

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ В ИССЛЕДОВАНИИ КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

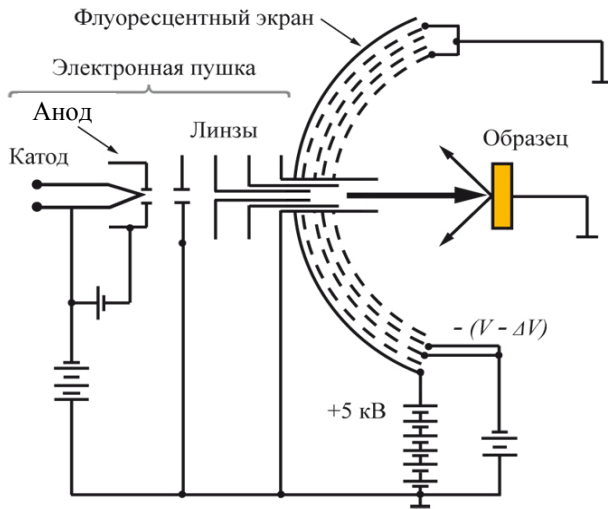
МОДУЛЬ 1. СТРУКТУРНЫЕ МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Лекция 3.

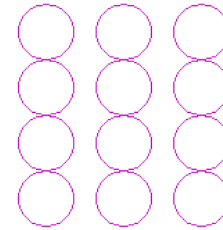
Дифракция медленных электронов. Дифракция быстрых электронов.
Дифракция отраженных электронов. Принцип получения картин EBSD.
Линии Кикучи. Возможности метода EBSD.

Дифракция медленных электронов - (*low-energy electron diffraction* сокр., LEED)

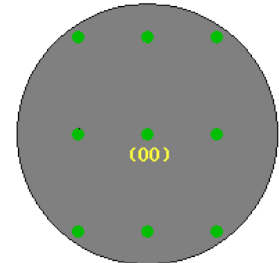
метод исследования структуры поверхности твердых тел, основанный на анализе картин дифракции низкоэнергетических электронов с энергией 30-200 эВ, упруго рассеянных от исследуемой поверхности



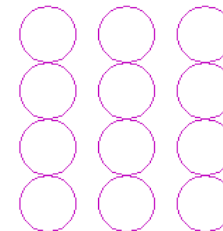
Real Space - fcc(110) surface



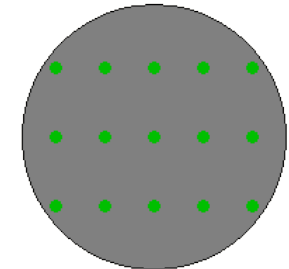
Diffraction Pattern



Real Space - fcc(110) surface



Diffraction Pattern



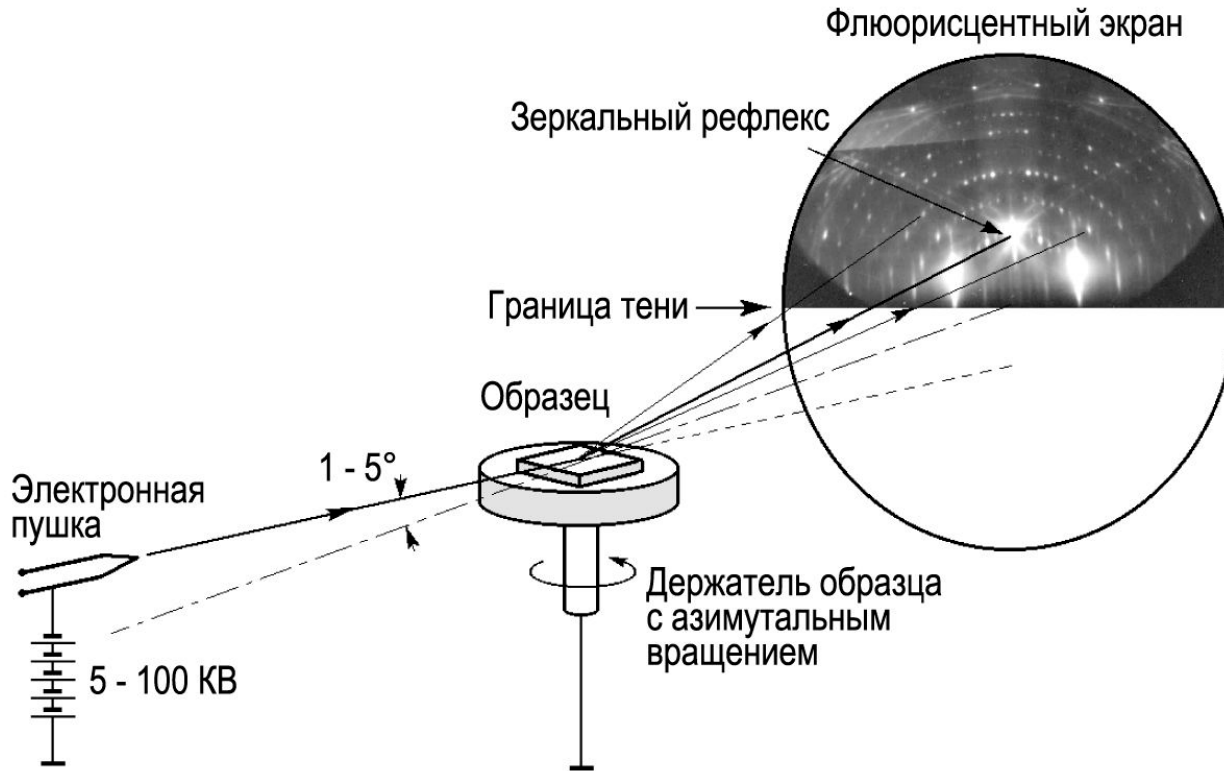
Пучок электронов падает на кристалл практически под прямым углом. Средняя длина пробега таких низкоэнергетических электронов составляет **несколько атомных слоев**. Вследствие этого большинство упругих рассеяний происходит в самых верхних слоях образца,

