

## A visszaszórt elektron-diffrakció alkalmazása az anyagvizsgálatban\*

Szabó Péter János\*\*

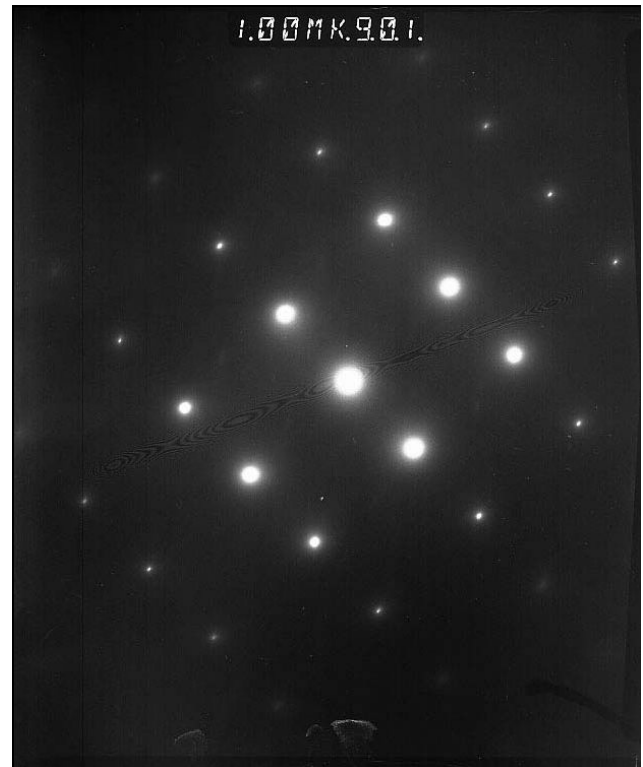
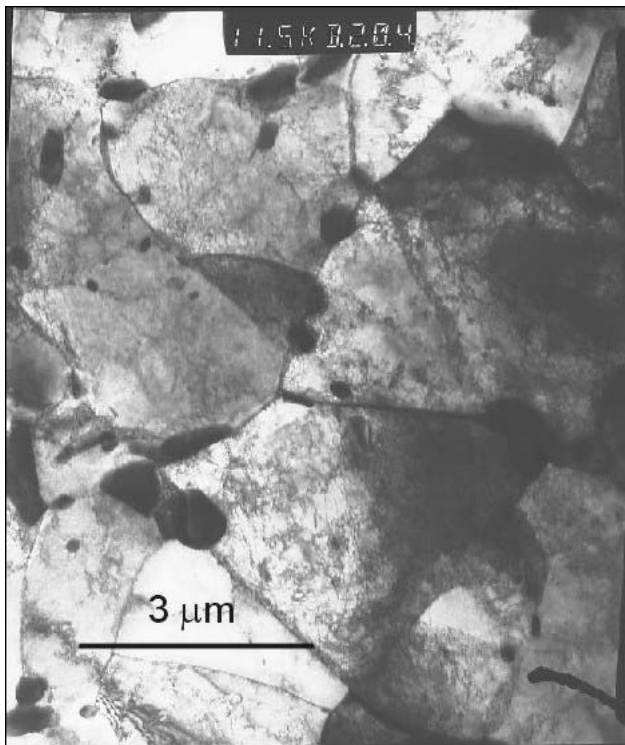
**Kulcsszavak:** Kikuchi-vonalak, kristályorientáció, szemcsehatár, fázistérkép, képminőség-térkép,  
**Keywords:** Kikuchi lines, grain orientation, grain boundary, phase map, image quality map

### Bevezetés

Hagyományos technikai anyagaink nagy része polikristályos fém, azaz olyan térfogatrészek (szemcsék) építik fel, melyeken belül a kristálytani szerkezet (a kristályhibáktól eltekintve) azonos. Ezek mérete 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. Hosszú ideje tudjuk, 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 két szemcsét elválasztó szemcsehatár minősége döntő hatással van (elsősor

ban) a korróziós, kúszási és precipitációs tulajdonságokra [1]. Noha a szemcsehatár közvetlenül csak nagyon nehezen vizsgálható (pl. atomerő-mikroszkóp segítségével), tulajdonságaira mégis következtethetünk, ha az általa elválasztott két szemcse egymáshoz képesti orientációját ismerjük. Ezt a mennyiséget elorientáltságnak (misorientation) nevezzük, és többféleképpen meghatározhatjuk.

