

Zastosowanie dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych w inżynierii materiałowej

Marek Faryna

Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej

Polska Akademia Nauk

Reymonta 25

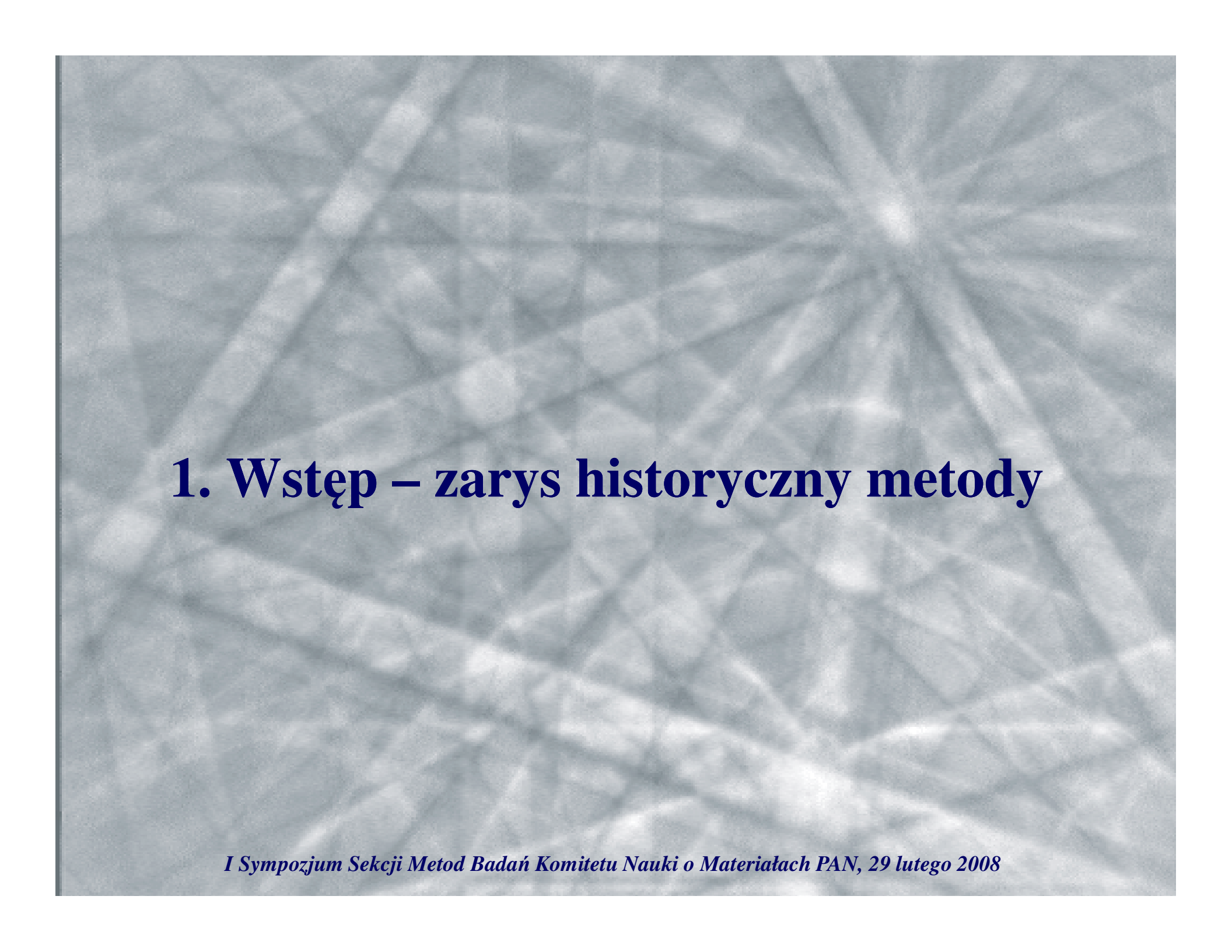
30-059 Kraków

nmfaryna@imim-pan.krakow.pl

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Plan prezentacji

- 1. Wstęp – zarys historyczny metody**
- 2. EBSD – podstawy**
- 3. EBSD – analiza dyfrakcji**
- 4. EBSD z materiałów nieprzewodzących**
- 5. Kilka uwag praktycznych**
- 6. Przykłady**
- 7. Wnioski**



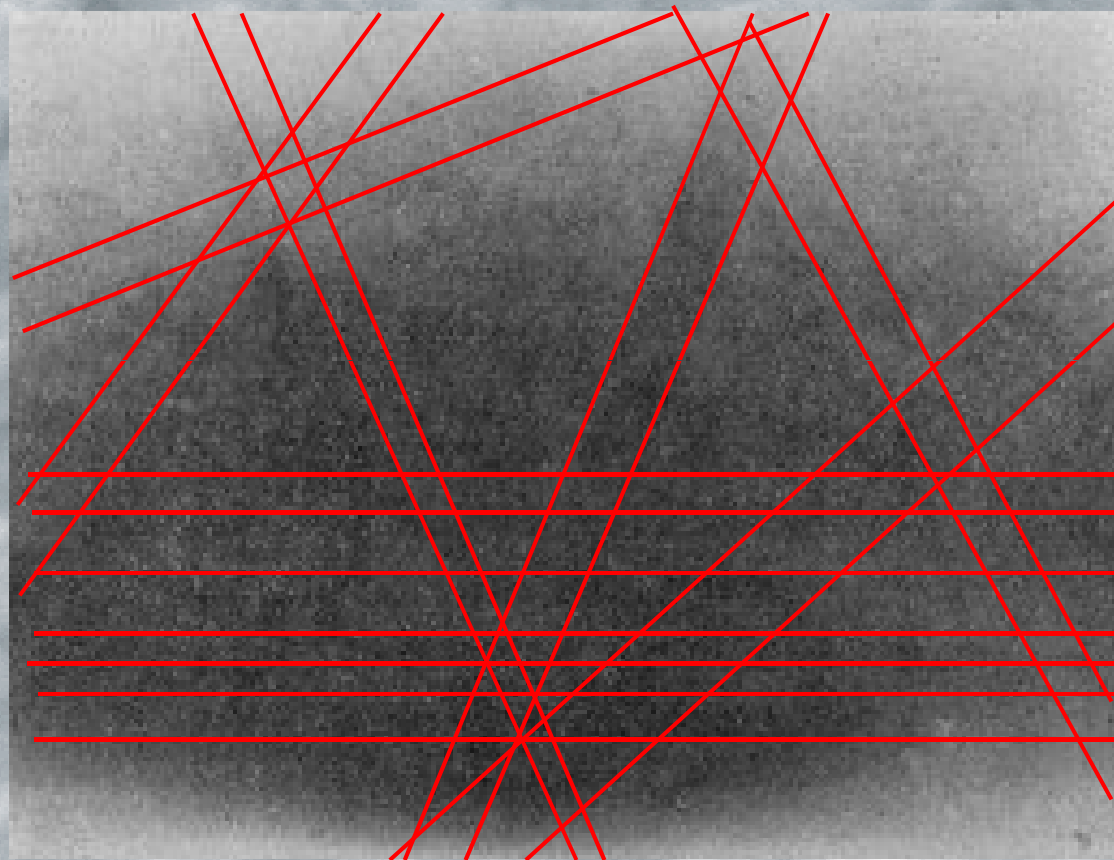
1. Wstęp – zarys historyczny metody

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Shoji Nishikawa and Seishi Kikuchi

The Diffraction of Cathode Rays by Calcite

Proc. Imperial Academy (of Japan) 4 (1928!!!) 475-477



Analiza punktowa

EBSD - Electron Backscatter Diffraction

EBSP - Electron Backscatter Pattern (J.A.Venables)

BKP - Backscatter Kikuchi Pattern

Mapowanie orientacji

COM - Crystal Orientation Mapping

ACOM - Automatic Crystal Orientation

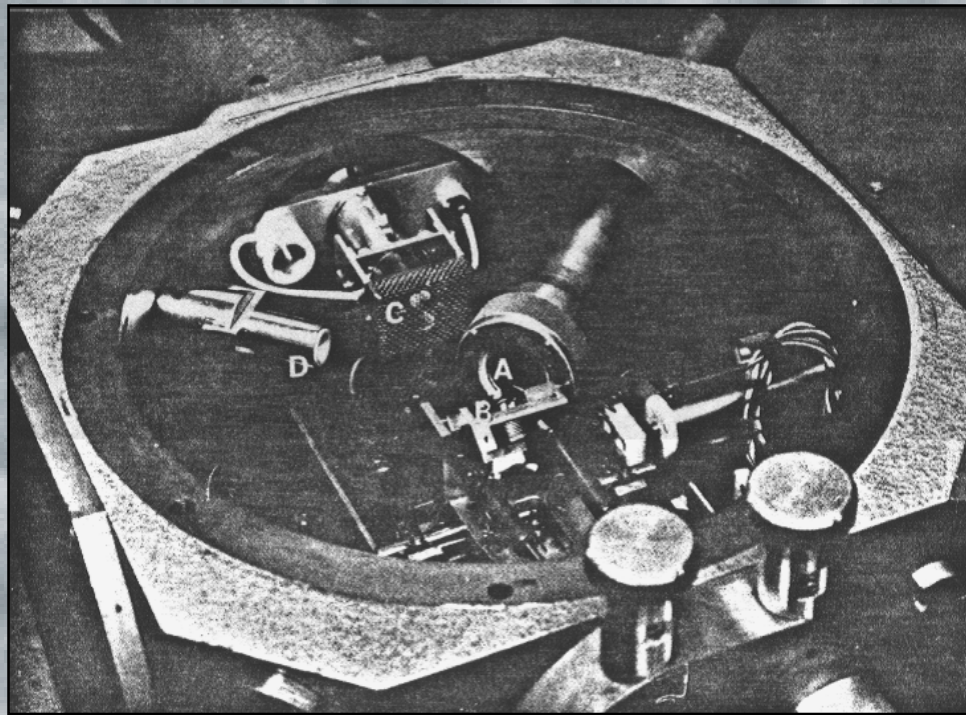
Mapping (R.Schwarzer)

OIM® - Orientation Imaging Microscopy

(TexSEM Laboratories trademark)

Zastosowanie techniki EBSD w SEM

J. A. Venables and C. J. Harland (1973) „Electron Back Scattering Patterns – A New Technique for Obtaining Crystallographic Information in the Scanning Electron Microscope”, *Philosophical Magazine*, 2, 1193-1200.



**Widok komory próbki w SEM Cambridge Stereoscan:
A – Ekran, B – Próbka, C – Detektor elektronów, D – Detektor prom. rtg.**

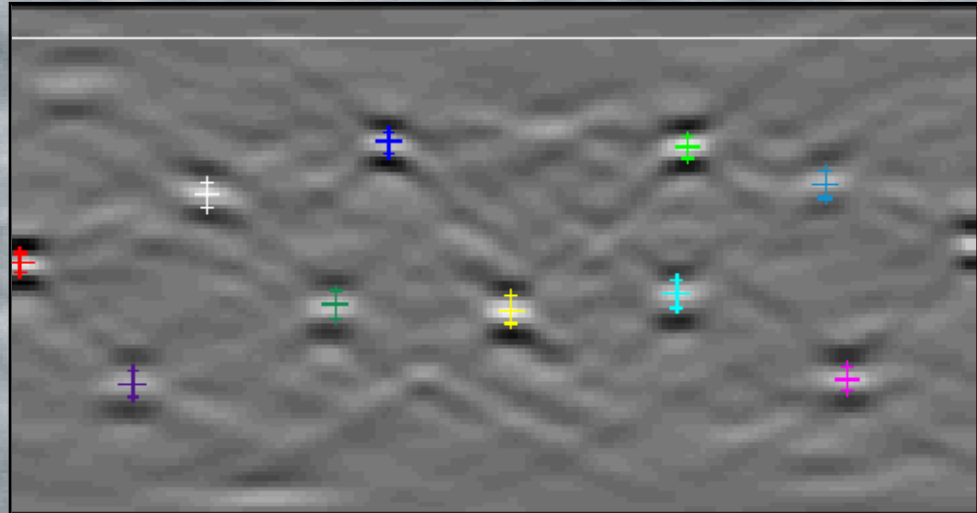
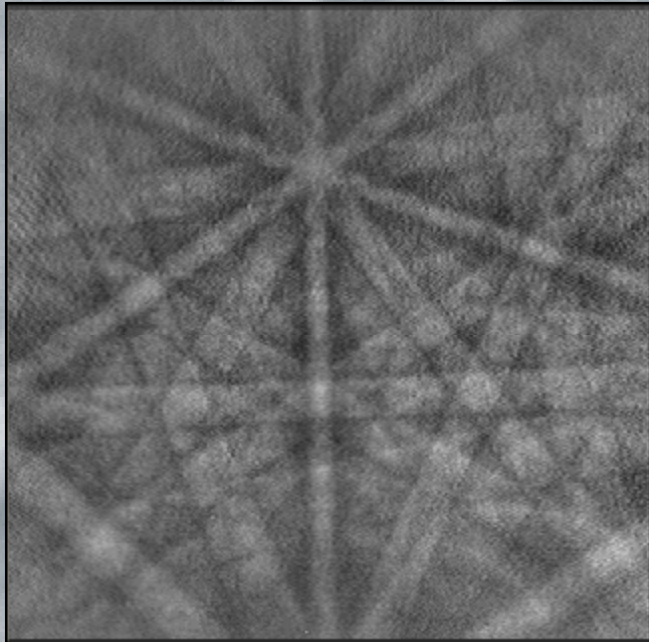
Pierwsza EBSD w SEM zarejestrowana na taśmie filmowej

D. J. Dingley (1984) „Diffraction From Sub-Micron Areas Using Electron Backscattering In A Scanning Electron Microscope”, *Scanning Electron Microscopy*, **11**, 569-575

Kamera telewizyjna zastępuje taśmę filmową

D. J. Dingley, M. Longdon, J. Wienbren and J. Alderman (1987) „On-line Analysis of Electron Backscatter Diffraction Patterns, Texture Analysis of Polysilicon”, *Scanning Electron Microscopy*, **11**, 451-456.

N. C. Krieger-Lassen, K. Conradsen and D. Juul-Jensen (1992)
„Image Processing Procedures for Analysis of Electron Back
Scattering Patterns”, *Scanning Microscopy*, 6, 115-121.



Transformata Hougha

Pełna automatyzacja pomiaru

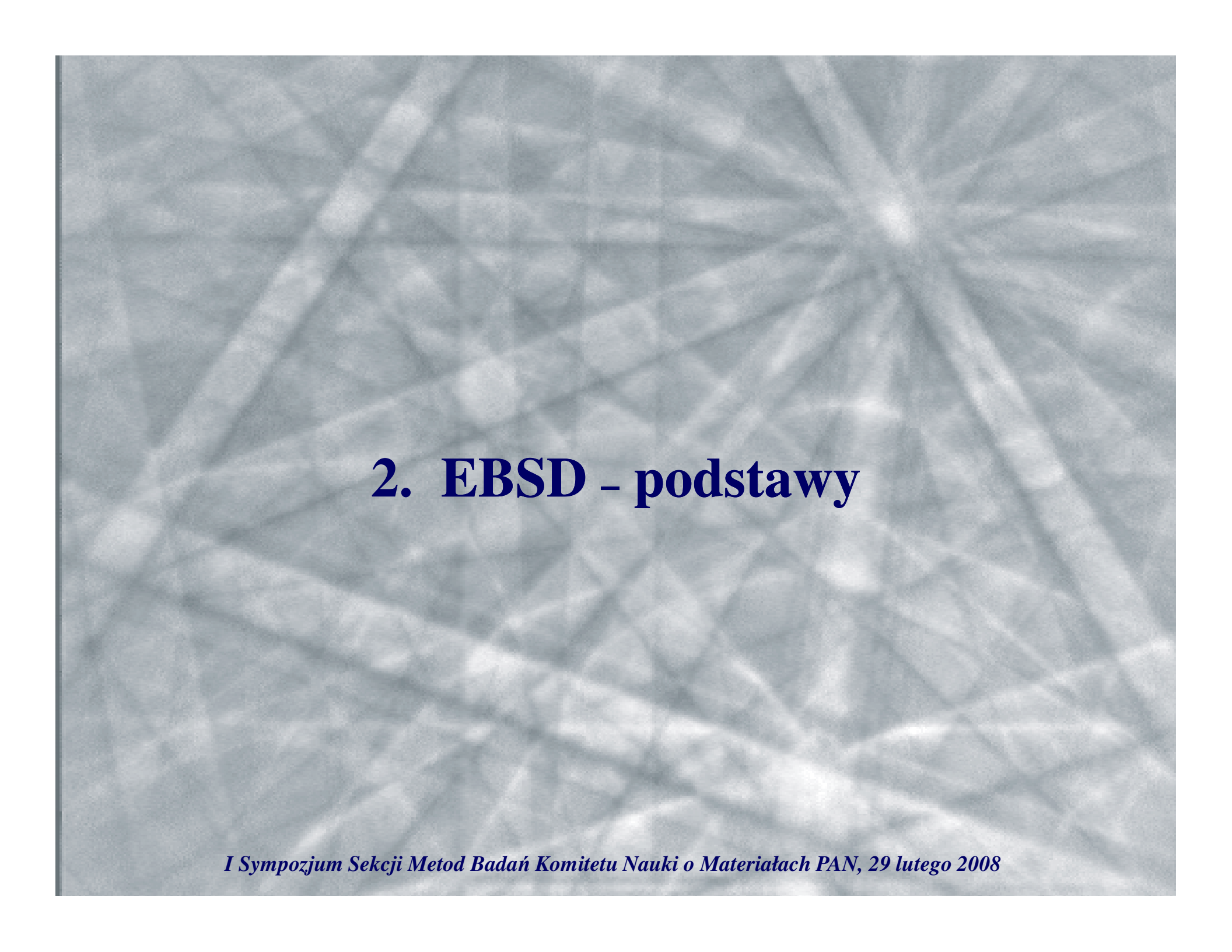
K. Kunze, S. I. Wright, B. L. Adams, and D. J. Dingley, 1993
„Advances in Automatic EBSP Single Orientation Measurements”,
Textures Microstructures, 20, 41-54.

Analiza fazowa za pomocą EBSD

D. J. Dingley and K. Baba-Kishi (1986) „Use of Electron Backscatter Diffraction Patterns for Determination of Crystal Symmetry Elements”, *Scanning Electron Microscopy*, II, 383-391.

D. J. Dingley, R. Mackenzie and K. Baba-Kishi (1989)
„Application of Backscatter Kikuchi Diffraction for Phase Identification and Crystal Orientation Measurements in Materials”,
Microbeam Analysis, ed. P.E.Russell, San Francisco Press, 435-436.

J. R. Michael and R. P. Goehner (1993) „Crystallographic Phase Identification in the Scanning Electron Microscope: Backscattered Electron Kikuchi Patterns Imaged with a CCD-Based Detector”,
MSA Bulletin, 23, 168-175.

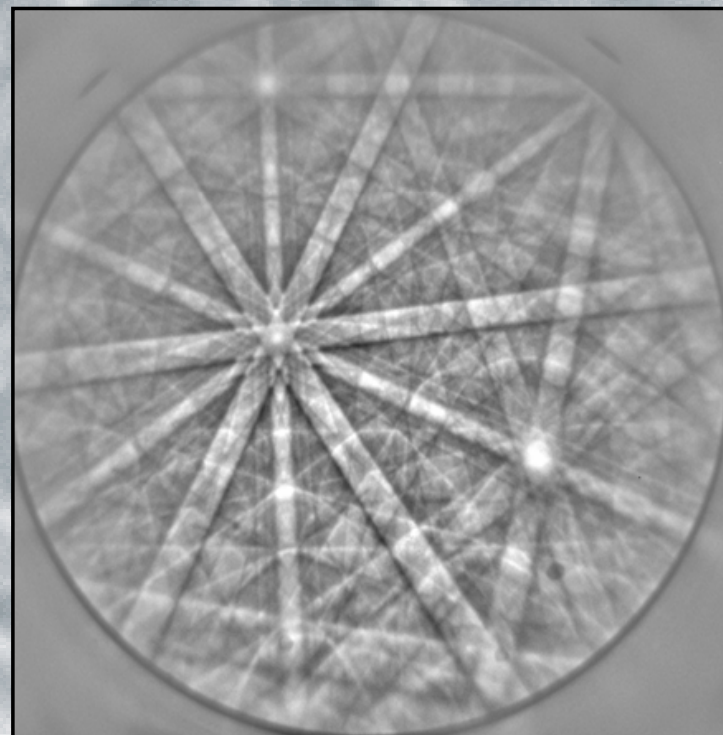
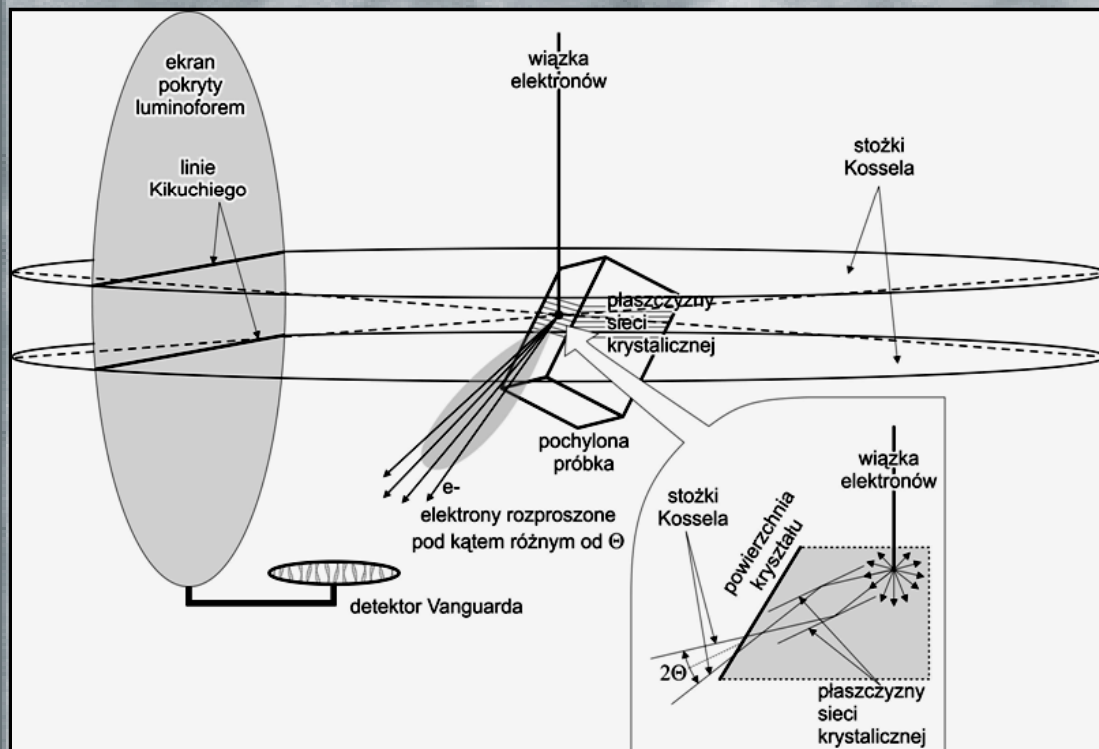
The background of the slide is a grayscale EBSD (Electron Backscattered Diffraction) pattern. It features a complex network of intersecting lines and bands, creating a star-like or web-like appearance. The lines vary in thickness and brightness, with some appearing as sharp, bright streaks and others as more diffuse, lighter bands. The overall texture is intricate and non-uniform, typical of diffraction patterns from polycrystalline materials.

2. EBSD – podstawy

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych

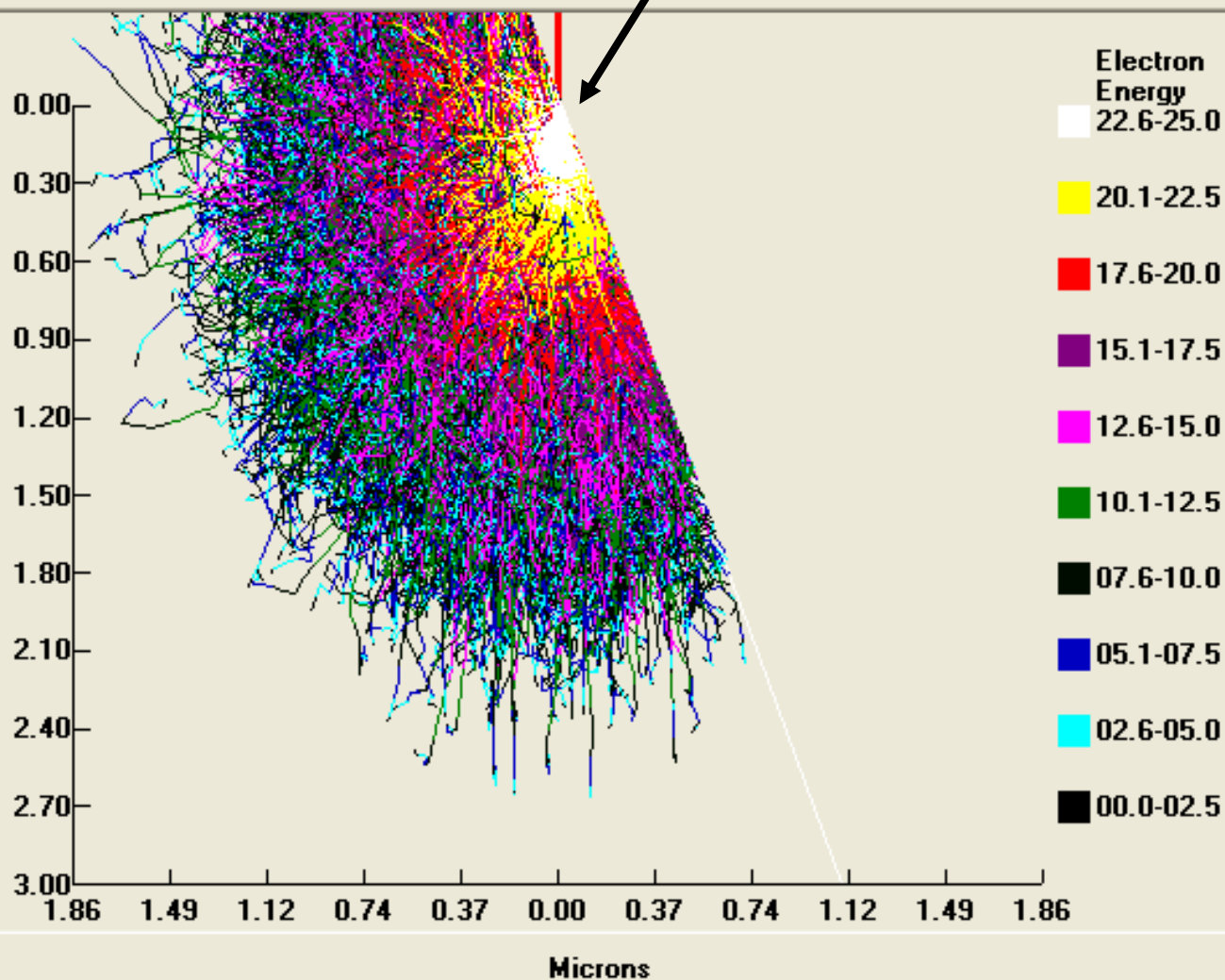
- Elektrony wstecznie rozproszone ulegają dyfrakcji tworząc dla każdej płaszczyzny krystalograficznej stożki dyfrakcyjne o bardzo dużym kącie rozwarcia („tzw. stożki Kossela”)
- Przecięcie stożków dyfrakcyjnych z ekranem luminoforu – układ równoległych linii (pasm) zwanych liniami (pasmami) Kikuchiego, **unikalny dla danej orientacji krystalitu w przestrzeni**



EBSD z krystalitu FeTiO_3

Punktowe źródło elektronów

Interaction Volume Simulation



Sample Conditions

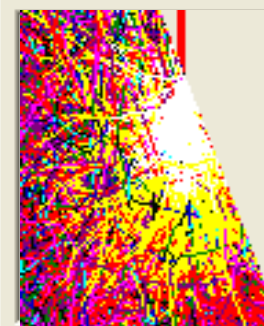
kV: 25.0 Tilt: 70

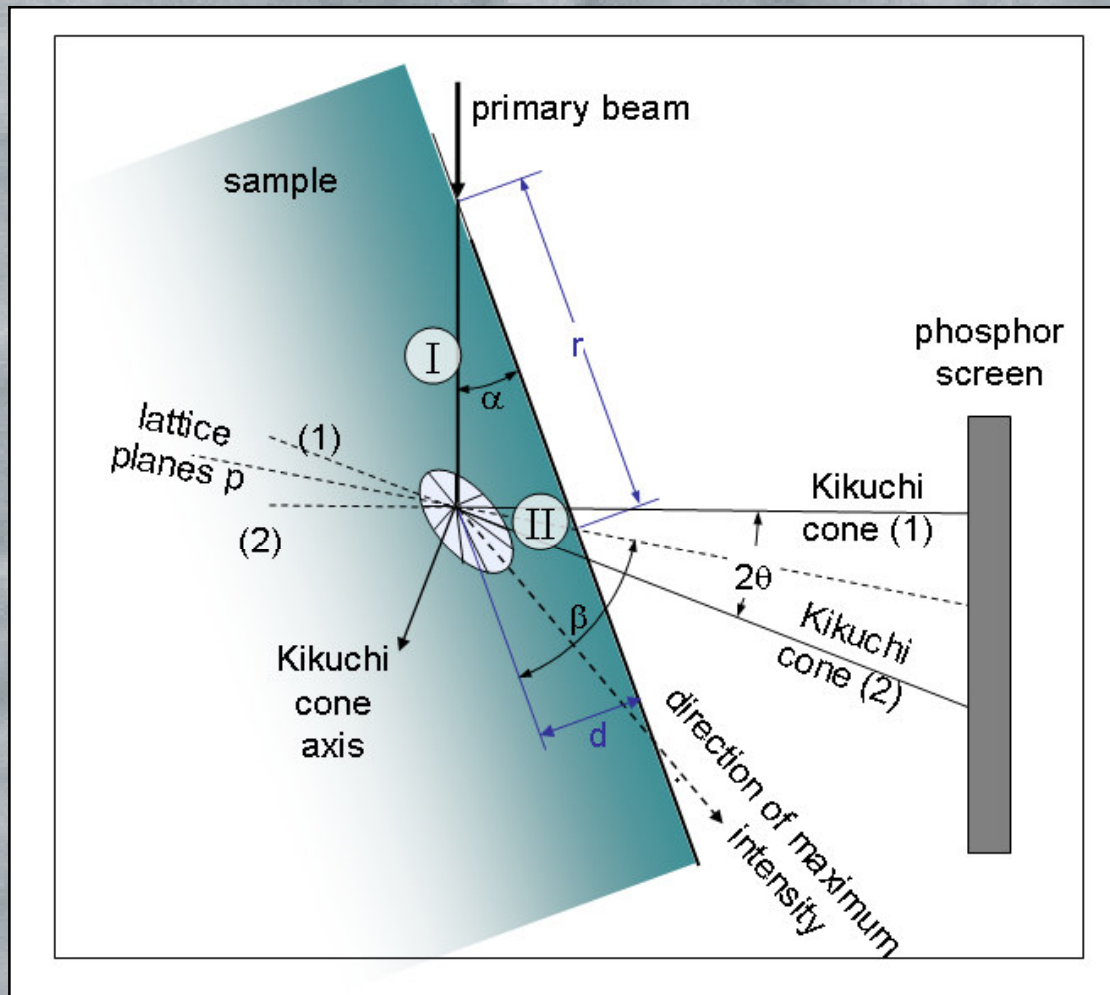
No. Trajectories: 30000

B.S. Coefficient: 0.5182

Bulk Ni

Comments



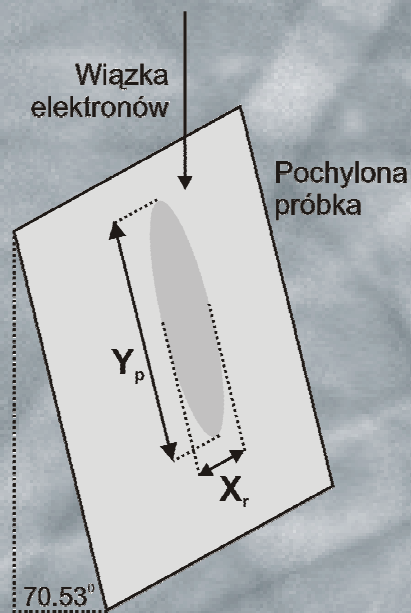


Wilkinson A.J. & Hirsch P.B.; Electron Diffraction Based technique in Scanning Electron Microscopy of Bulk Materials, *Micron*, 28, 279-308 (1997)

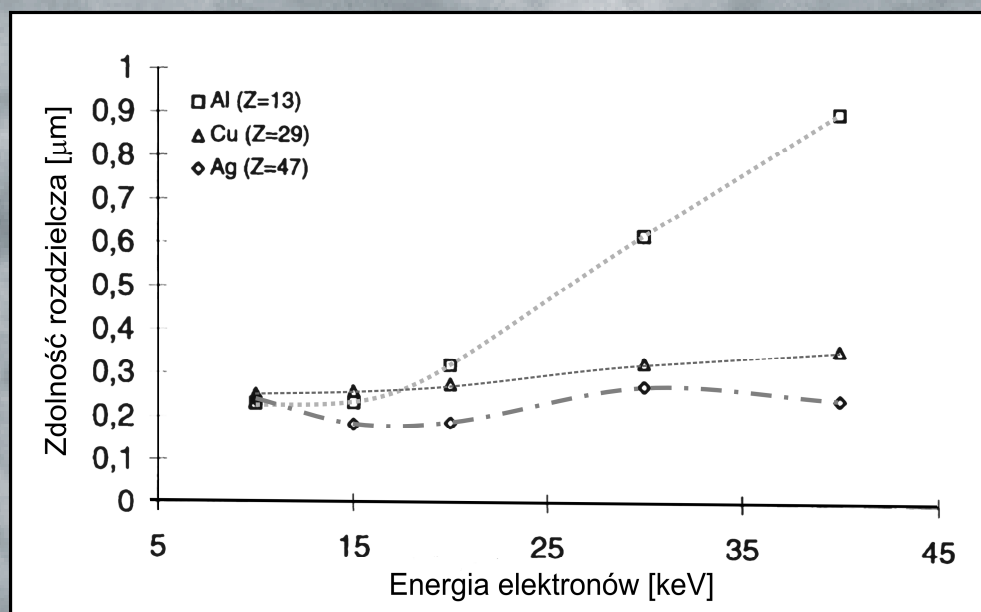
1 utworzenie źródła elektronów w warstwie podpowierzchniowej kryształu – elektrony rozpraszane są we wszystkich kierunkach. Część ulega dyfrakcji zgodnie z prawem Bragga . $\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$

