítünk, és azt kiértékeljük [2]. Az 1. ábrán egy 15Mo3 típusú ferrites melegszilárd acél TEM-képe (1. a. ábra) és az egyik szemcséjéről készült elektrondiffrakciós kép (1. b. ábra) látható. A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok legnagyobb hátránya a bonyolult minta-előkészítés. A fém mintát legalább 200 nm-re el kell vékonyítanunk [3], ráadásul nem lehetünk abban biztosak, hogy ez az elvékonyítás a minta mely részén valósul meg (pl. jet vagy double-jet módszer esetén). Jellemző adat, hogy a minta kimunkálá-

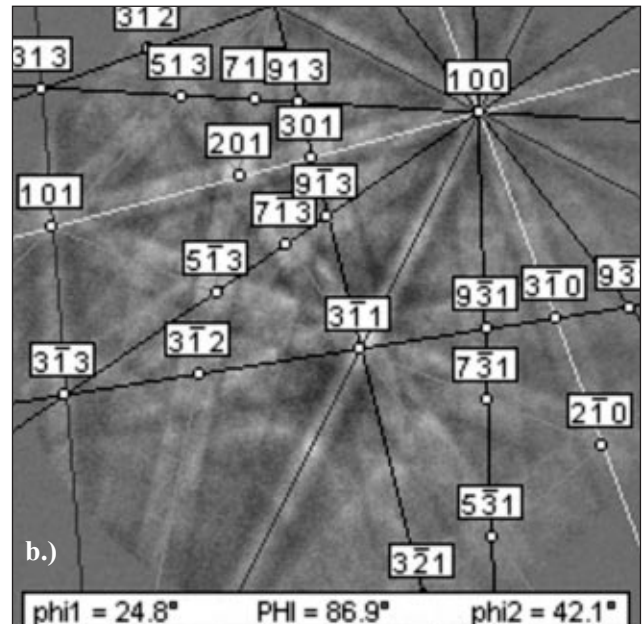
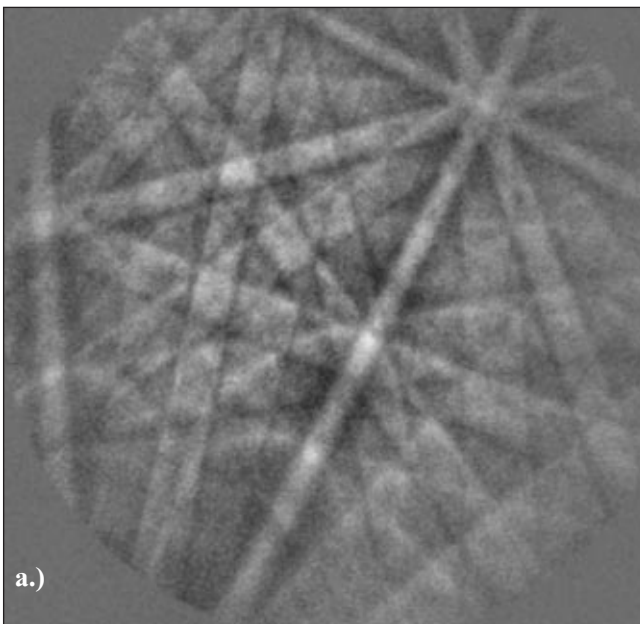
sától a megfelelően vékony minta előállításáig esetleg fél napos idő- és munkabefektetés is szükséges lehet. Ezzel együtt mind a mai napig a TEM-vizsgálat a leghatékonyabb módszer a kristályos anyagok alapos mikroszerkezeti vizsgálatára.

A visszaszórtelektron-diffrakció (EBSD) módszere

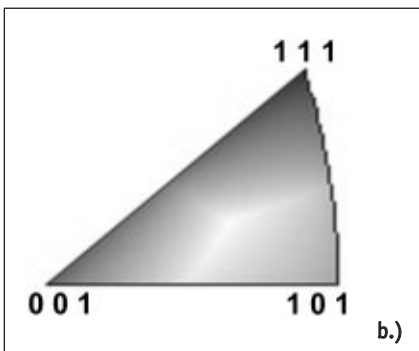
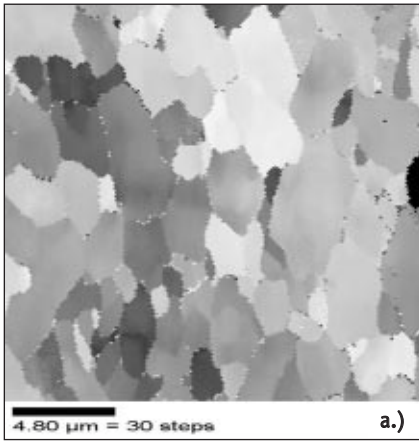
Az egyedi szemcseorientáció meghatározása a pásztázó elektronmikroszkóppal (Scanning Electron Microscope, SEM) 1973-ban sikerült először [4]. 1987-ben alkalmazták először az on-line indexelési technikát [5], amelynek segítségével a