В результате дифракции в приповерхностных слоях часть электронов вылетает из кристалла назад через эту же поверхность.

После прохождения тормозящих сеток, упруго рассеянные электроны ускоряются до высоких энергий, чтобы вызвать флуоресценцию экрана, на котором и наблюдается дифракционная картина.

Дифракция быстрых электронов -

Дифракция электронов с энергией 5-100 кэВ
(reflection high-energy electron diffraction сокр., RHEED)



пучок падает на исследуемую поверхность под малым скользящим углом порядка $1-5^\circ$

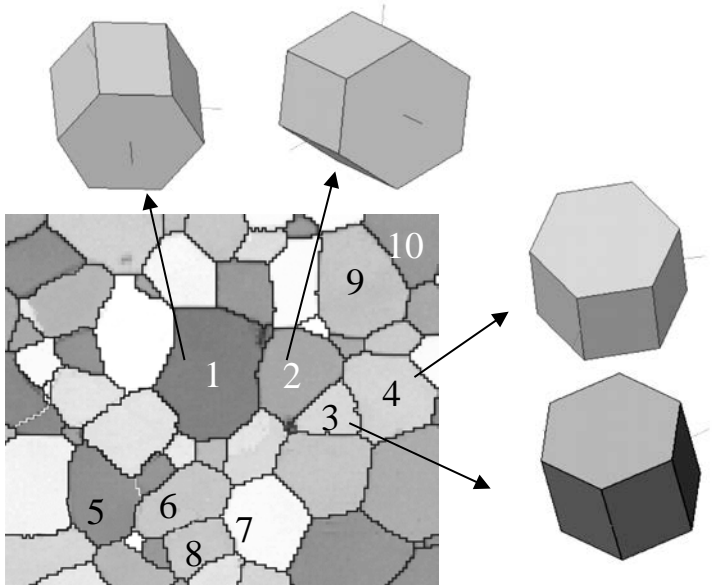
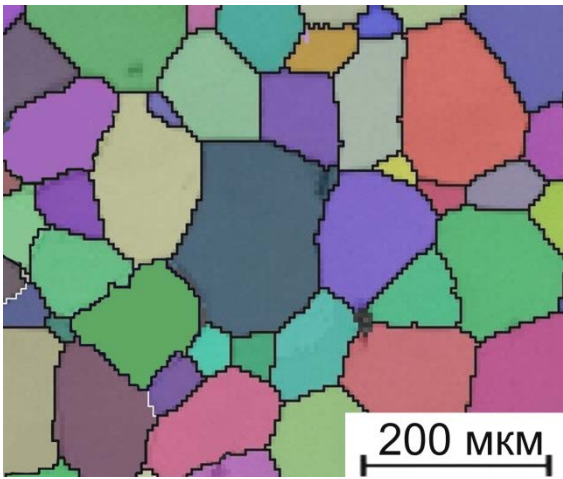
при угле падения порядка 1° глубина проникновения не превышает 1 нм.

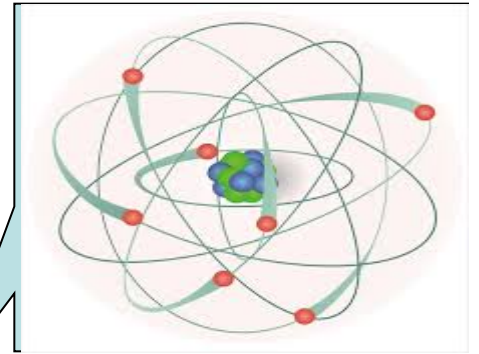
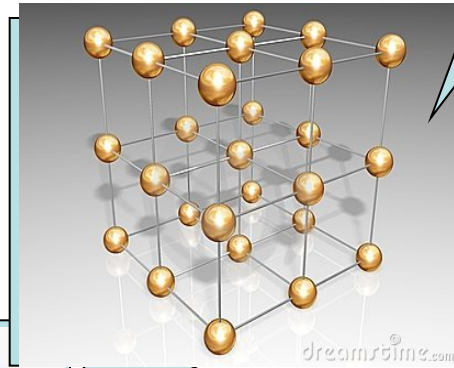
Оба метода дают сходную информацию о структуре поверхности

Преимущество ДБЭ заключается в возможности проведения исследований непосредственно в ходе наращивания пленок на поверхности образца.