2 Kąt Bragga jest mały (1° dla 15kV) – stożki są duże – linie przecięcia z ekranem prawie proste; odległość pomiędzy liniami proporcjonalna do $\tan(\theta)$ a linia środkowa pomiędzy przecięciami stożków jest rzutem gnomonicznym płaszczyzny krystalograficznej uginającej elektrony

Przestrzenna zdolność rozdzielcza EBSD



Geometria próbki względem wiązki elektronowej



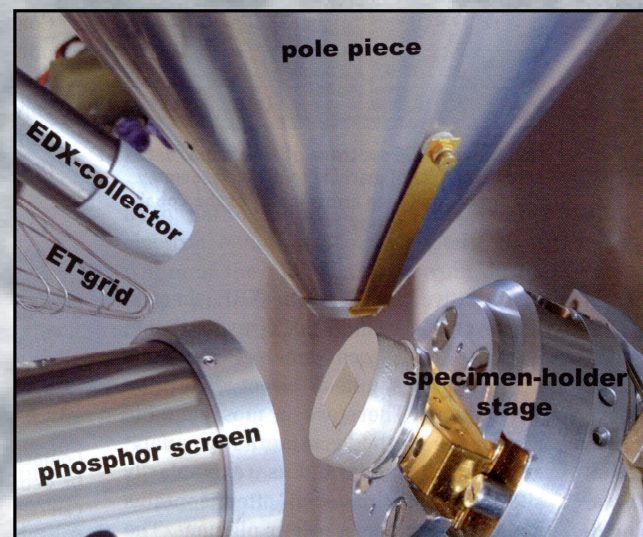
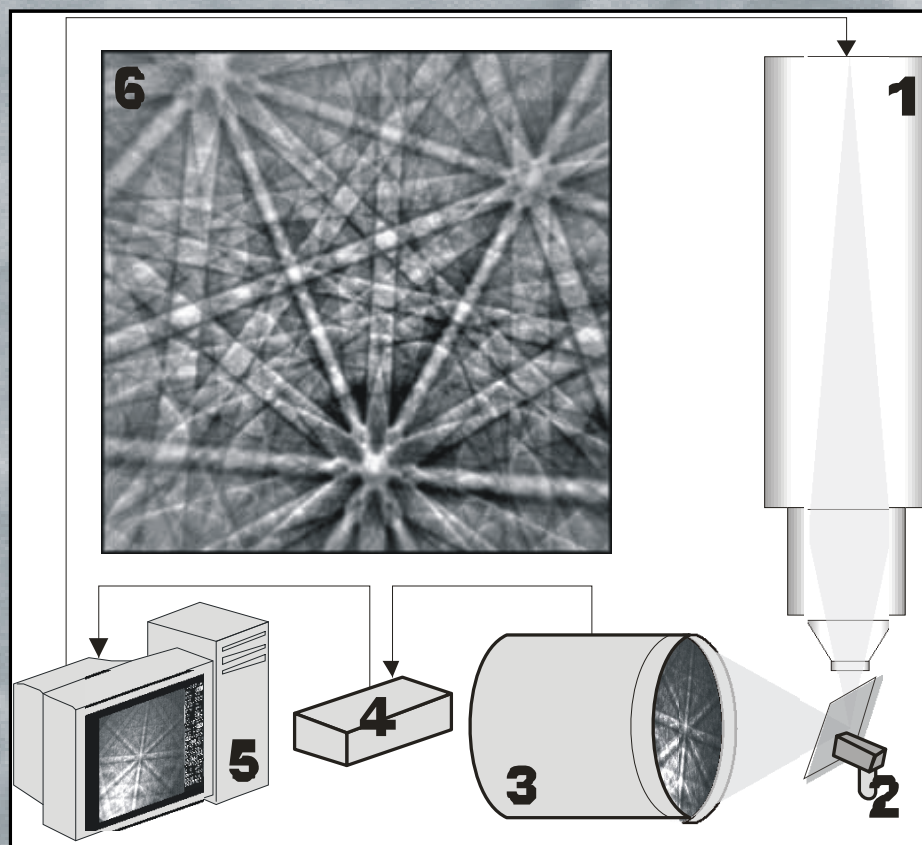
Zależność zdolności rozdzielczej od napięcia przyspieszającego dla Al, Cu i Ag

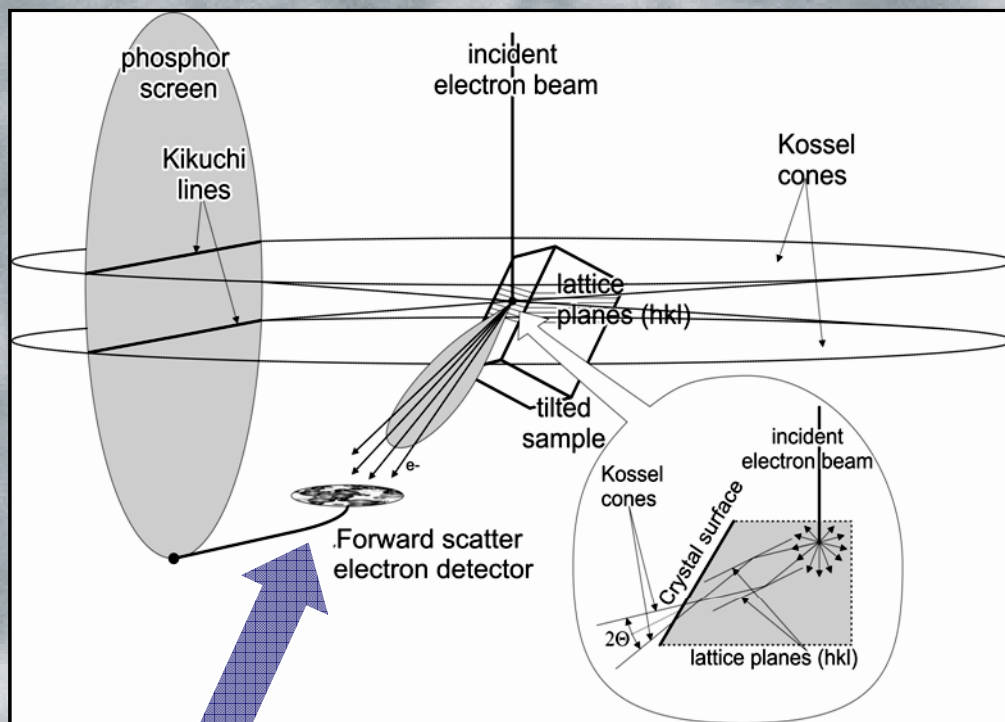
Zależy:

- od rodzaju materiału który analizujemy
- od źródła elektronów (FEG z termoemisją!)

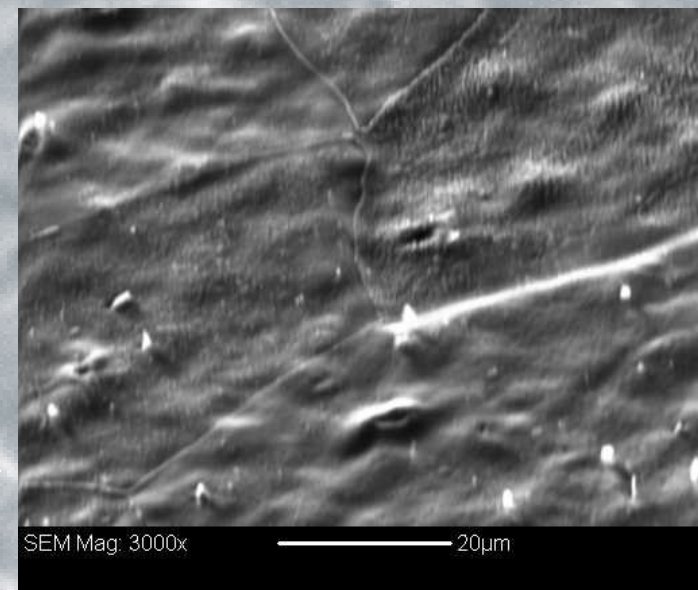
Schemat systemu EBSD

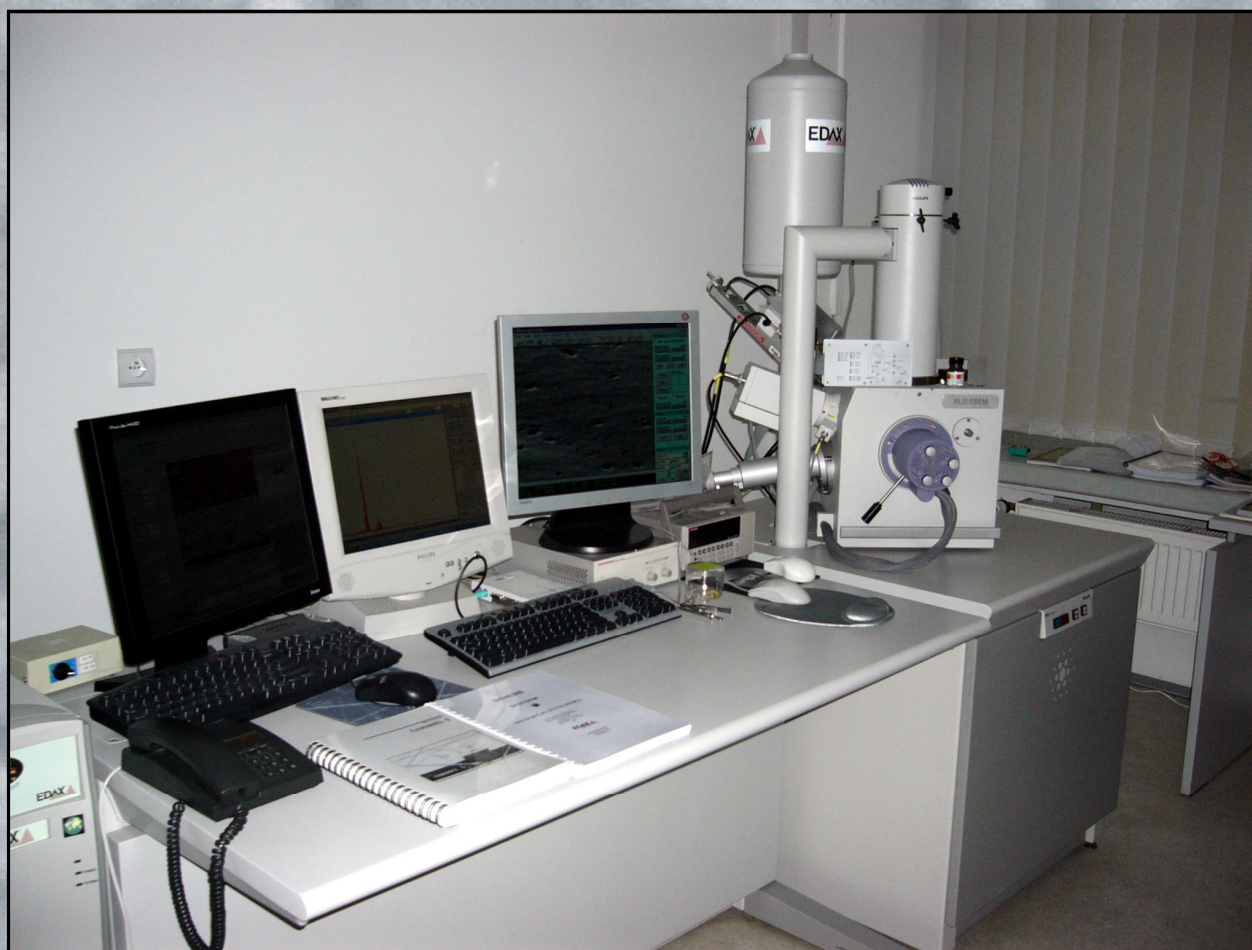
- 1 – kolumna elektronooptyczna;
- 2 – próbka;
- 3 – kamera CCD;
- 4 – sterownik kamery;
- 5 – komputer sterujący wiązką oraz przeprowadzający analizę obrazu;
- 6 – przykładowy obraz dyfrakcyjny





Dodatkowy detektor elektronów rozproszonych do przodu (forward scattered) zamontowany na kamerze CCD do rejestracji miejsc na próbce, z których rejestrowane są dyfrakcje.

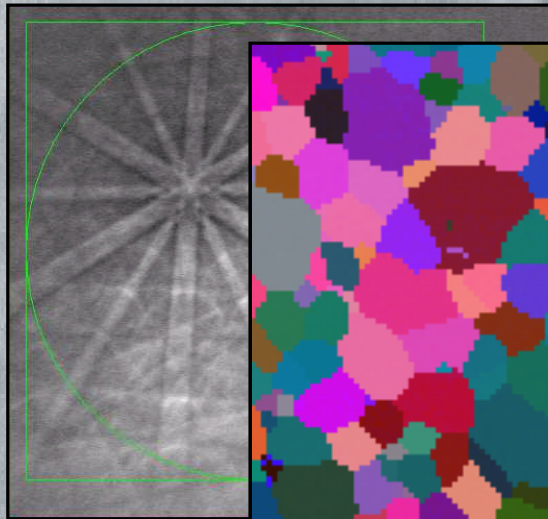




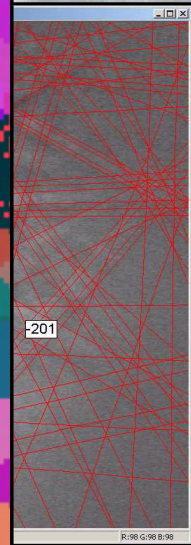
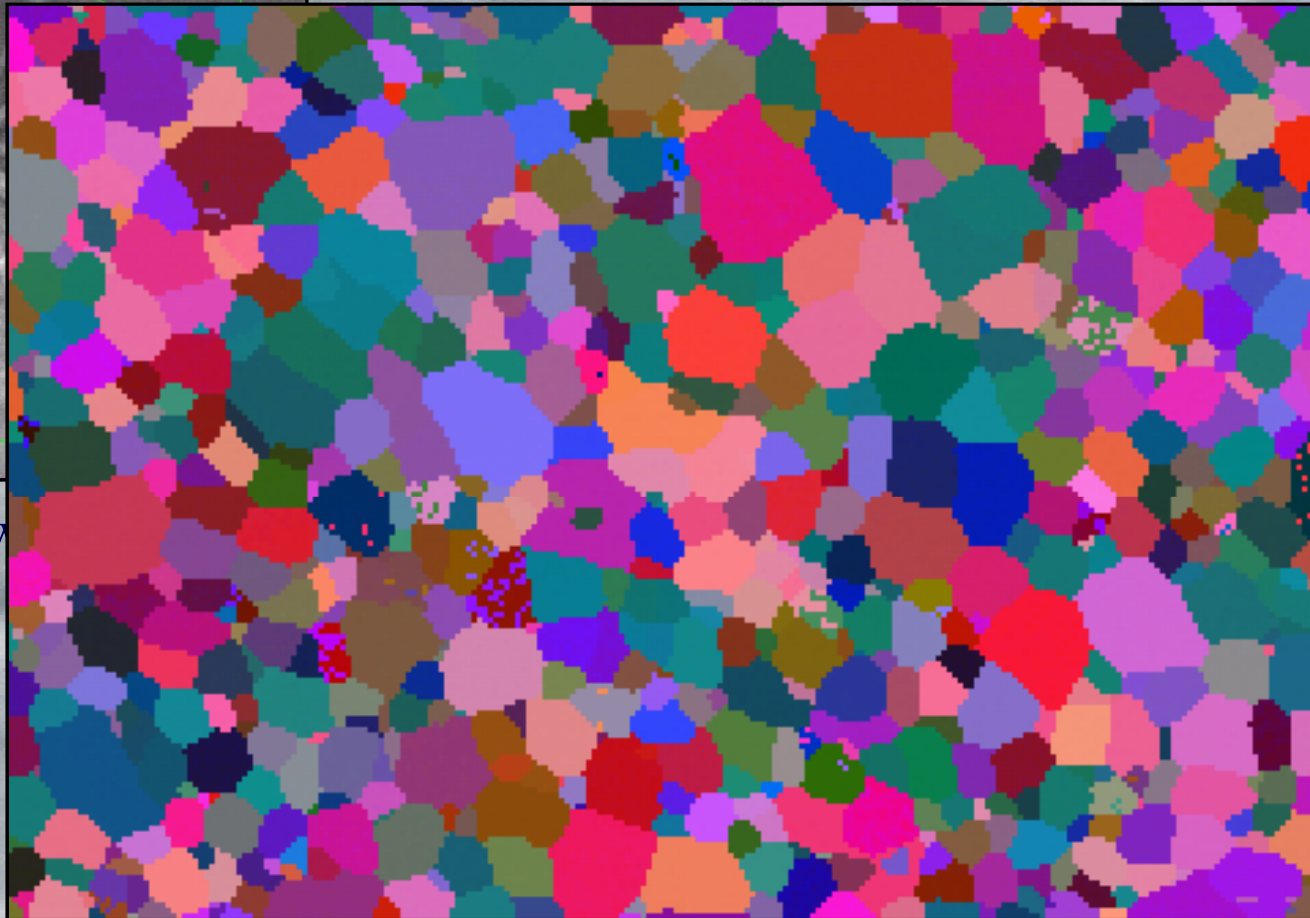
**Skaningowy Mikroskop Elektronowy ze
zmienną próżnią E-SEM FEI XL30 +
system EBSD HKL Technology +
EDS EDAX Genesis 4000**

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Jak otrzymać mapę orientacji?



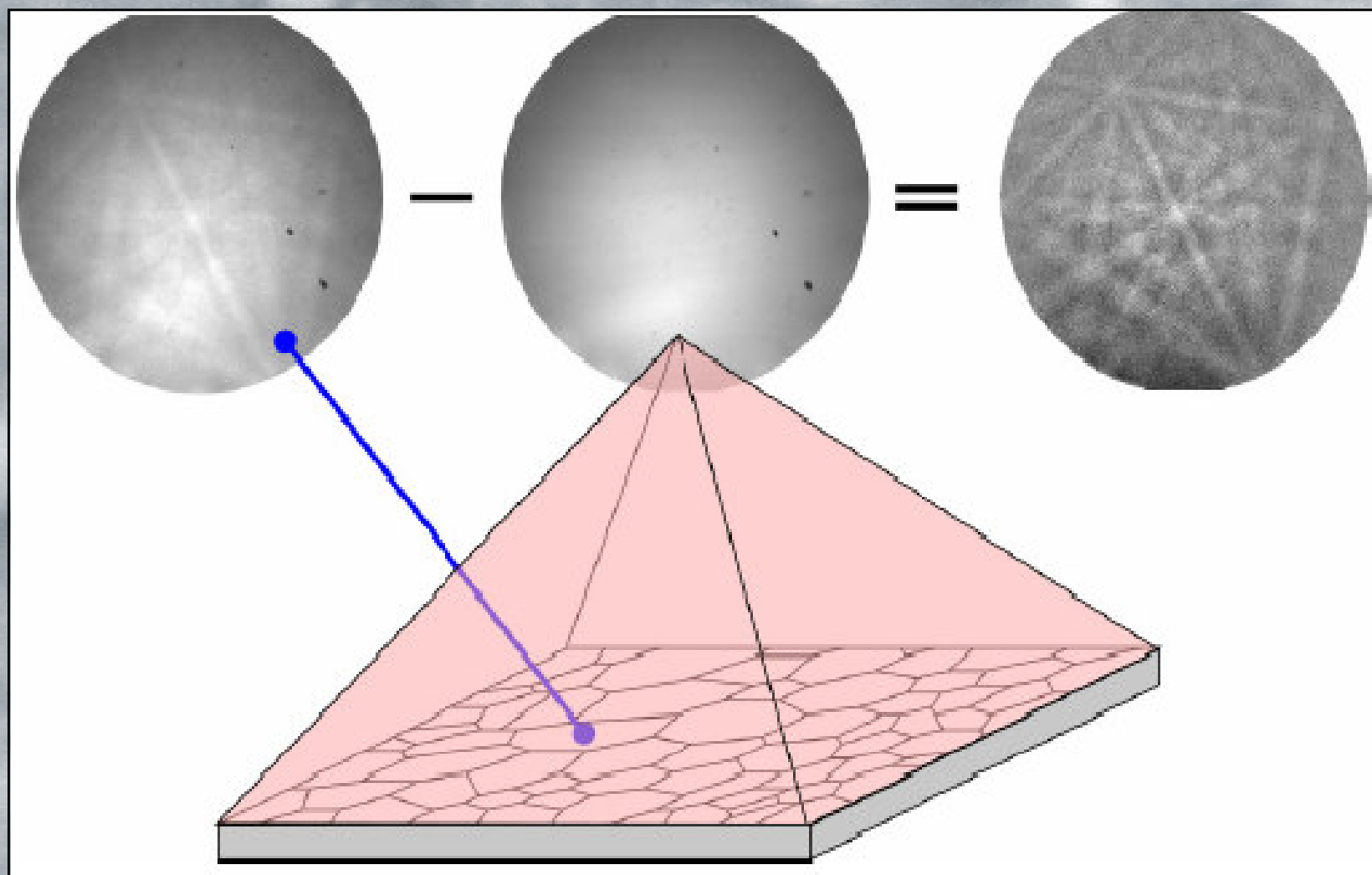
Akw

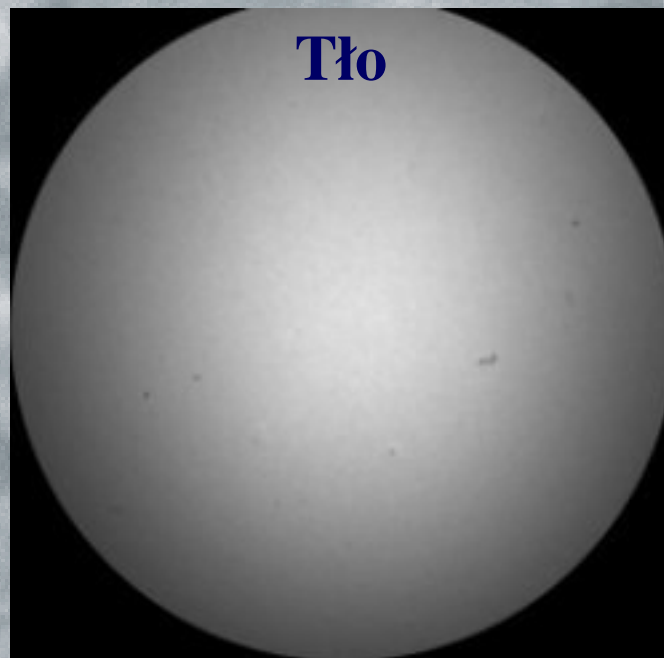


frakcji

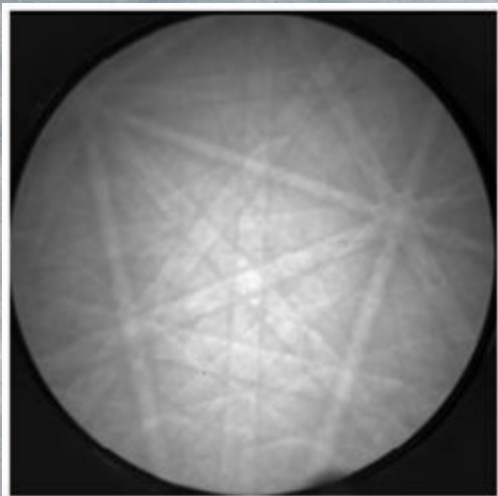
=200 μm ; Map2; Step=2 μm ; Grid=311x211

Akwizycja – odejmowanie tła

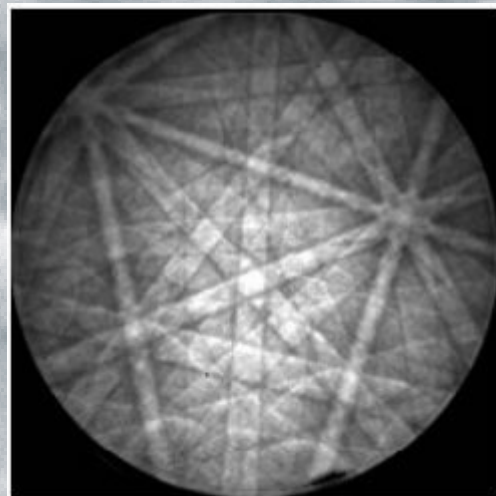




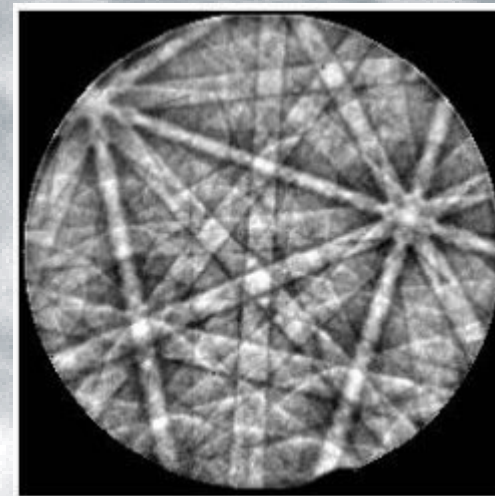
Dyfrakcja wyjściowa



Odejmowanie tła



Dzielenie tła



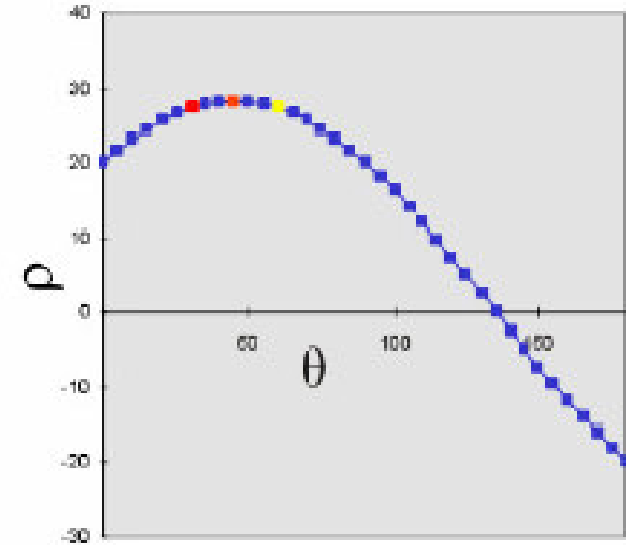
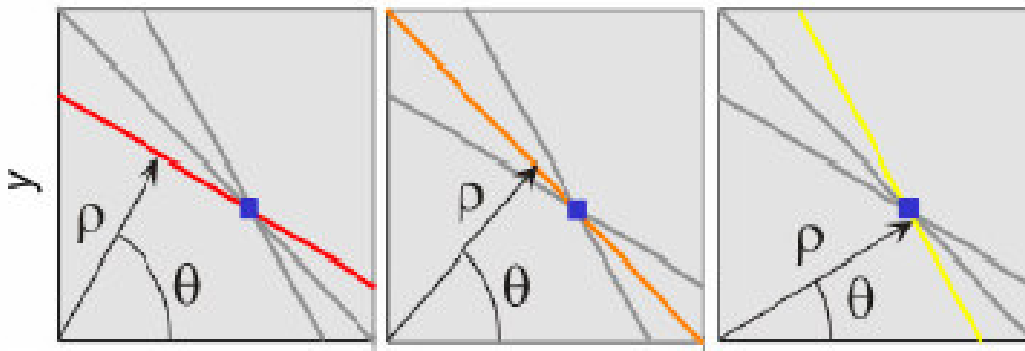
Detection - Hough Transform

P.C.V. Hough „Method and means for recognising complex pattern”

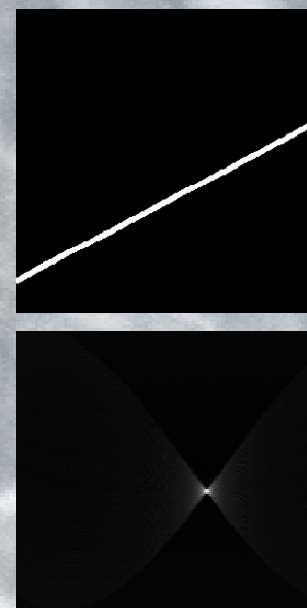
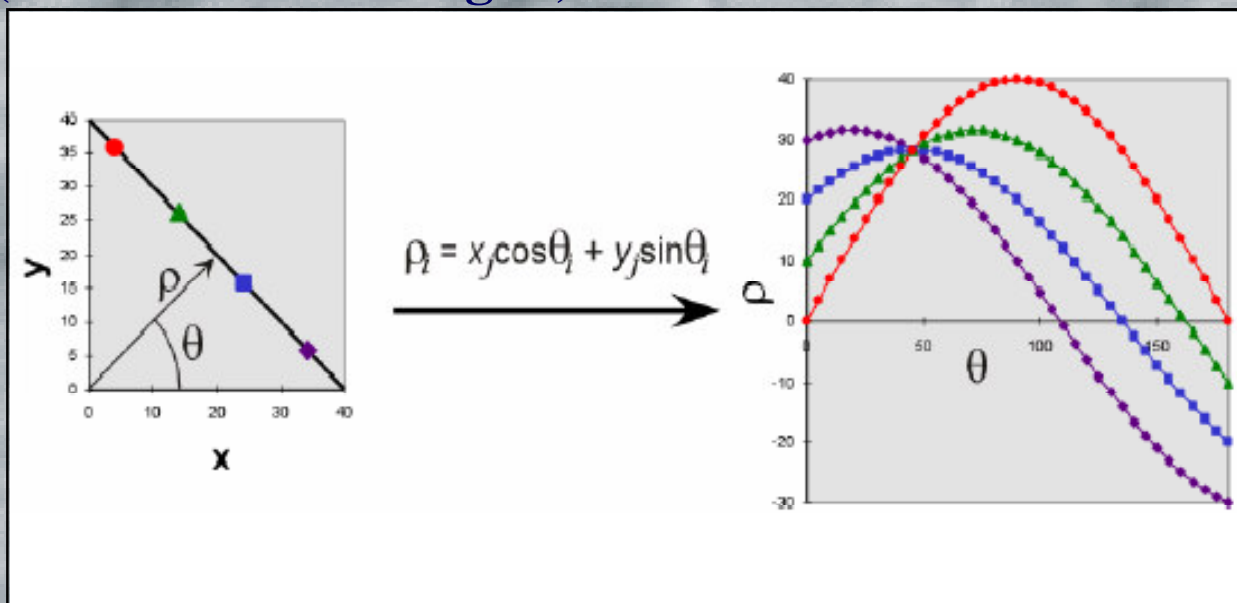
US Patent 3 069 654, 1962

- Przez pojedynczy pixel na układzie X-Y można przeprowadzić nieskończoną liczbę linii
- Taka linia może być opisana przez parametry Hougha „ ρ ” i „ θ ”, gdzie „ ρ ” reprezentuje odległość linii od początku układu a „ θ ” – kąt
- Punkt w przestrzeni obrazu jest przedstawiony jako krzywa sinusoidalna w przestrzeni Hougha

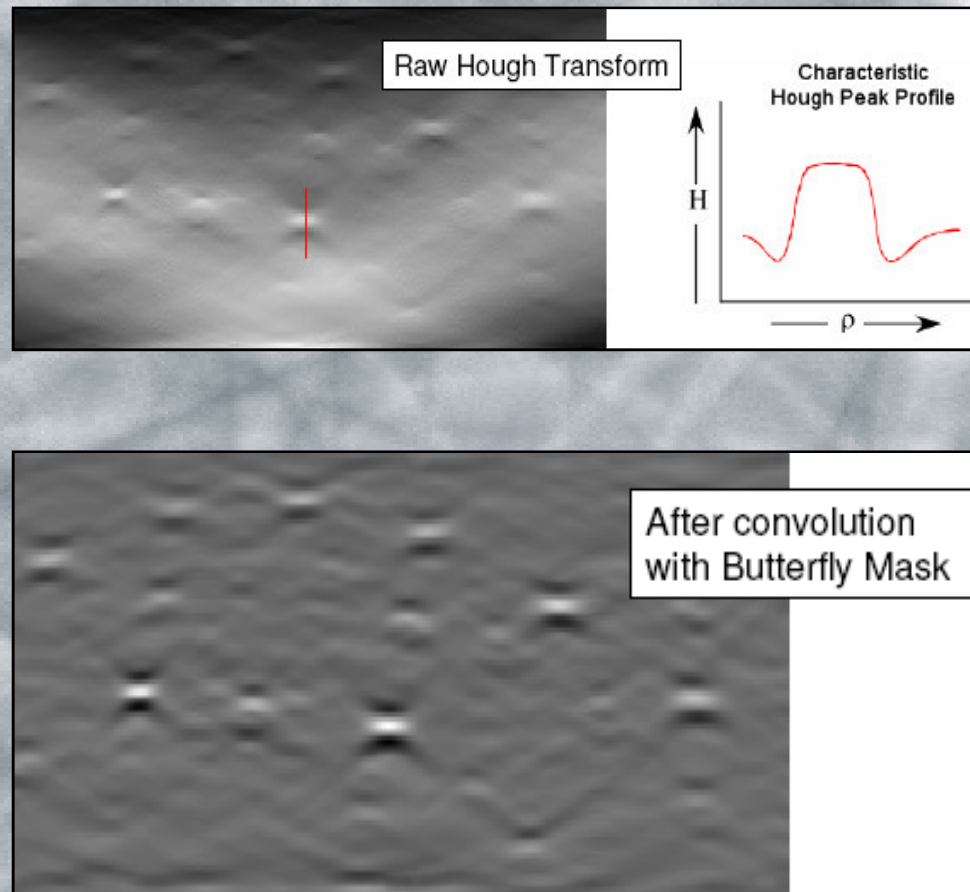
$$\rho_i = x \cos \theta_i + y \sin \theta_i$$