pásztázó elektronnyaláb által besugárzott térfogat orientációját a pásztázás sebességével összemérhető gyorsasággal tudták meghatározni.

A vizsgálat a visszaszórtelektron-diffrakción (Electron Backscattering Diffraction, EBSD) alapul. A primer elektronnyaláb útjában elhelyezett mintában a primer elektronok rugalmatlan szóródást szenvednek, majd ezek a rugalmatlanul szórt elektronok az egyes kristálytani síkokon rugalmas, a Bragg-feltételnek megfelelő újabb szóródáson mennek keresztül. Ez utóbbi diffrakció eredményeképpen az elektronok a kristálytani síkról egy kúppalást mentén szóródnak (2. ábra), és ennek a kúppalásnak, valamint egy alkalmas



■ 3. ábra. Kikuchi-vonalak (a) és indexelésük (b)



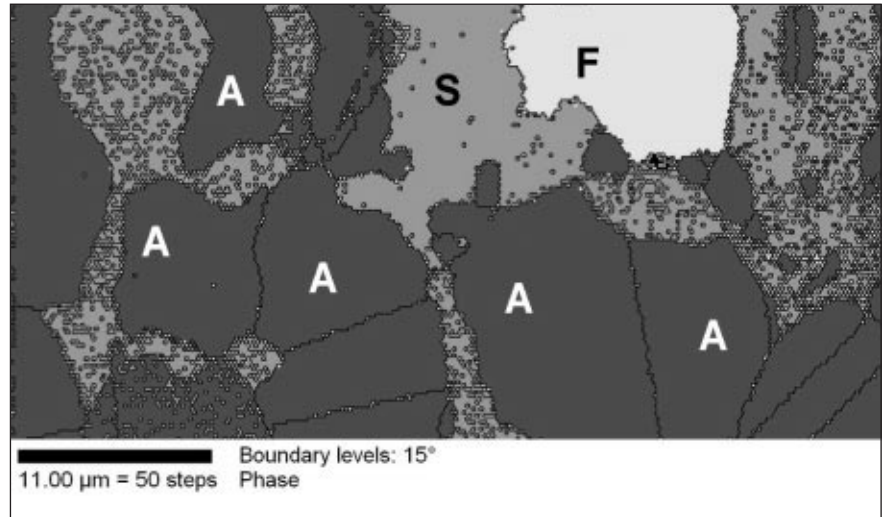
■ **4. ábra.** Ferritesacél-minta orientációs térképe (a) és az inverz pólusábra egységsháromszögének színkódolása (b)

helyen elhelyezett felfogó ernyőnek a metszsvonalában egy jellegzetes vonalas rajzolat, az ún. Kikuchi-ábra alakul ki (2.a. ábra) [6].

A vonalak elhelyezkedéséből a vizsgált pont (illetve a pont környezetének) kristálytani szerkezete és orientációja meghatározható, azaz a Kikuchi-ábra (3.a. ábra) azonosítható és indexelhető (3.b. ábra). Az EBSD-vizsgálat laterális felbontóképessége kb. 0,5 μm. A mérés sebességére jellemző, hogy egy mérési pontról a Kikuchi-ábra felvétele, a vonalak azonosítása, majd az orientáció meghatározása (optimálisan előkészített minta esetén) kb. 0,1 másodperc alatt megtörténik.

Az orientáció meghatározása

A minta egy pontjának orientációját többféleképpen is megadhatjuk, de minden esetben azt az információt kell meghatározni, hogy a test makroszkopikus kiterjedéséhez képest a kristályrács hogyan helyezkedik el. Egy 30000 pontból álló orientációs térkép (melynek elkészítése nagyjából 50 percet vesz igénybe) látható a 4. ábrán. Az egyes mérési pontok orien-



■ **5. ábra.** Duplex acél fázistérképe. Az „A”-val jelölt tartományok ausztenitesek, az „F”-fel jelöltek ferritesek, az „S”-sel jelöltek pedig a tetragonális fázishoz tartoznak

tációjának megadása az inverz pólusábra egységsháromszögének színkódolásával történik. Az inverz pólusábra azt mutatja meg, hogy a próbatest makroszkopikus felületének normálisa milyen kristálytani irányoknak felel meg.