A szemcseorientáció meghatározásának legelterjedtebb módja a transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) vizsgálat. Ennek során egy kiválasztott területről (kihasználva a TEM kettős működését, hogy ti. egyidejűleg képes nagy nagyítású képek előállítására, és az adott terület elektron-diffrakciós vizsgálatára) elektron-diffrakciós felvételt készítünk, és azt kiértékeljük [2]. Az 1. ábrán egy 15Mo3 típusú ferrites melegsilárd acél TEM-képe (1.a. ábra) és az egyik szemcséjéről készült elektron-diffrakciós fotó (1.b. ábra) látható.



1.ábra. 15Mo3 típusú acél TEM-képe (a.), és a világos szemcse elektron-diffrakciós ábrája (b.)

Fig. 1: TEM-picture of the 15CrMo3 steel (a) and the electron diffraction pattern of the bright grain (b)

\* A 3. AGY – Anyagvizsgálat a Gyakorlatban szemináriumon elhangzott előadás, Tengelic, 2006. június 2.

\*\*BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék 1111 Budapest, Goldmann tér 3., V2/153. szpj@eik.bme.hu

## Anyagszerkezet-vizsgálatok

## Testing of material structure

A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok legnagyobb hátránya a bonyolult minta-előkészítés. Fémek anyagainkat legalább 200 nm-re el kell vékonyítani [3], ráadásul nem lehetünk abban biztosak, hogy ez az elvékonyítás a minta mely részén valósul meg (pl. a jet vagy a double-jet módszer esetén). Jellemző adat, hogy a minta kimunkálásától a megfelelően vékony minta előállításáig esetleg fél napos idő- és munkabefektetés is szükséges lehet. Ezzel együtt mind a mai napig a TEM a legütöképesebb módszer a kristályos anyagok mikroszerkezeti vizsgálatára.

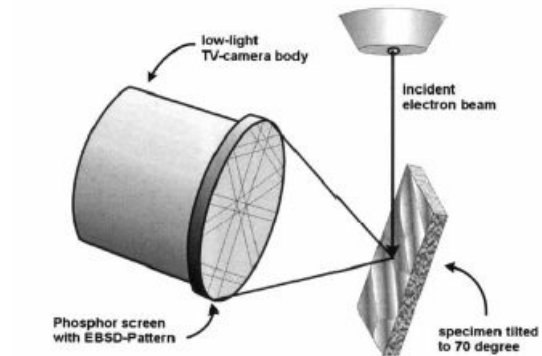
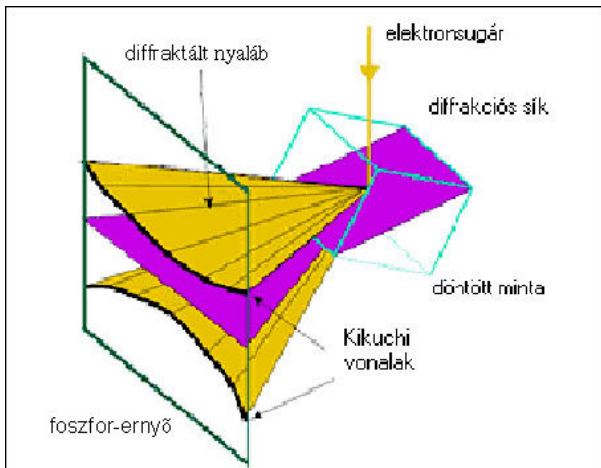
### A visszaszórt elektron-diffrakció (EBSD) működése