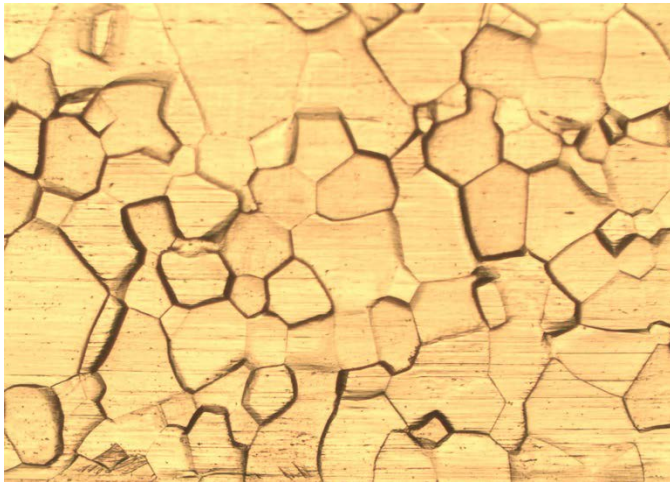
Electron backscatter diffraction (EBSD) = Дифракция отражённых электронов -

микроструктурная кристаллографическая методика, используемая для исследования кристаллографических ориентаций моно- или поликристаллических материалов.

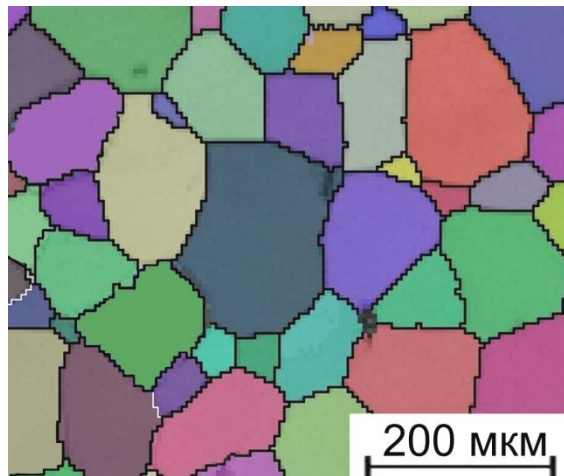
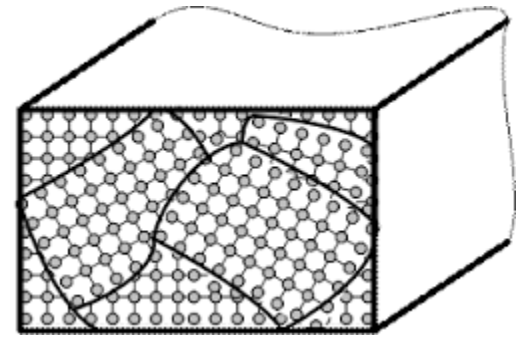