Érdeemes megfigyelni az ábrán, hogy egy szemcsén *belül* is tapasztalhatunk színárnyalat-eltérést, azaz lokális orientációváltozást. Ennek az az oka, hogy az adott szemcse deformált, vagyis pl. szubszemcseszerkezet alakult ki benne.

Fázisok azonosítása

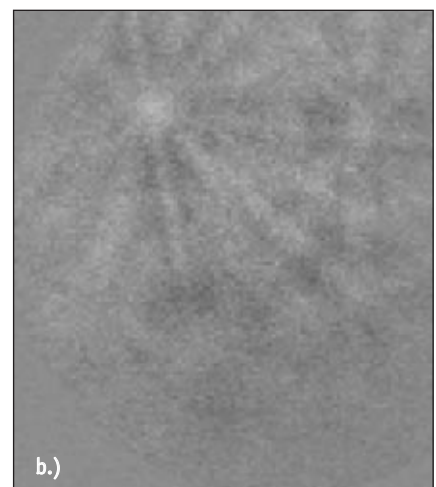
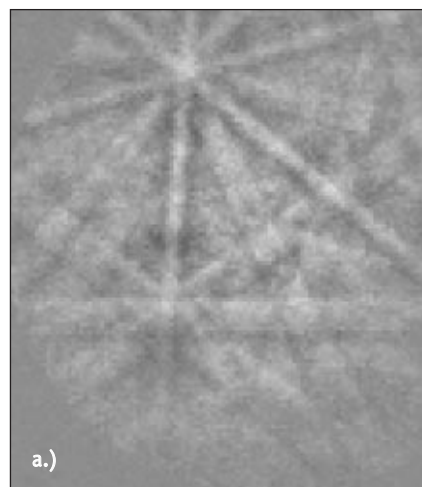
Ha ismerjük a mintában előforduló lehetséges fázisokat, akkor azok azonosítása is lehetséges az EBSD-vel a kristályszerkezet alapján. Az 5. ábrán egy duplex acél fázis-

térképét láthatjuk, ahol az egyes pontokhoz tartozó fázisokat ugyancsak színkódokkal adhatjuk meg.

Érdekes lehetőség az egyes fázisok közötti orientációs kapcsolat meghatározása. Példaként említsük meg az 5. ábrán látható, felületen középpontos köbös rácsú ausztenit és a tetragonális -fázis közötti összefüggést. Ideális esetben az említett fázisok közötti legkisebb rácstorzúlással járó kapcsolatot a Nanno-féle összefüggés írja le:

$$(111)_g \parallel (001)_s \text{ és } [101]_g \parallel [110]_s$$

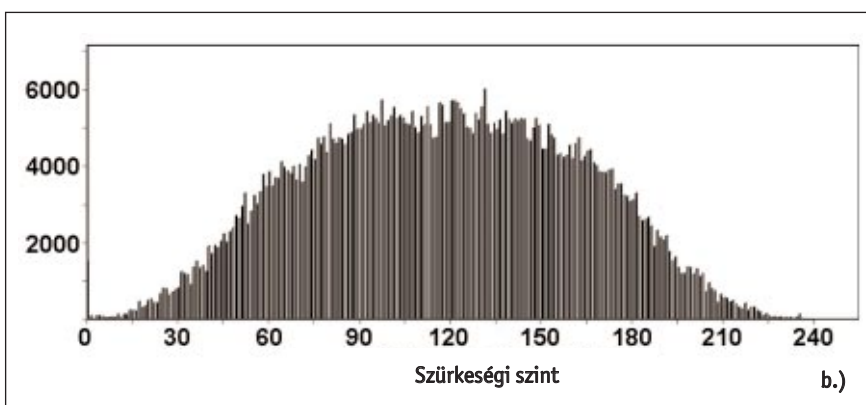
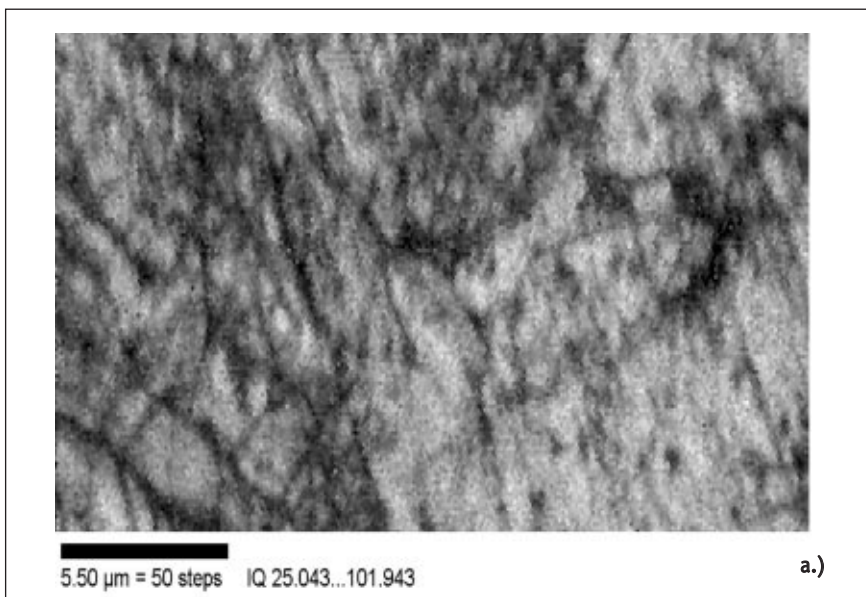
A duplex acélokban végbemenő ferritbomlás ($d \rightarrow g + s$) során azonban az egyre növekvő méretű -fázis-kiválások és a keletkező ausztenit közötti orientációs viszony egyre jobban eltér az ideálistól [7].



IQ=113

IQ=47

■ **6. ábra.** A Kikuchi-ábra minősége a deformáció függvényében



■ **7. ábra.** 40%-os húzásnak kitett ferrites acél IQ-térképe (a), és a térkép alapján meghatározható szürkeségi hisztogram (b)

Deformációs állapot vizsgálata

Az EBSD-vizsgálat alkalmas arra is, hogy egy szemcsén belül a deformációs állapotról felvilágosítást kapjunk. Ha a vizsgált kristályrács deformált, akkor az elektrondiffrakció nem egy meghatározott szögnek, hanem egy szögtartományon belül történik, amelynek eredményeképpen a Kikuchi-vonalak elmosódottabbak lesznek.

Egy 0–255-ig terjedő skálán értékelve a Kikuchi-ábra minőségét, az ún. képminőségértékekhez jutunk (*image quality, IQ, 6. ábra*), amelyekből ugyancsak térkép szerkeszthető, ha a megfelelő képpontok helyére a képminőségnek megfelelő szürkeségi szint kerül (*7.a. ábra*).

A képminőségérték nagyon hasonlít egy elektronmikroszkópos felvételhez, de felépítése teljesen más. Az egyes képpontok szürkeségi fokát ugyanis az abban a pontban detektálható Kikuchi-ábra minősége

adja meg. Ezzel a módszerrel a gyengébben és az erősebben deformált részek akár egy szemcsén belül is jól elkülöníthetők.

A képminőségérték alapján meghatározhatjuk a vizsgált tartomány szürkeségi hisztogramját (*7.b. ábra*), amelynek segítségével a minta előzetes deformációjának jellegére következtethetünk. Sajnos egyelőre ebből az adathalmazból kvantitatív eredmény nem számítható, de mindenesetre érdekes megfigyelni a szürkeségi hisztogram változását az alakítás függvényében.