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

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

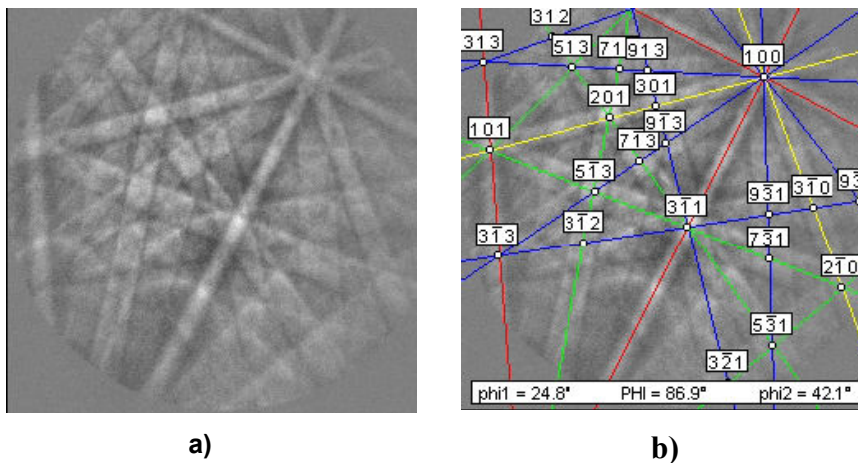
A vizsgálat a visszaszórt elektron-diffrakción (Electron Back Scattering Diffraction, EBSD) alapul. A primer elektronnyaláb útjában elhelyezett mintában a primer elektronok rugalmatlan szóródást szenvednek, majd ezek a rugalmatlanul szórt elektronok az egyes kristálytani síkokon rugalmasan, a Bragg-feltételnek megfelelően, ismét szóródnak. Ez utóbbi diffrakció eredményeképpen az elektronok a kristálytani síkról egy kúppalást mentén szóródnak (2. ábra), és ennek a kúppalástnak, valamint egy alkalmas helyen elhelyezett felfogó ernyőnek a metszés-síkjában egy jellegzetes vonalas rajzolat, az ún. Kikuchi-ábra alakul ki (2. a. ábra) [6].

A vonalak elhelyezkedéséből a vizsgált pont (illetve annak környezetének) kristálytani szerkezete és orientációja meghatározható, azaz a Kikuchi-ábra azonosítható és indexelhető (3. b. ábra).



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

Fig. 2: Formation of the Kikuchi lines (a), arranging of the measuring (b)



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

Fig. 3: The Kikuchi lines (a) and their indexation (b)



Az EBSD-vizsgálat laterális felbontóképessége kb. 0.5  $\mu\text{m}$ . 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 meghatároznunk, hogy a test makroszkopikus kiterjedéséhez képest a kristályrács hogyan helyezkedik el. Egy 30 000 pontból álló orientációs térkép (melynek elkészítése nagyjából 50 percet vesz igénybe) látható a 4. ábrán. Az egyes mérési pontok orientáció-megadása az inverz pólusábra egységháromszögének szinkódolásával történik. Az inverz pólusábra azt mutatja meg, hogy a próbatest makroszkopikus felületének normálisa milyen kristálytani iránynak felel meg.

Érdekes megfigyelni az ábrán, hogy egy szemcsén belül is tapasztalhatunk színárnyalat-eltérést, azaz lokális orientáció-változást. Ennek az az oka, hogy az adott szemcse deformált, vagyis pl. szubszemcse-szerkezet alakult ki benne.

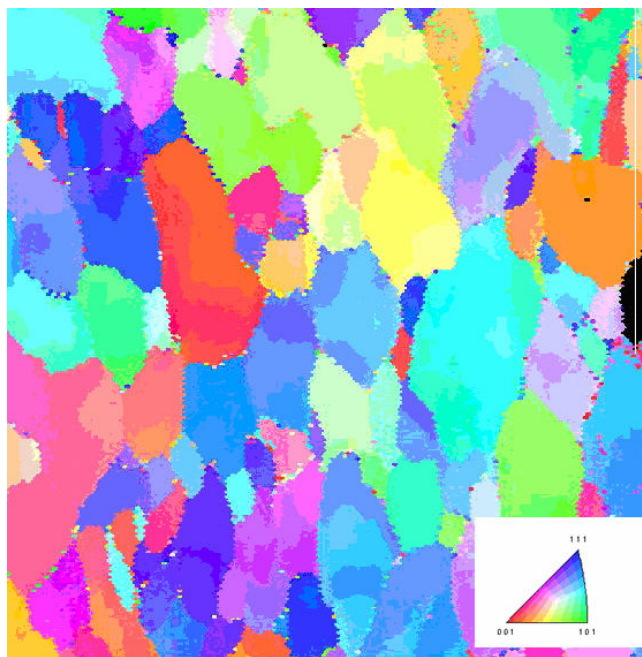
### A fázisok azonosítása

Ha ismerjük a mintában előforduló lehetséges fázisokat, akkor azokat azonosíthatjuk is EBSD-vel a kristályszerkezetük alapján. Az 5. ábrán egy duplex acél fázistérképét láthatjuk, ahol az egyes pontokhoz tartozó fázisokat ugyancsak szinkódokkal 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  $\sigma$ -fázis közötti összefüggést. Ideális esetben az említett fázisok közötti kapcsolatot a legkisebb rácstorzulással járó Nanno-féle összefüggés írja le:

$$(111)_\gamma \parallel (001)_\sigma \text{ és } [\bar{1}01]_\gamma \parallel [110]_\sigma$$