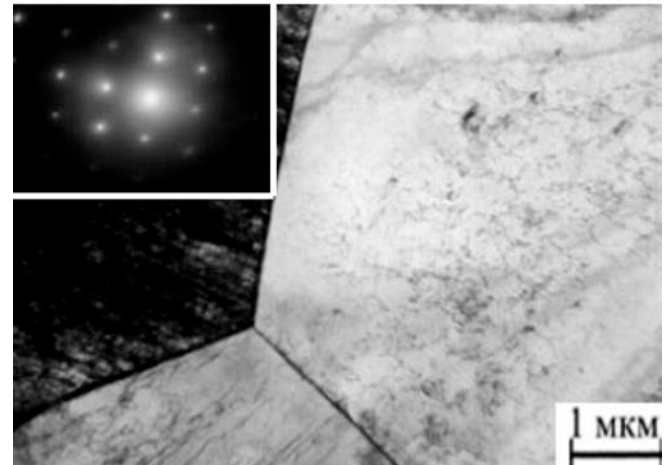
Зеренная структура титана BT1-0



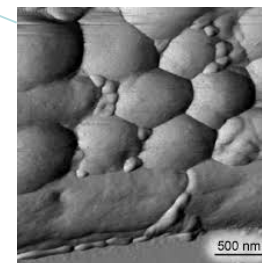
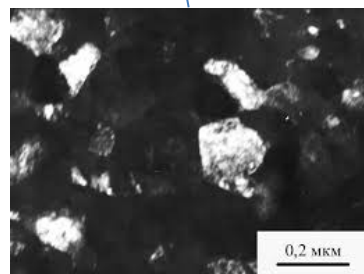
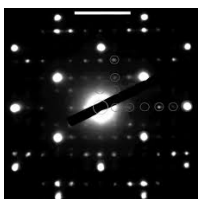
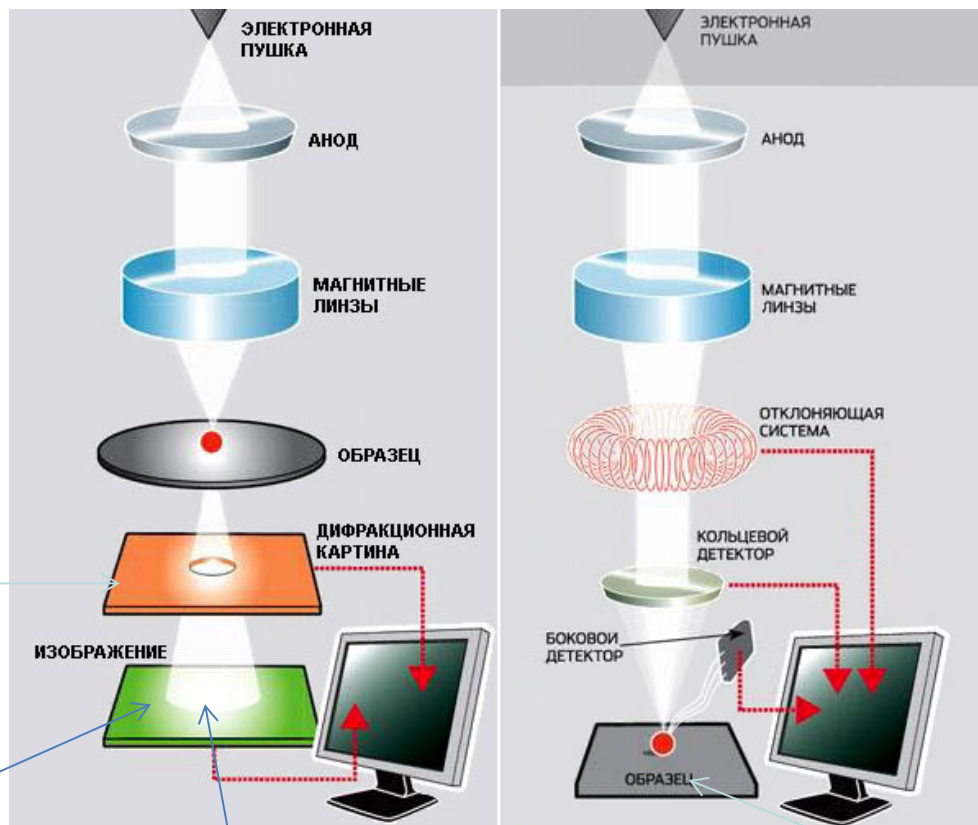
металлография



EBSD - анализ

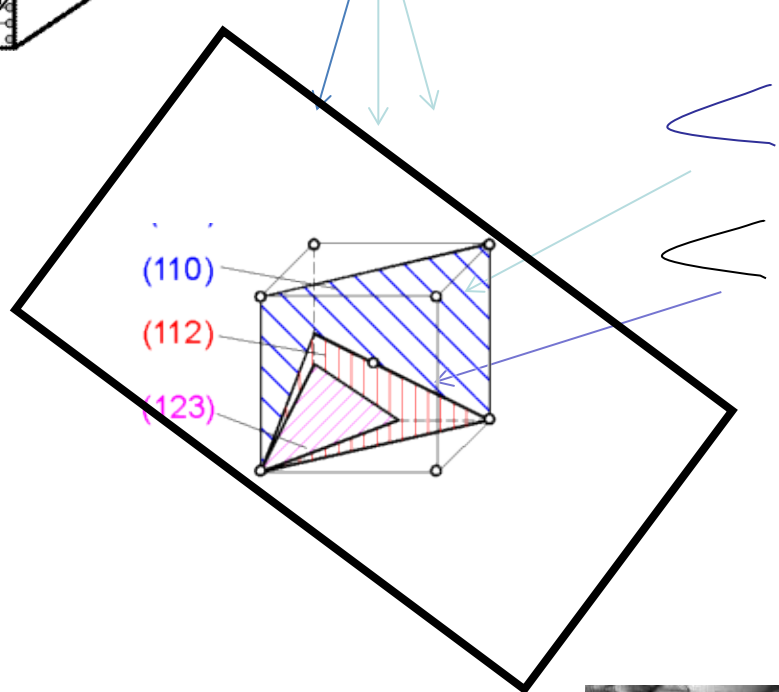
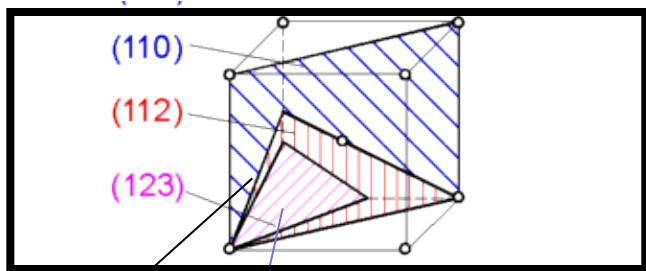
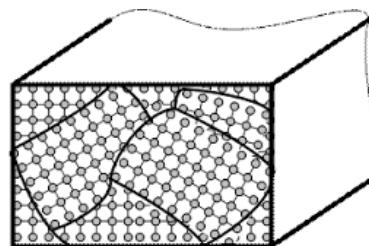