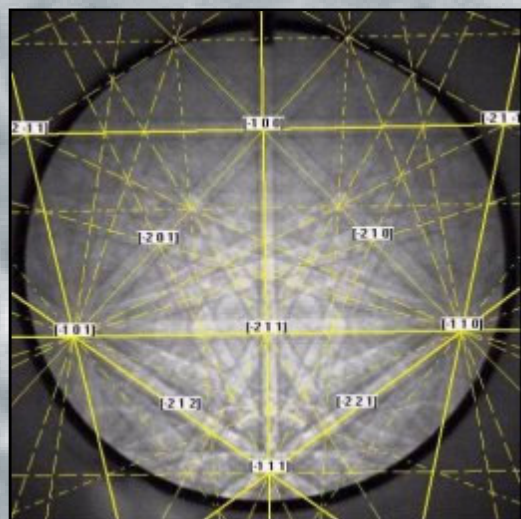
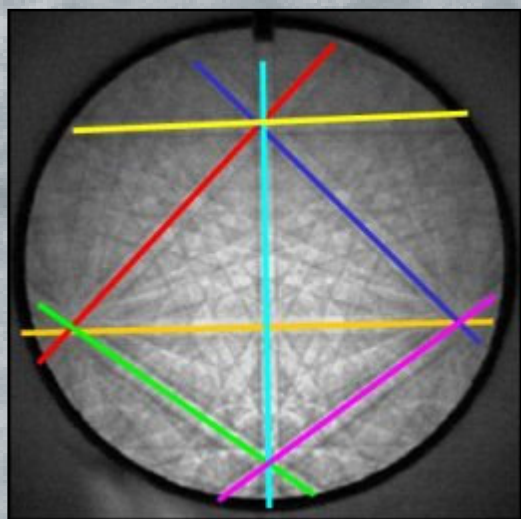
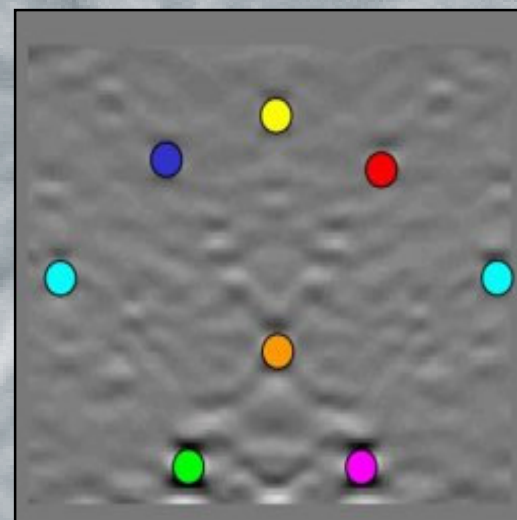
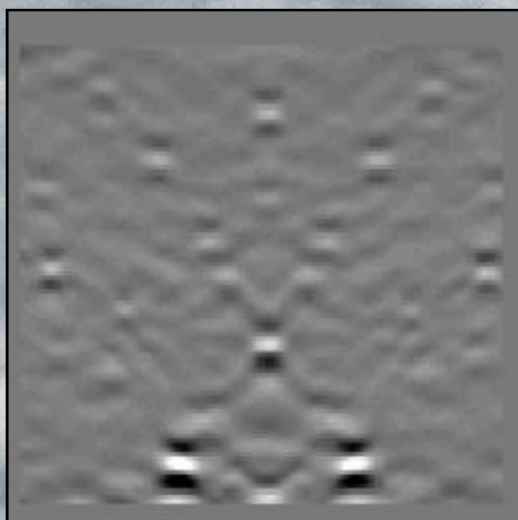
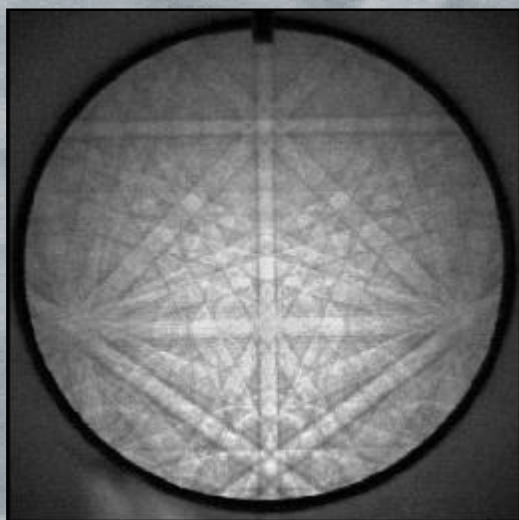


- Rozważmy 4 piksele leżące na jednej linii. Dla każdego piksela obliczamy wszystkie możliwe wartości „ ρ ” dla „ θ ” zmieniającego się od 0 do 180° zgodnie z równaniem: $\rho = x\cos\theta + y\sin\theta$.
- Otrzymujemy 4 krzywe sinusoidalne przecinające się w punkcie o koordynatach „ ρ ” i „ θ ”, odpowiadających koordynatom „ ρ ” i „ θ ” dla linii w układzie X-Y.
- Linia w układzie X-Y przekształca się w punkt w układzie ρ - θ (transformata Hougha).

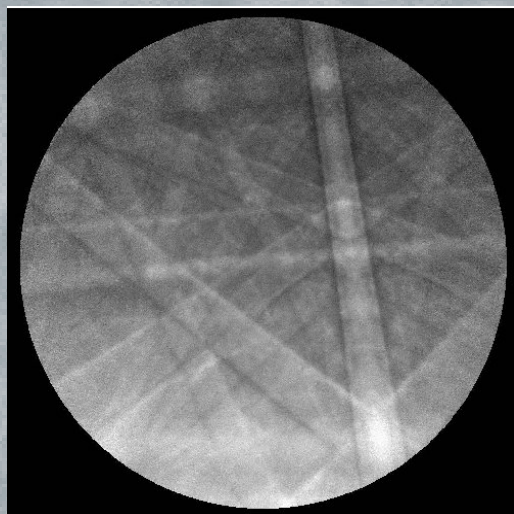


Transformata Hougha

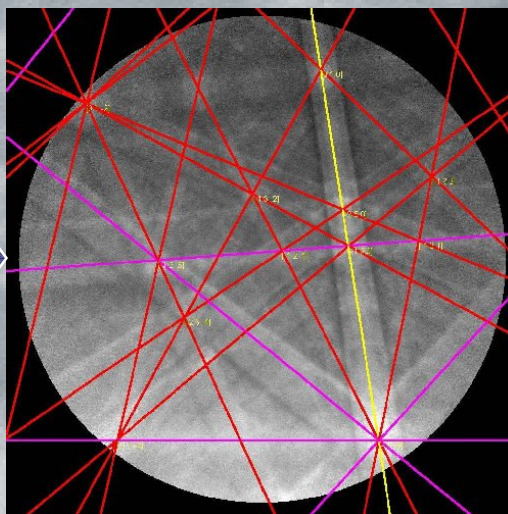
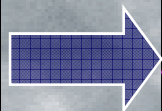




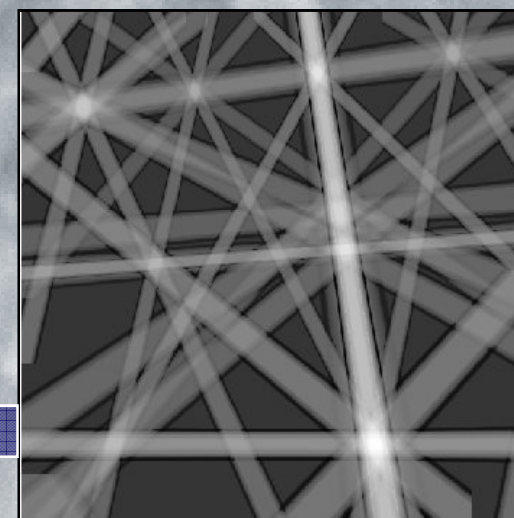
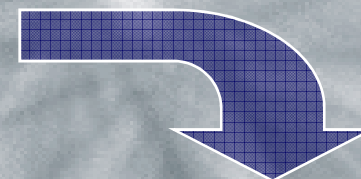
Detekcja linii za pomocą transformaty Hougha



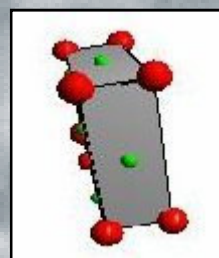
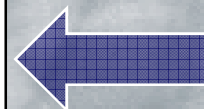
**Dyfrakcja z ceramiki
mullitowej (układ
ortorombowy) ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$),
10 kV**



**Rozwiązanie dyfrakcji
nałożone na realną dyfrakcję
orientacja $\{370\}\langle 7-34 \rangle$**



**Symulacja dyfrakcji – pasma
Kikuchiego o intensywności
większej niż 10% najbardziej
intensywnych pasm**



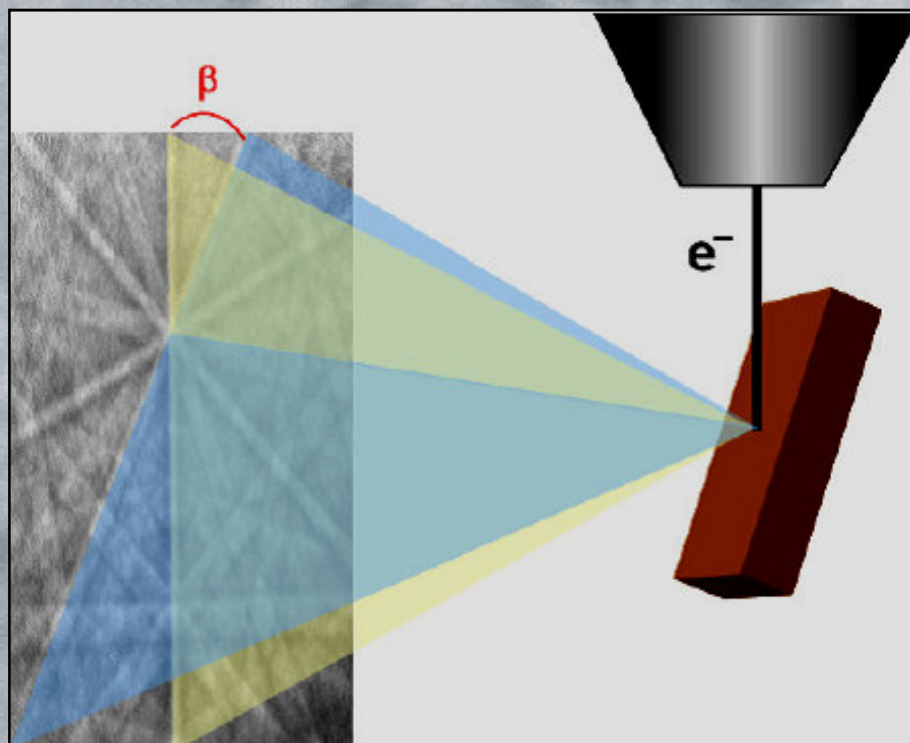
**Symulacja orientacji
kryształu mullitu**

The background of the slide is a grayscale EBSD (Electron Backscattered Diffraction) pattern. It features a complex network of intersecting lines and bands, creating a star-like or web-like appearance. The lines are more prominent in some areas, while others are fainter, suggesting different crystallographic orientations or grain boundaries. The overall texture is grainy and technical.

3. EBSD – analiza dyfrakcji

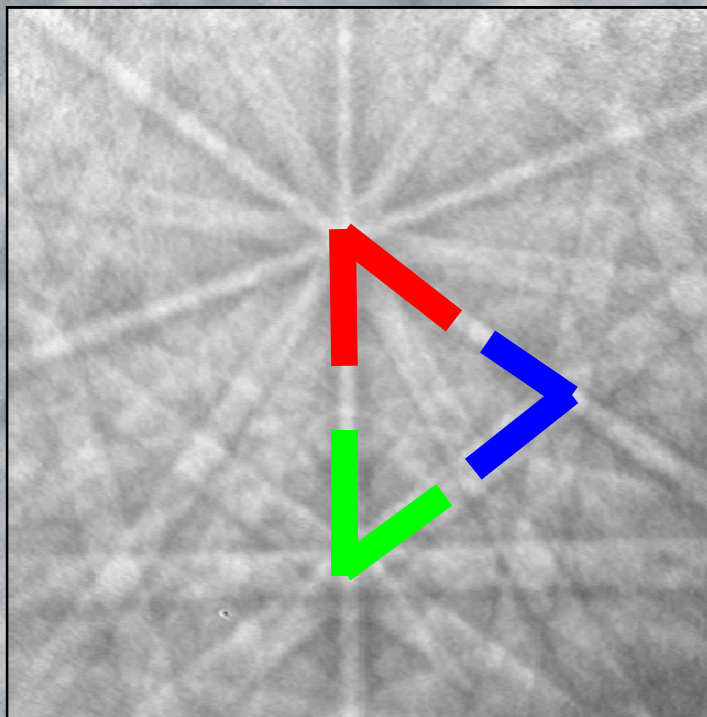
I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Przez porównanie wartości kątów pomiędzy dwoma pasmami z wartościami kątów z Tablic można zidentyfikować odpowiednie wskaźniki hkl



Angle	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$	Angle	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$
25.2	200	311	64.8	220	$3\bar{1}1$
29.5	111	311	70.5	111	$11\bar{1}$
31.5	220	311	72.5	200	131
35.1	311	$31\bar{1}$	80.0	111	$3\bar{1}\bar{1}$
35.3	111	220	84.8	311	$1\bar{3}1$
45.0	200	220	90.0	111	$2\bar{2}0$
50.5	311	$3\bar{1}\bar{1}$	90.0	200	020
54.7	111	200	90.0	200	$0\bar{2}2$
58.5	111	$31\bar{1}$	90.0	220	$1\bar{1}3$
60.0	220	202	90.0	220	$2\bar{2}0$
63.0	311	$13\bar{1}$			

**Zestaw możliwych rozwiązań dla 3
pasm Kikuchiego otrzymamy poprzez
porównanie wartości zmierzonych
kątów z realnej dyfrakcji z
wartościami z Tablic**



Angle	(hkl)1	(hkl)2
25.2	200	311
29.5	111	311
31.5	220	311
35.1	311	311
35.3	111	220
45.0	200	220
50.5	311	311
54.7	111	200
58.5	111	311
60.0	220	202
63.0	311	131
64.8	220	311
70.5	111	111
72.5	200	131
80.0	111	311
84.8	311	131
90.0	111	220
90.0	200	020
90.0	200	022
90.0	220	113
90.0	220	220

1) Identify the hkl of the high contrast bands (bands likely to be detected by the Hough transform).

200
111
220
311

2) Determine all of the symmetrically equivalent hkl 's.

200, 020, 002
111, 11 $\bar{1}$, 1 $\bar{1}$ 1, $\bar{1}$ 11
220, 2 $\bar{2}$ 0, 202, 20 $\bar{2}$, 022, 02 $\bar{2}$
311, $\bar{3}$ 11, 31 $\bar{1}$, 31 $\bar{1}$, 131, $\bar{1}$ 31, 1 $\bar{3}$ 1, 13 $\bar{1}$, 113, $\bar{1}$ 13, 1 $\bar{1}$ 3, 11 $\bar{3}$

3) Form all possible pairs.

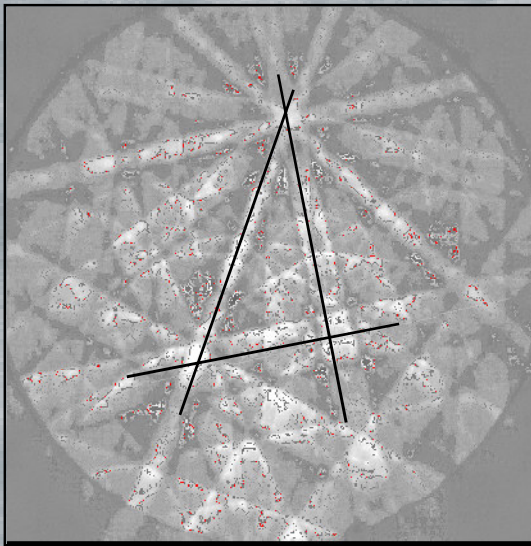
200, 020 200, 002 200, 111 200, 11 $\bar{1}$...
020, 002 020, 111 020, 11 $\bar{1}$ 020, 1 $\bar{1}$ 1 ...
002, 111 002, 11 $\bar{1}$ 002, 1 $\bar{1}$ 1 002, $\bar{1}$ 11 ...
⋮

4) Calculate the angles between the plane pairs.

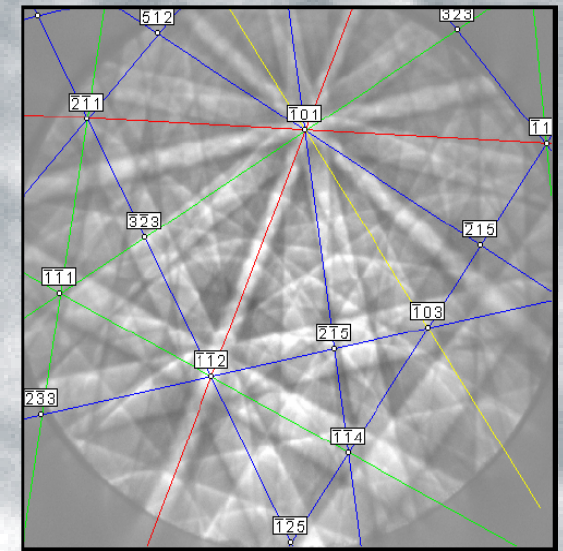
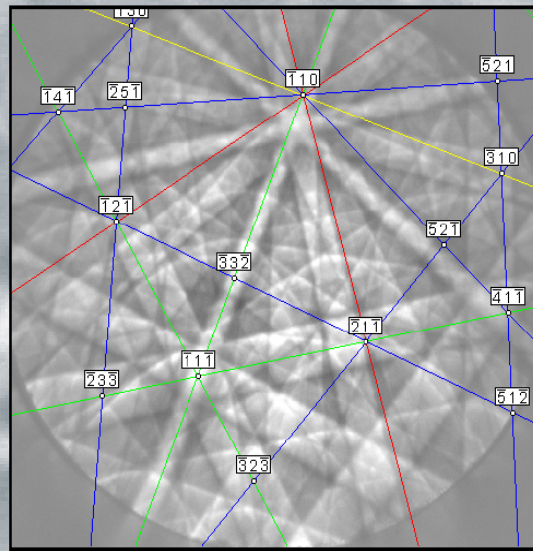
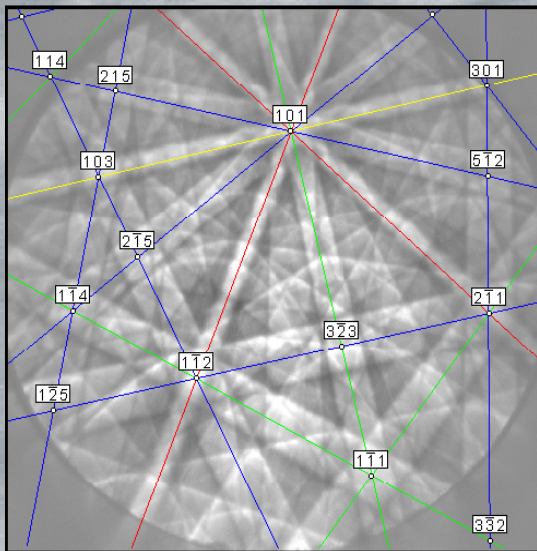
200∠020 = 90° 200∠002 = 90° 200∠111 = 54.7° 200∠11 $\bar{1}$ = 54.7° ...
020∠002 = 90° 020∠111 = 54.7° 020∠11 $\bar{1}$ = 54.7° 020∠1 $\bar{1}$ 1 = 54.7° ...
002∠111 = 90° 002∠11 $\bar{1}$ = 90° 002∠1 $\bar{1}$ 1 = 90° 002∠ $\bar{1}$ 11 = 90° ...
⋮

5) Throw out duplicates and sort.

200∠311 = 25.2° 111∠220 = 35.3° 111∠ $\bar{3}$ 11 = 58.5° 111∠11 $\bar{1}$ = 70.5°
111∠311 = 29.5° 200∠220 = 45.0° 220∠202 = 60° 200∠131 = 72.5°
220∠311 = 31.5° 311∠ $\bar{3}$ 11 = 50.5° 311∠13 $\bar{1}$ = 63.0° 111∠ $\bar{3}$ 11 = 80°
311∠ $\bar{3}$ 11 = 35.1° 200∠111 = 54.7° 220∠3 $\bar{1}$ 1 = 64.8° ⋮



**Dla zestawu 3 pasm Kikuchiego
porównanie wartości kątów pomiędzy
płaszczyznami z realnej dyfrakcji i
wartościami kątów z Tablic:
3 możliwe rozwiązania
Które jest właściwe?**

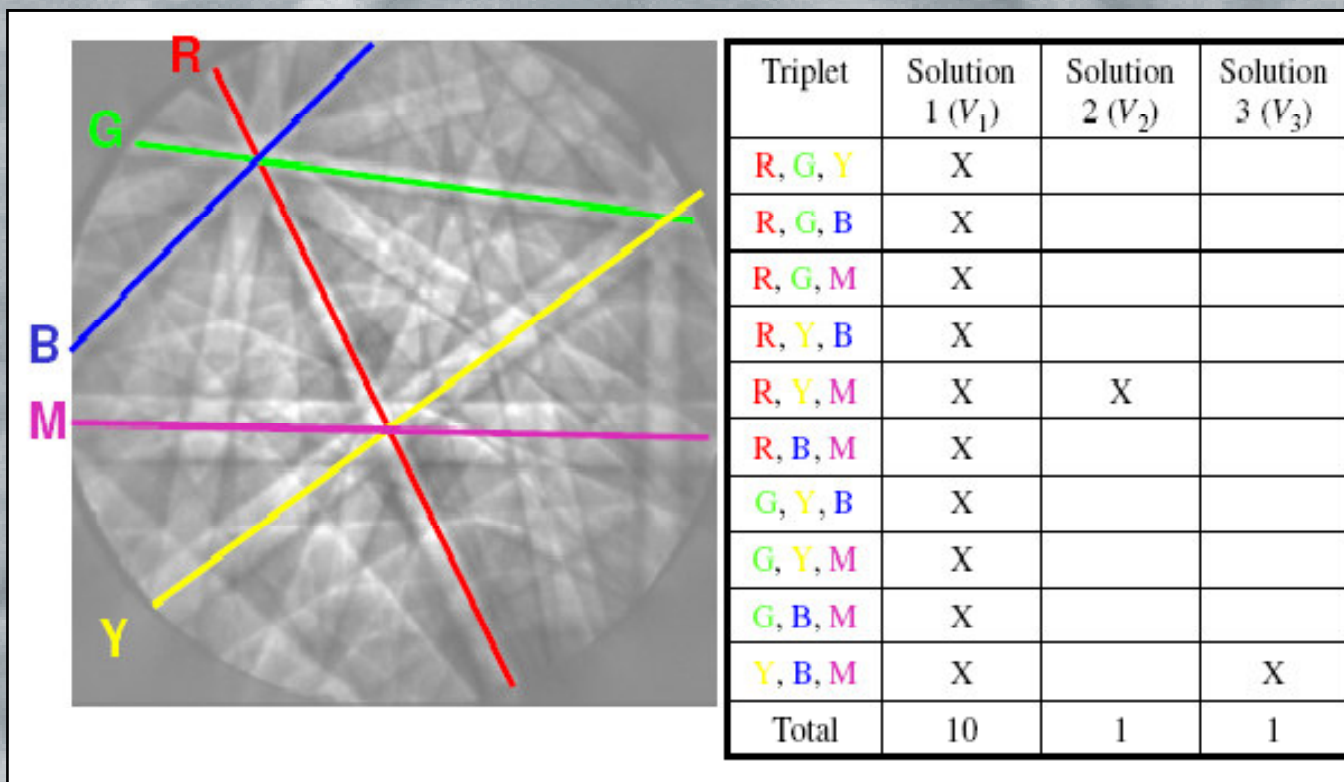


$$\# triplets = \frac{n!}{(n-3)! \cdot 3!}$$

For a given number of bands, n , used for pattern indexing, the number of band triplets is determined by this formula.

Typically 7 to 9 detected bands are used for automatic indexing.

n	# triplets
3	1
4	4
5	10
6	20
7	35
8	56
9	84



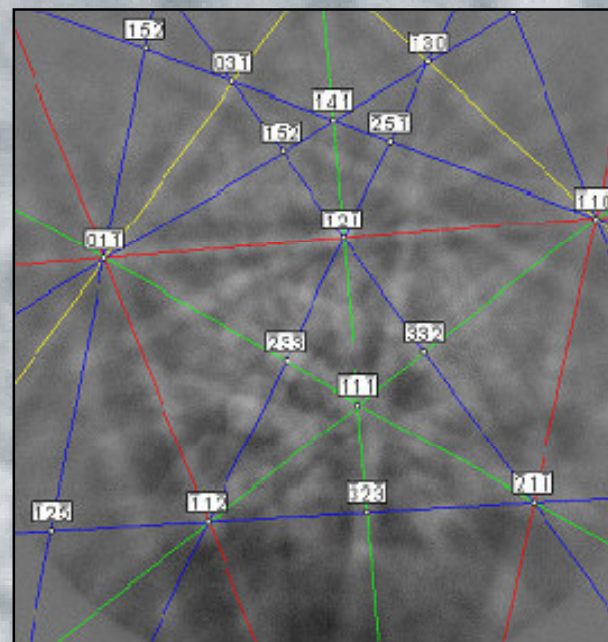
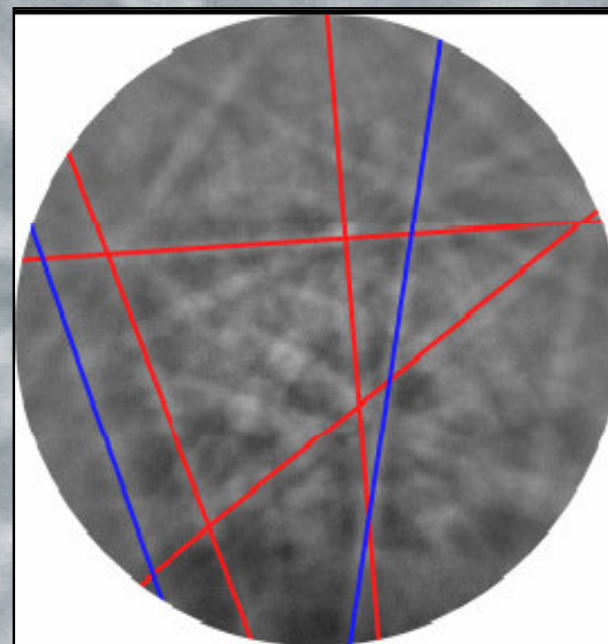
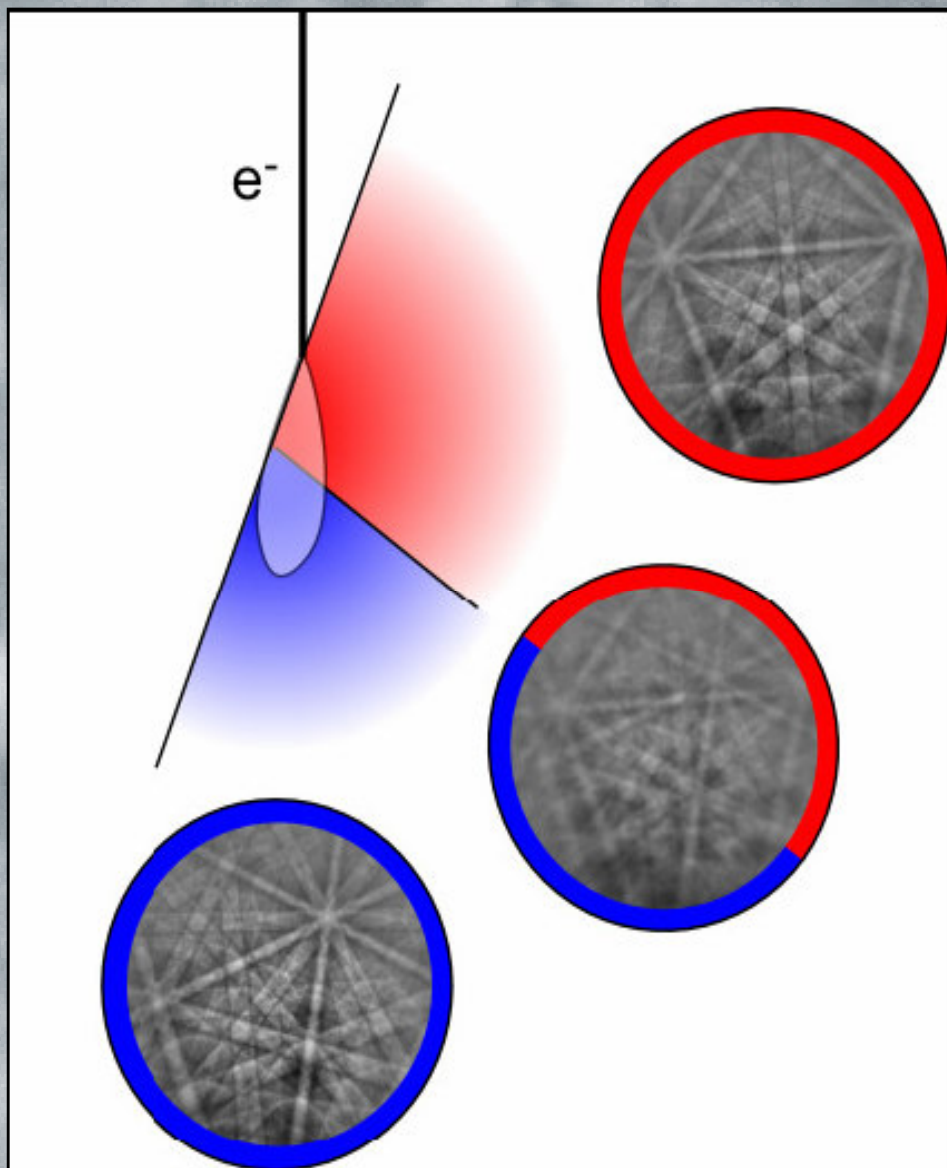
Dla zestawu 5 pasm – możliwe 10 kombinacji trójkowych

Dla 10 kombinacji trójkowych pasuje tylko rozwiązanie V_1 (10 głosów).

Po jednym głosie tylko dla rozwiązania V_2 i V_3

Confidence Index (CI - TSL);

Mean Angle of Deviation (MAD- HKL)



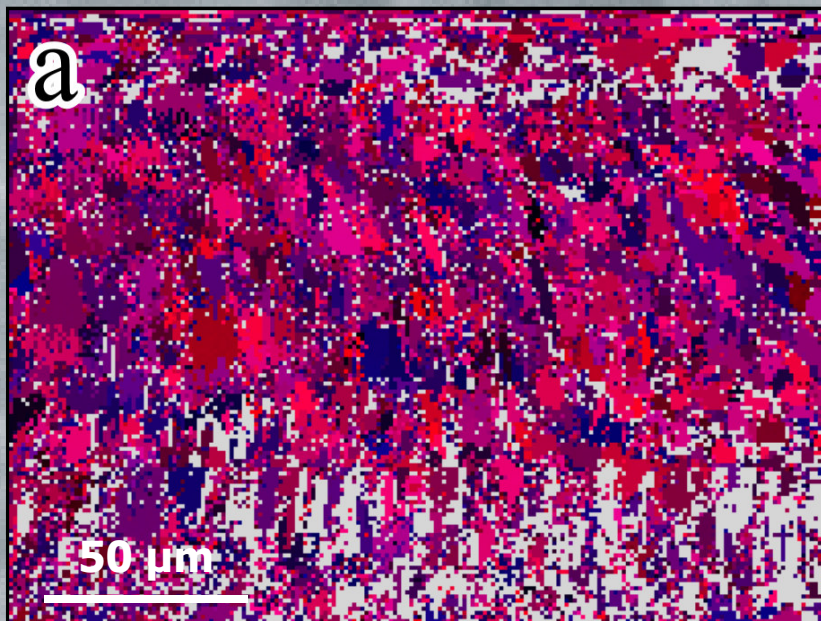
I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

The background of the slide is a grayscale Electron Backscattered Diffraction (EBSD) pattern. It features a complex network of intersecting lines and bands, creating a star-like or web-like appearance. The lines vary in intensity and orientation, typical of a polycrystalline material's microstructure.