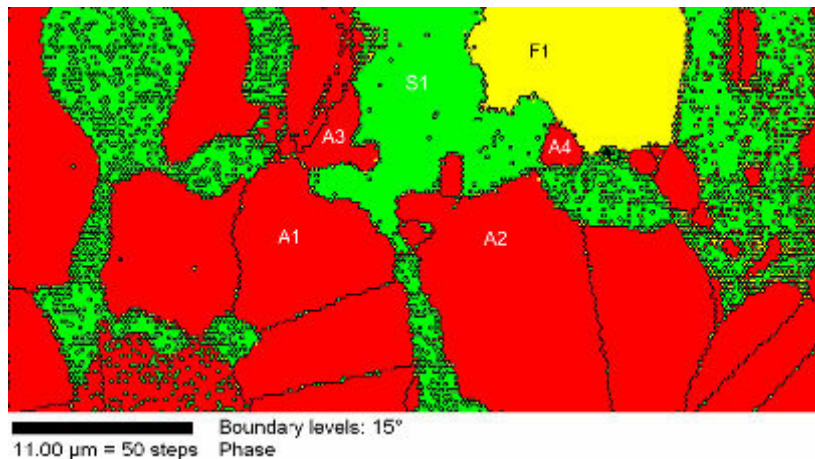
A duplex acélokban végbemenő ferritbomlás ( $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ ) során azonban az egyre növekvő méretű  $\sigma$  kiválások és a keletkező ausztenit közötti orientációs viszony egyre jobban eltér az ideálistól [7].



4.80  $\mu\text{m}$  = 30 steps

4. ábra. Ferrites acél minta orientációs térképe és az inverz pólusábra egységháromszögének szinkódolása

Fig. 4: Orientation picture of a ferritic steel sample and colour cod of the inverse pole pattern of unit triangle



5. ábra. Duplex acél fázistérképe. A – ausztenit, F – ferrit, S – tetragonális  $\sigma$ -fázis

Fig. 5: Phase map of a duplex steel. The marked areas are: A – austenite, F – ferrite and S – tetragonal  $\sigma$ -phase

### A 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 elektron-diffrakció nem egy meghatározott szögön, hanem egy szögtartományon belül történik,

## Anyagszerkezet-vizsgálatok

## Testing of material structure

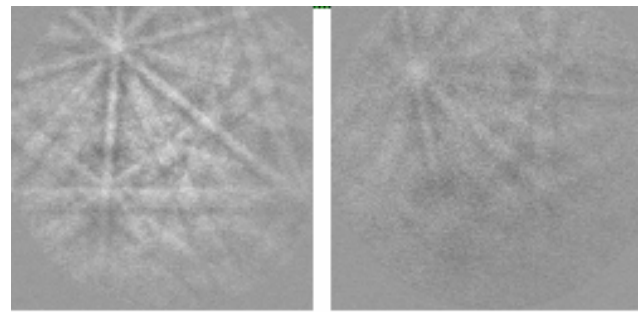
aminek eredményeképpen a Kikuchi-vonalak elmosódottabbak lesznek.

Egy 0-tól 255-ig terjedő skálán értékelve a Kikuchi-ábra minőségét az ún. képminőség-értékhez jutunk (*image quality, IQ, 6. ábra*), amelyekből ugyancsak térkép szerkeszthető, ha a megfelelő képpontok helyére a képminőségnek megfelelő szűrkeségi fokú pixel kerül (6.a. ábra).

A képminőség-térkép nagyon hasonlít egy elektronmikroszkópos felvételhez, de felépítése teljesen más. Az egyes képpontok szűrkeségi 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 (7. ábra).

