

EBSD RENDSZER

EDAX™

FEI Quanta 3D SEM/FIB

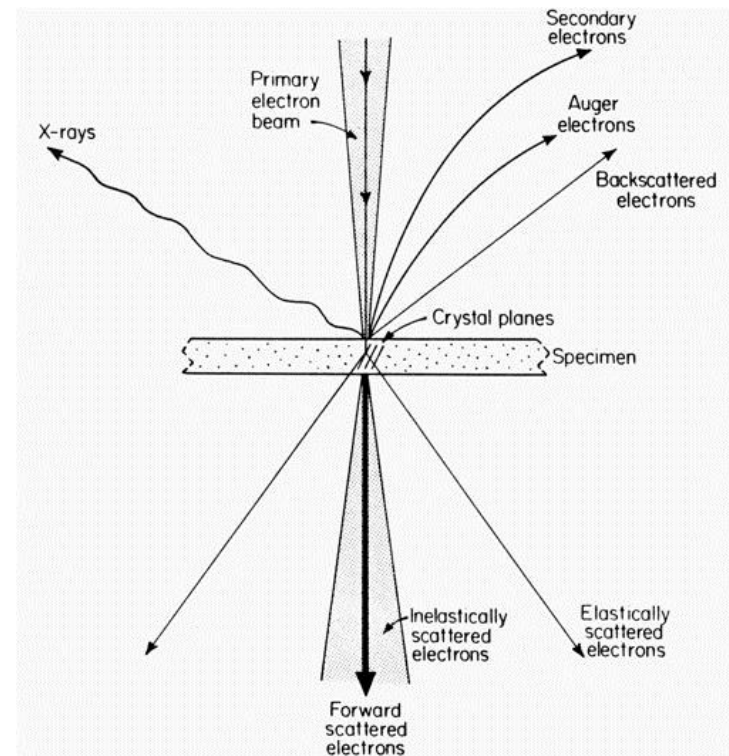
EBSD RENDSZER

Az elektron – anyag kölcsönhatás kiváltotta „termékek” között:

Rugalmasan szóródó elektronok. Nincs energiaveszteség, az irányváltozás fok nagyságrendű. Kristályos anyag esetén az irányt a Bragg-törvény szabja meg. TEM diffrakció, TEM sötét látóterű kép (dark field), a nagyfelbontású elektronmikroszkópia (HREM) használja

és az

EBSD (Electron BackScattered Diffraction =
visszaszórt elektron diffrakció)



EBSD – több folyamat eredménye: többszörös szórás és interferencia



FEI Quanta 3D SEM/FIB

EBSD RENDSZER

Hogyan működik?

Vékony egykristály minta esetén diffrakciós pöttyök (kicsit vastagabb – Kikutchi-vonalak)

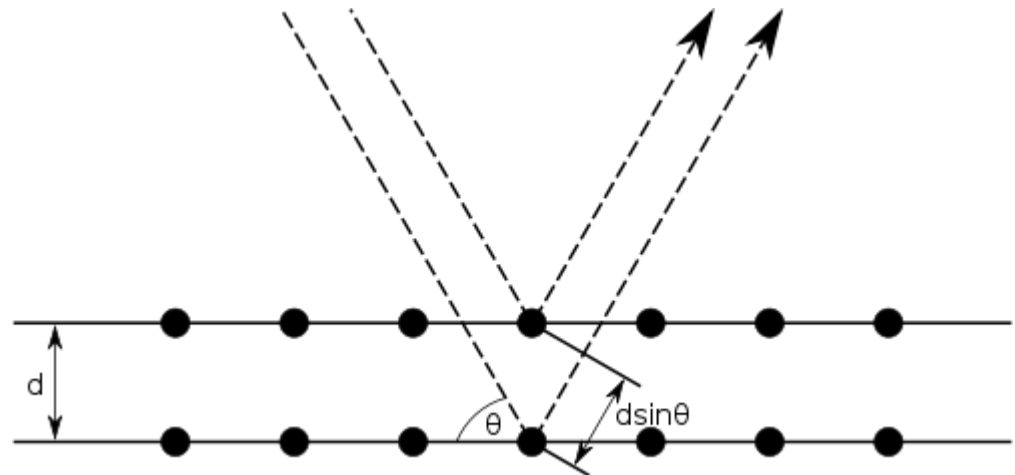
Vastag minta és fókuszált nyaláb esetén Kikuchi-sávok:

- rugalmas és kis energiaveszteségű rugalmatlan elektron-elektron ütközések;
- Bragg-szórás a rácssíkok elektronjain

rugalmas szórás

interferencia

$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

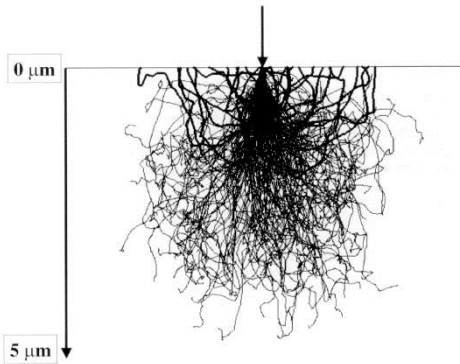


20 – 30 keV elektronra λ kicsi $\Rightarrow \Theta$ kicsi

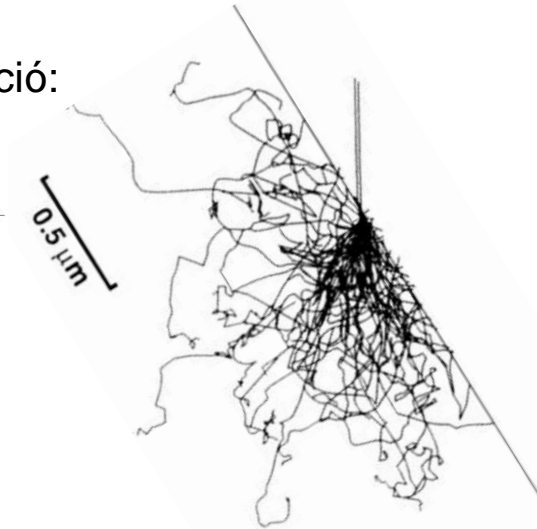
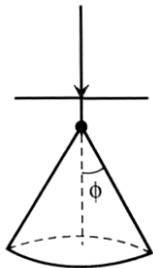
EBSD RENDSZER

Gerjesztés optimalizálása

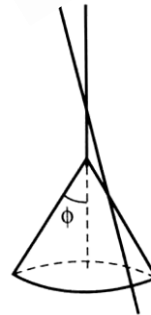
Monte-Carlo szimuláció:



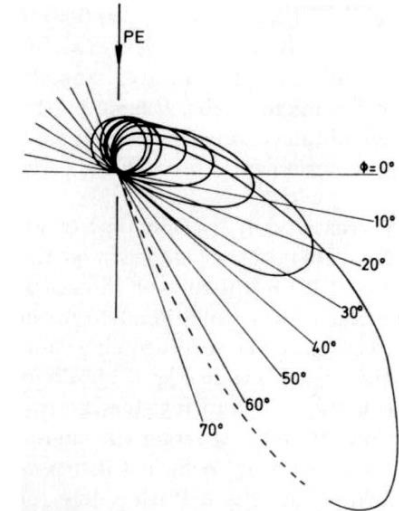
merőleges beesés



ferde beesés



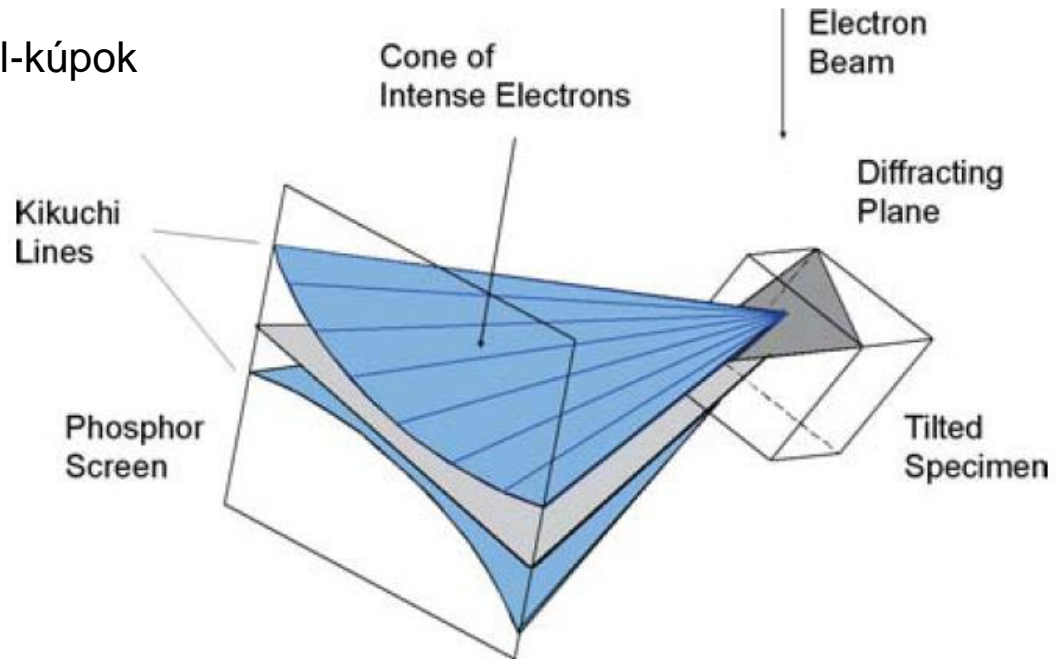
BSE hozam:



EBSD RENDSZER

EBSD képalkotás

- Bragg diffrakció felső 20 nm-es rétegben
 - Bragg iránynak megfelelő Kossel-kúpok
 - egy diffrakciós síksereghez egy sáv tartozik
 - a kúp sugárához képest kicsi ernyő
 - Kikuchi sávok
-
- ez kinematikus – a dinamikus modell ad részletes magyarázatot





FEI Quanta 3D SEM/FIB

EBSD RENDSZER

Hikari kamera + szoftver

➤ **Hikari kamera**

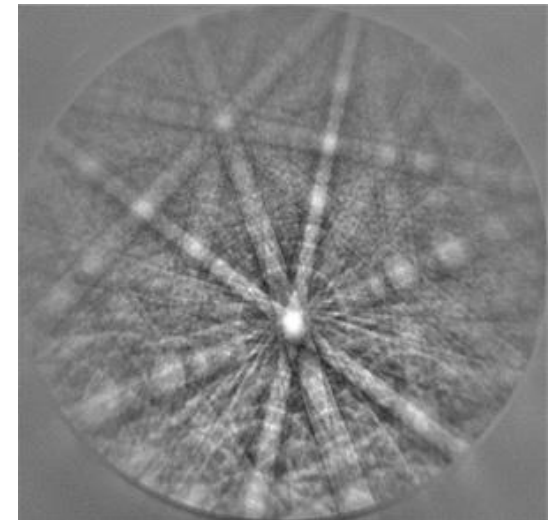
- vákuum oldali foszfor felület
- speciális üvegből készült leképező optika;
- korszerű CCD chip.



➤ **szoftver (OIM 5.2)**

- gyors EBSD adatgyűjtés;
- triplett indexelési lehetőség – pontosabb indexelés;
- integrált kamera konzol;
- beállítható képfeldolgozás.

➤ **450 pps (indexed patterns per second) képrögzítés**



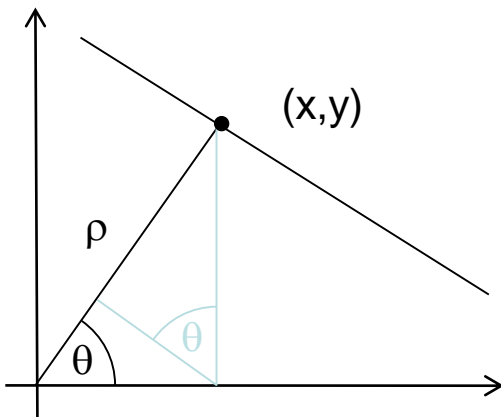
EBSD kép

EBSD RENDSZER

Sávmeghatározás (*Band Detection*)

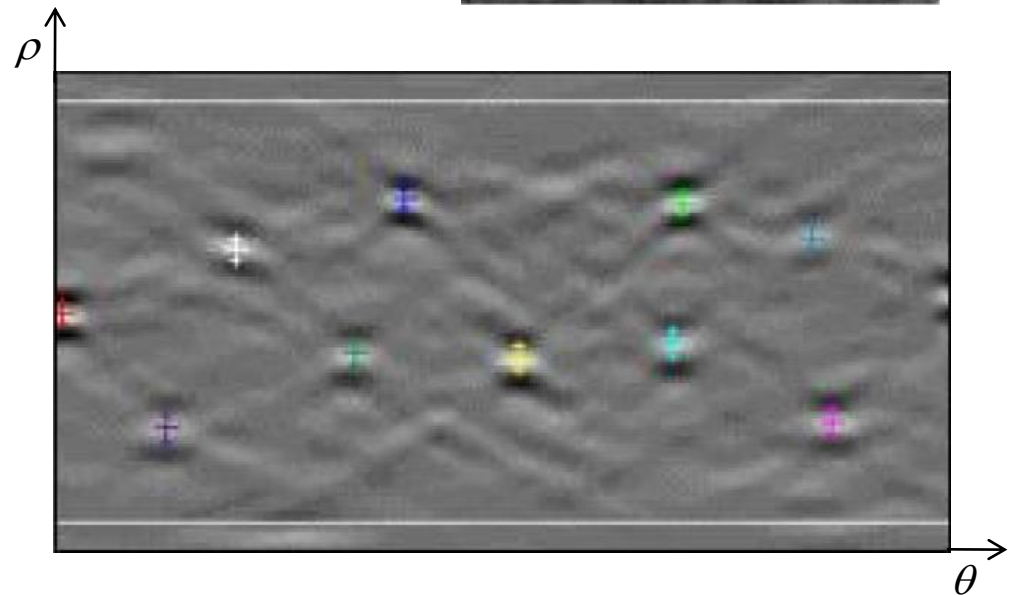
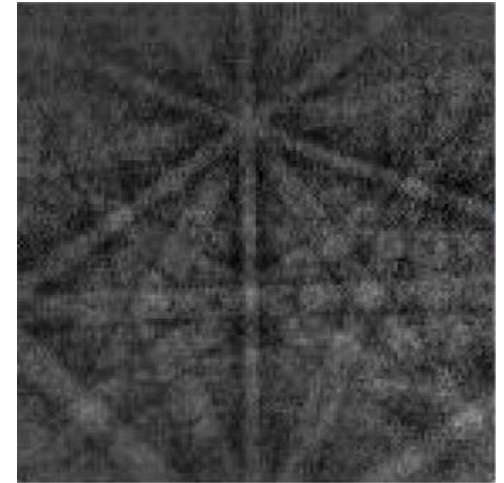
sávok keresése – *Hough transzformáció*:

(x,y) sík $\rightarrow (\rho,\theta)$ téglalap



$$\rho_i = x_k \cos \Theta_i + y_k \sin \Theta_i$$

$$I_{(\rho,\Theta)} = \sum_k I_{(x_k,y_k)}$$



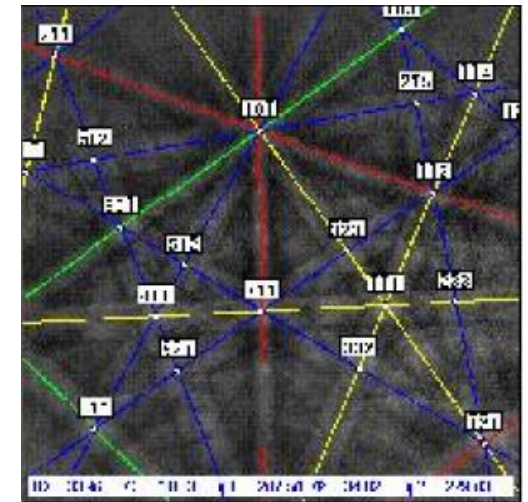
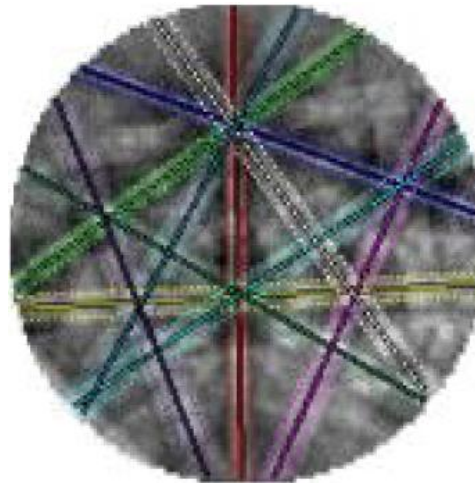
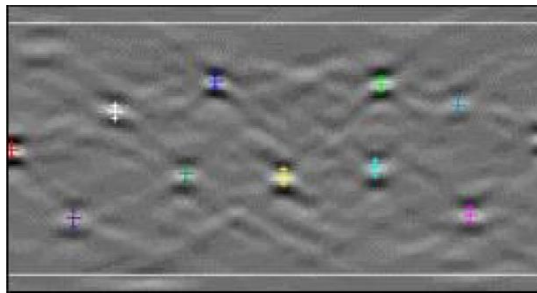


FEI Quanta 3D SEM/FIB

EBSD RENDSZER

Fázismeghatározás I.

- Hough diagramm számítás;
- maximumok – sávok;
- indexelés (kristálytani adatok)

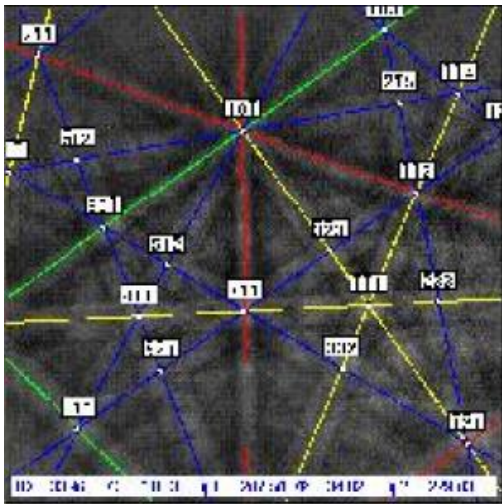


FEI Quanta 3D SEM/FIB

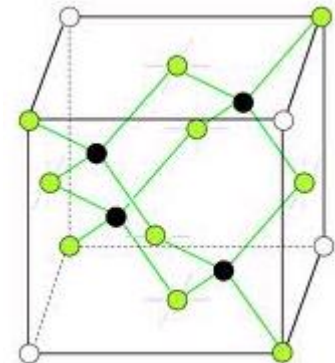
EBSD RENDSZER

Fázismeghatározás II.