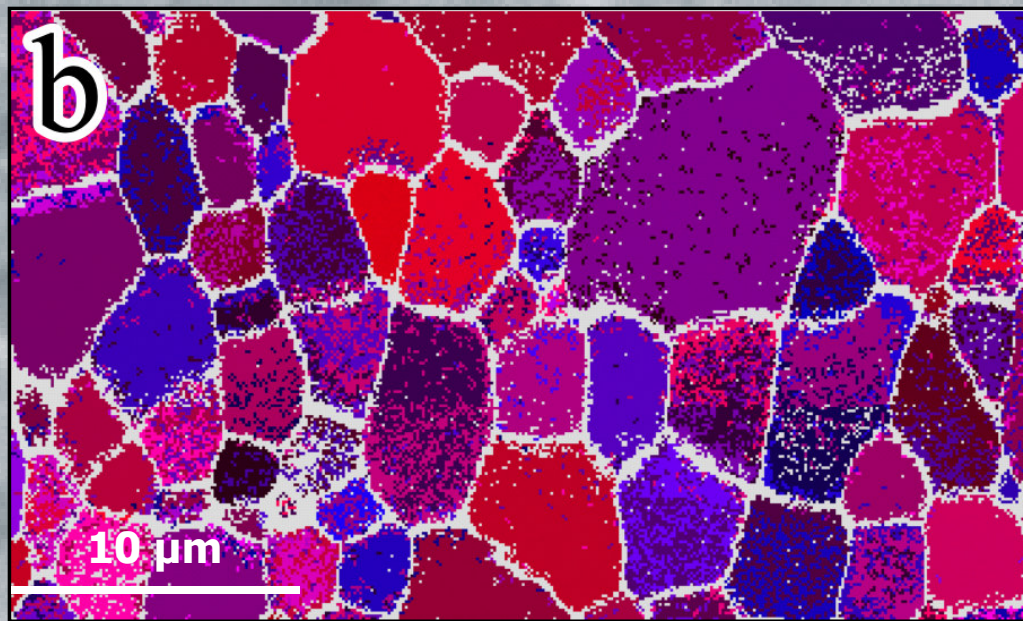
4. EBSD z materiałów nieprzewodzących

I Symposium Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Mapy orientacji otrzymane dla nieprzewodzącego ZrO_2 o symetrii regularnej

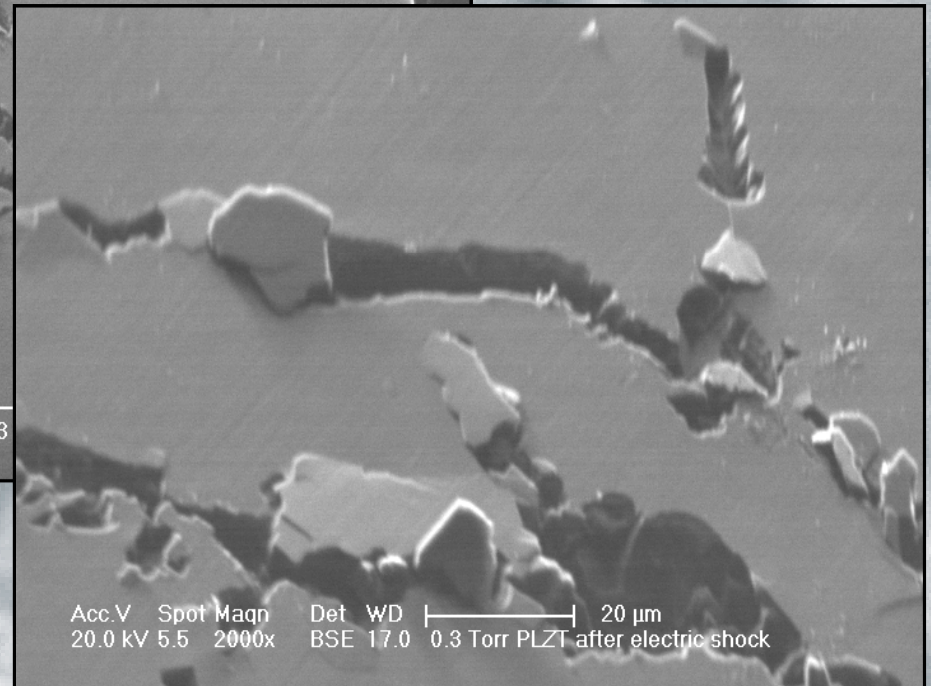
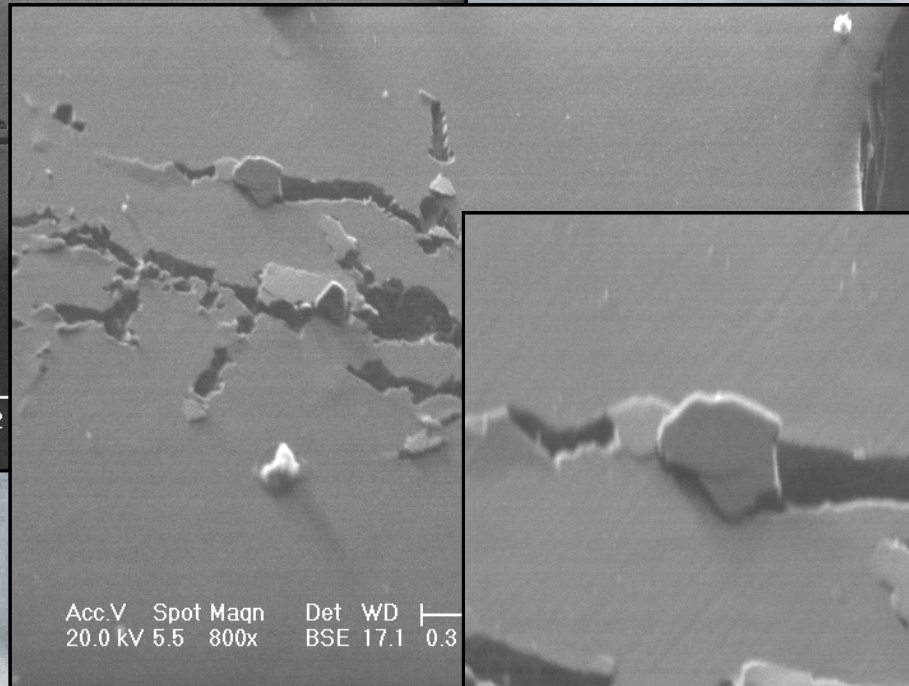
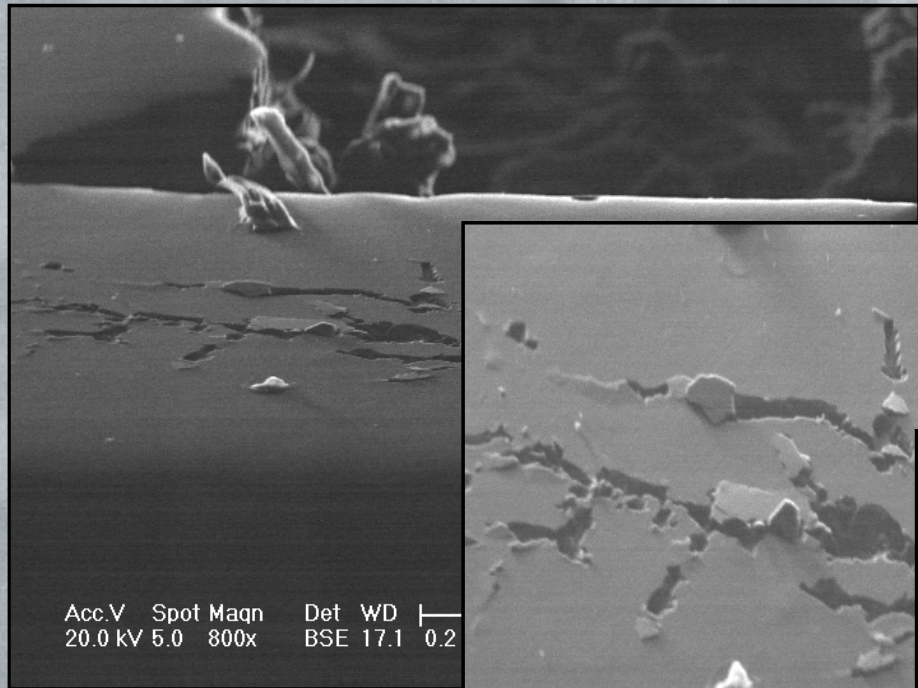


a) C-SEM
nieskompensowany
ładunek elektryczny
All Euler map

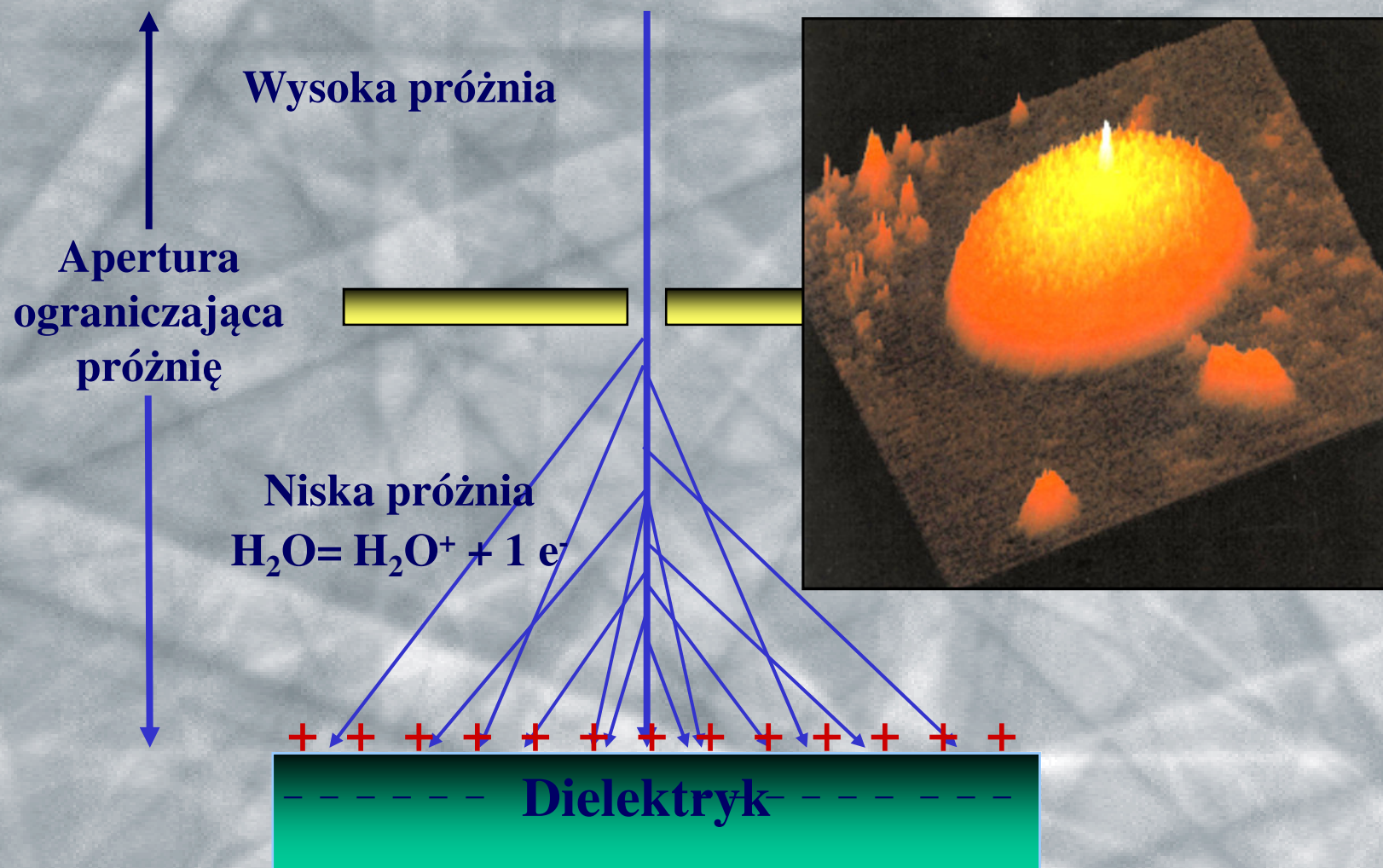


b) VP-SEM
skompensowany ładunek
elektryczny
All Euler map

Brak kompensacji ładunku – niszczenie katastroficzne w ceramice PLZT ulegającej spontanicznej polaryzacji

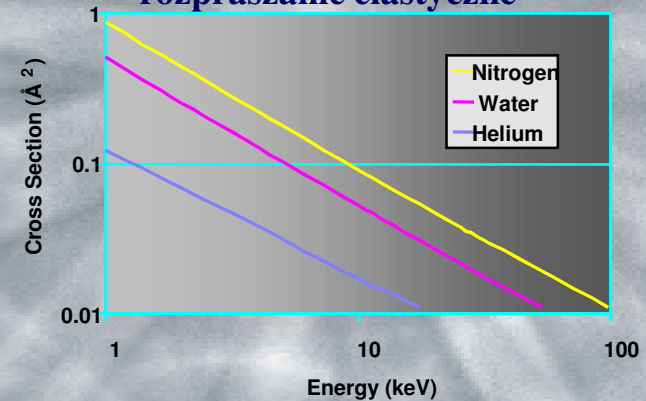
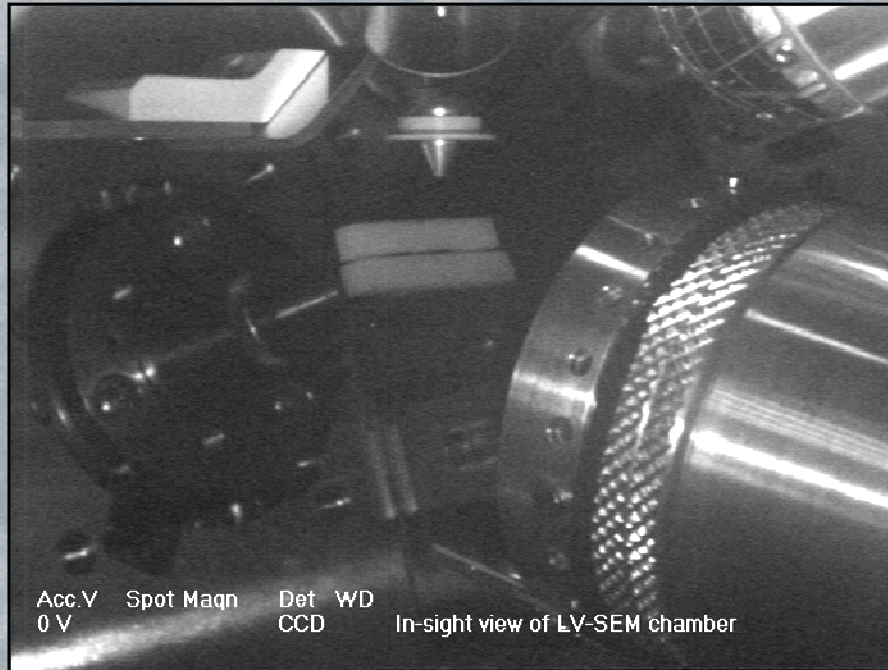


„Skirt effect”

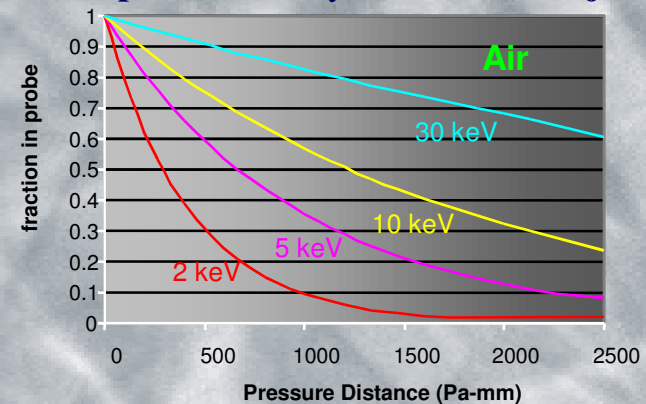


EBSD z próbek nieprzewodzących

Przekrój czynny na
rozpraszanie elastyczne



Rozpraszanie wiązki elektronowej



Szereg zmiennych:

- Ciśnienie gazu
- Rodzaj gazu
- Working Distance
- Energia elektronów wiązki
- Zdolność rozdzielcza
- Ładunek elektryczny w próbce

Należy stosować:

a) jak najniższe ciśnienie gazu,

b) jak najmniejszą odległość próbka-

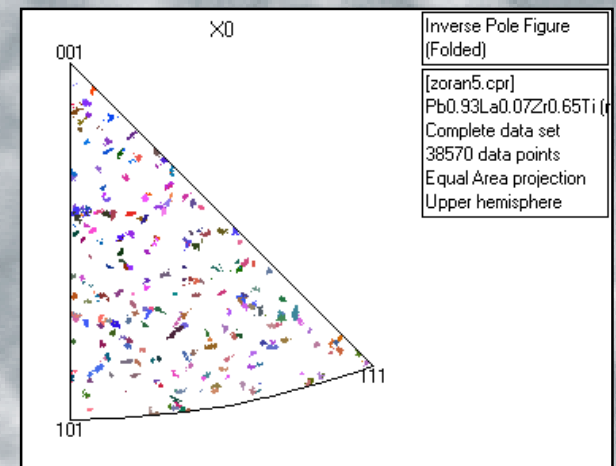
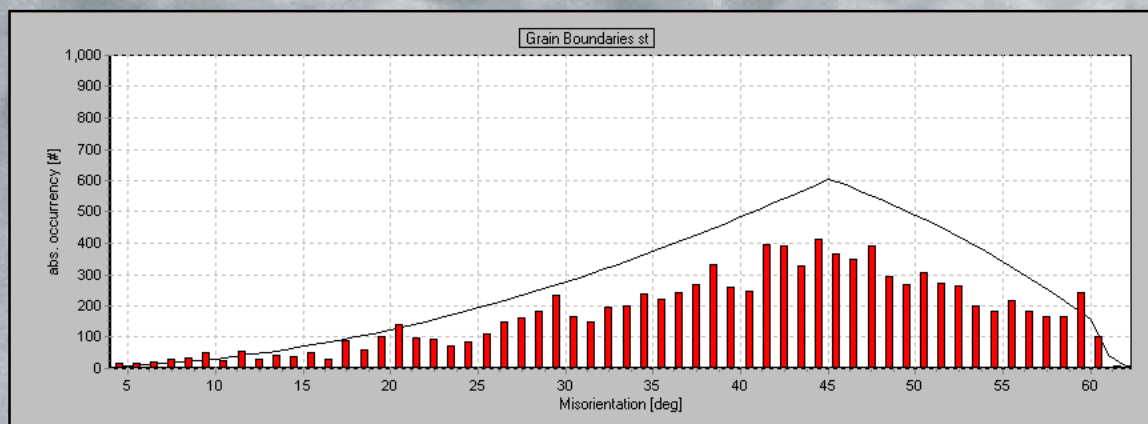
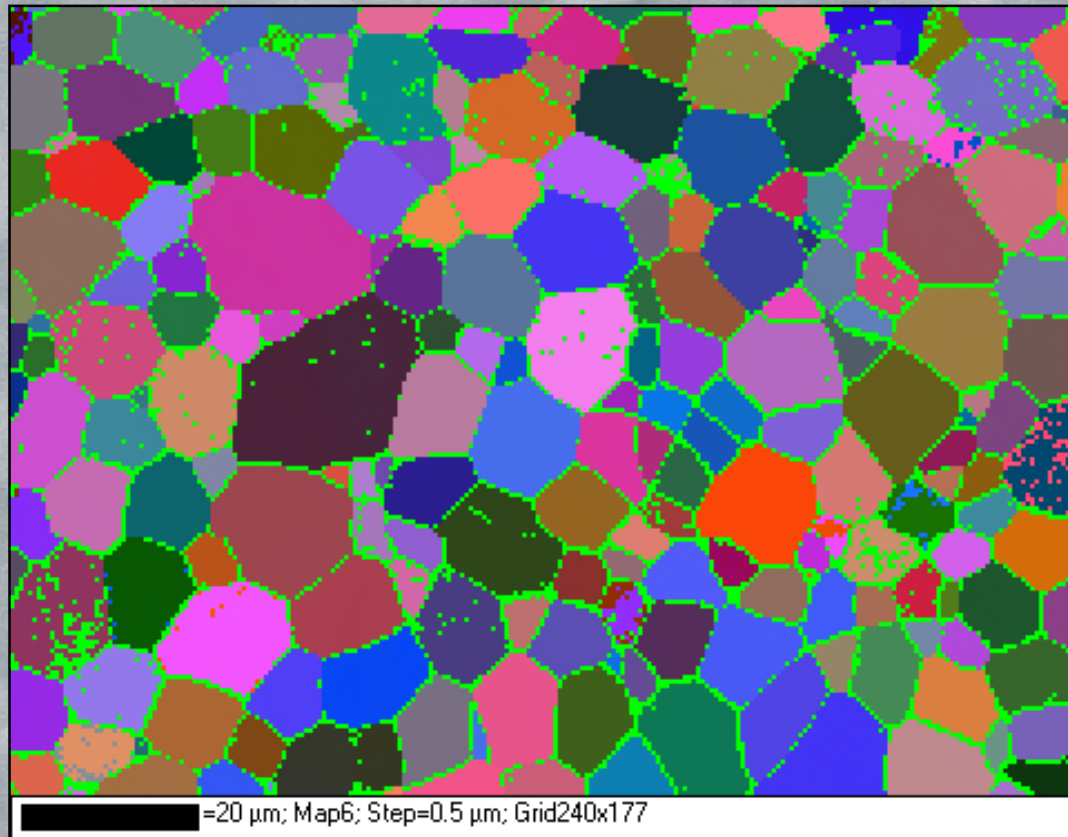
nabiegunnik obiektywu (WD –Working distance)

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

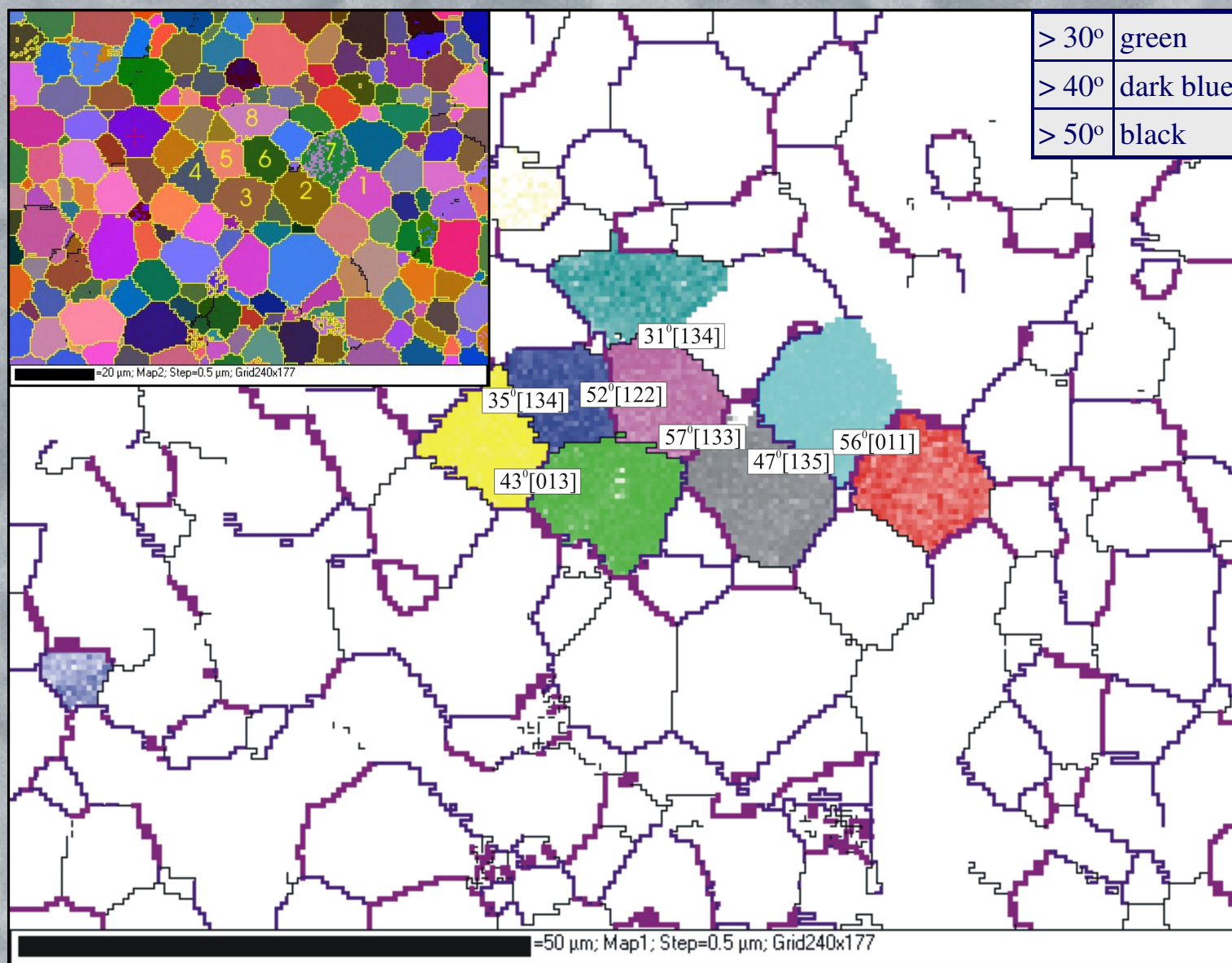
Ceramika PLZT

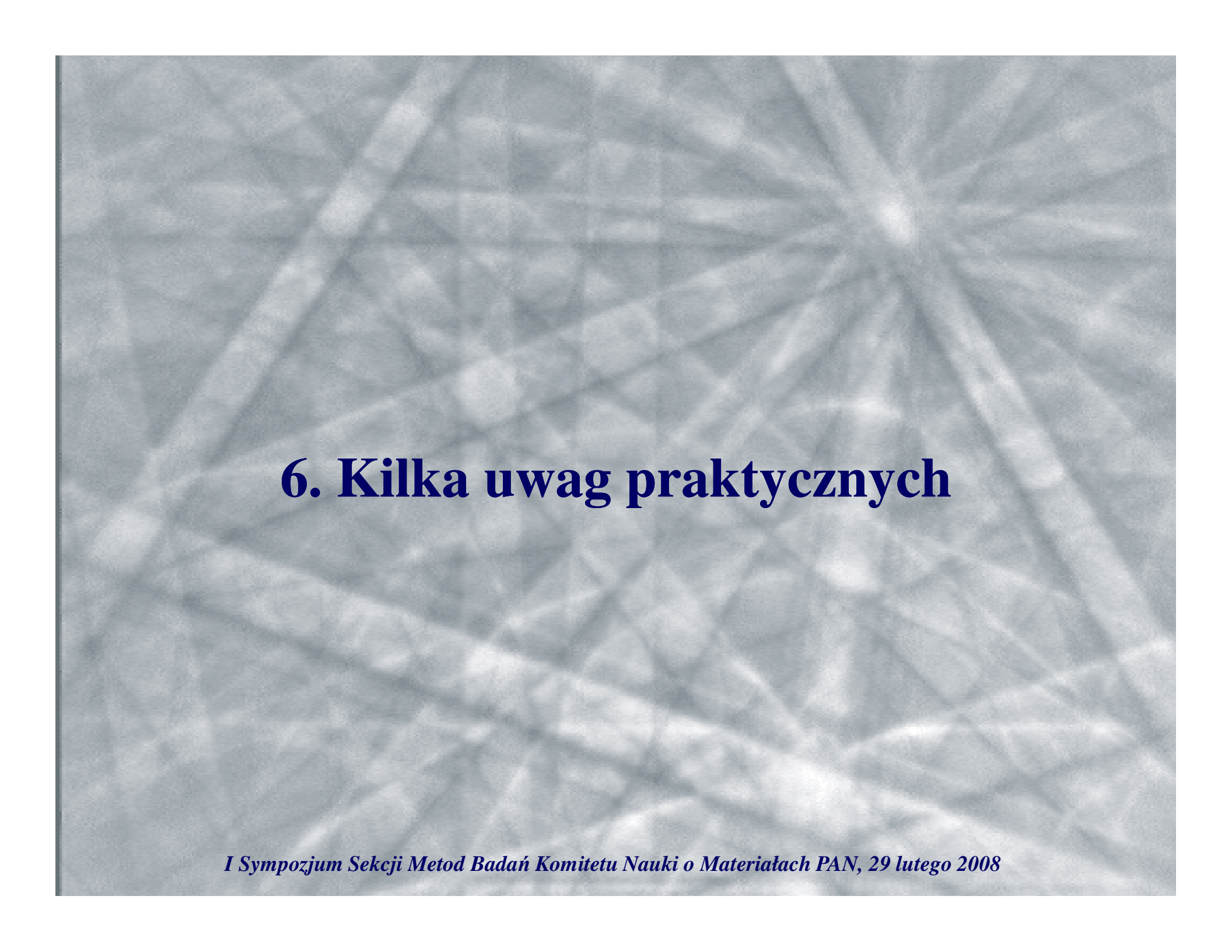
$\text{Pb}_{1-3x/2}\text{La}_x\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$ dla $x = 0.08$
(PLZT 8/65/35)

91% rozwiązanych
dyfrakcji



IPF – ziarna przypadkowo
zorientowane





6. Kilka uwag praktycznych

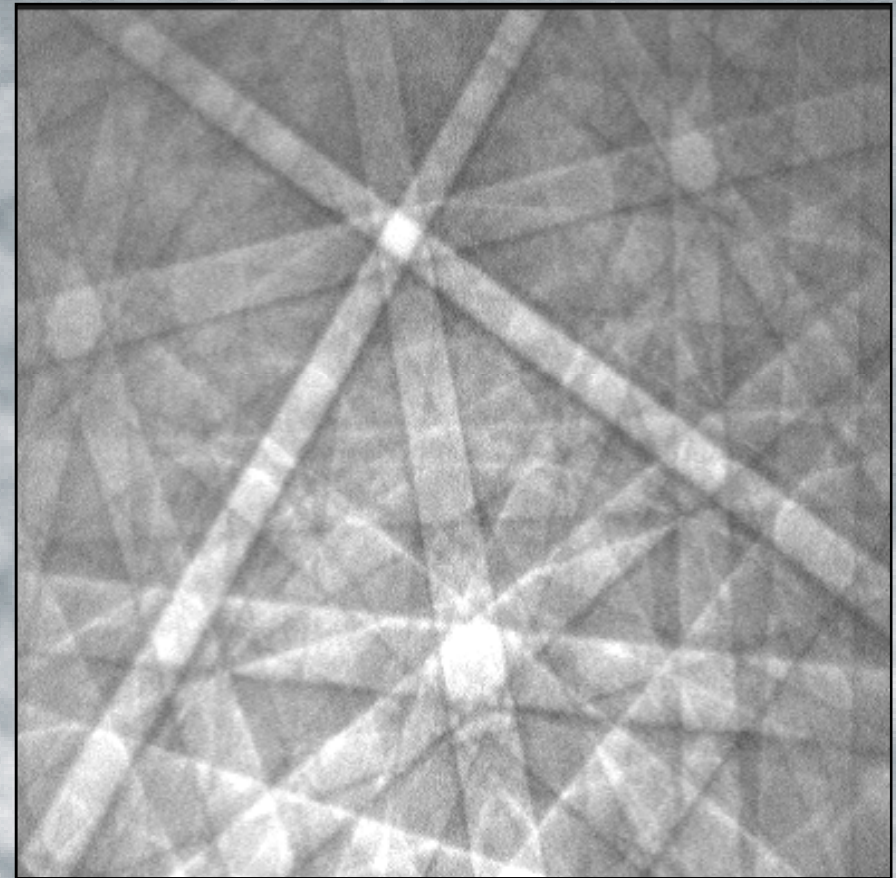
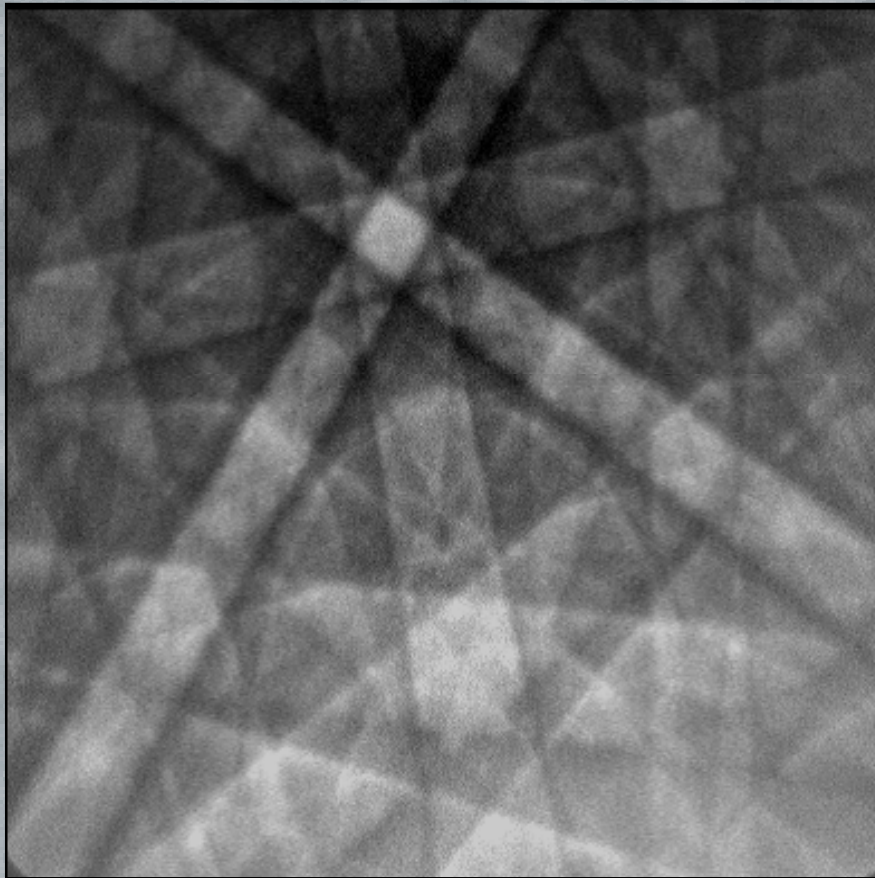
I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

$$w \approx 2l\theta$$

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta = 2d_{hkl} \theta$$

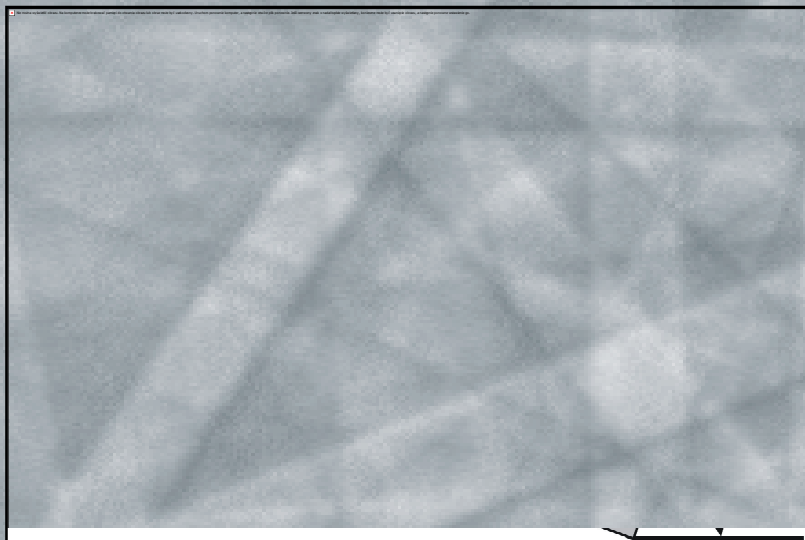
$$w \approx \frac{2l\lambda}{d} \quad \text{gdzie : } l - \text{odleglosc probka} - \text{ekran}$$

Wpływ napięcia przyspieszającego



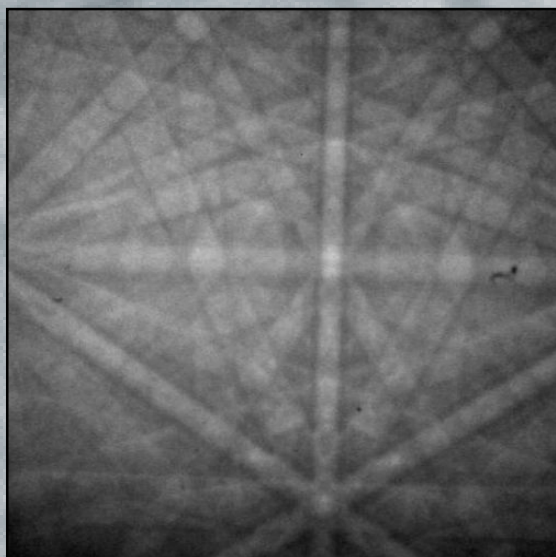
EBSD z Si przy 10 kV i 30 kV

Pattern Centre – dlaczego pochylamy próbkę o 70°?