A képminőség-térkép alapján meghatározhatjuk a vizsgált tartomány szűrkeségi histogramját (7.b. ábra), amelynek segítségével a minta előzetes deformációjának minőségére következtethetünk. Sajnos egyelőre ebből az adathalmazból kvantitatív eredmény nem számítható, de mindenesetre érdekes megfigyelni a szűrkeségi histogram változását az alakítás függvényében. A 8. ábrán egy ferrites acél minta alakítás utáni szűrkeségi histogramjai láthatók (a-tól f-ig az alakváltozás rendre: 0, 5, 10, 20, 30 és 40%-os volt) [8]. Megfigyelhető, hogy a histogramok középértékei csökkennek (hiszen a növekvő deformáció következtében a pixelek egyre nagyobb hányadából kapunk gyenge minőségű Kikuchi-ábrát), a histogram-görbék ellaposodnak, valamint az, hogy közepes deformációk esetén (8.b. és 8.c. ábra) a histogramok a középérték körül erős fluktuációt mutatnak, ami arra utal, hogy egyes szemcsék csak kevésbé, mások erősebben deformálódtak, a Schmidt-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 elektron-diffrakciós vizsgálat során a szemcsét a következőképpen határozhatjuk meg. Egy adott  $n \times m$  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* és a *grain orientation spread* mennyiség is. A grain average misorientation (átlagos szemcse-irányítottság eltérés) értéket úgy kapjuk meg, hogy a szemcsén belül meghatározzuk minden egyes szomszédos pixel közti

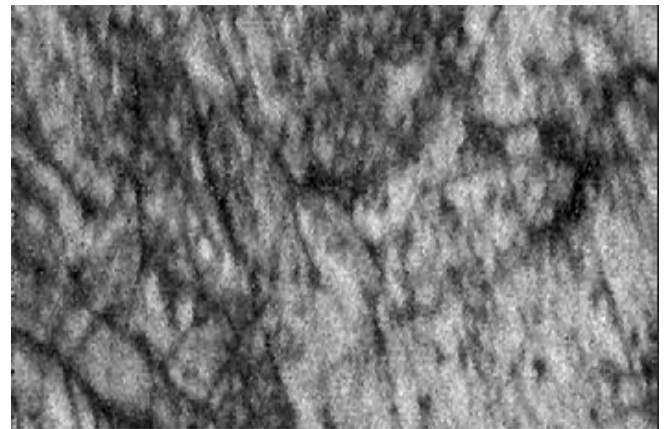


a) IQ = 113

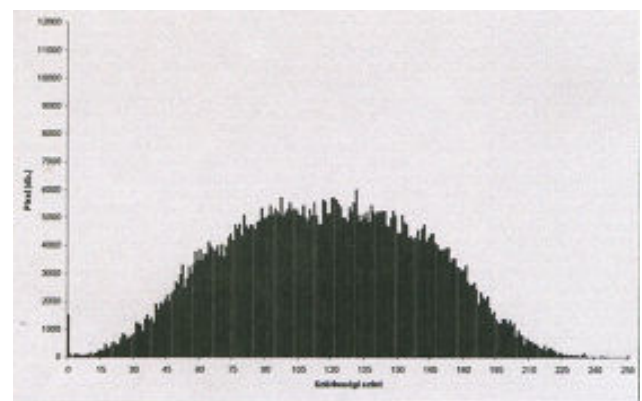
b) IQ = 47

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

Fig. 6: Quality of the Kikuchi figure depended from the deformation



a)