- indexelés (kristálytani adatok);
- lehetséges megoldások súlyozása;
- kristály orientáció és fázis



| | | Indexing Solutions | | | | | | | | | | |
|---------------|--|--------------------|---|----|---|---|---|---|---|---|----|----|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| Band Triplets | | x | x | x | | | | | | | | |
| | | | | | x | | | | | | | |
| | | | | | | x | | | | | | |
| | | x | x | x | x | x | | | | | | |
| | | | | x | x | x | | x | | | | |
| | | | | x | x | | | | x | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| Σ | | 2 | 4 | 10 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |



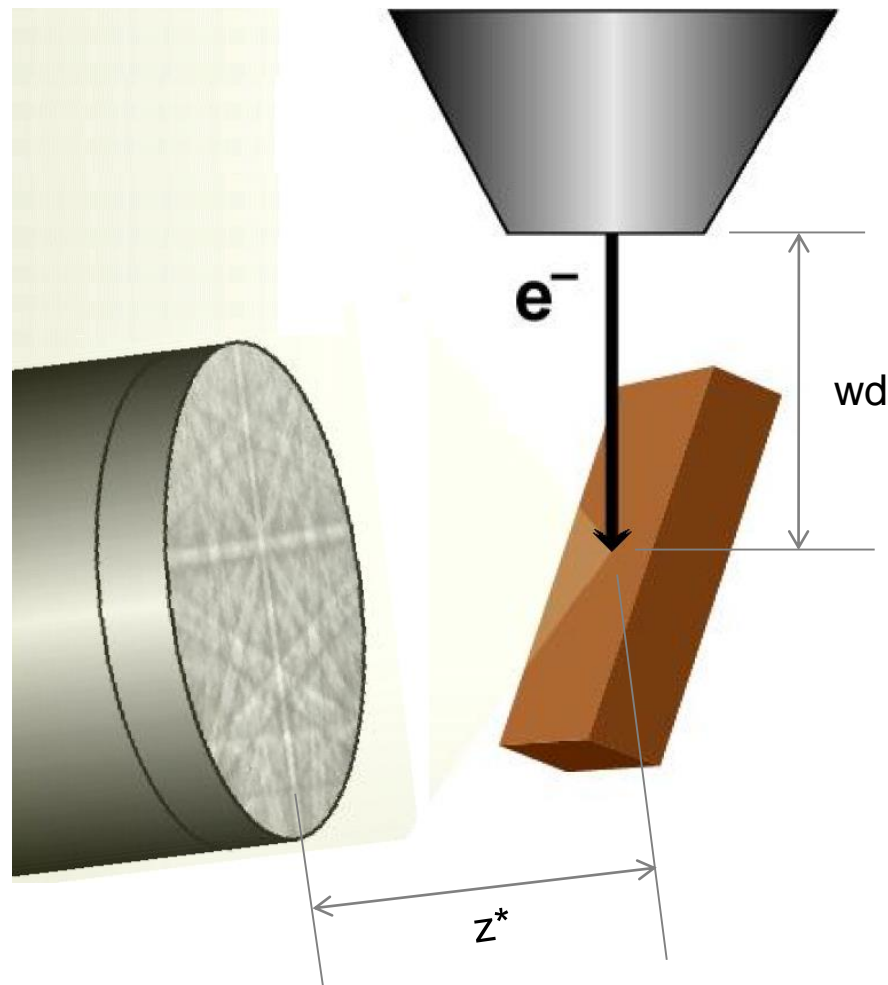
Voting Table

EBSD RENDSZER

EDAX – FEI összeállítás

Geometriai elrendezés:

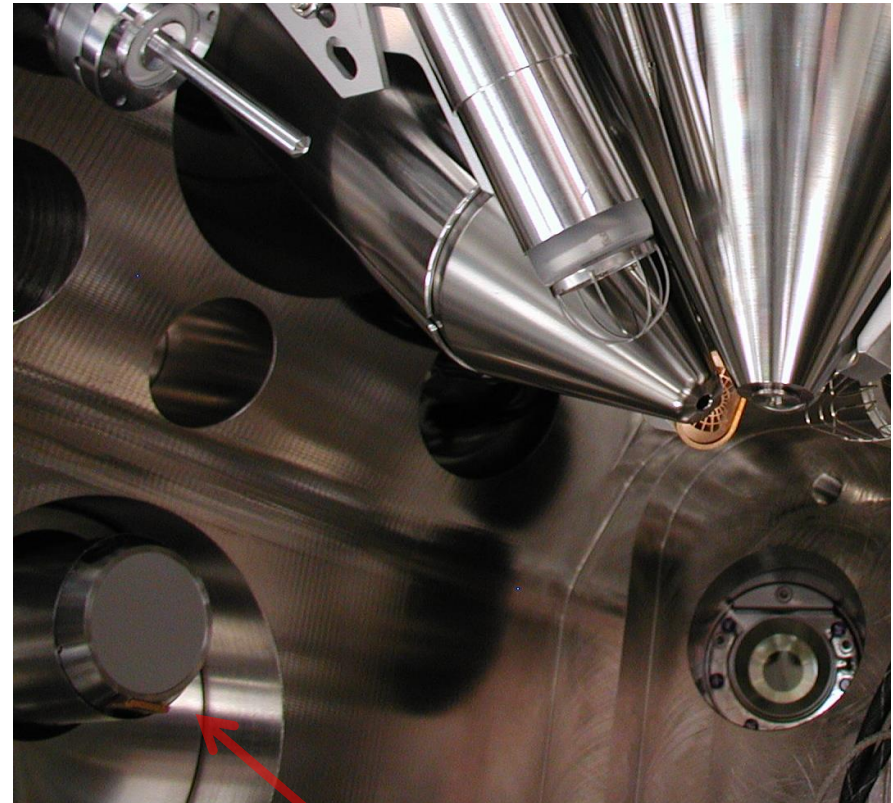
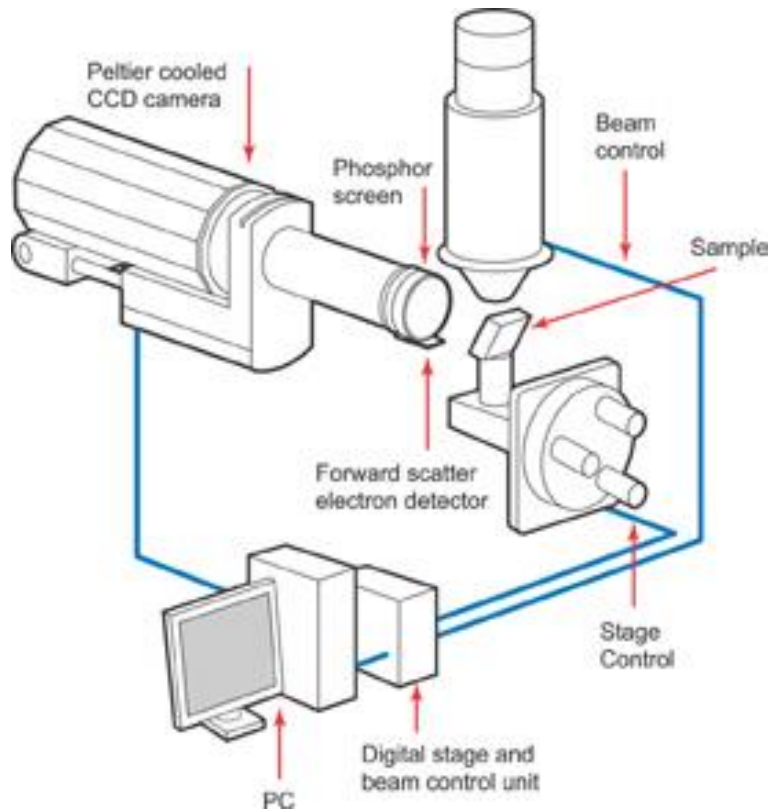
- *70°-ban megdöntött minta;*
- *-7°-ban megdöntött kamera;*
- *wd = 5-15 mm-es munkatávolság
(rendszer függő);*
- *z* = 30-150 mm-es kamera távolság*