Просвечивающий и сканирующий электронные микроскопы



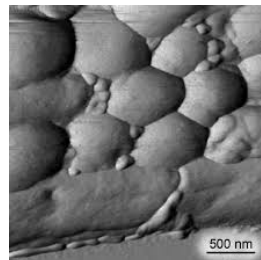
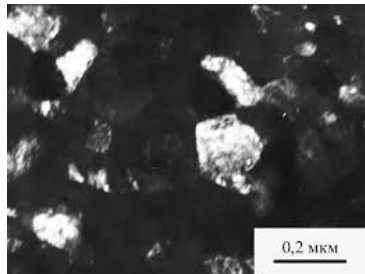
Просвечивающий электронный микроскоп

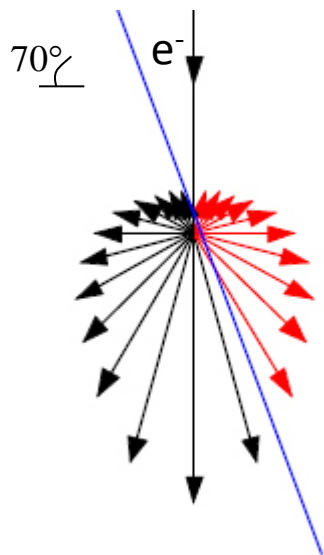
Сканирующий электронный микроскоп



образец

экран

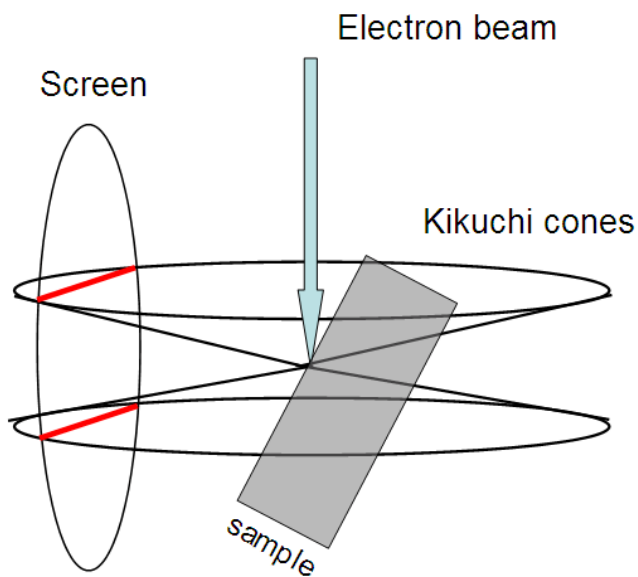




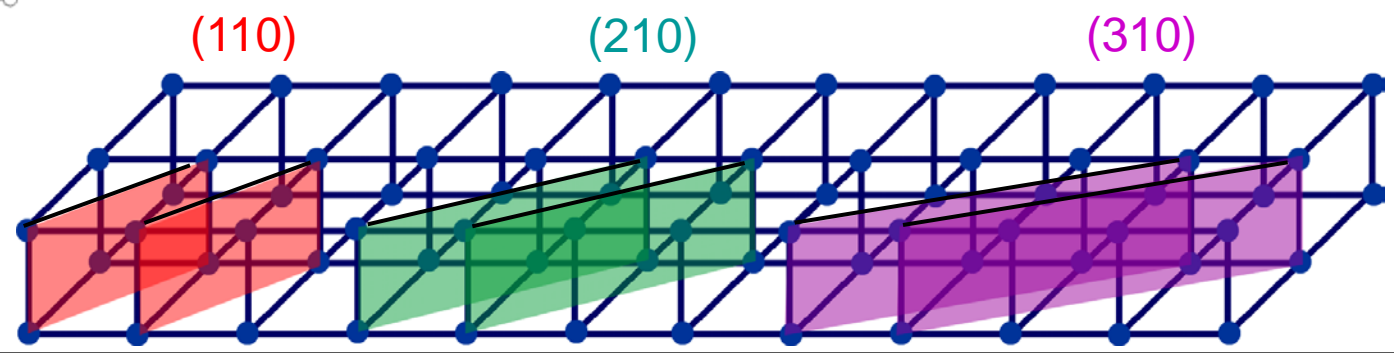
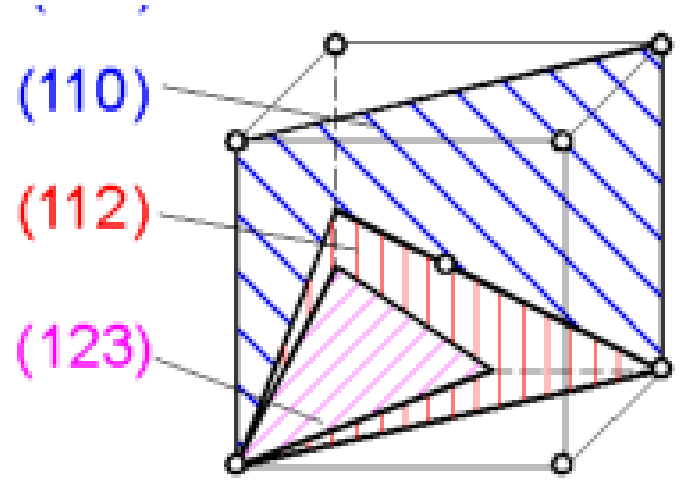
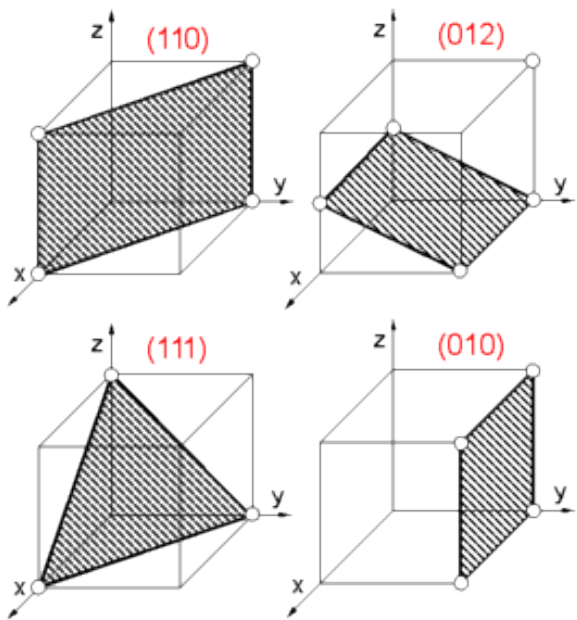
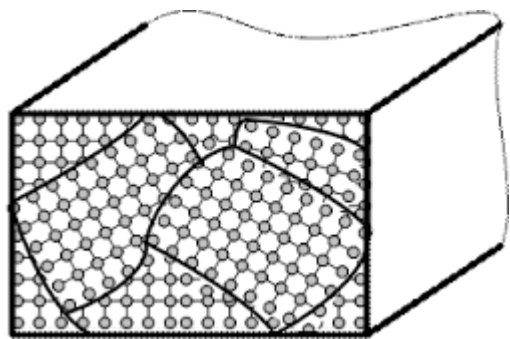
Электронный луч направляют в интересующую точку на поверхности образца.