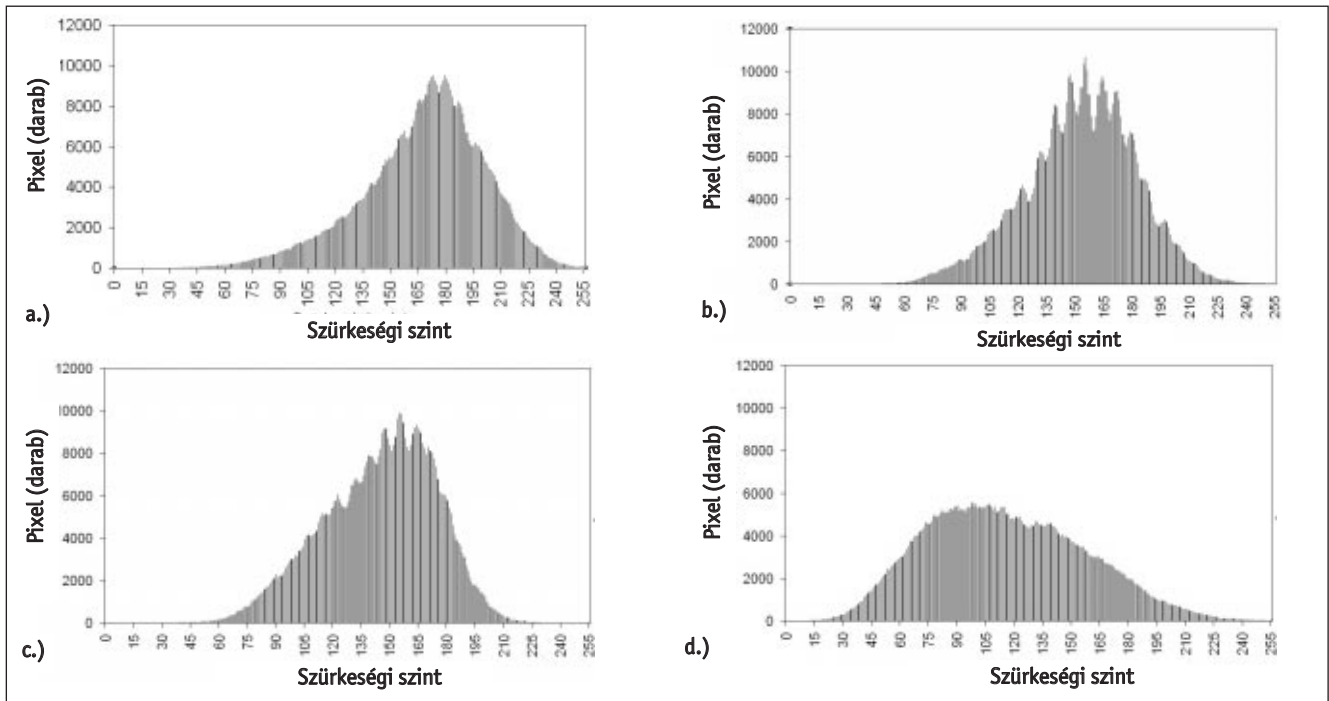
A *8. ábrán* egy ferritesacél-minta alakítás utáni szürkeségi hisztogramjai láthatók (a-tól d-ig az alakváltozás rendre 0, 5, 20, és 40%-os volt) [8]. Megfigyelhető, hogy a hisztogramok középvértékei csökkennek (hiszen a növekvő deformáció következtében a pixelek egyre nagyobb hányadából kapunk gyenge minőségű Kikuchi-ábrát), a hisztogram-burkológör-

bék ellaposodnak, valamint az, hogy közepes deformációk esetén (*8. b. és 8. c. ábra*) a hisztogramok a középvérték körül erős fluktuációt mutatnak, ami arra utal, hogy egyes szemcsék csak kevésbé, mások erősebben deformálódtak, a Schmid-faktornak megfelelően.

Kristálydeformációs információ származtatható két olyan mennyiségből, amelyet EBSD-térképezéssel határozhatunk meg. Fontos megemlíteni, hogy az EBSD-vizsgálatok során a *szemcse* fogalma egy kissé eltér a hagyományos metallográfiában elfogadottól. A visszaszórt elektrondiffrakciós vizsgálat során a szemcsét a következőképpen határozhatjuk meg. Egy adott *n_{xm}* pixeles térképezés során egy kiválasztott pixel orientációját a Kikuchi-ábrából meghatározzuk. Ezt követően a pixel szomszédjainak orientációját is kiszámítjuk, és amennyiben ezek orientációja és az előző pixel orientációja jobban eltér egymástól, mint az általunk megadott „*grain tolerance angle*”, vagyis az a maximális szögeltérés, amelynél nagyobb eltérés esetén már új szemcse részeként tekintjük a szomszédos pixelt, akkor a két pixel között szemcsehatárt tételezünk fel [9].