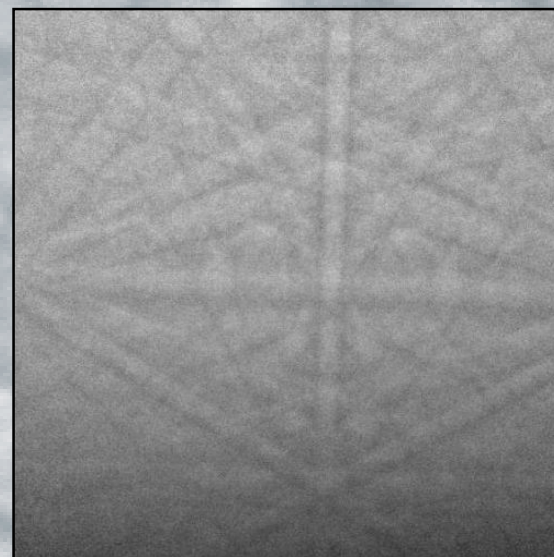


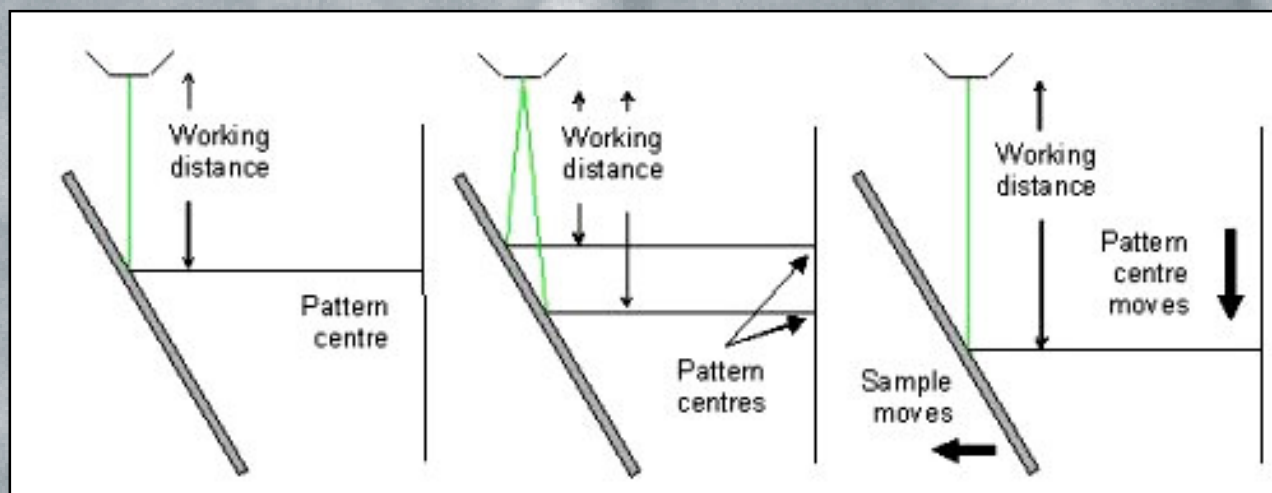
Pattern Centre (PC)
**Punkt na ekranie
luminoforu leżący najbliżej
źródła elektronów
generującego dyfrakcje**

70°

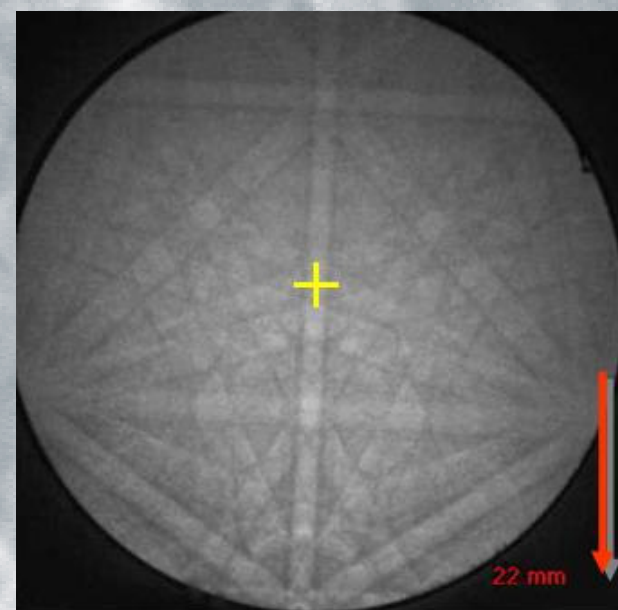
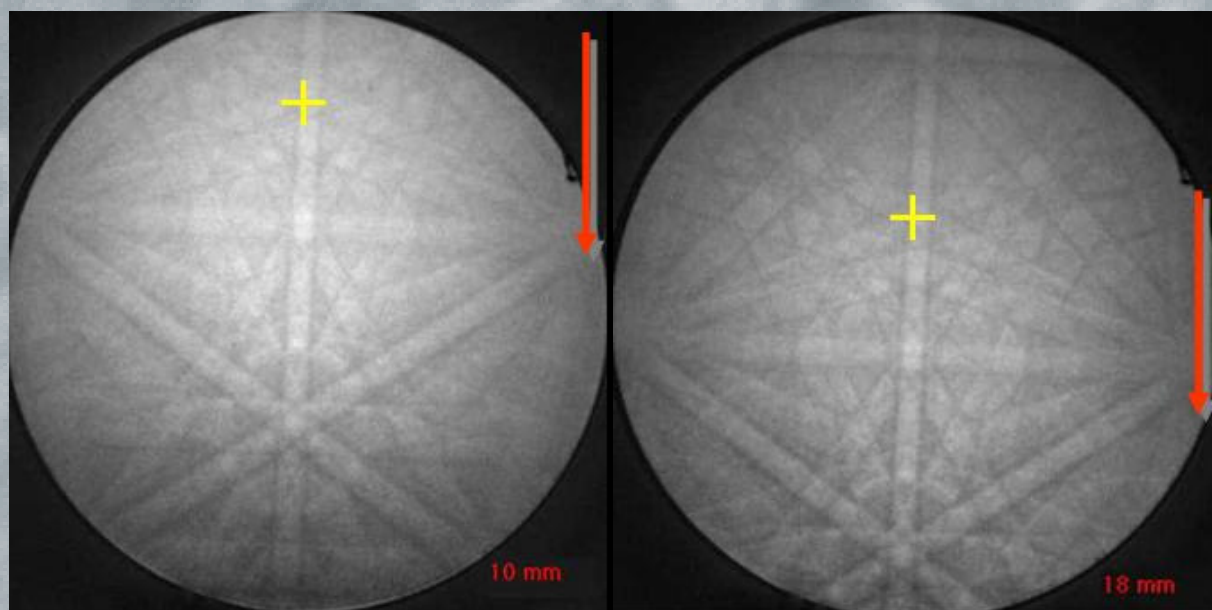


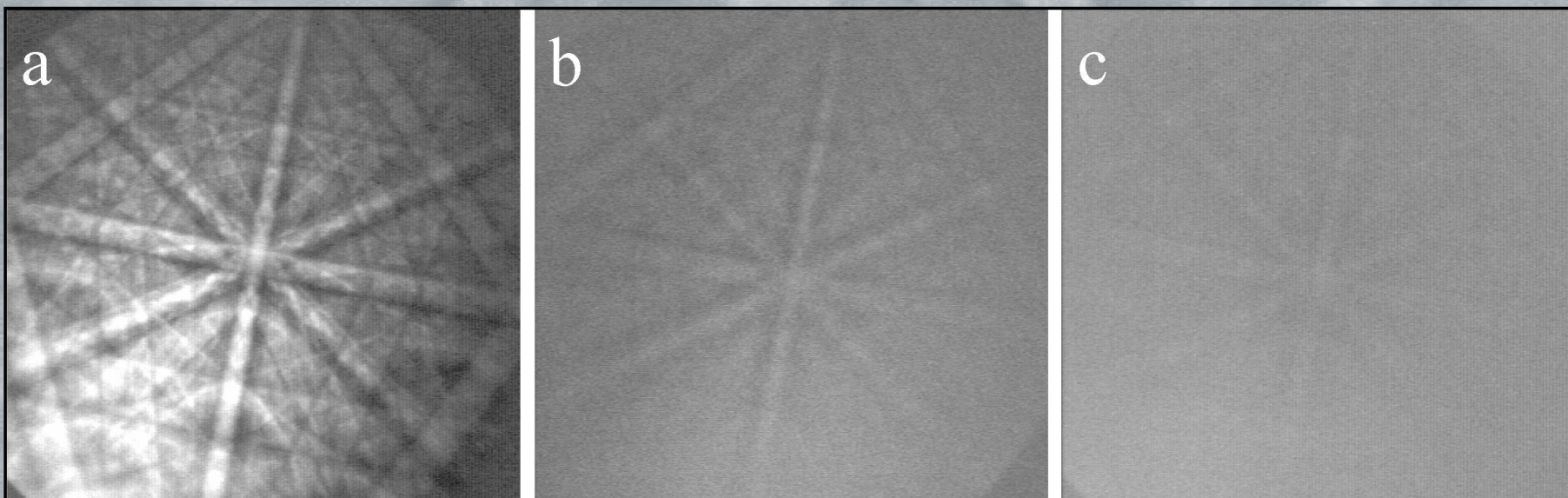
50°



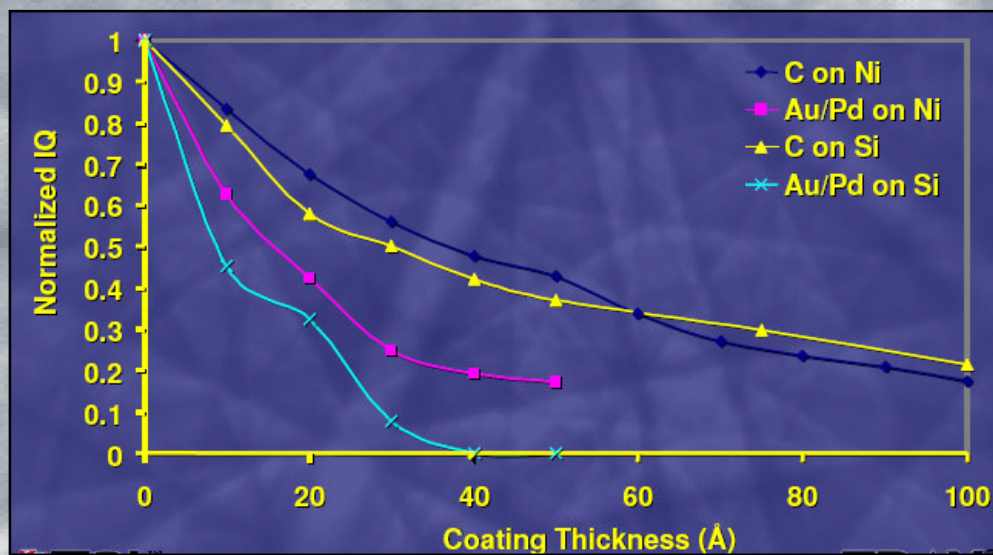


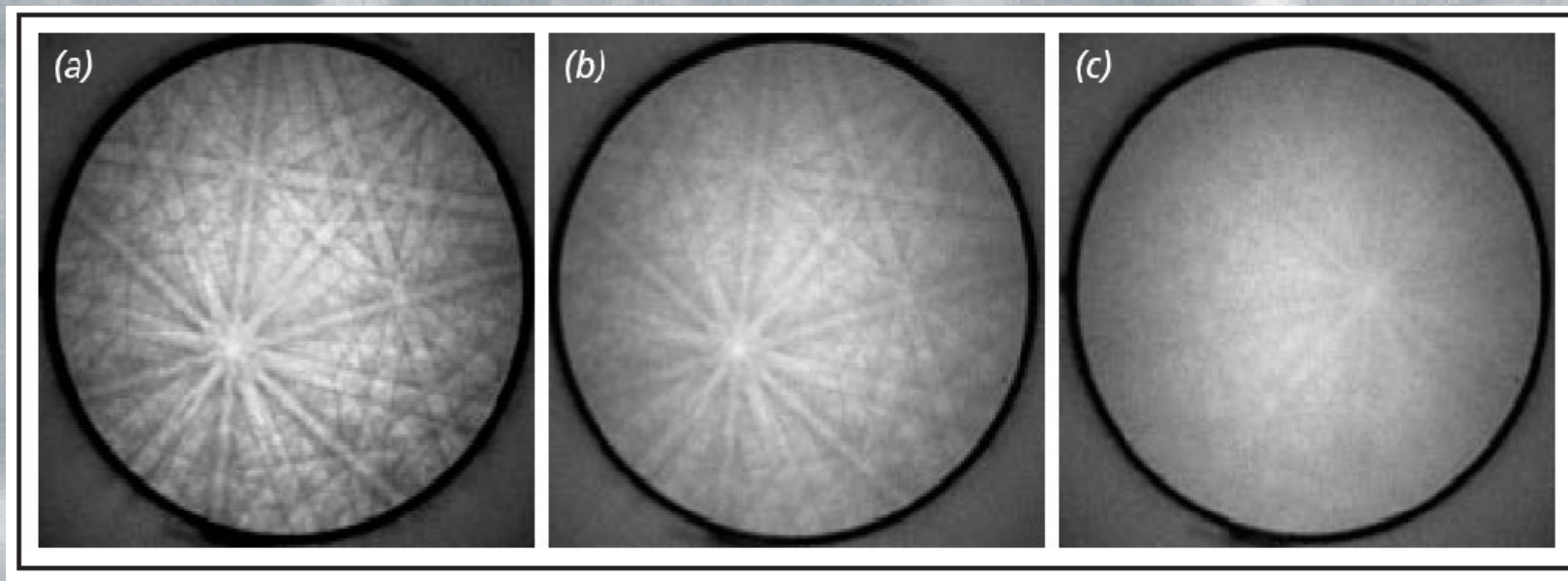
Gdy zmienia się
WD (*Working Distance*) ulega
zmianie położenie
PC (*Pattern Centre*)





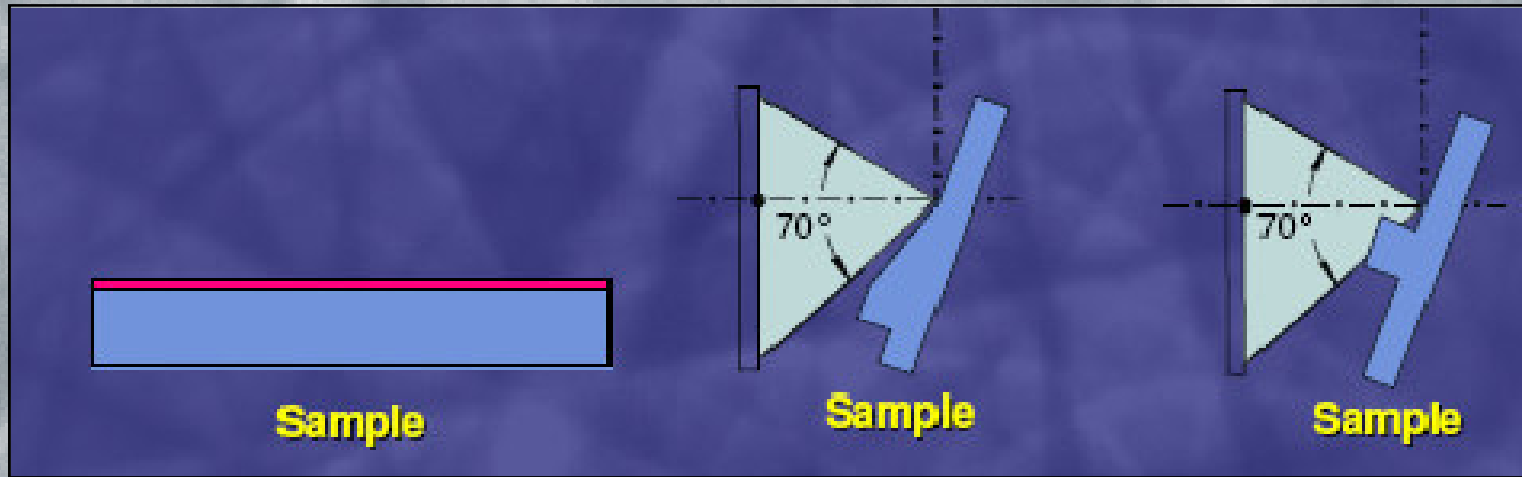
Wpływ warstwy napyłanej na jakość dyfrakcji uzyskanej z monokryształu NiO
a) brak napyłania, b) napyłanie węglem, c) napyłanie złotem





Wpływ ciśnienia gazu na jakość dyfrakcji uzyskanej z Pt
a) 0.05 tora, b) 0.5 tora, c) 1.0 tora

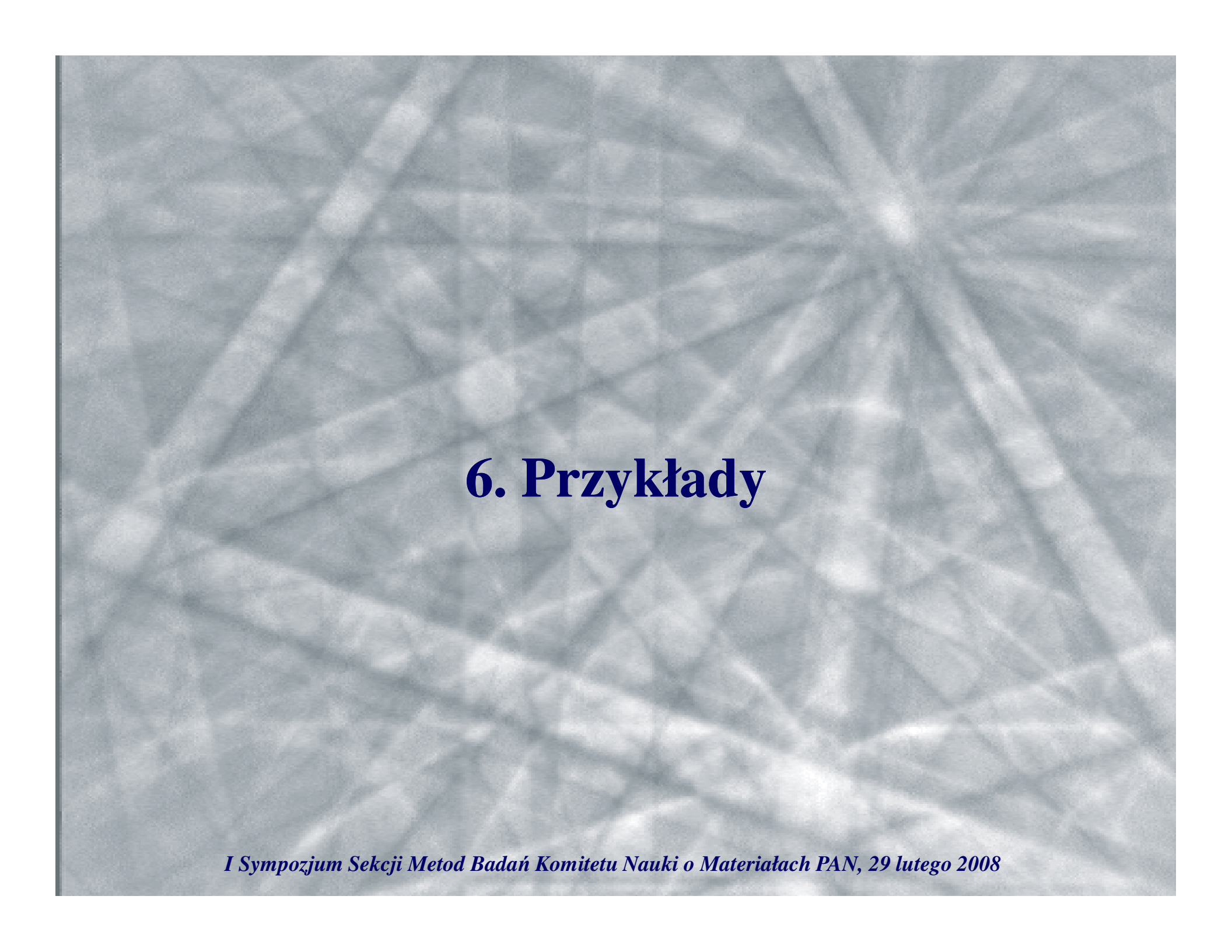
Przygotowanie próbek do badań



Wskazówki dotyczące przygotowania powierzchni

Ponieważ informacja pochodzi z głębokości ~50 nm, dlatego:

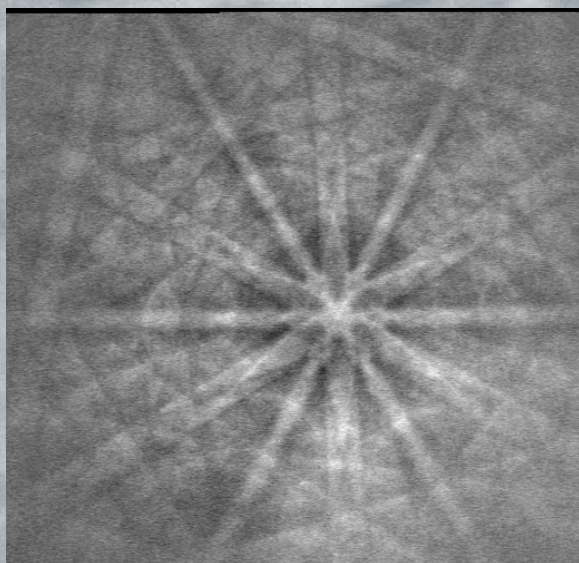
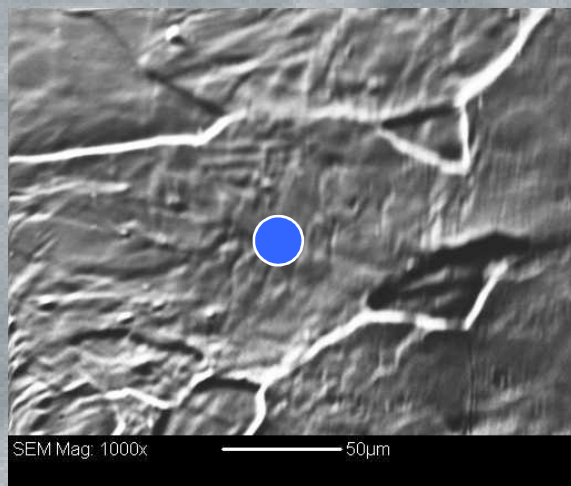
- Ciągłość struktury krystalograficznej aż do powierzchni
- Brak warstwy zdeformowanej, tlenkowej, napylonej
- Gładka powierzchnia bez wypukłości („*shadowing*”)



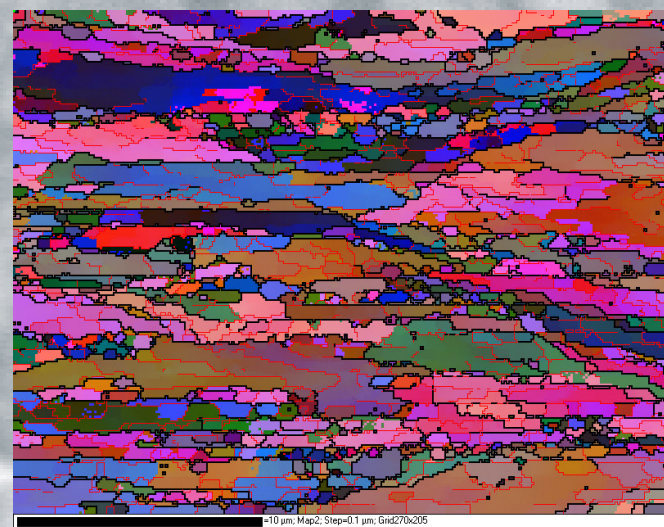
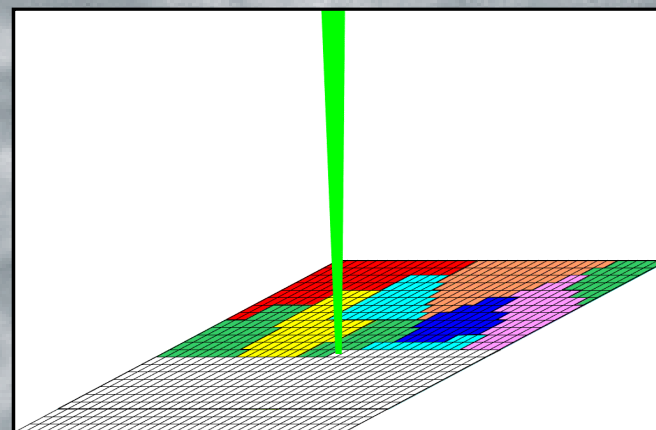
6. Przykłady

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Analiza punktowa

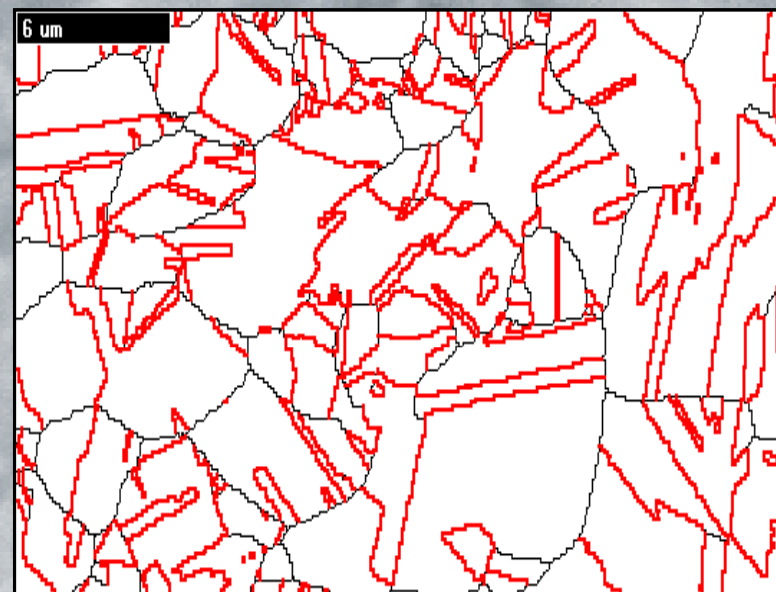


Skanowanie wiązką elektronową/ stolikiem goniometrycznym



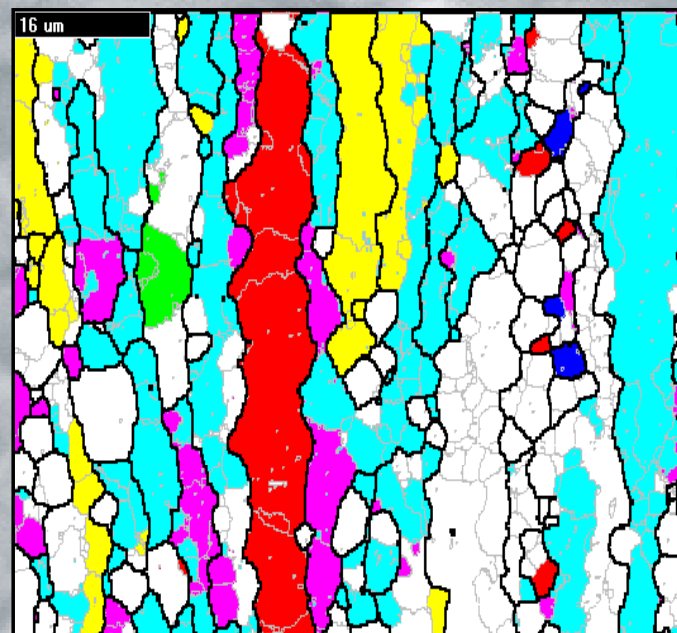
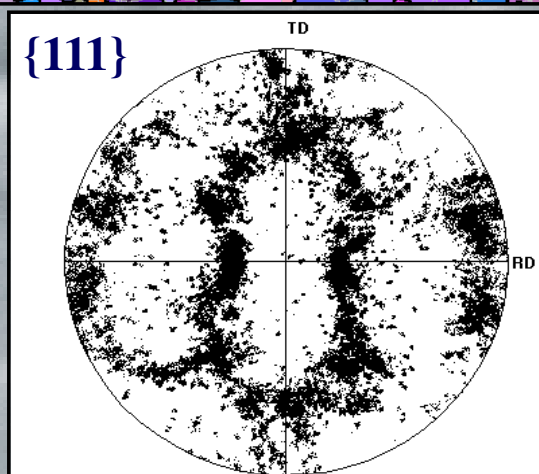
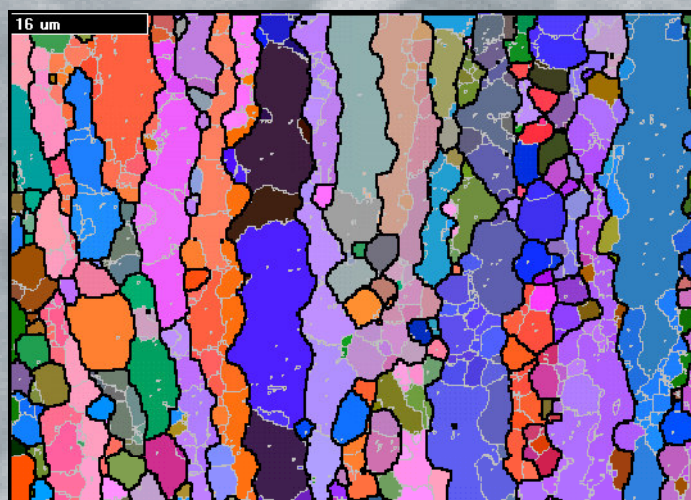


**Granice międzyziarnowe w
mosiądzu
All Euler Map**



**Granice CSL (Coincidence Site
Lattice) w mosiądzu
 $\Sigma 3$ (granice bliźniacze) – 67%**

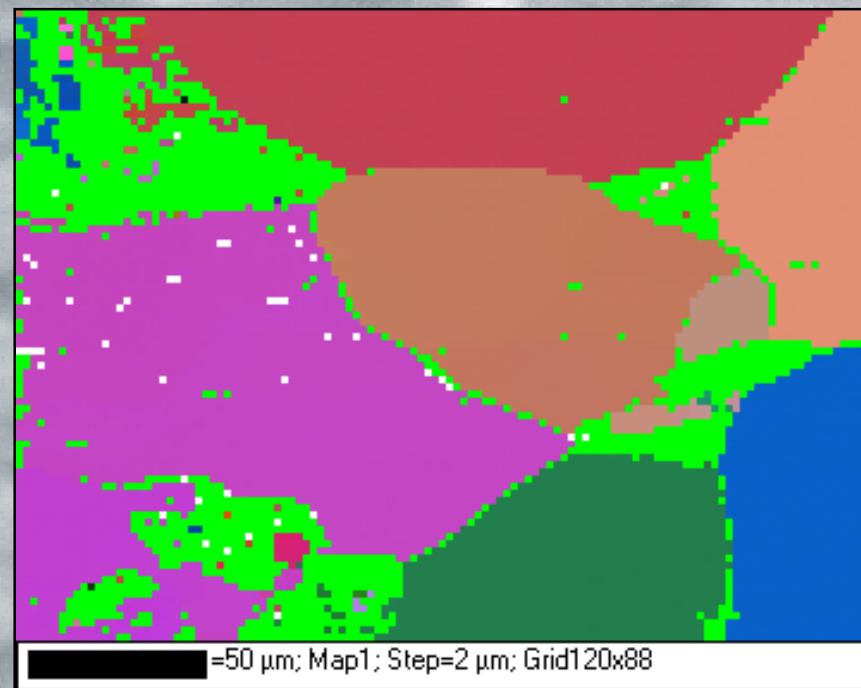
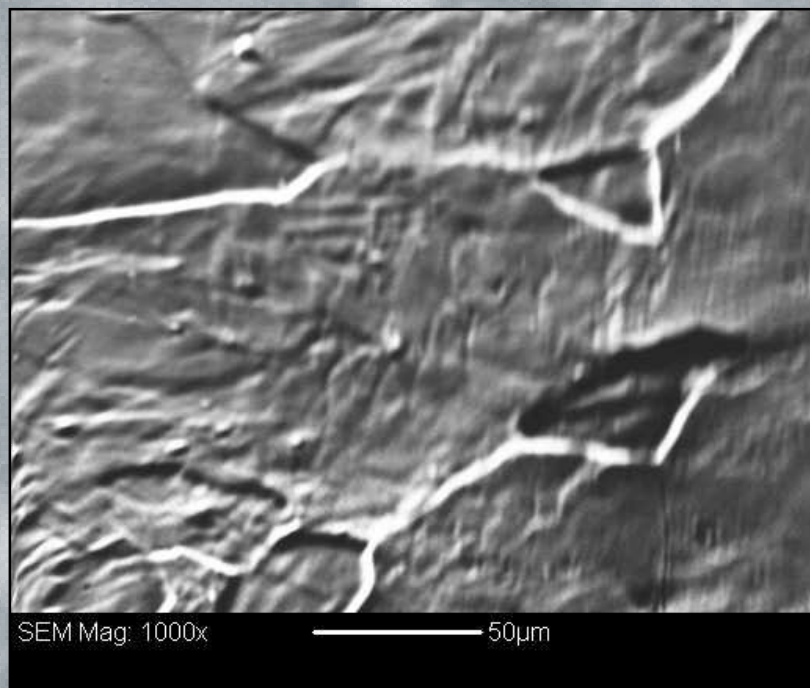
Analiza tekstury