Упругое рассеяние падающего пучка вынуждает прошедшие внутрь электроны «налетать» на кристаллические плоскости со всех сторон.

Диффузно рассеянные в объеме образца при своем дальнейшем движении встречают плоскости, от которых они дополнительно отражаются в соответствии с законом Вульфа-Брэгга.

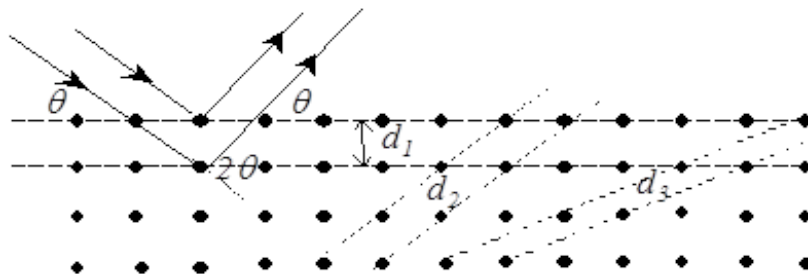


В тех случаях, когда удовлетворяется условие дифракции Брэгга для плоскостей атомов решетки кристалла, образуются по 2 **конусообразных** пучка дифрагированных электронов для каждого семейства кристаллических плоскостей



Условие Вульфа — Брэгга

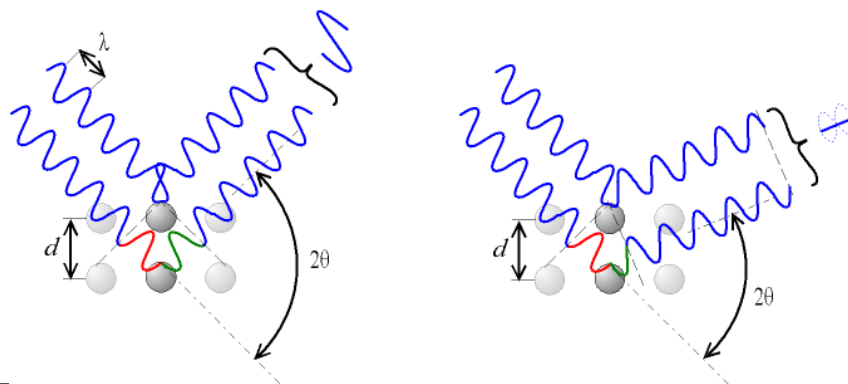
Если кристалл рассматривать как совокупность параллельных атомных плоскостей, отстоящих друг от друга на расстоянии (d), то дифракцию излучения можно представить как отражение его от системы таких плоскостей.