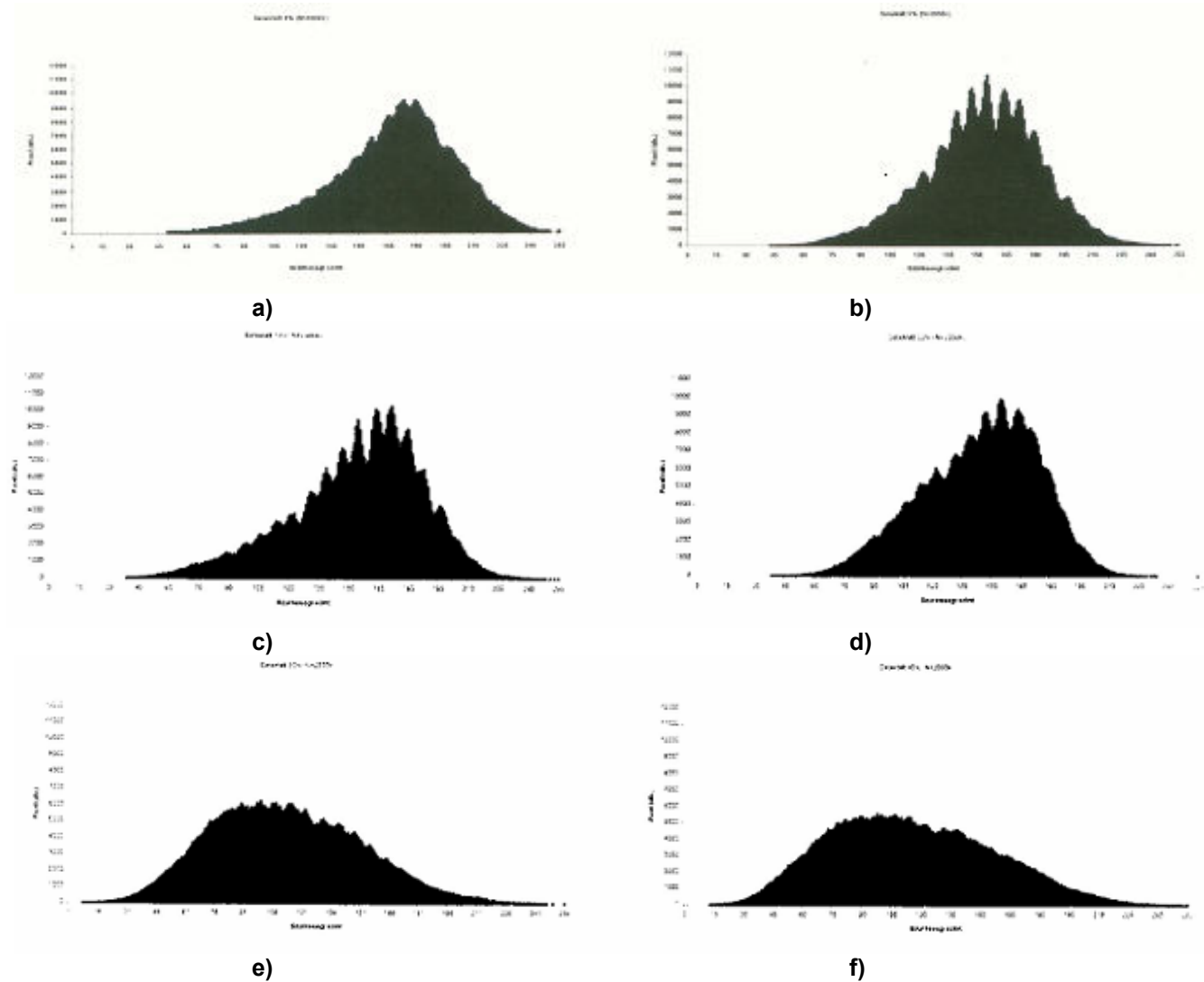


b)

7. ábra. A 40%-os húzásnak kitett ferrites acél IQ-térképe (a), és a térkép alapján meghatározható szűrkeségi histogram (b)

Fig. 7: IQ map of a ferritic steel strained with 40% (a) and its greyness histogram based on this map (b)



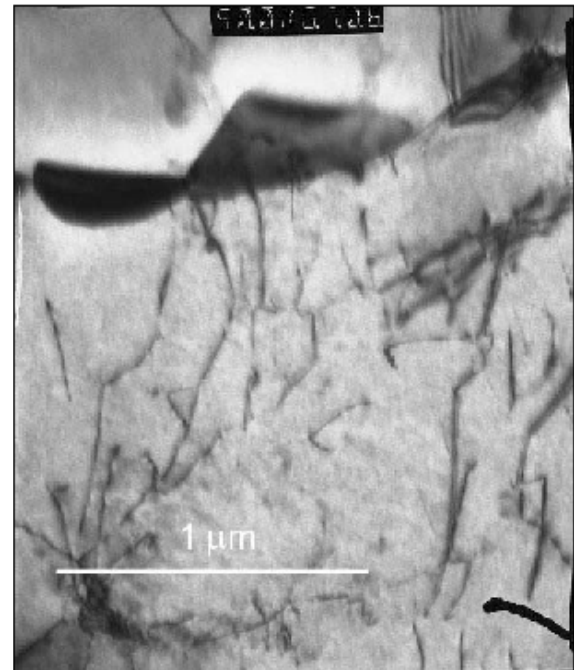
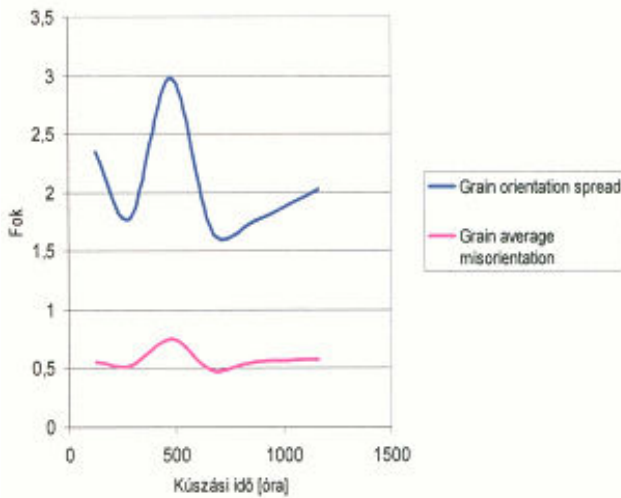