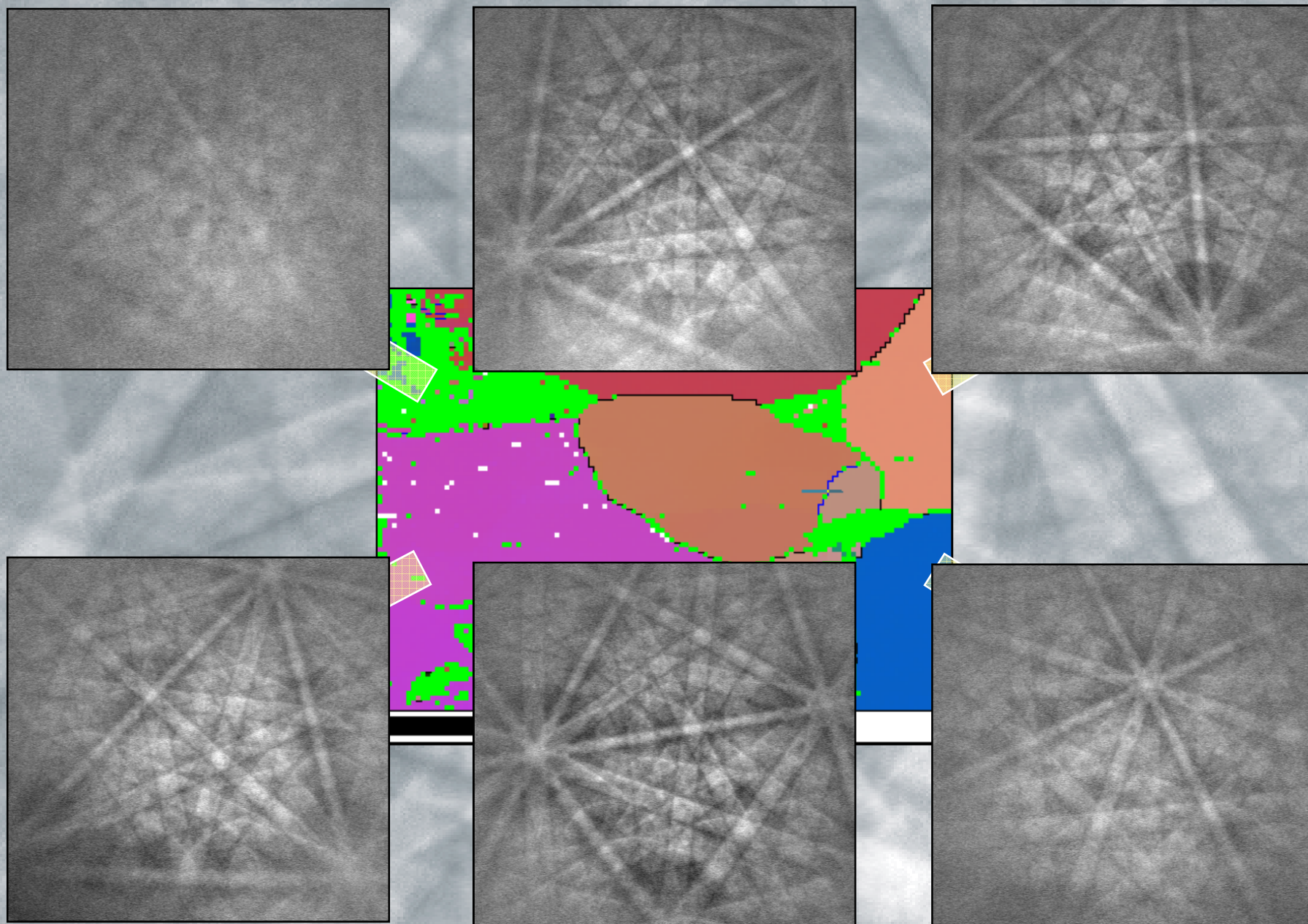


- Brass {011}<112>
- Copper {112}<111>
- Cube {001}<100>
- Goss {011}<100>
- P {011}<122>
- S {123}<634>

Stop AA5182 walcowany na gorąco

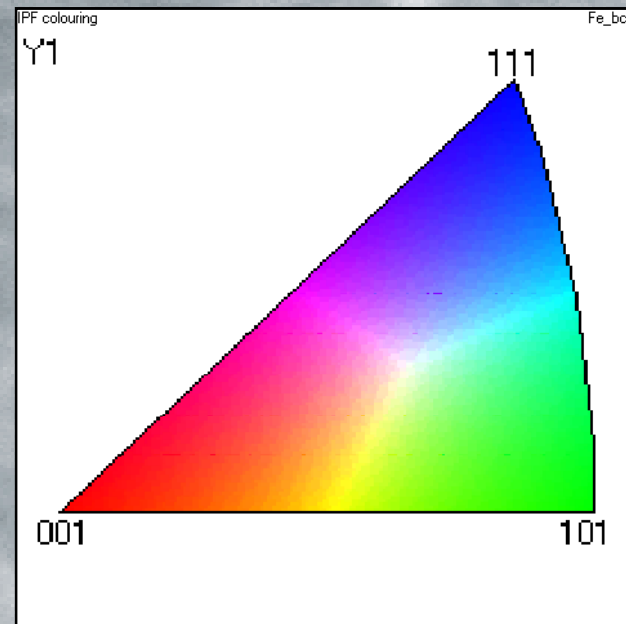
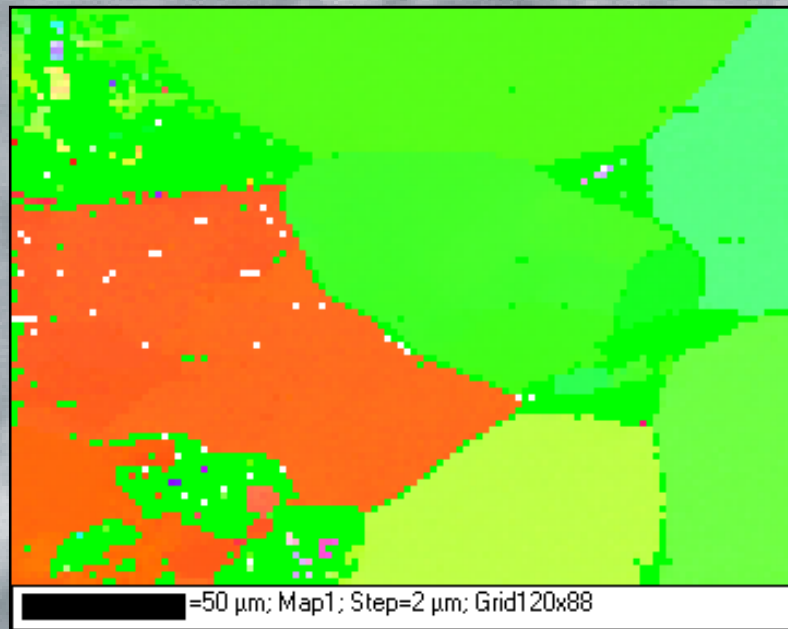
Fe0.05wt% C 725°C 554h





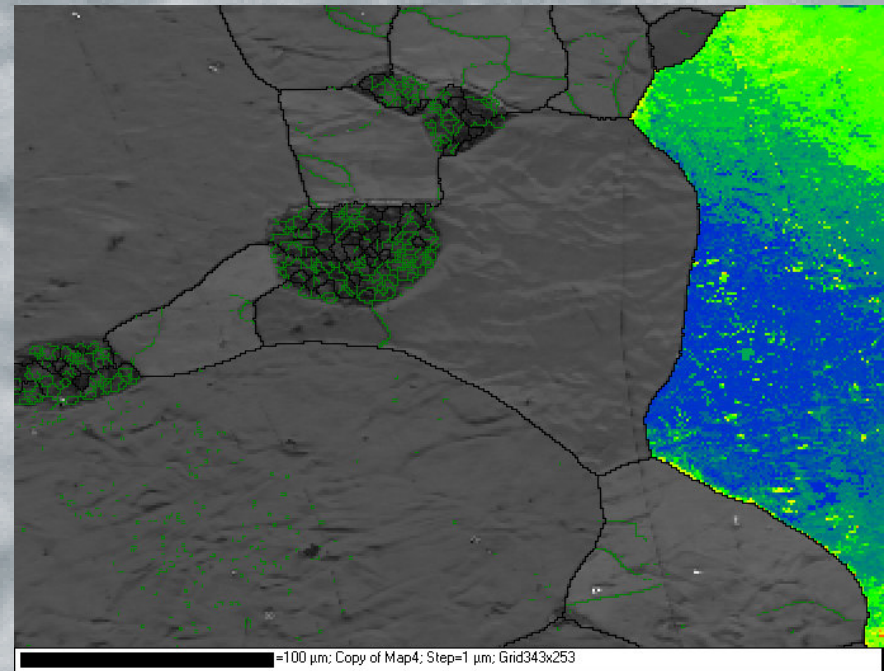
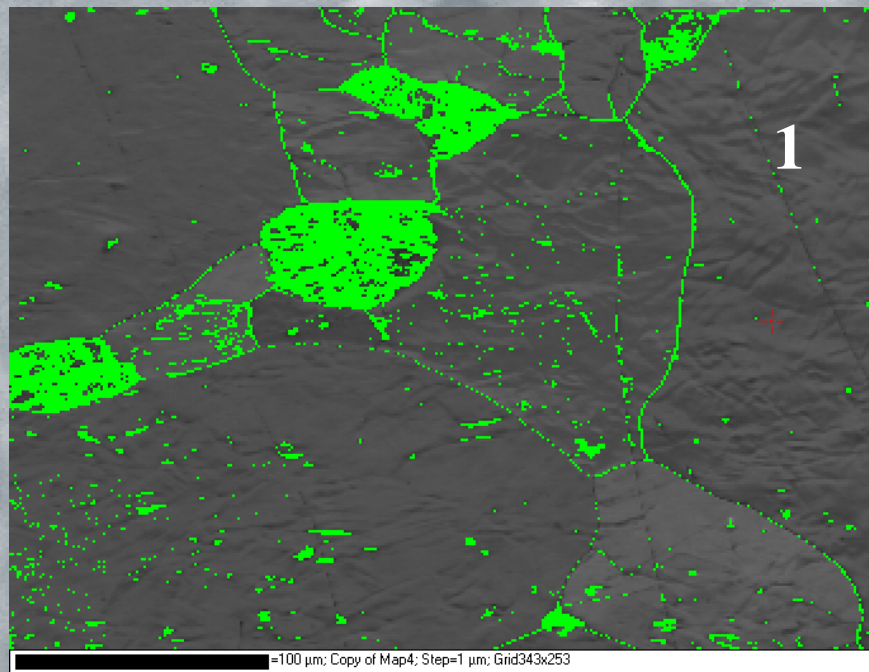
I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Fe0.05wt% C 725°C 554h



Mapa IPF (*Inverse Pole Figure Map*)
Kodowanie kolorów wskazuje kierunek kryształu
równoległy do kierunku referencyjnego

Fe0.05wt% C 725°C 554h



Mapa TC (*Texture Component Map*)

Idealna orientacja ziarna 1:

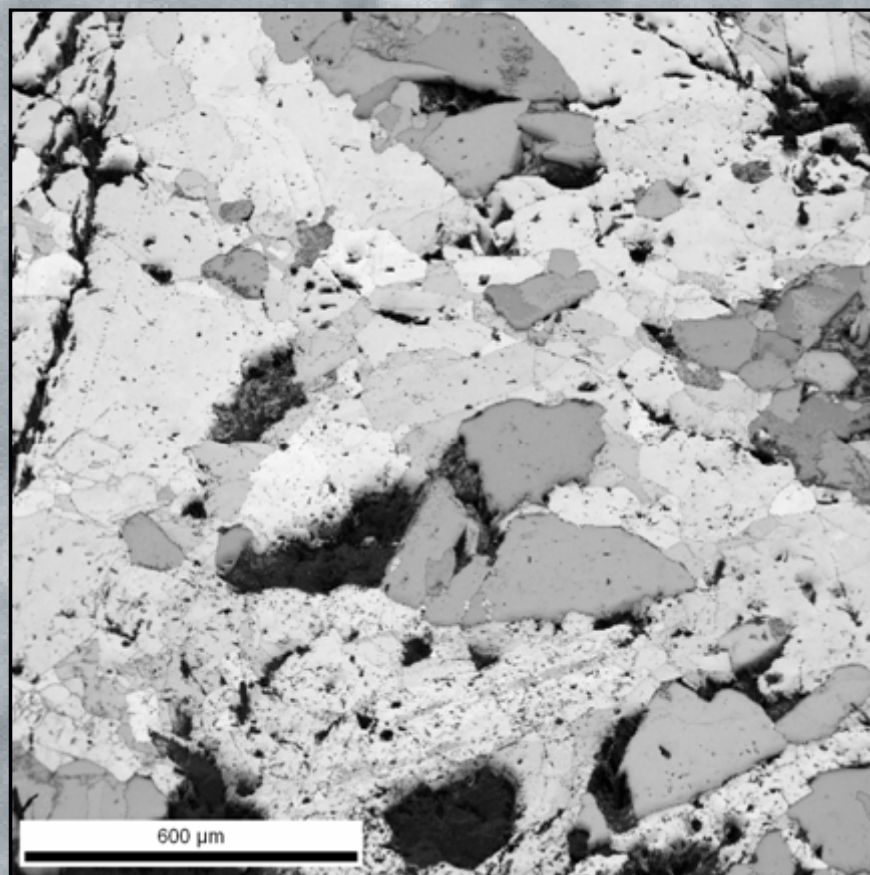
$$\varphi_1=130.6^\circ, \Phi=40.1^\circ \varphi_2=67.0^\circ,$$

odchylenie od idealnej orientacji 1°

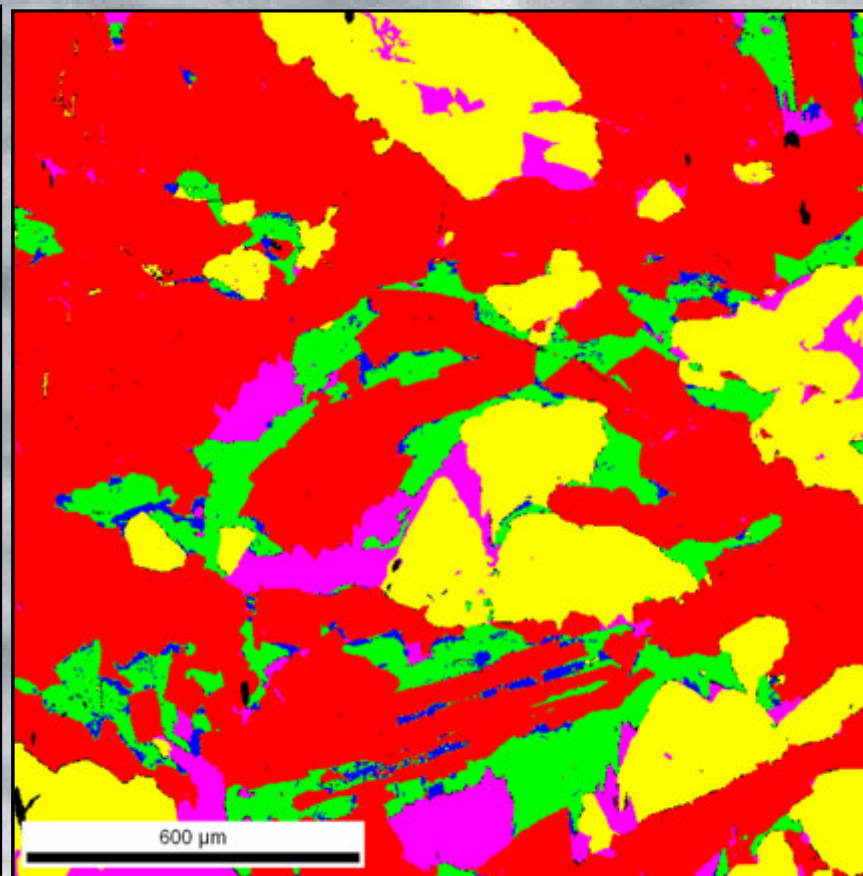
I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Szmergiel (skała zawierająca korund i magnetyt)

mapa BC (*Band contrast*)

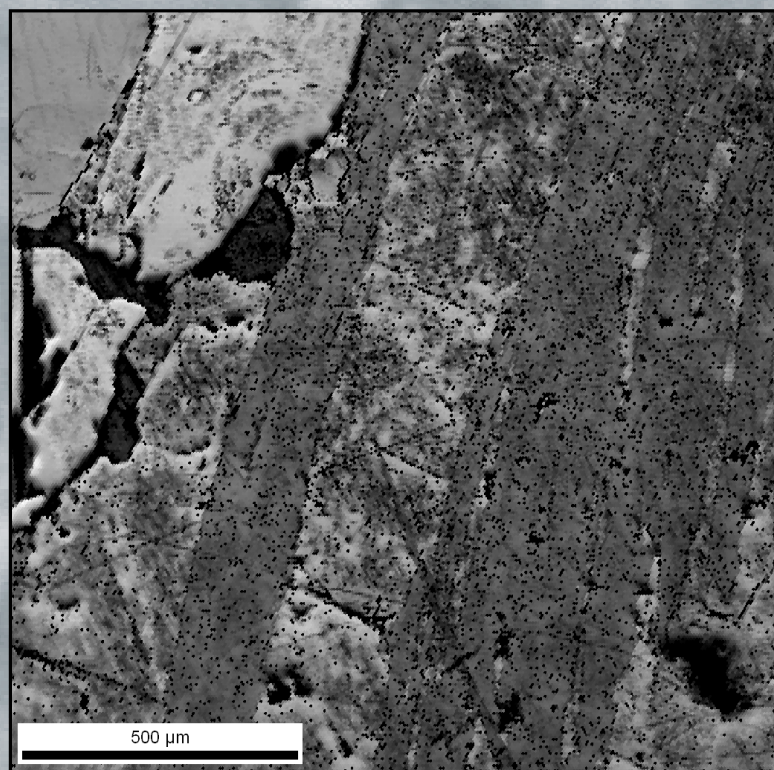


mapa fazowa

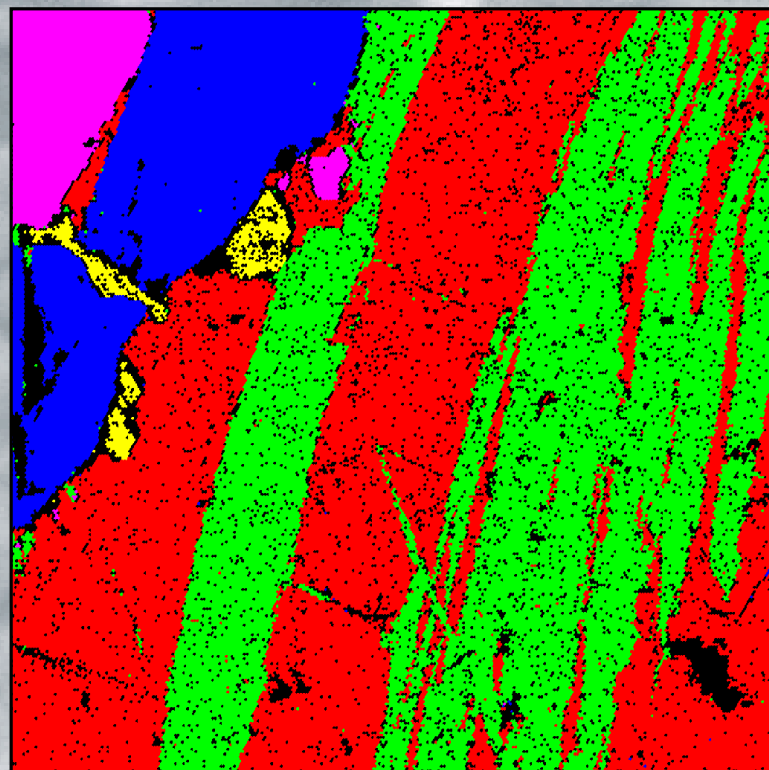


Phase	
■	Fe ₃ O ₄
■	FeTiO ₃
■	Al ₂ O ₃
■	TiO ₂
■	Magnesium Iron Aluminum Silicate Hydroxide

mapa BC (*band contrast*)



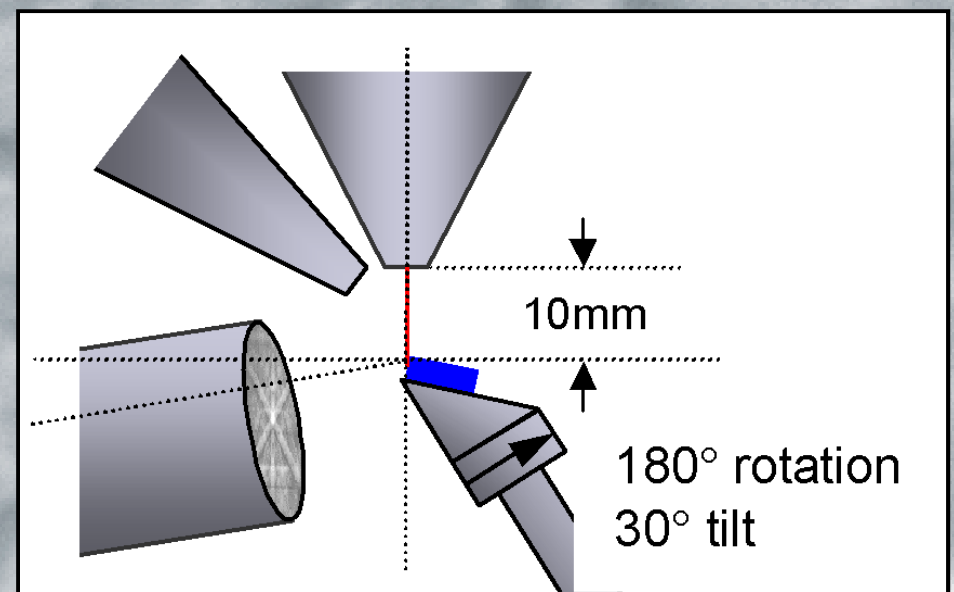
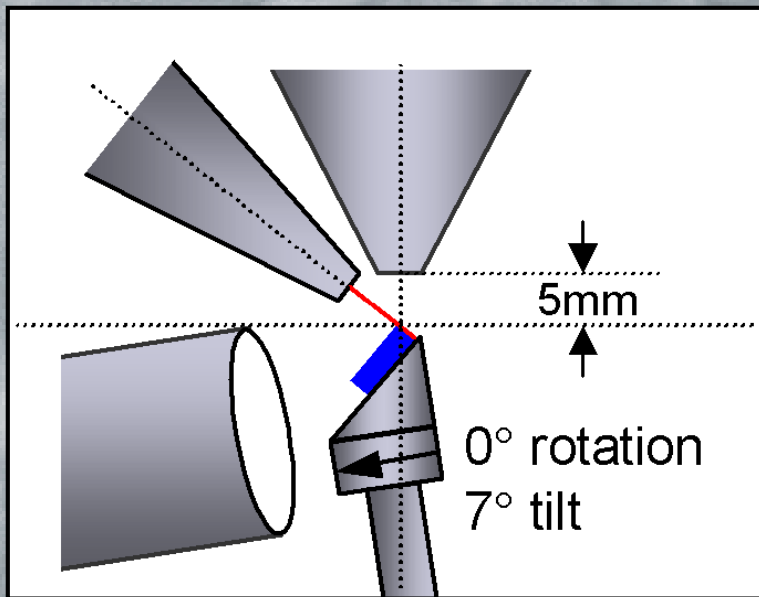
mapa fazowa



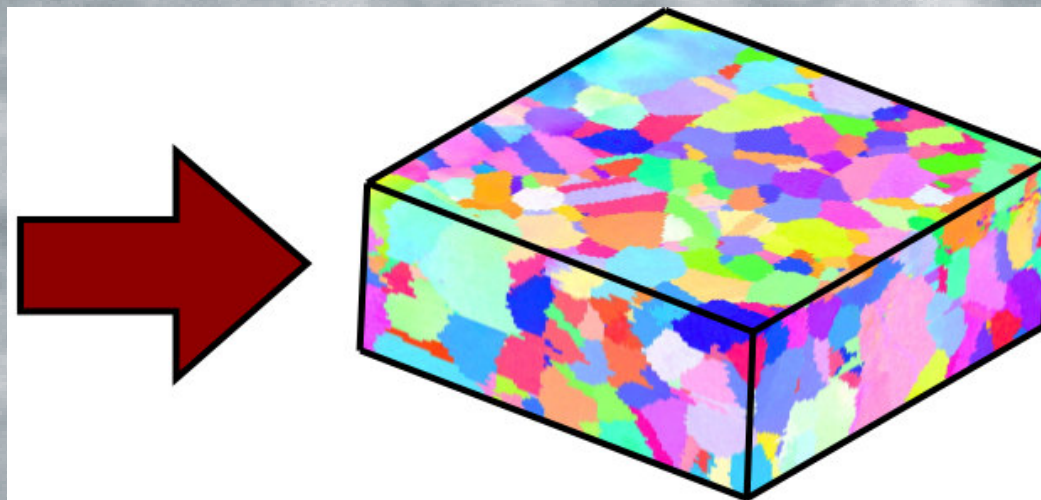
Phase	Total Fraction	Partition Fraction
Chalcopyrite	0.395	0.445
Cubanite	0.330	0.372
Amphibole	0.010	0.011
Iron Oxide	0.115	0.130
Iron Sulfide	0.039	0.044

3D EBSD

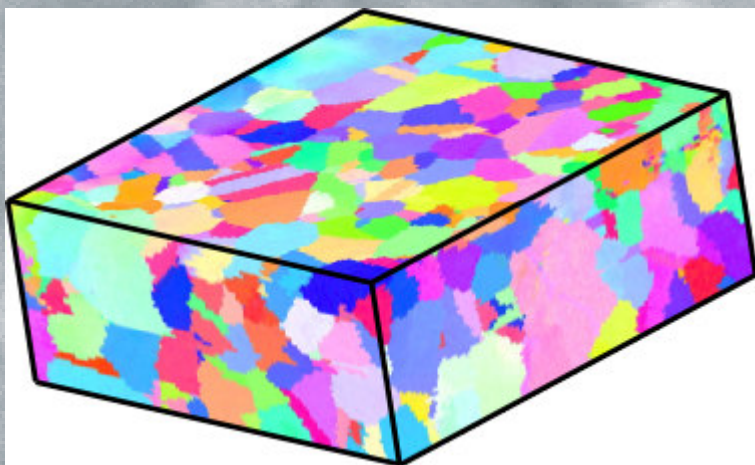
Dual Beam FIB-SEM



3D EBSD

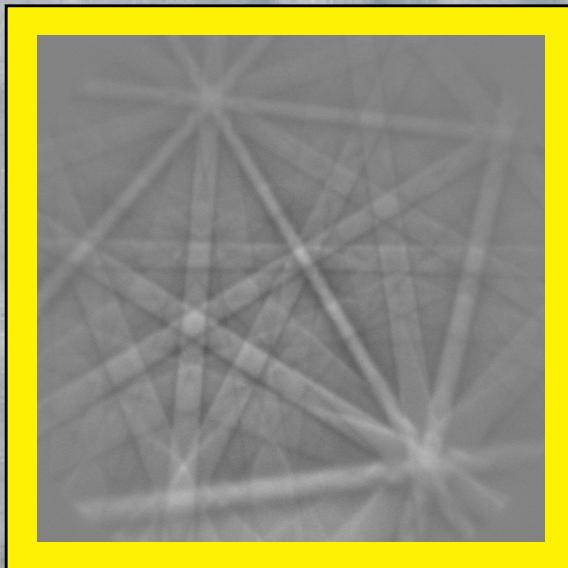


3D EBSD

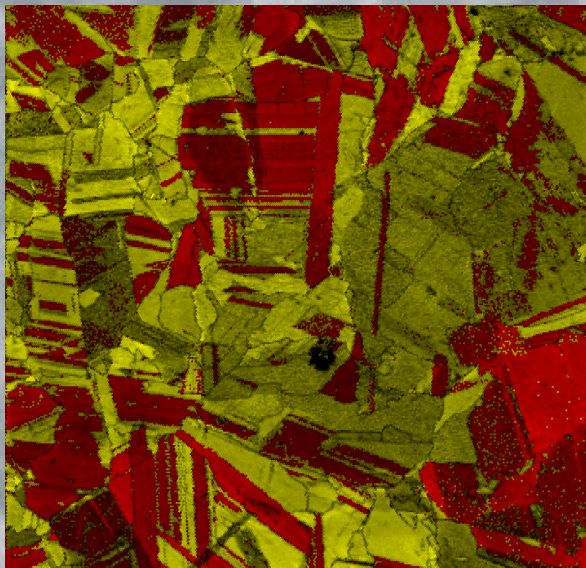


Analiza przemian fazowych

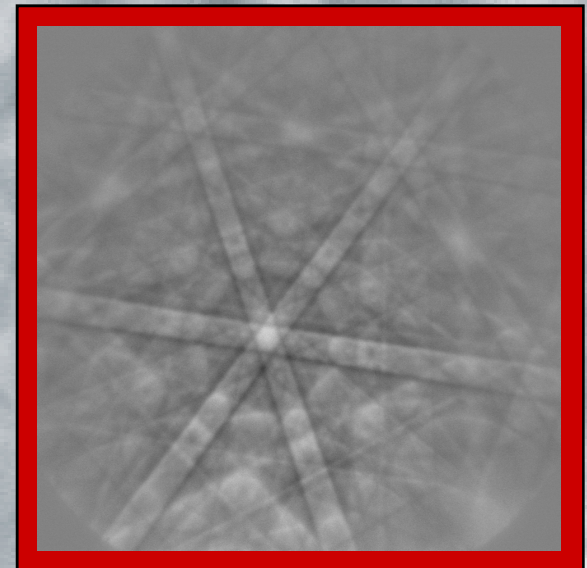
Kobalt β : faza
wysokotemperaturowa o
sieci FCC