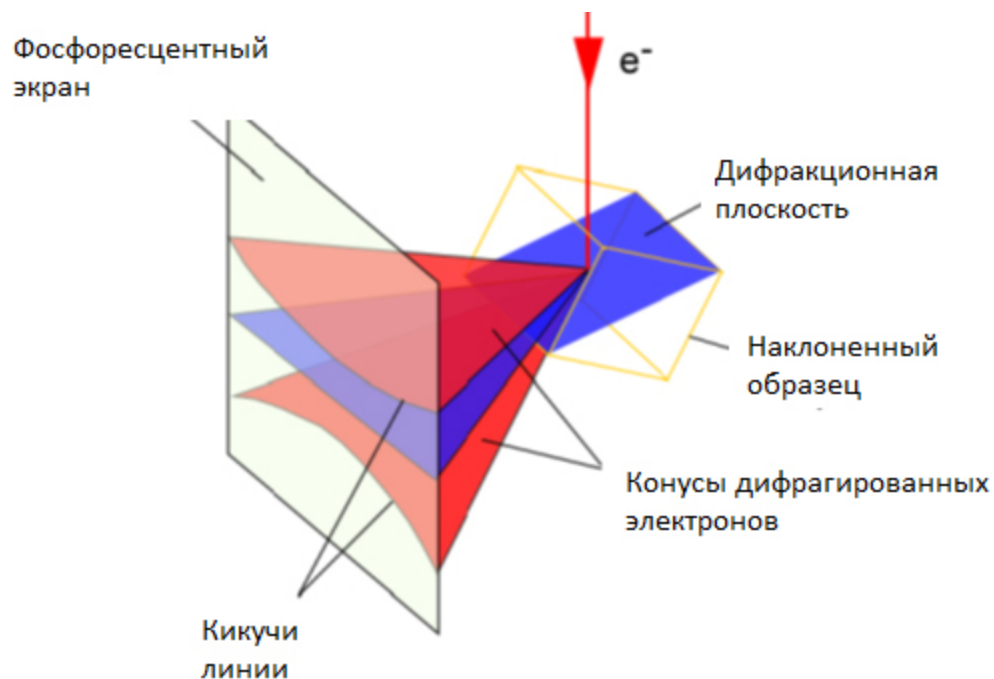
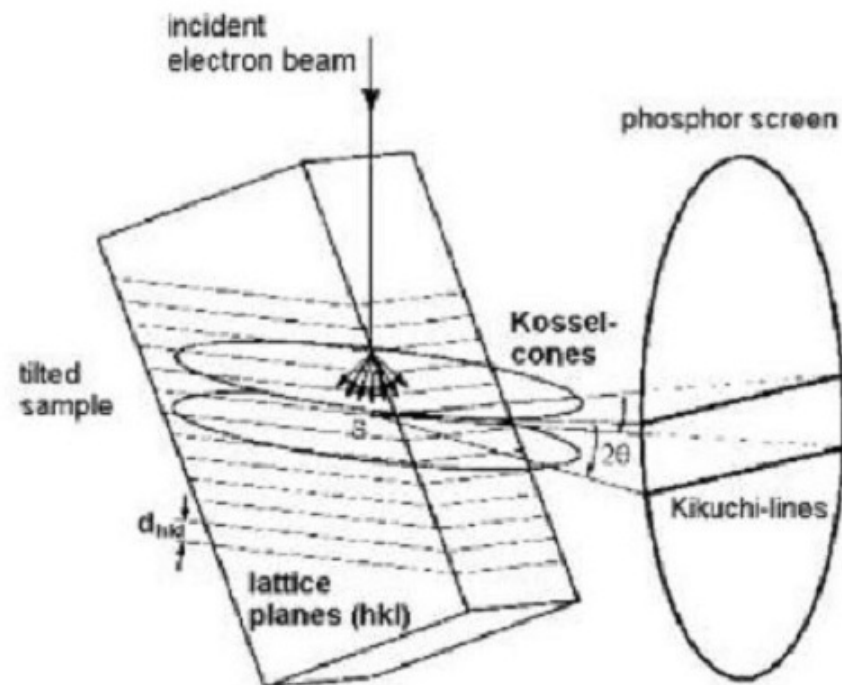
Для того, чтобы две испускаемые волны имели одинаковую фазу и усиливали друг друга, длина их пути должна отличаться на целое число длин волн.