Az ilyen módon definiált szemcséken belül értelmezhető a „*grain average misorientation*” (a szemcse átlagos belső orientációkülönbsége) és a „*kernel average misorientation*” (a szemcse átlagos belső elorientáltsága) mennyiség is. A *grain average misorientation* meghatározása úgy történik, hogy a szemcsén belül meghatározzuk minden egyes *szomszédos* pixel közti orientációs szögeltérést, és ezeket az értékeket a szemcsén belül kiátlagoljuk. A *kernel average misorientation* ehhez nagyon hasonló mennyiség, azzal a különbséggel, hogy nemcsak a szomszédos pixelek (tehát 2-2 pixel), hanem valamennyi pixelnek az összes szomszédjához képesti orientációeltérését átlagoljuk ki. Vegyük észre, hogy az előbbi mennyiség kevésbé, az utóbbi erősebben függ a szemcse méretétől, de mindkettő a szemcsén belüli rácsdeformációt mutatja.

A *9.a. ábrán* kúszatott 15Mo3 típusú acél minták *grain average misorientation* és *kernel average misorientation* értéke látható a kúszási idő függvényében [10]. Megfigyelhető, hogy kb. 500 óra után a szemcséken belül mindkét mennyiség maximális értéket ér el, majd ismét csökkenni kezd. A *9.b. ábra* azt mutatja, hogy a



■ 8. ábra. Ferrites acél deformációja során a szürkeségi hisztogram változása: a) eredeti állapot, b) 5%, c) 20%, d) 40%, alakváltozás után

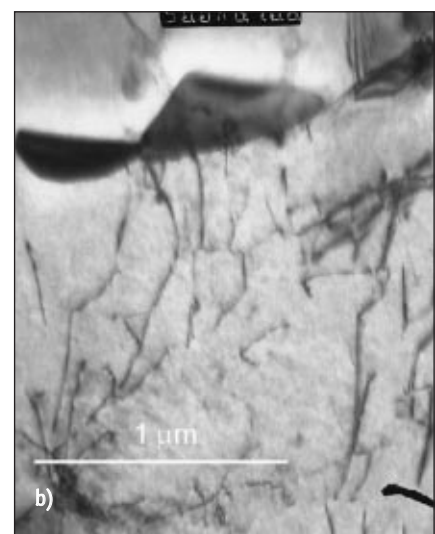
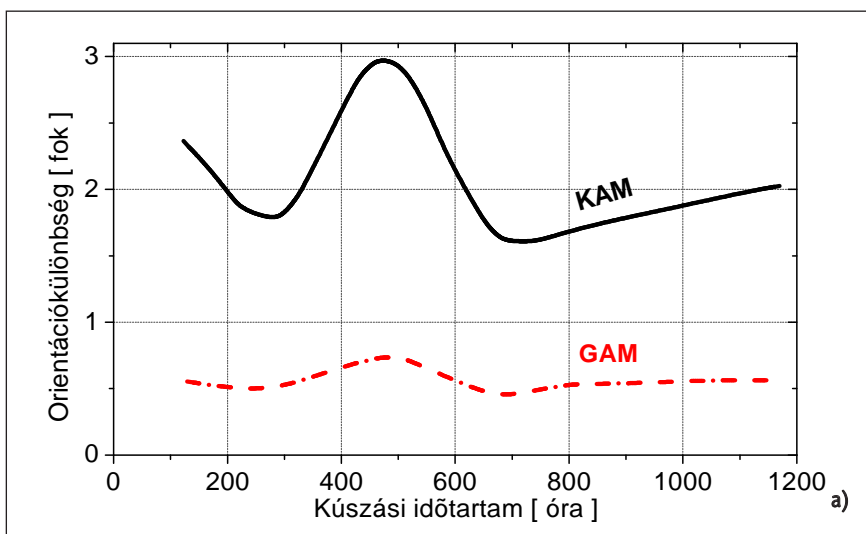
fenti szemcsében a diszlokációk fennakadnak egy szemcsehatár-menti karbidkiválásban, így erős rácsorzulást okoznak. A jelenség egyik lehetséges magyarázata az, hogy a kúszás során a diszlokációk mozgása akadályokba (pl. karbidkivásokba) ütközik. Ezek az akadályokon fennakadva a diszlokációk feltorlódnak (angolul: pile-up), így növelve a szemcsén belüli rácsdeformációt. Az ezzel egyidejűleg megnövekedő belső feszültség hatására aztán a diszlokációk továbbha-

ladnak: vagy megkerülik, vagy átvágják az akadályokat. Ekkor a szemcsén belüli rácsorzulás is csökken.