FEI Quanta 3D SEM/FIB

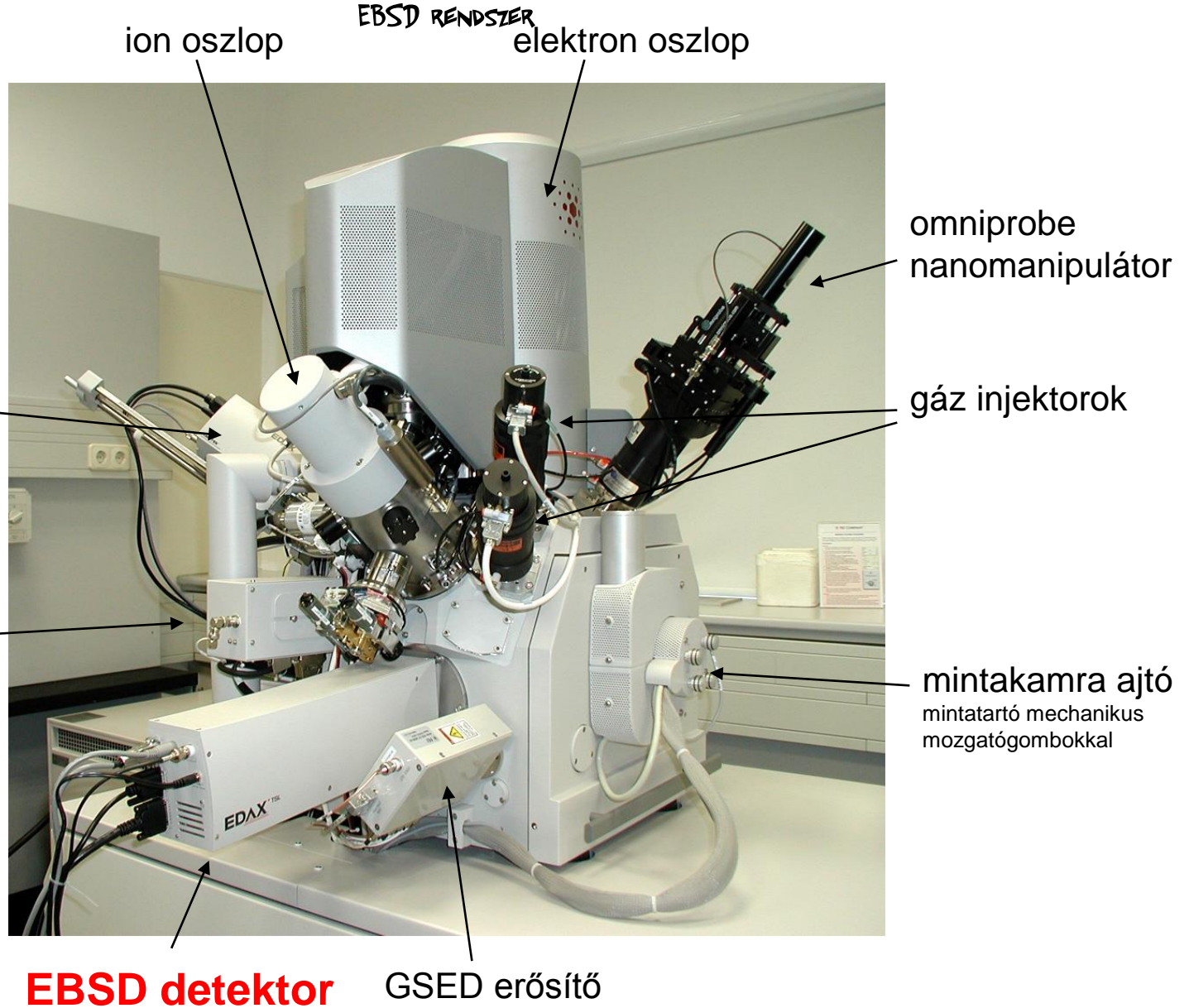
EBSD RENDSZER

EDAX – FEI összeállítás



Hikari kamera

FEI Quanta 3D SEM/FIB



FEI Quanta 3D SEM/FIB

EBSD REKENDSZER


TSL OIM Data Collection 5.1 - Licensed Mode

File View Camera Pattern SEM Image Calibration Settings Window Help


SED [Icons] 16° EXT XY

Indexing Scan Interactive Hough Phase Simulation Grain Size Video

Capture Load Save Save As

Overlay Color  Data

Analysis

| Show | phi1 | PHI | phi2 | IQ | CI | fit | x | y | phase | |
|---|------|------|-------|-------|-------|-------|------|-------|-------|---------|
|  | 1 | 11.8 | 119.7 | 231.2 | 23... | 0.607 | 1... | -7.73 | -5.27 | Ferrite |

Misorientation (rotation about [uvw]):

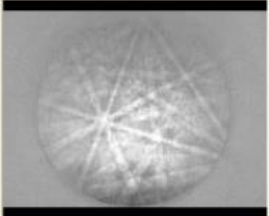
Index Hide Record

fit = 1.25
CI = 0.61

phi1 = 11.8° PHI = 119.7° phi2 = 231.2°

Instrument Console

Camera



5.4 fps Full View

Presets A B C D

Camera Image Processing

Binning 2x2 (320 x 240)

Gain 0.00

Black -0.28

Exposure 185.62

Exp Range 0.047 -> 1000 (Ms)

Auto Contrast

Snapshot Avg 5

Camera Control NUM

(-1 -1 0)