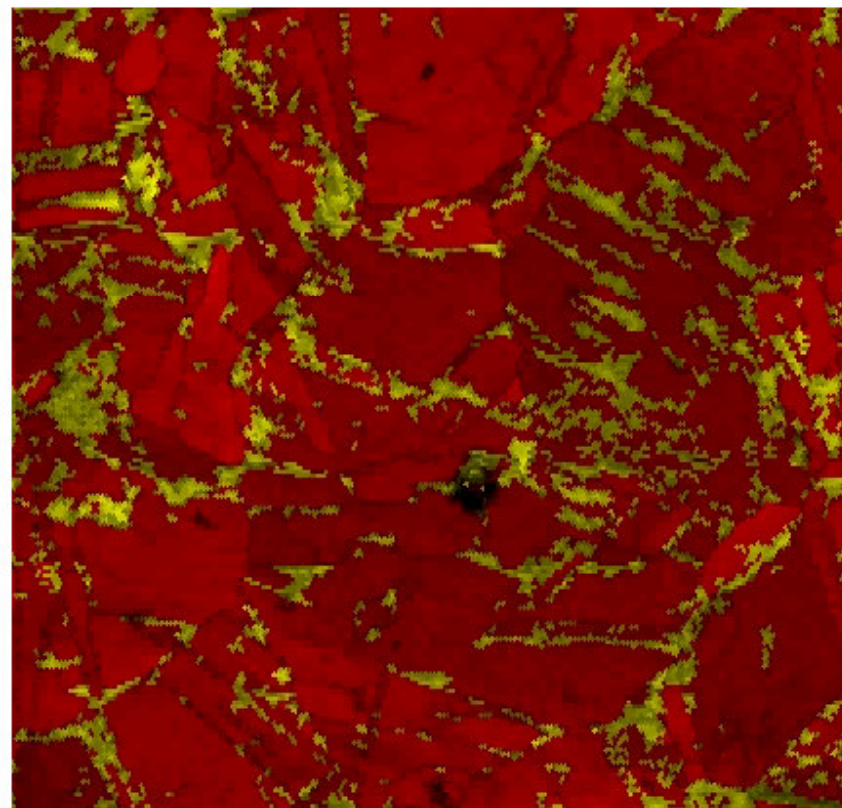
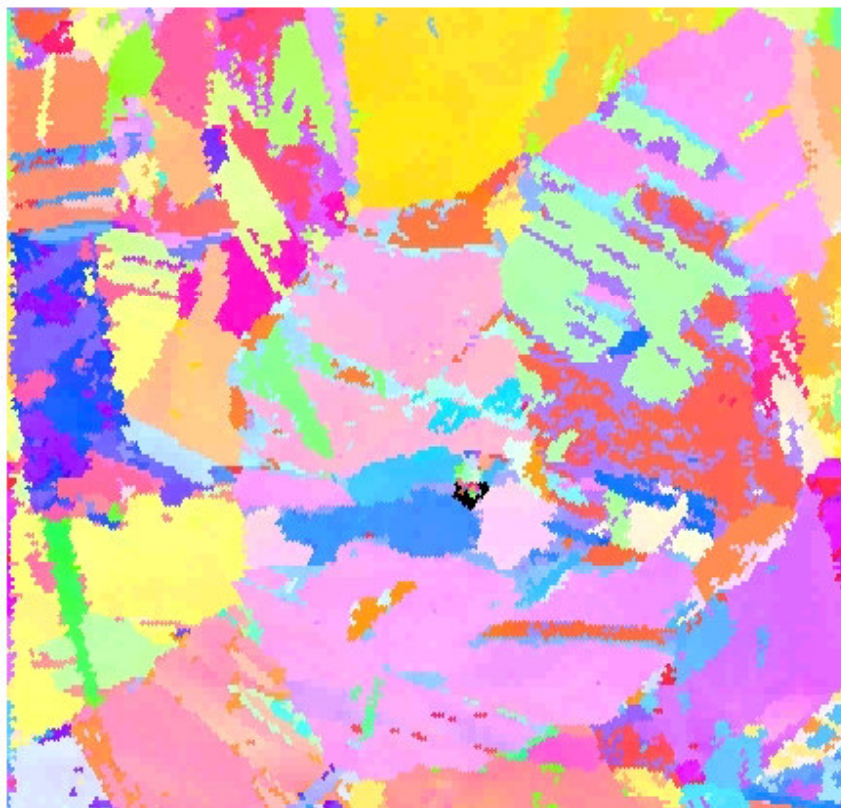
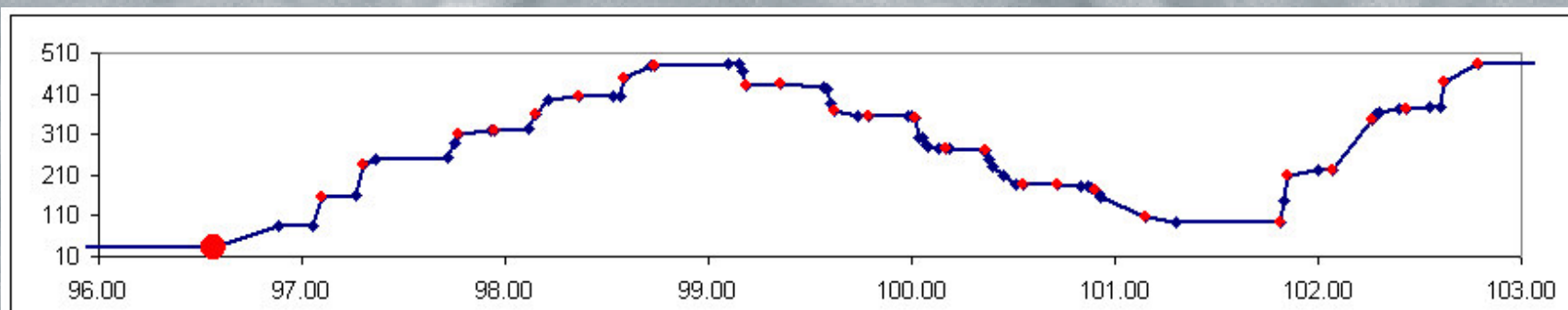


Temperatura przemiany
alotropowej 417 °C

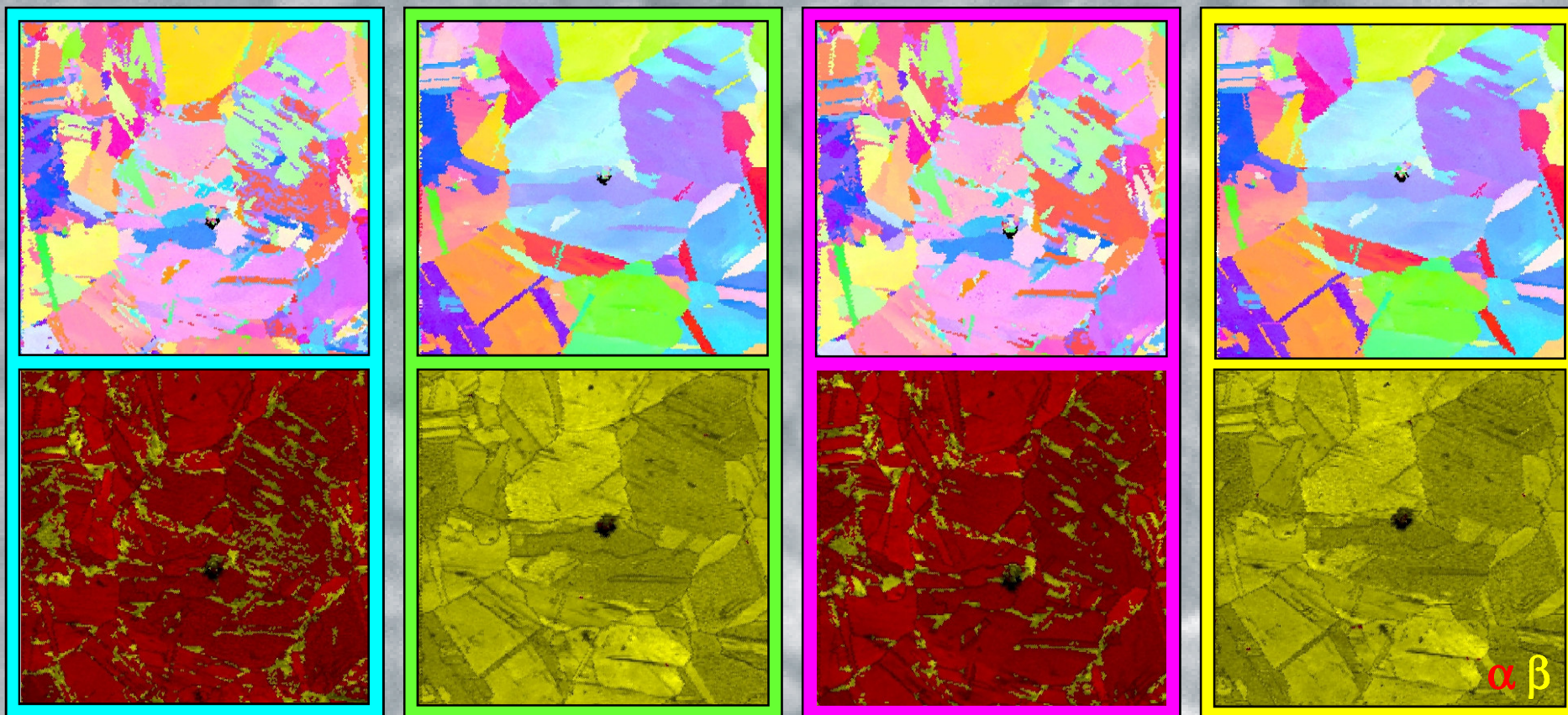
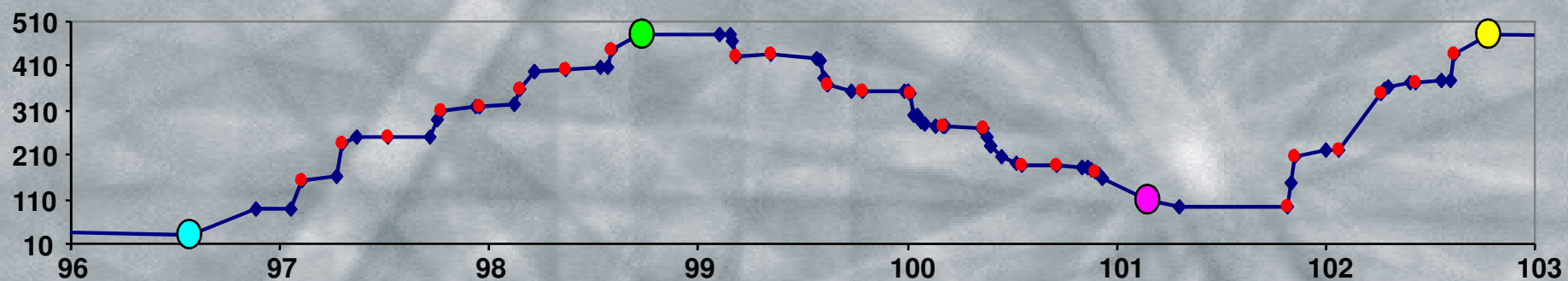


Kobalt α o sieci HCP

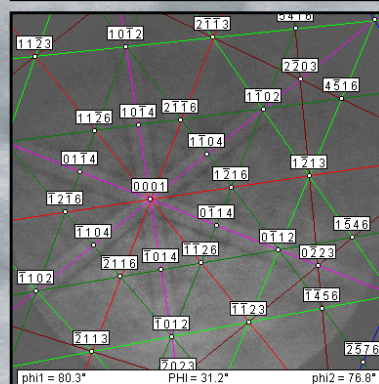
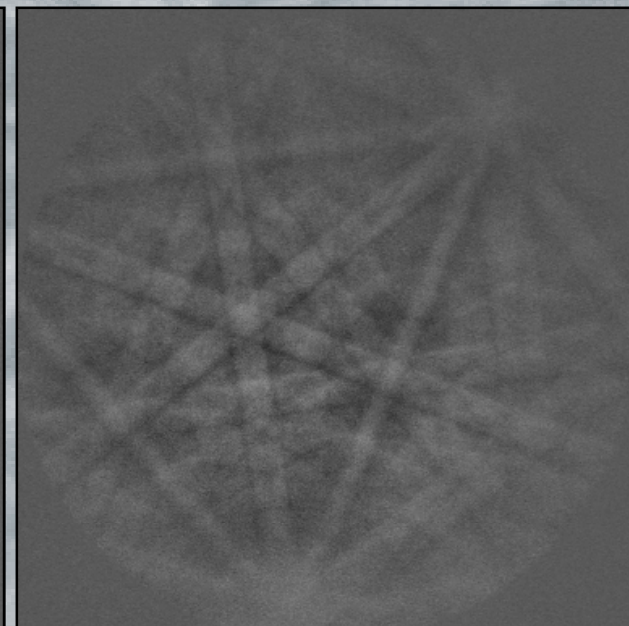
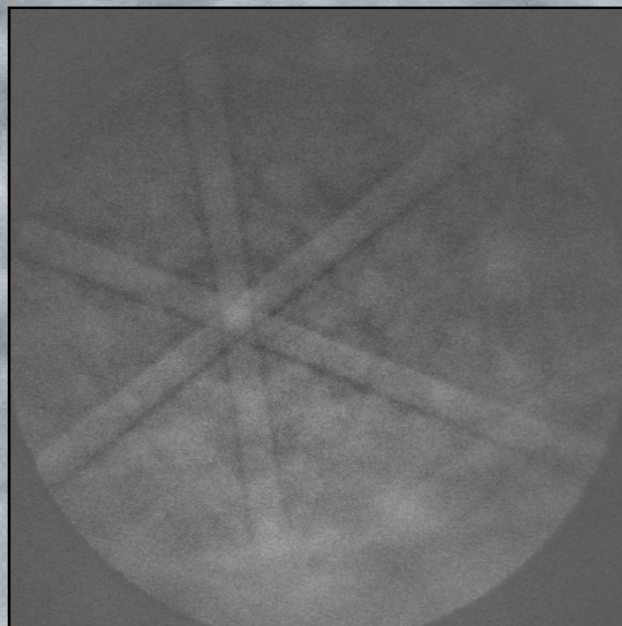
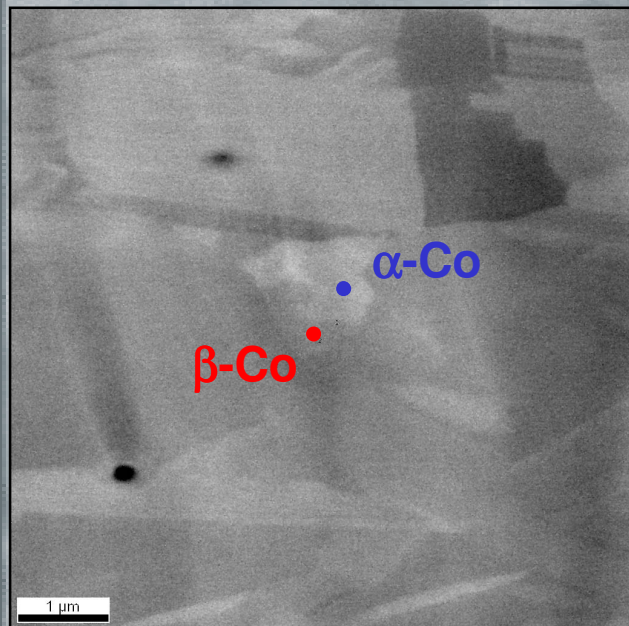




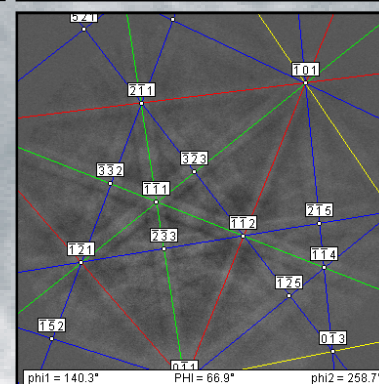
I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008



I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008



α -Co
(hcp)



β -Co
(fcc)

Równoległość osi [0001] i [111] odmian α i β podczas przemiany alotropowej Co

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

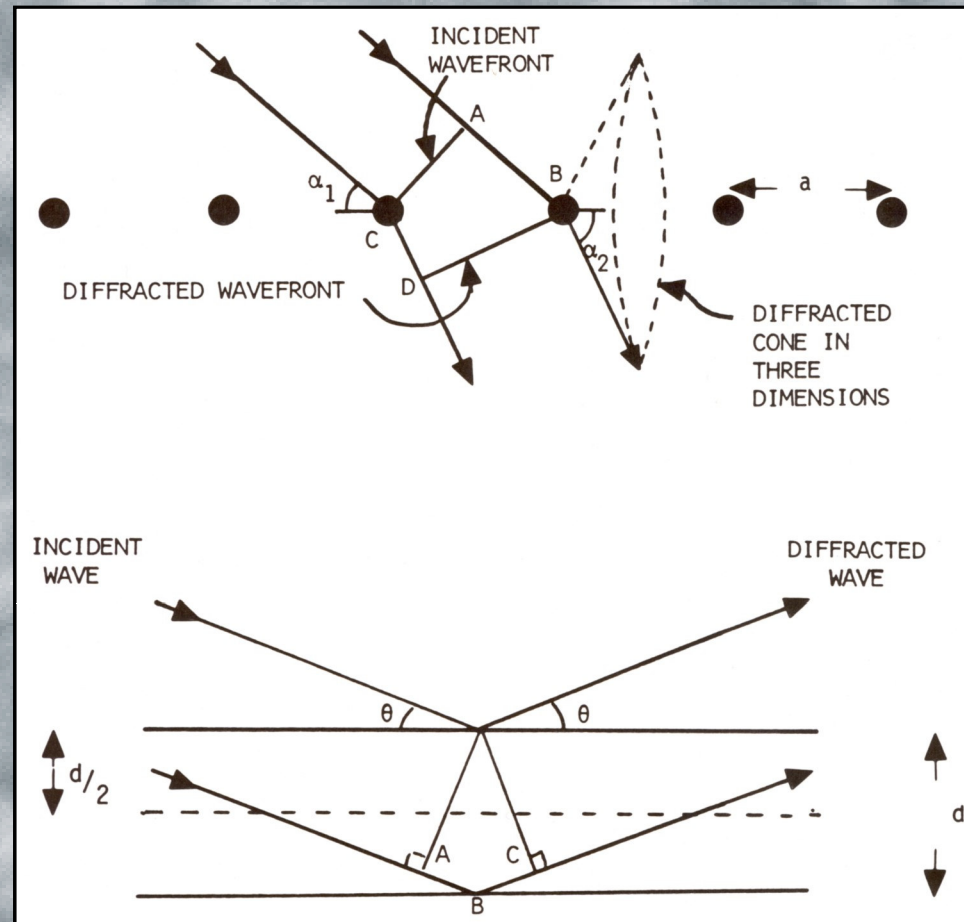
7. Wnioski

Skaningowy mikroskop elektronowy wyposażony w EBSD umożliwia:

- ilościową analizę mikrostruktury materiałów krystalicznych – metali i ich stopów a także materiałów nieprzewodzących (!)
- identyfikację fazową
- prowadzenie analiz kryształitów z zdolnością rozdzielczą do ~100 nm (w zależności od rodzaju materiału i rodzaju źródła elektronów).
- mapowanie orientacji, które pozwalają na jednoznaczną identyfikację ziaren i granic międzyziarnowych
- analizę tekstury oraz badania zależności pomiędzy tekturą i mikrostrukturą
- charakterystykę granic międzyziarnowych (tym granic specjalnych CSL) oraz pomiar ich rozkładu



5001 dziękuje za uwagę

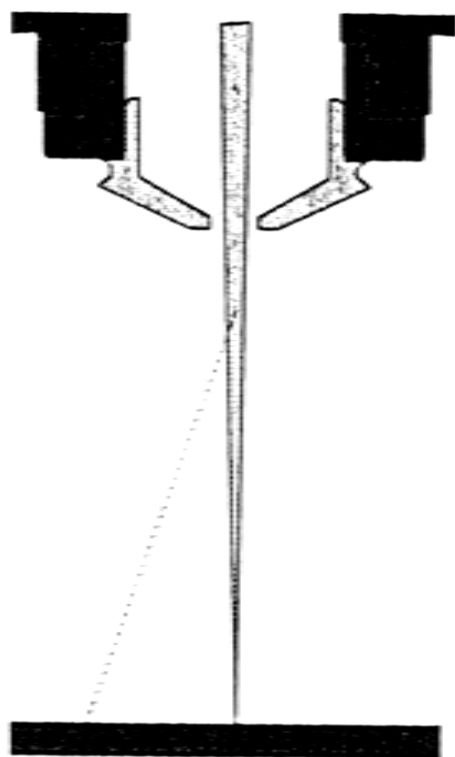


Mechanisms giving rise to the Kikuchi band intensities and profile shapes are complex. As an approximation, the intensity of a Kikuchi band for the plane (hkl) is given by:

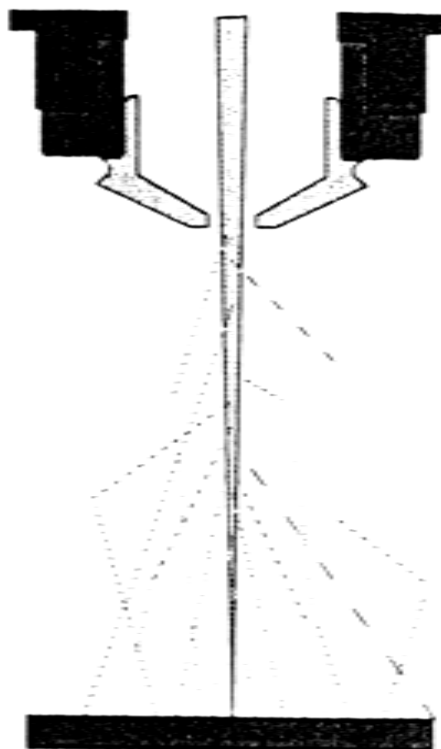
$$I_{hkl} = \left[\sum_i f_i(\Theta) \cos 2\pi(hx_i + ky_i + lz_i) \right]^2 + \left[\sum_i f_i(\Theta) \sin 2\pi(hx_i + ky_i + lz_i) \right]^2$$

where: $f_i(\Theta)$ is the atomic scattering factor for electrons and (x_i, y_i, z_i) are the fractional coordinates in the unit cell for atom i .

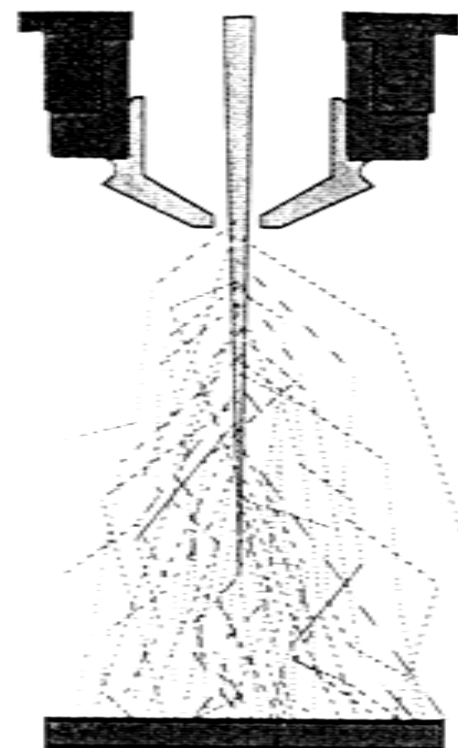
An observed diffraction pattern should be compared with a calculated simulation using above equation to ensure only planes that produce visible Kikuchi bands are used when solving the diffraction pattern. This is especially important when working with materials with more than one atom type.



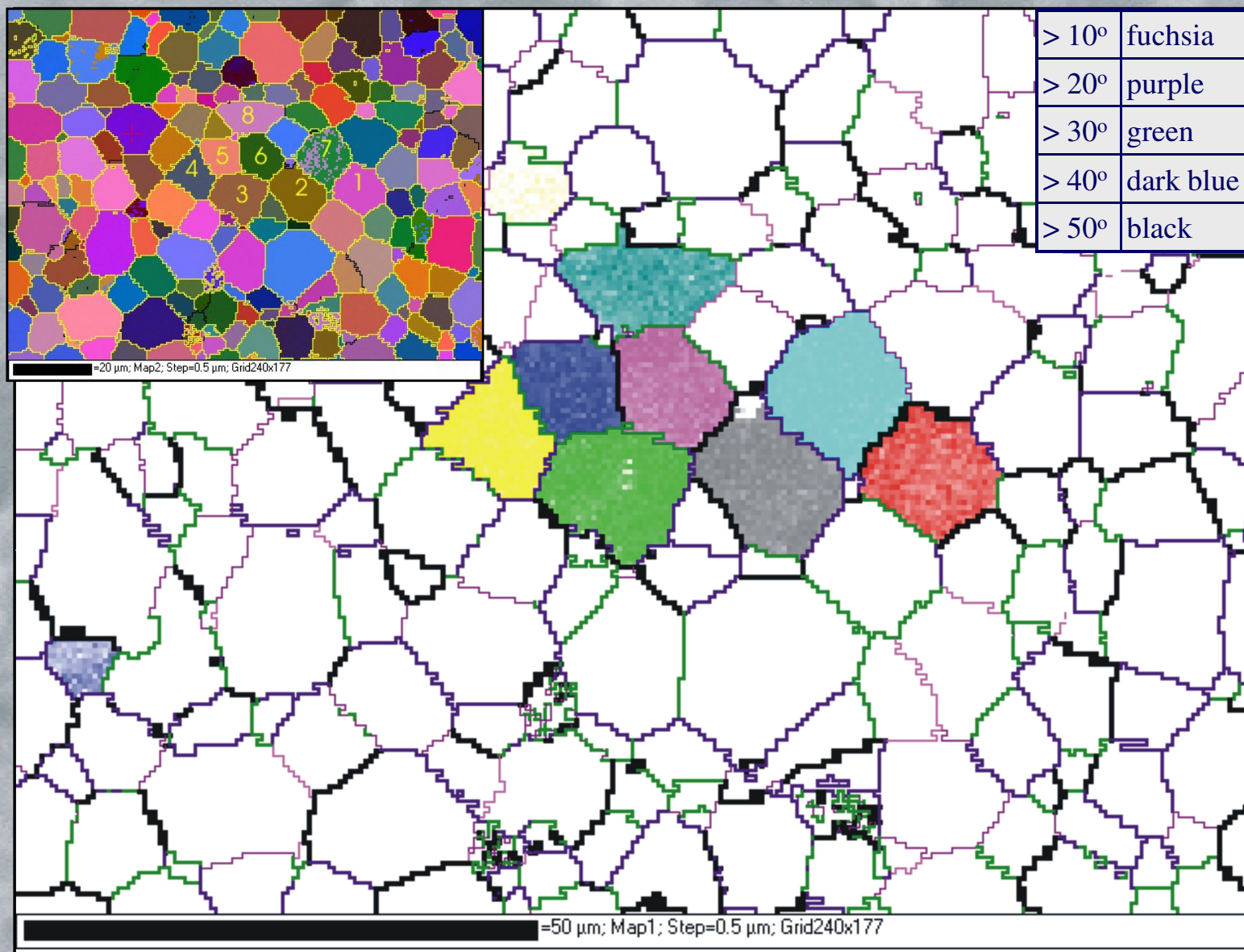
Minimal Scattering
Scatter < 5%



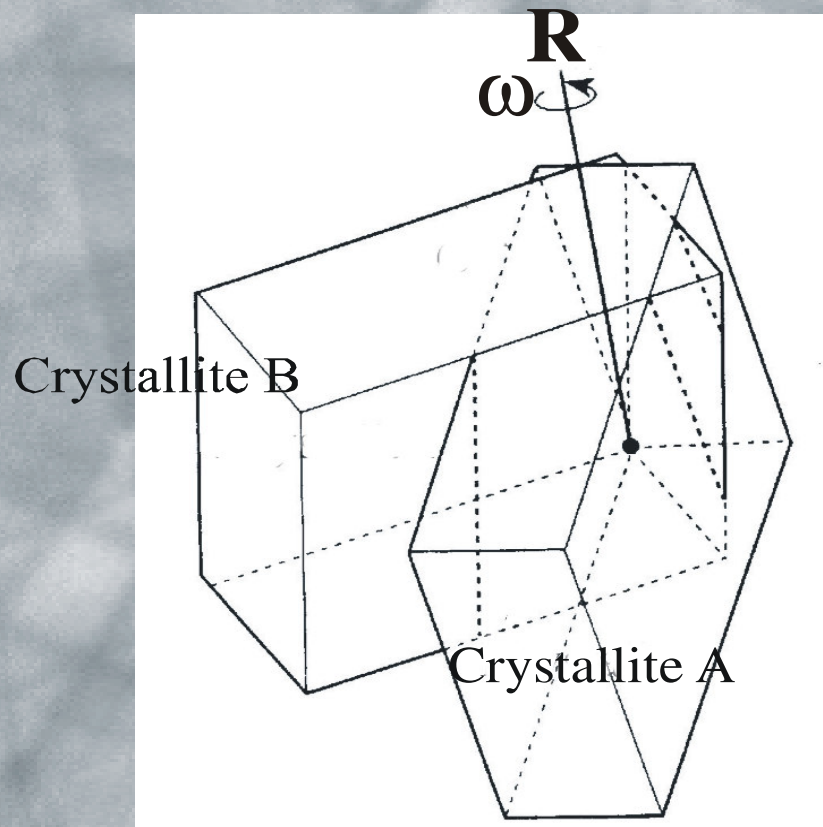
Partial Scattering
5% to 95% Scatter



Complete Scattering
Scatter >95%



Dezorientacja



K. Sztwiertnia, M. Faryna, G. Sawina,
Journal of Journal of Microscopy, Vol. 224, 2006, 4

Dezorientacja pomiędzy krystalitem A i B jest zdefiniowana jako rotacja transformująca system odniesienia krystalitu B w system odniesienia krystalitu A

$$K_A = \Gamma_{AB} \cdot K_B$$

$$\Gamma_{AB}^e = S_i \cdot \Gamma_{AB} \cdot P_j$$

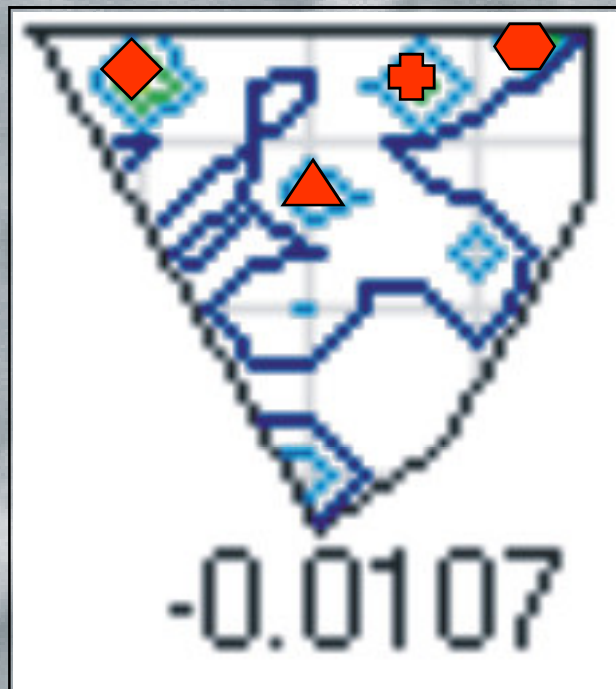
$(i = 1, \dots, M, j = 1, \dots, N)$

gdzie: S_i and P_j to elementy symetrii odpowiednio pierwszego i drugiego krystalitu

Dezorientację można opisać matematycznie na wiele sposobów:

- Para oś rotacji/kąt rotacji
- Matryca rotacji,
- Kąty Eulera,
- Kwaterniony,
- Wektory Rodrigueza

Funkcja rozkładu dezorientacji w kompozycie Al_2O_3 /WC



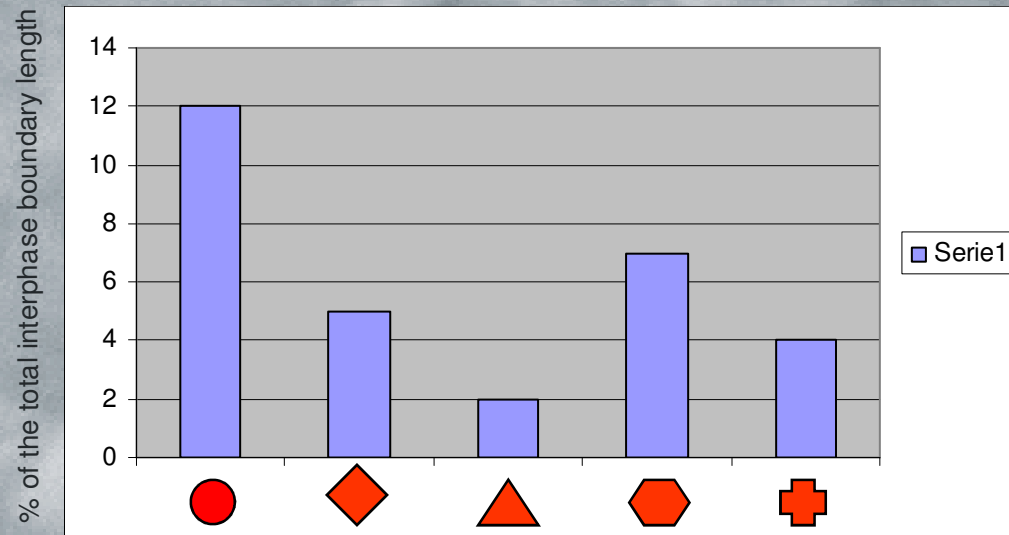
 $(10\bar{1}0) WC \parallel (10\bar{1}0) Al_2O_3$
 $[000\bar{1}] WC \parallel [\bar{1}3\bar{2}\bar{2}] Al_2O_3$

 $(10\bar{1}0) WC \parallel (10\bar{1}0) Al_2O_3$
 $[000\bar{1}] WC \parallel [\bar{4}9\bar{5}2] Al_2O_3$

 $(2\bar{1}\bar{1}0) WC \parallel (2\bar{1}\bar{1}0) Al_2O_3$
 $[000\bar{1}] WC \parallel [01\bar{1}0] Al_2O_3$

 $(3\bar{1}\bar{2}0) WC \parallel (3\bar{1}\bar{2}0) Al_2O_3$
 $[01\bar{1}\bar{1}2] WC \parallel [\bar{1}9\bar{8}\bar{1}] Al_2O_3$

Funkcja rozkładu dezorientacji w kompozycie $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WC}$



Zależności krystalograficzne opisujące odpowiednio: 12%, 5%, 2%, 7% i 4% całkowitej długości granic międzyfazowych w kompozycie $\text{WC}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

- 
 $(0001)\text{WC} \parallel (0001)\text{Al}_2\text{O}_3$
 $[11\bar{2}0]\text{WC} \parallel [10\bar{1}0]\text{Al}_2\text{O}_3$
- 
 $(10\bar{1}0)\text{WC} \parallel (10\bar{1}0)\text{Al}_2\text{O}_3$
 $[000\bar{1}]\text{WC} \parallel [\bar{1}3\bar{2}\bar{2}]\text{Al}_2\text{O}_3$
- 
 $(10\bar{1}0)\text{WC} \parallel (10\bar{1}0)\text{Al}_2\text{O}_3$
 $[000\bar{1}]\text{WC} \parallel [\bar{4}9\bar{5}2]\text{Al}_2\text{O}_3$
- 
 $(2\bar{1}\bar{1}0)\text{WC} \parallel (2\bar{1}\bar{1}0)\text{Al}_2\text{O}_3$
 $[000\bar{1}]\text{WC} \parallel [01\bar{1}0]\text{Al}_2\text{O}_3$
- 
 $(3\bar{1}\bar{2}0)\text{WC} \parallel (3\bar{1}\bar{2}0)\text{Al}_2\text{O}_3$
 $[01\bar{1}\bar{1}2]\text{WC} \parallel [\bar{1}9\bar{8}\bar{1}]\text{Al}_2\text{O}_3$