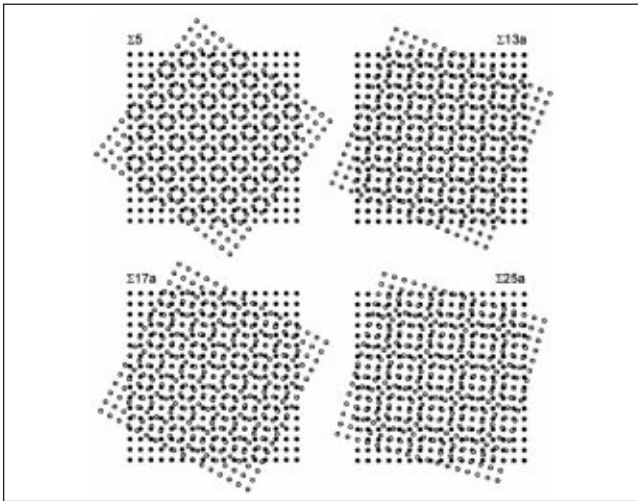
Szemcsehatárok vizsgálata

A legtöbb esetben a szemcsehatárok inkoherensek, azaz az őket felépítő atomok gyakorlatilag egyik szemcséhez sem tartoznak. Ezek az atomok ennél fogva magasabb energiaszinten vannak, a szemcsehatár maga pedig kristályhibaként fogha-

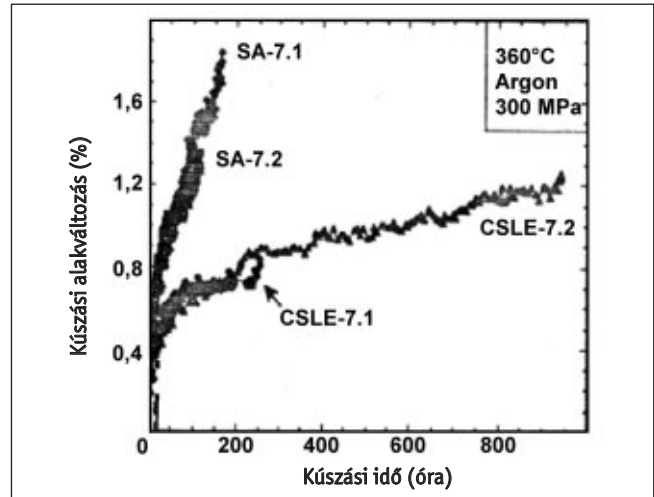
tó fel. Egy ilyen határról kapott Kikuchi-vonalak annyira szétszórta, diffúza, hogy kiértékelésük gyakorlatilag lehetetlen. Emiatt az EBSD-technika a szemcsehatárok *közvetlen* megfigyelését nem teszi lehetővé. Egy térképezés során a szemcsehatárok „feketék” lesznek, azaz a szemcsehatár pixeleinek orientációja nem határozható meg. Ez már önmagában információt, hiszen „fekete” vonalakkal határolt tartományokat láthatunk a mérés eredményeképpen, így a szemcseméret,



■ 9. ábra. a): A szemcsék deformációs jellemzőinek változása a kúszási időtartam függvényében (KAM = a szemcsék átlagos belső elorientáltsága (kernel average misorientation), GAM = a szemcsék átlagos belső orientációkülönbsége (grain average misorientation)). b): Diszlokációk feltorlódása a szemcsehatáron képződött karbidkiválás



■ **10. ábra.** CSL-ek sematikus ábrázolása. A két rács közötti közös pontok hányada rendre $1/5$, $1/13$, $1/17$ és $1/25$



■ **11. ábra.** Nikkelalapú ötvözet kúszásgörbéi. A függőleges tengelyen az alakváltozás, a vízszintes tengelyen az idő (órákban kifejezve) látható

szemcseméret-eloszlás ill. a szemcsék alakja meghatározható.

Többlatinformáció abból származik, hogy a szemcsehatár által elválasztott két térfogatrész (a két szemcse) orientációját az EBSD segítségével, nagy pontossággal meghatározhatjuk, és így a köztük lévő határ *geometriai* tulajdonságait kiszámíthatjuk.