**8. ábra.** Ferrites acél deformációja során a szürkeségi hisztogram változása. a.) eredeti állapot; b.) 5%; c.) 10%; d.) 20%; e.) 30%, f.) 40% alakváltozás után.  
**Fig. 8:** Changing of the greyness histogram of a ferritic steel: a) in original condition, and after 5% (b), 10% (c), 20% (d), 30% (e), 40% (f) strain

orientációs szögeltérést, és ezeket az értékeket a szemcsén belül kiátlagoljuk. A grain orientation spread (szemcse irányítottság terjedeleme) ehhez nagyon hasonló mennyiség, azzal a különbséggel, hogy nemcsak a szomszédos pixelek, hanem valamennyi pixel egymáshoz képesti orientáció-eltérést átlagoljuk ki. Vegyük észre, hogy az előbbi mennyiség kevésbé, az utóbbi erősebben függ a szemcse méretétől, de mindkettő a szemcsén belüli rácsterhelést mutatja.

A 9. a. ábrán kúsztatott, 15Mo3 típusú acél minták grain average misorientation és grain orientation spread 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 az előbbi szemcsében a diszlokációk fennakadnak egy szemcsehatár-menti karbidkiválásban, így erős rácsterhelést okoznak. A jelenség egyik lehetséges magyarázata az, hogy a kúszás során a diszlokációk mozgása akadályokba (pl. karbidkiválásokba) ütközik. Ezek az akadályok fennakadva a diszlokációk feltorlódnak (pile-up), így növelve a szemcsén belüli rácsterhelést. Az ezzel egyidejűleg megnövekedő belső feszültség hatására aztán a diszlokációk tovább haladnak: vagy megkerülik, vagy átvágják az akadályokat. Ekkor a szemcsén belüli rácsterhelés is csökken.



a)

b)

9. ábra. Deformációs paraméterek (a) és diszlokációk fennakadása szemcsehatár-menti karbidon (b)

Fig. 9: Deformation parameters (a) and dislocation pile-up on a grain boundary carbide particle (b)

## 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 fogható fel. Egy ilyen határról kapott Kikuchi-vonalak annyira szétszórtak, diffúzak, 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 információ, hiszen „fekete” vonalakkal határolt tartományokat láthatunk a mérés eredményeképpen, így a szemcseméret, szemcseméret-eloszlás ill. a szemcsék alakja meghatározható.

Többlet-információ 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 (egybevágó rács helyhez) jutunk [11]. A