FEI Quanta 3D SEM/FIB

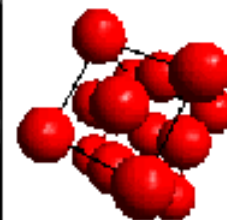
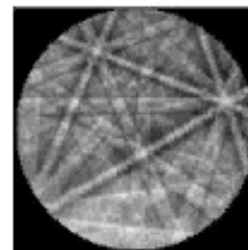
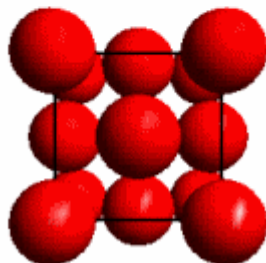
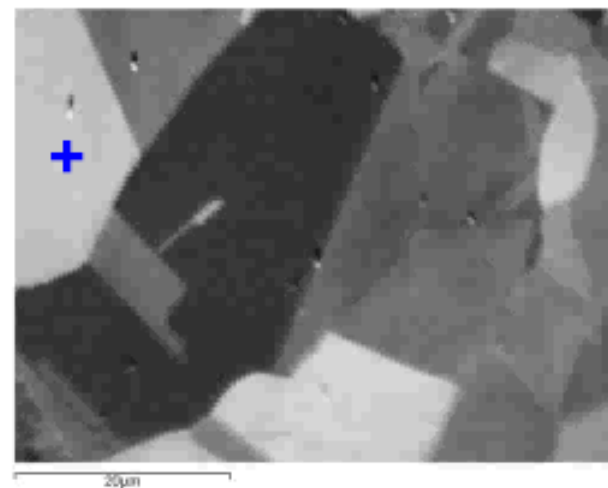
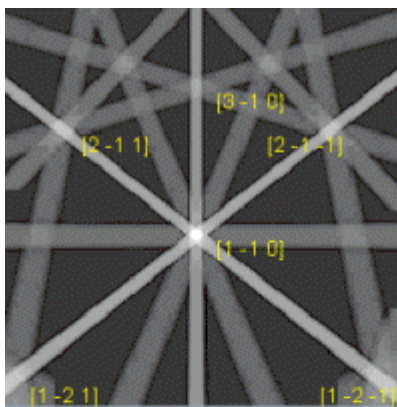
EBSD RENDSZER

Mire jó? I.

Anyagvizsgálati technika SEM-ben:

bulk polikristály felületének vizsgálata (tisztá és sima minta)

- Szemcsék orientációjának meghatározása.
- Szemcsék eloszlásának vizsgálat az egész minta felületén.



Texture: $\{3 -1 7\} \langle -4 9 3 \rangle$

FEI Quanta 3D SEM/FIB

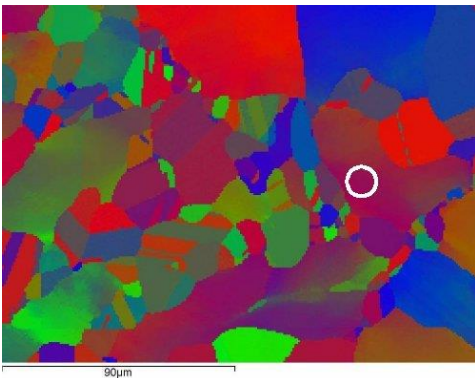
EBSD RENDSZER

Mire jó? II.

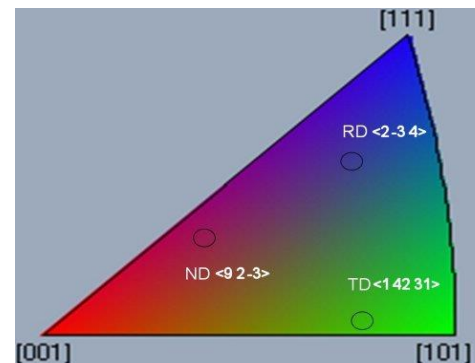
- lokális textúra;
- orientáció pontról-pontra változása / korelációja;
- fázis azonosítás, és eloszlás meghatározás;
- kvantitatív struktúra analízis;
- 3D szerkezet felderítés (+FIB);
- ~ 50 nm-es térbeli felbontás



hengerelt acél minta SE képe



szemcseorientáció térképe



inverz pólus ábra

FEI Quanta 3D SEM/FIB

EBSD RENDSZER

Ha az indexelés nem elég

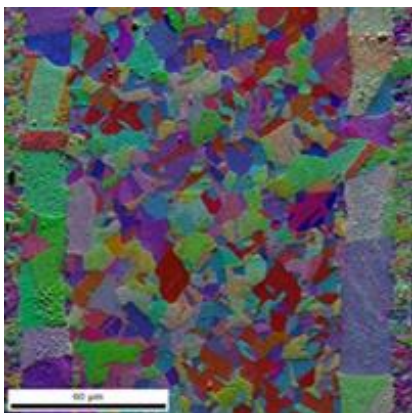
pl. azonos fázis, de különböző összetétel

EDS detektor párhuzamos használata:

EBSD adatgyűjtéssel egy időben a kiválasztott elemek röntgen intenzitásának rögzítése

azonos kristályszerkezet esetén a szemcse az összetétel alapján meghatározható

réz-nikkel kétfázisú köbös rendszer (ausztenit / ferrit)



Orientációs térkép

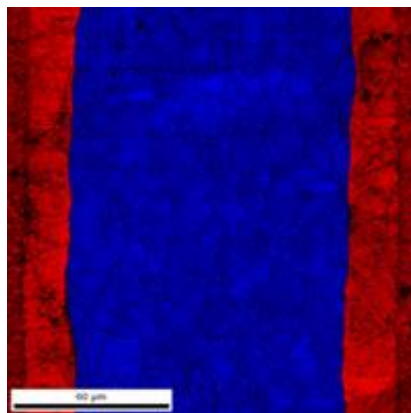


Image Quality és fázistérkép