Ha két, egymással szomszédos kristályrácsot képzeletben úgy folytatunk, hogy egymásba érjenek, akkor előfordulhat, hogy egyes atomok mindkét rács részei lesznek. Ha ezeket az atomokat egy új kristályrácsnak tekintjük, akkor az ún. *Coincide Site Lattice*-hoz, CSL-hez jutunk [11]. A két szemcsét ebben az esetben ennek a CSL-nek egy adott kristálytani síkja választja el egymástól. A CSL-eket az ún. **S** értékkel jellemezhetjük, amely azt mutatja, hogy az eredeti kristályrács atomjainak hányadrésze vesz részt a CSL felépítésében (más szóval: „minden hányadik” atom közös a két rácsban). A 10. ábrán különböző CSL-ek sematikus ábrázolása látható.

Érdeemes megjegyezni, hogy a felületen középpontos köbös (FKK) fémeknél létrejövő ikerhatárok S3 típusú CSL-határnak felelnek meg. Kutatási eredmények azt igazolják, hogy a CSL-határok speciális tulajdonságokkal rendelkeznek. Szemikohérens jellegüknél fogva ellenállóbbak a korróziós folyamatokkal szemben, kúszásállóbbak, és itt a diffúziós folyamatok is lassabbak. Mennyiségük (vagyis az összes szemcsehatár hosszának arányában kifejezett hosszúságuk) különböző termomechanikus kezelésekkel növelhető.

A 11. ábrán nikkelalapú ötvözet kúszás-

görbéi láthatók. Az „SA” jelű ötvözetet lágyították, a „CSLE” ötvözeteket speciális, a CSL-ek számát növelő termomechanikus kezelésnek vetették alá. Jól megfigyelhető, hogy a nagyobb mennyiségű CSL-határt tartalmazó ötvözet kúszásállósága sokkal jobb, mint a zömében véletlenszerű, inkohérens szemcsehatárokat tartalmazó anyagé [12].

Összefoglalás

Az EBSD lehetővé teszi, hogy egy mérési pont (pontosabban annak véges térfogatú környezetének) kristályszerkezetét, rácsállandóját és kristálytani orientációját meghatározzuk. A mérés sebessége olyan nagy, hogy több tízezer pontban a fenti adatokat véges idő alatt (kb. 50 perc) meghatározzuk, és ezekből grafikusán ábrázolható térképeket készíthetünk. Ezekből a mérési adatokból következtethetünk a minta szemcséinek orientációjára, a szemcsék közti elorientáltságra, a szemcsehatárok tulajdonságaira, a fázisok milyenségére, ill. az egyes szemcséken belüli deformációra. A mérési adathalmazból pólusábra, illetve inverz pólusábra szerkeszthető. Az így nyert információt felhasználhatjuk a tudatos anyagtervezés során, hiszen pl. megfelelő termomechanikus kezelés után az anyagban megjelenő speciális szemcsehatárok aránya megnövekedhet, ami különleges tulajdonságokat eredményezhet (pl. kúszás- ill. korrózióállóság).

Irodalom

- [1] Shimada, M. – Kokawa, H. – Wang, Z.J. – Sato, Y.S. – Karibe, I.: Acta Materialia 50 (2002) 2331-2341.
- [2] Edington, J.W.: Practical Electron Microscopy in materials Science, MacMillan-Philips Technican Library, 1974.
- [3] Fultz, B. – Howe, J.M.: Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials, Springer, 2002.
- [4] Venables, J.A. – Harland, C.J.: Electron backscattered patterns, Phil. Mag. 27 (1973) 1193-1200.
- [5] Dingley, D.J. – Alderman, J. et al.: Online Analysis of Electron Back Scatter Diffraction Patterns .1. Texture Analysis of Zone Refined Polysilicon. Scanning Microscopy 1- (1987:2) 451-456.
- [6] Randle, V.: Microtexture Determination and Its Applications. Bourne Press, Bournemouth, United Kingdom, 1992, 174.
- [7] Berecz, T. – Szabó, P.J.: Mat. Sci. Forum, 473-474 (2005) 177-182.
- [8] Szabó, P.J. – Szalai, I.: Mat. Sci. Forum, 473-474 (2005) 267-272.
- [9] Schwartz, A.J. – Kumar, M. – Adams, B.L. (eds): Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Kluwer Academic / Plenum Publishers, 2000.
- [10] Bíró, T. – Szabó, P.J.: Mat. Sci. Forum, 473-474 (2005) 183-188.
- [11] Bhadeshia, H.K.D.H.: Worked Examples in the Geometry of Crystals, The Institute of Metals, London, 1987.
- [12] Was, G.S. – Thaveepriingsriorn, V. et al.: JOM 50 (1998:2), 44-49.