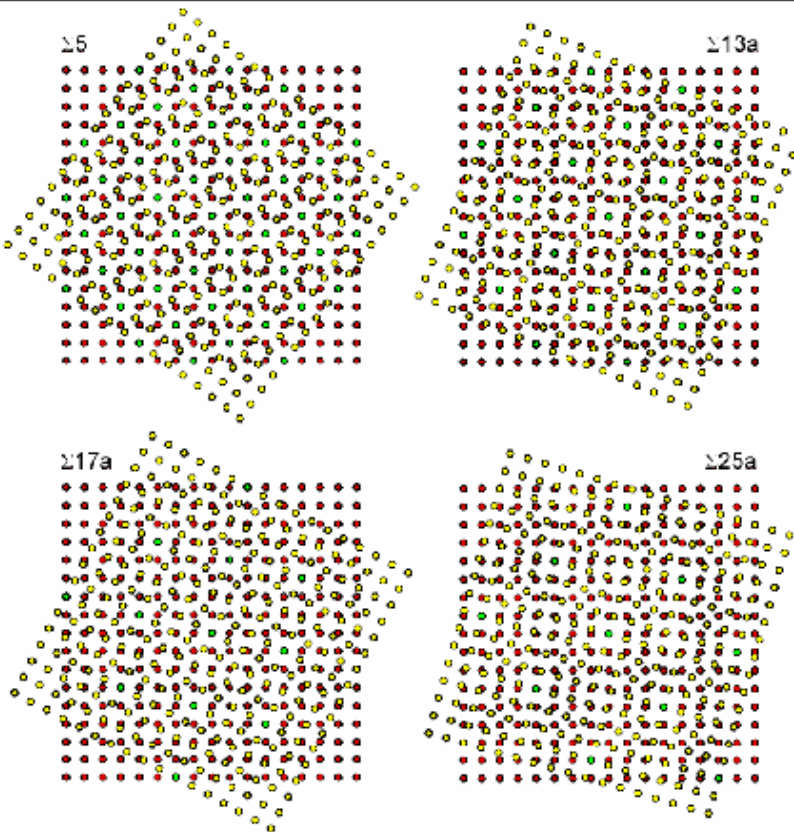
két szemcsét ebben az esetben ennek a CSL-nek egy adott kristálytani síkja választja el egymástól.

A CSL-eket az ún.  $\Sigma$ -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  $\Sigma 3$  típusú CSL-határnak felelnek meg.

Kutatási eredmények azt igazolják, hogy a CSL-határok speciális tulajdonságokkal rendelkeznek. Szemi-koherens 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 termo-mechanikus kezelésekkel növelhető.

A 11. ábrán nikkel-alapú ötvözet kúszási görbéi láthatók. Az „SA” jelű ötvözetet lágyították, a „CSLE” ötvözeteket speciális, a CSL-ek számát növelő termo-mechanikus kezelésnek vetették alá. Jól megfigyelhető, hogy a nagyobb mennyiségű CSL-határt tartalmazó ötvözet kúszásállósága sokkal jobb, mint a zömében véletlenszerű, inkoherens szemcsehatárokat tartalmazó anyagé [12].

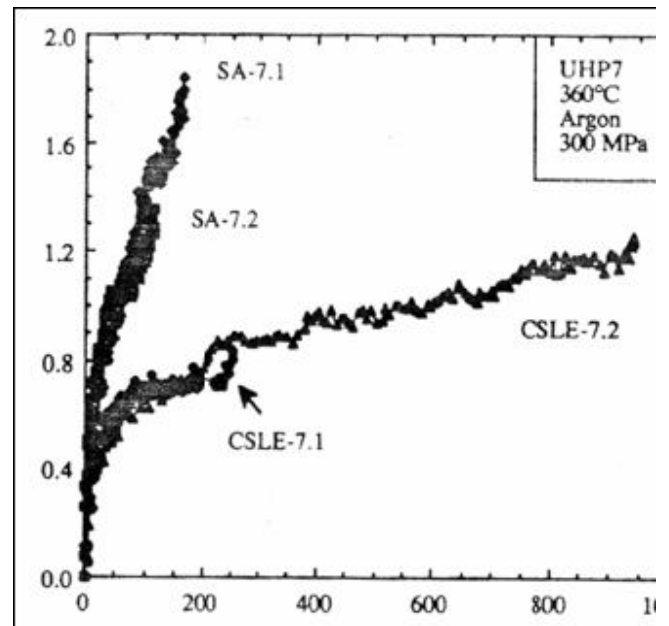


10. ábra. CSL-ek sematikus ábrázolása. A két rács közötti közös pontok hányada rendre: 1/5, 1/13, 1/17 és 1/25

Fig. 10: Scheme of CSLs. The ratio of the common lattice points are following: 1/5, 1/13, 1/17 and 1/25

## 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 ezek az adatokat véges idő alatt (kb. 50 perc) meghatározzuk, és ezekből grafikusán ábrázolható térképeket készítsünk. 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 termo-mechanikus kezelés után az anyagban megjelenő speciális szemcsehatárok aránya megnövekedhet, ami különleges tulajdonságokat (pl. kúszás-, ill. korrózióállóság) eredményezhet.



11. ábra. Nikkel alapú ötvözetek kúszási (nyúlás, % – idő, h) diagramjai

Fig. 11: Creep curve (strain, % – time, h) of the nickel base alloys

## Irodalomjegyzék

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