EBSD mapping can be used to identify coesite-quartz inclusions within garnet and provide unique data about the deformation of the surrounding garnet

Sample preparation: Final polish with colloidal silica, uncoated

SEM type: FEG SEM

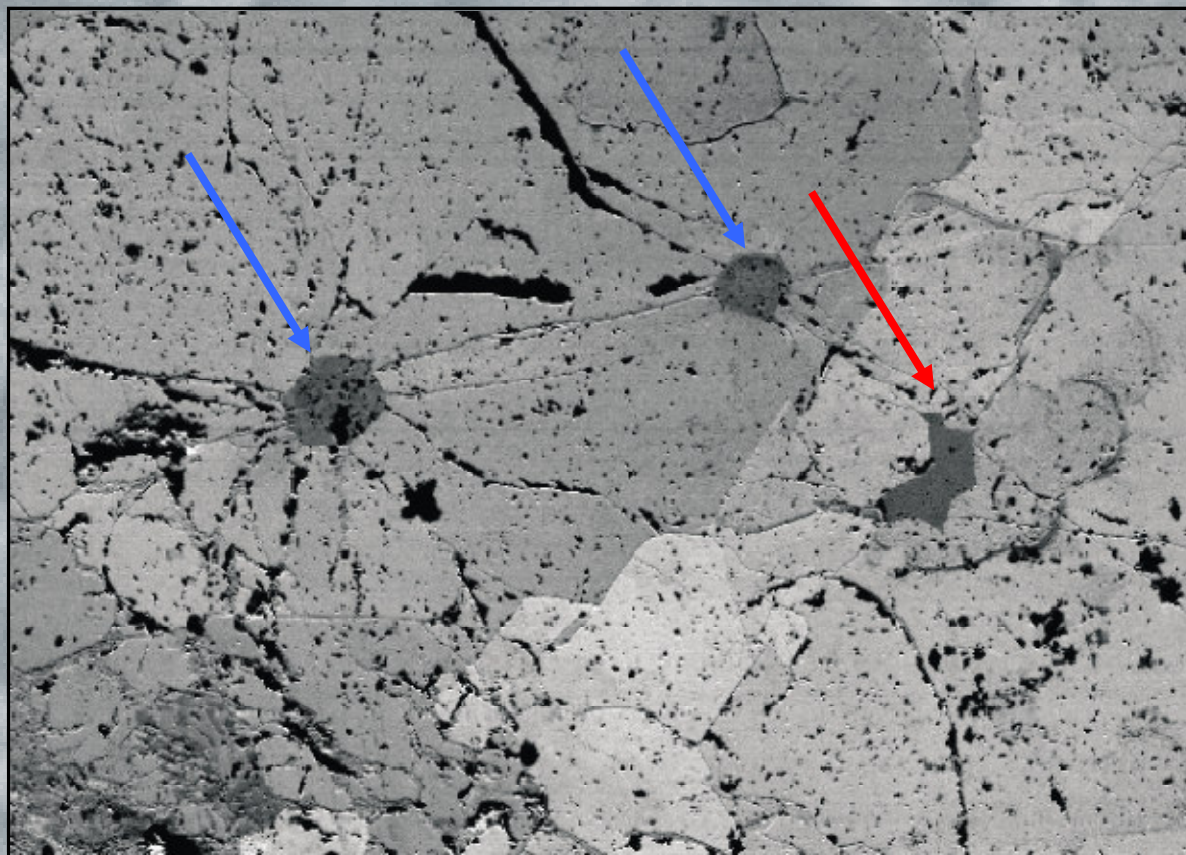
EBSD System: HKL CHANNEL5

Accelerating voltage: 20 kV

Probe Current: 12 nA

HKL Technology EBSD Application Catalogue 2005

Forward scattered electron image



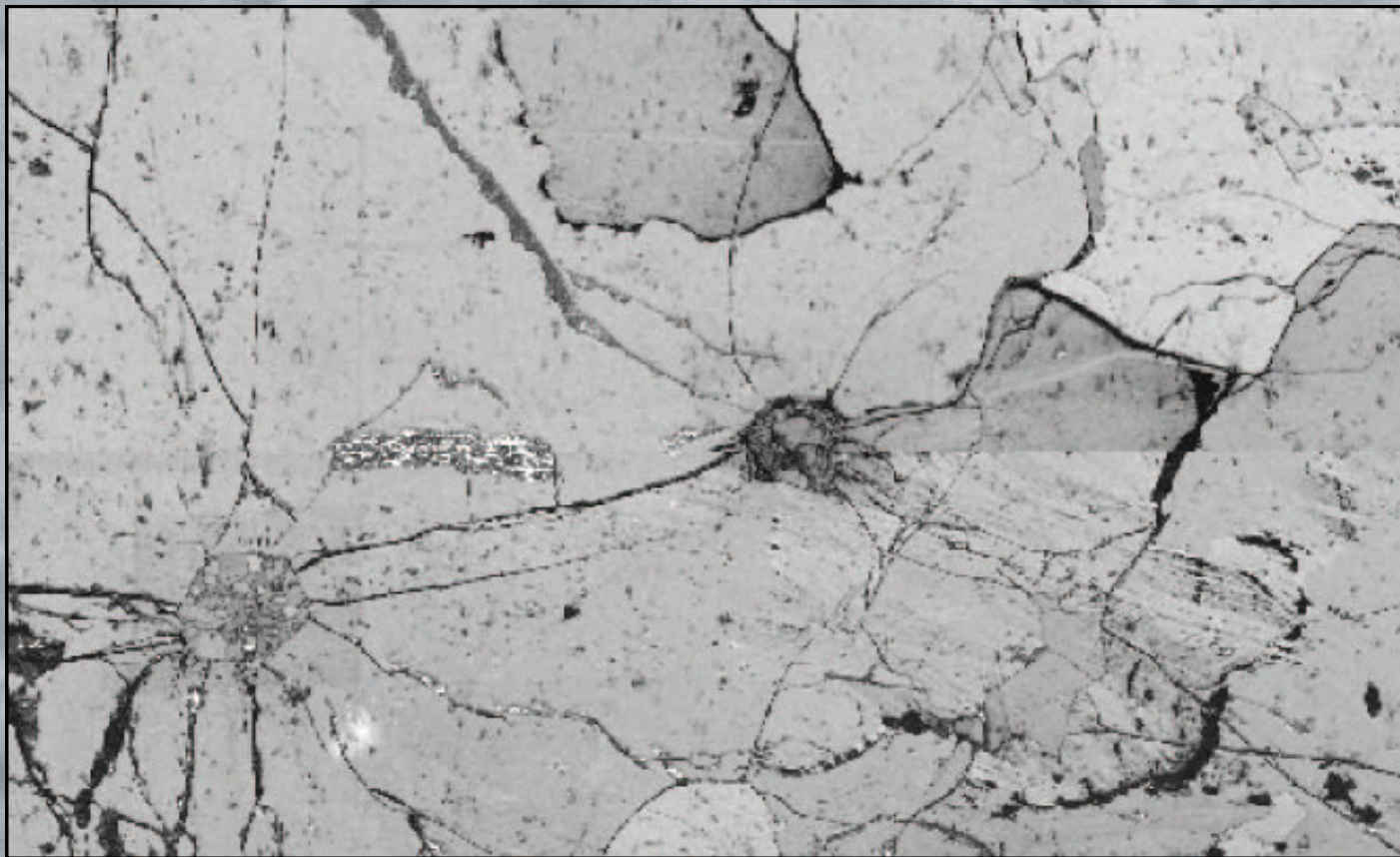
General microstructure of the analyzed area.

Three prominent inclusions in dark grey, two of which shows the coesite-quartz transformation (radial fractures visible as dark lines).

Grey scale variations in the surrounding garnet represent differences in crystal orientations („channelling contrast”)

Field of view = 1.2 mm

EBSD quality map



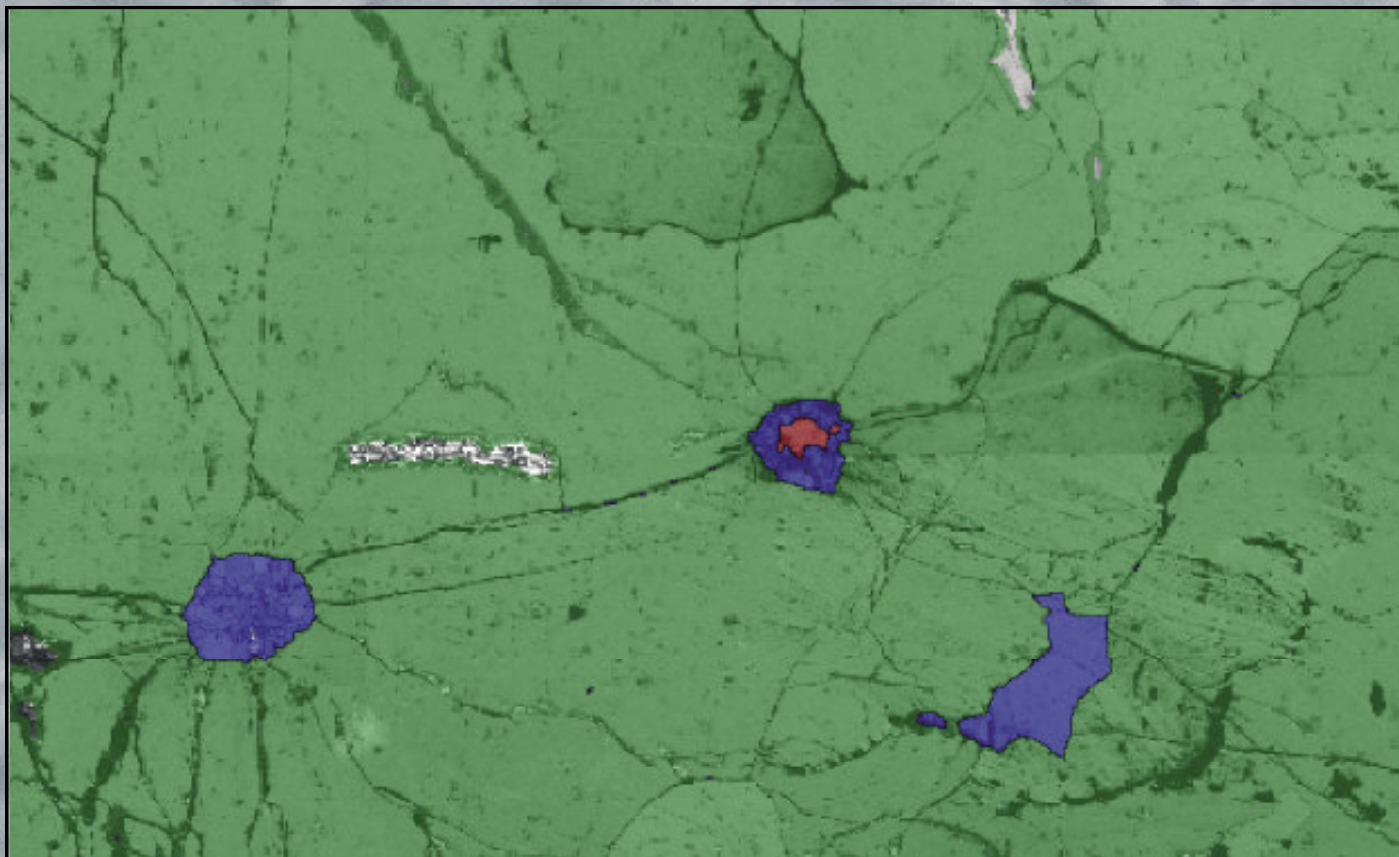
General microstructure of the analyzed area

Two of the inclusions (in the centre and lower left part of the image) are prominent with radiating fractures, visible as black lines (poor EBSD quality)

Horizontal join of the 2 maps is visible across the centre of the image.

Scale bar = 400 μ m

Phase map



Distribution of three phases across the area

Garnet is marked in **green**, quartz in blue and coesite in **red**.

The central inclusion has a core of coesite surrounded by a rim of quartz.

The lower-left inclusion has completely reverted to quartz.

Radiating from the prominent inclusions are fractures, visible as black lines
(poor EBSD quality)

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Orientation map



Crystallographic orientations of all three minerals

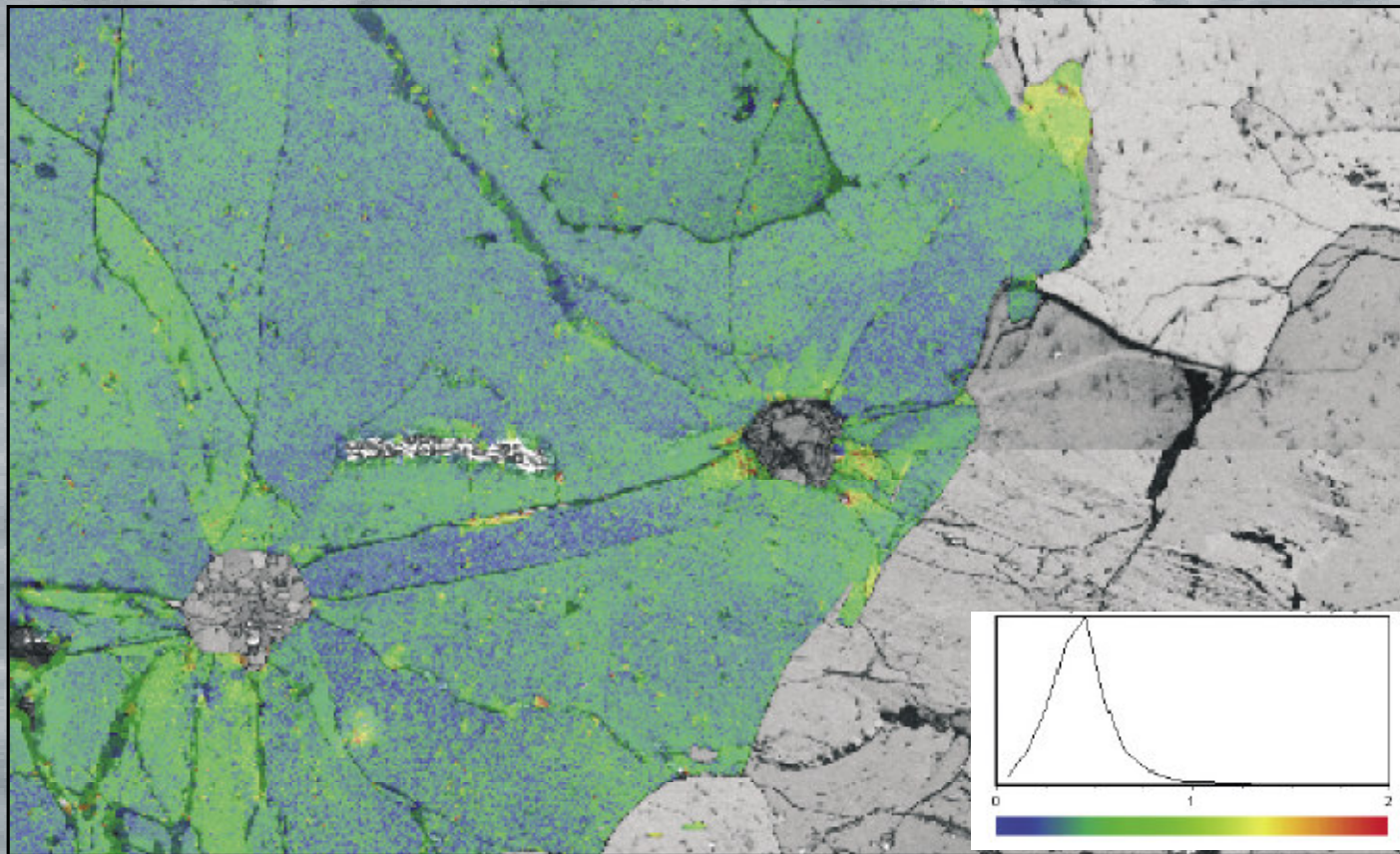
Colors corresponding to the Euler angles.

Grain boundaries are marked in black, phase boundaries are marked in red

The whole area is comprised of only a few garnet grains. The quartz in the inclusions is polycrystalline with grain boundaries radiating from the centre.

The coesite in the central inclusion is a single crystal

Deformation map



Deformation of the garnet around the coesite/quartz inclusions

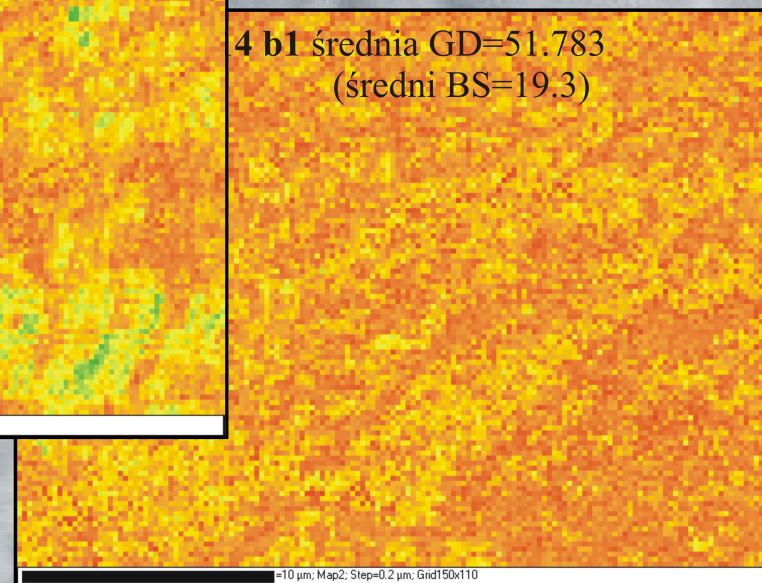
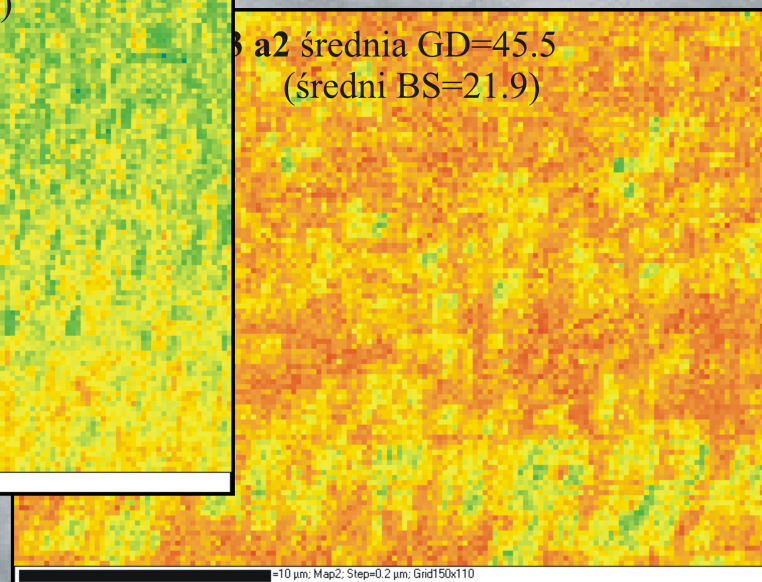
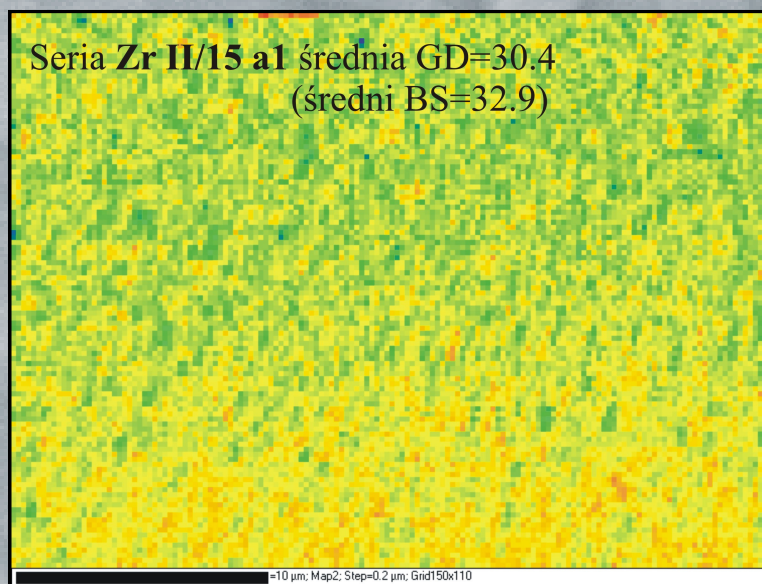
The attempted change from coesite to quartz has tried to expand the inclusion, thereby causing radial cracks and deformation in the garnet.

This means that the garnet crystal has acted as a protective pressure vessel so that pieces of coesite have been preserved.

Small scale of deformation in the large garnet grain (less than 2°)

I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Deformation maps from ZrO_2



Development of deformation in the zirconia polycrystals exposed to „shot peening”
Deformation maps exhibit the increase of dislocation density.

Shot peening is a process used to produce a compressive residual stress layer and modify mechanical properties of surface layers in metals and ceramics by impacting a surface with shot (round metallic, glass or ceramic particles) with force sufficient to create plastic deformation.

- **Rene de Kloe, EDAX**
- **HKL Technology (obecnie część Oxford Instruments)**
- **Dr Stefan Zaefferer, MPI**

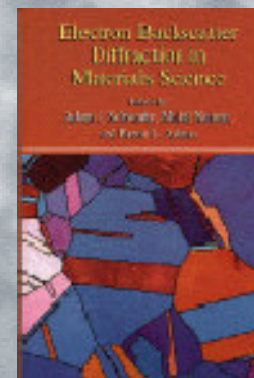
Electron Backscatter Diffraction in Materials Science

Edited by Adam J. Schwartz - *Lawrence Livermore National Laboratory, CA, USA*

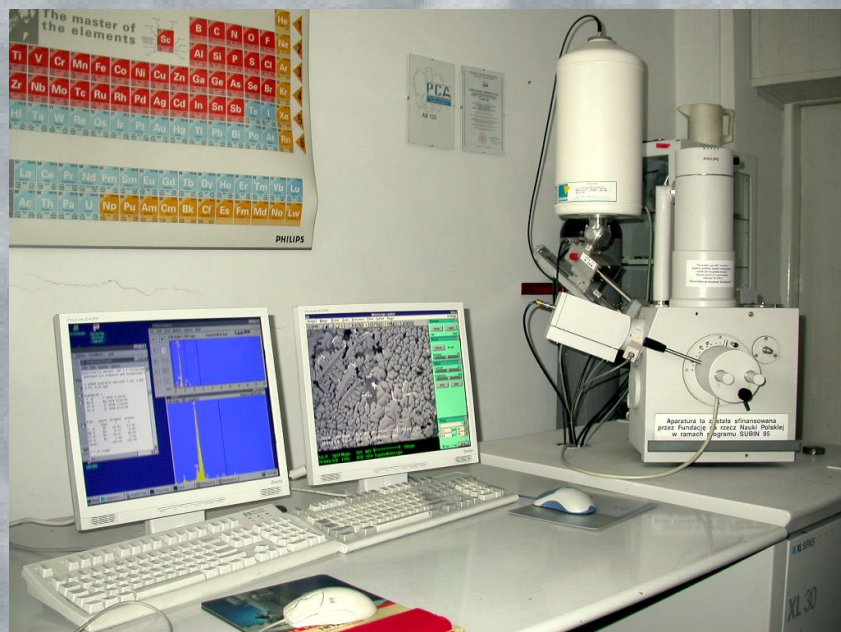
Mukul Kumar - *Lawrence Livermore National Laboratory, CA, USA*

Brent L. Adams - *Brigham Young University, Provo, UT, USA*

Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000



Laboratorium Skaningowej Mikroskopii Elektronowej



**Skaningowy Mikroskop Elektronowy
CSEM PHILIPS XL30 + EDS LINK ISIS
z detektorem GRESHAM**

***Laboratorium Akredytowane
PN-EN ISO/IEC 17025.2001***

**Skaningowy Mikroskop Elektronowy ze zmienną
próżnią E-SEM FEI XL30 + system EBSD HKL
Technology + EDS EDAX Genesis 4000**



I Sympozjum Sekcji Metod Badań Komitetu Nauki o Materiałach PAN, 29 lutego 2008

Podsumowanie (1)

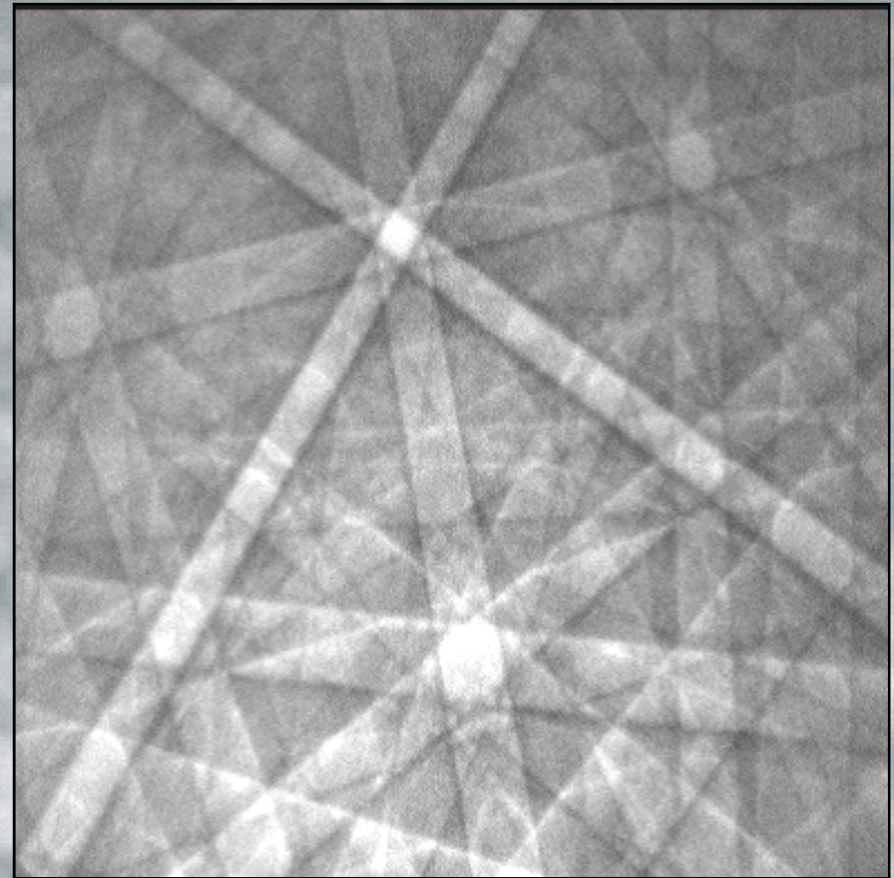
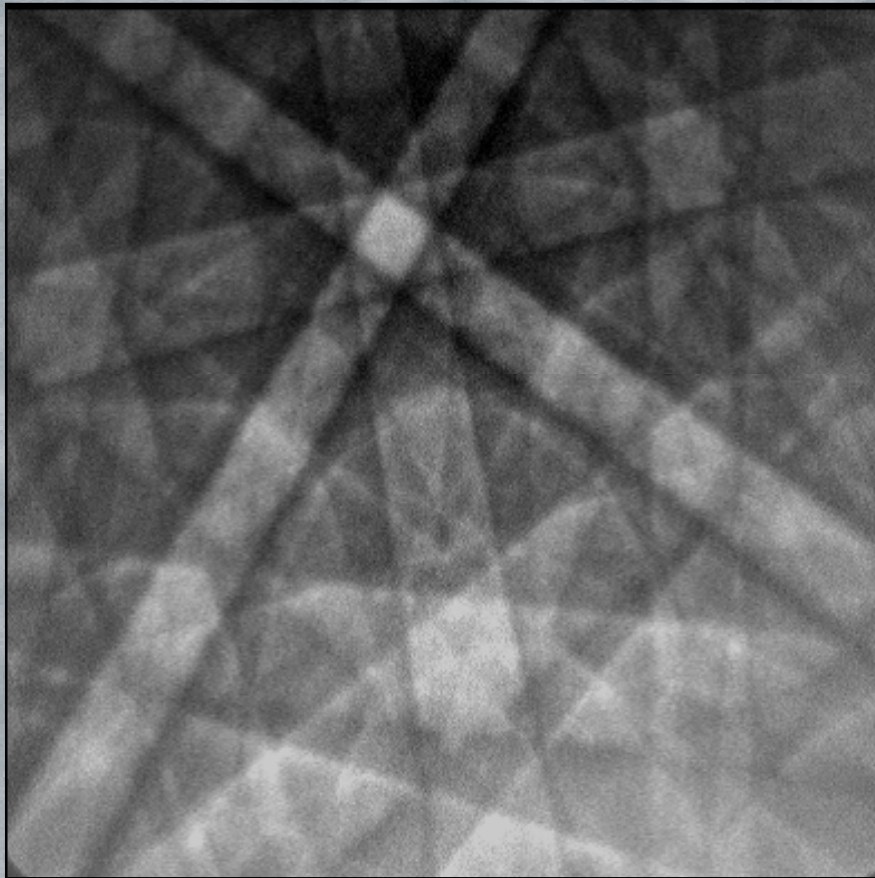
- 1. Kiedy wiązka elektronowa oddziałuje z nachyloną próbką elektrony część elektronów wstecznie rozproszonych ulega dyfrakcji widocznej na ekranie luminoforu umieszczonego w komorze próbek SEM.**
- 2. Dyfrakcja składa się układu pasm Kikuchiego unikalnego dla danej struktury krystalograficznej i orientacji próbki.**
- 3. Centralna linia każdego pasma Kikuchiego reprezentuje płaszczyznę dyfrakcyjną.**
- 4. Położenie pasm Kikuchiego jest identyfikowane automatycznie za pomocą transformaty Hougha a następnie służy do obliczenia orientacji krystalitu odpowiedzialnego za utworzenie danej dyfrakcji.**

$$w \approx 2l\theta$$

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta = 2d_{hkl} \theta$$

$$w \approx \frac{2l\lambda}{d} \quad \text{gdzie : } l - \text{odleglosc probka} - \text{ekran}$$

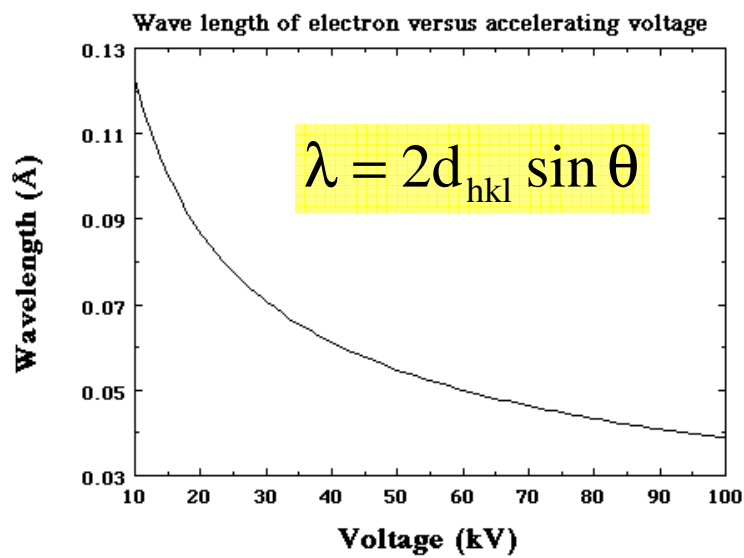
Wpływ napięcia przyspieszającego



EBSD z Si przy 10 kV i 30 kV

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eV \left[\frac{1 + eV}{2m_0c^2} \right]}}$$

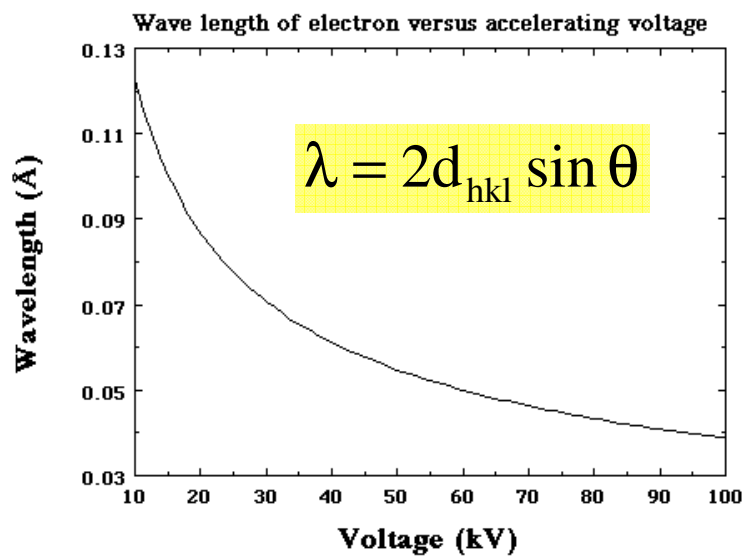
$$\lambda = \frac{12.2630}{\sqrt{V + 0.97845 \times 10^{-6} V^2}}$$



V (kV)	λ , nm
20	0.00859
30	0.00698
40	0.00602
50	0.00536
60	0.00487
70	0.00448
80	0.00418
90	0.00392
100	0.00370
200	0.00251
300	0.00197
400	0.00164
500	0.00142
600	0.00126
700	0.00113
800	0.00103
900	0.00094
1000	0.00087
2000	0.00050
4000	0.00028

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eV \left[\frac{1 + eV}{2m_0c^2} \right]}}$$

$$\lambda = \frac{12.2630}{\sqrt{V + 0.97845 \times 10^{-6} V^2}}$$



V (kV)	λ , nm
20	0.00859
30	0.00698
40	0.00602
50	0.00536
60	0.00487
70	0.00448
80	0.00418
90	0.00392
100	0.00370
200	0.00251
300	0.00197
400	0.00164
500	0.00142
600	0.00126
700	0.00113
800	0.00103
900	0.00094
1000	0.00087
2000	0.00050
4000	0.00028