$$2d \sin \theta = n \lambda ,$$

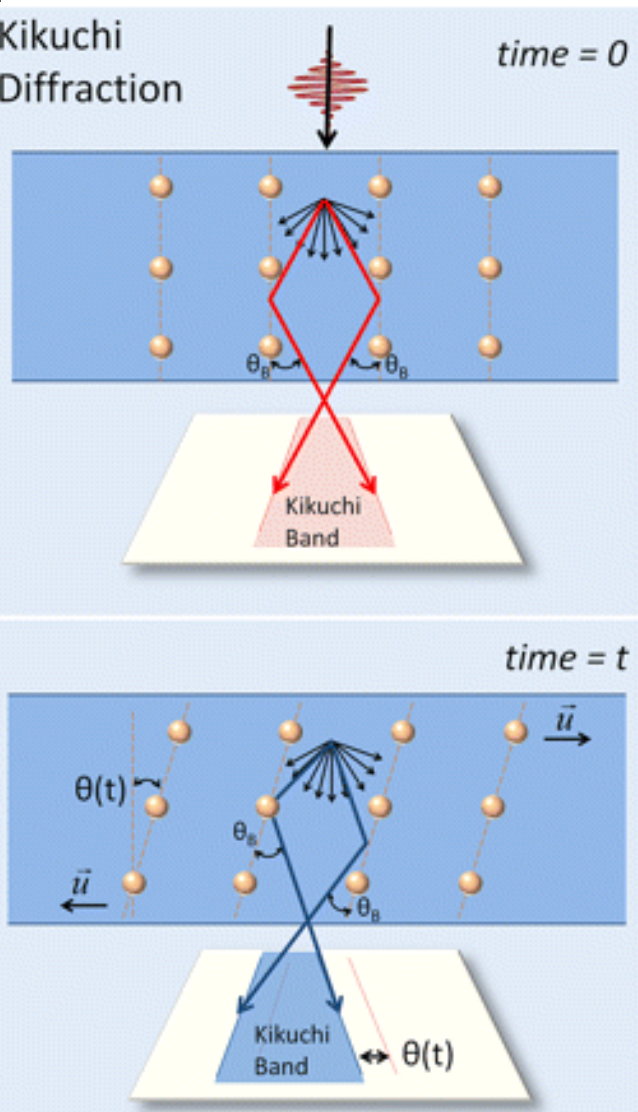
где d — межплоскостное расстояние, θ — дифракционный угол ,
 n — целое положительное число (наз. порядок отражения), λ — длина волны.



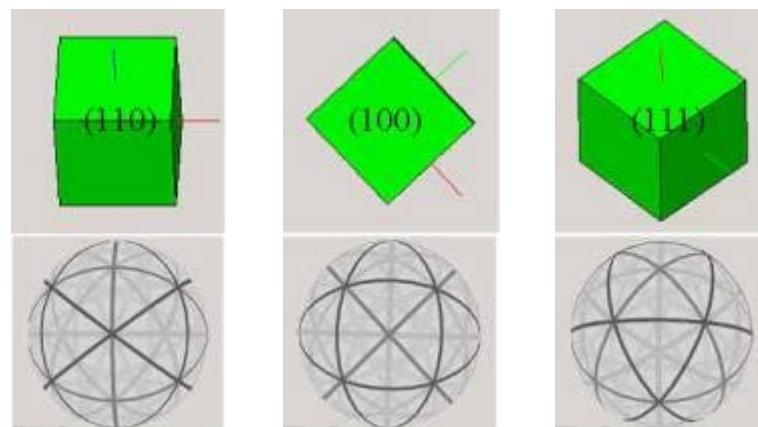
Отраженные (дифрагированные) электроны расположены по конусу (наз. конус Косселя)



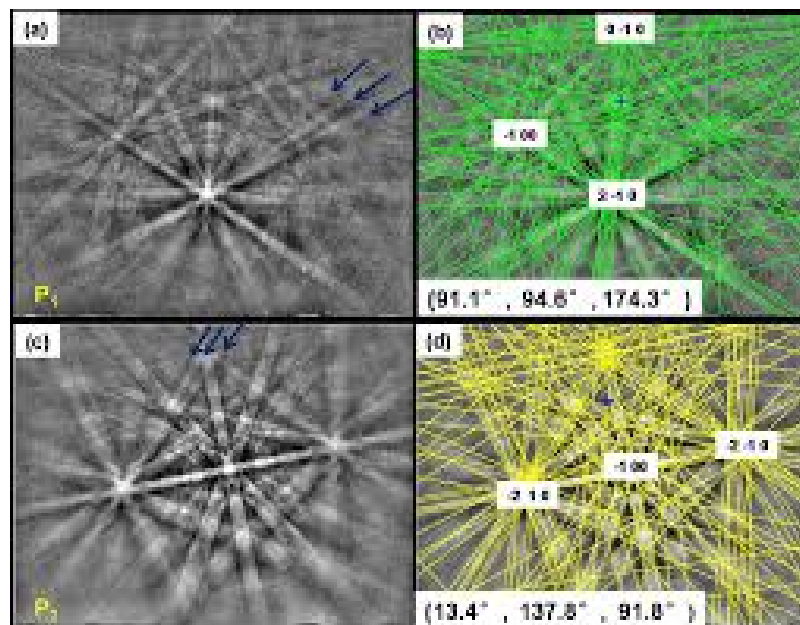
Один конус содержит избыточное излучение по сравнению с интенсивностью фона, второй - недостаточное. Пересечение этих конусов с плоскостью наблюдения приводит к появлению линий Кикучи от этой отдельной дифрагирующей плоскости,



Там, где конусообразные пучки электронов пересекаются с фосфоресцентным экраном, они «проявляются» (оставляют след) в виде тонких полос, называемых **полосами Кикучи**. Каждая из этих полос соответствует определенной группе кристаллических плоскостей.



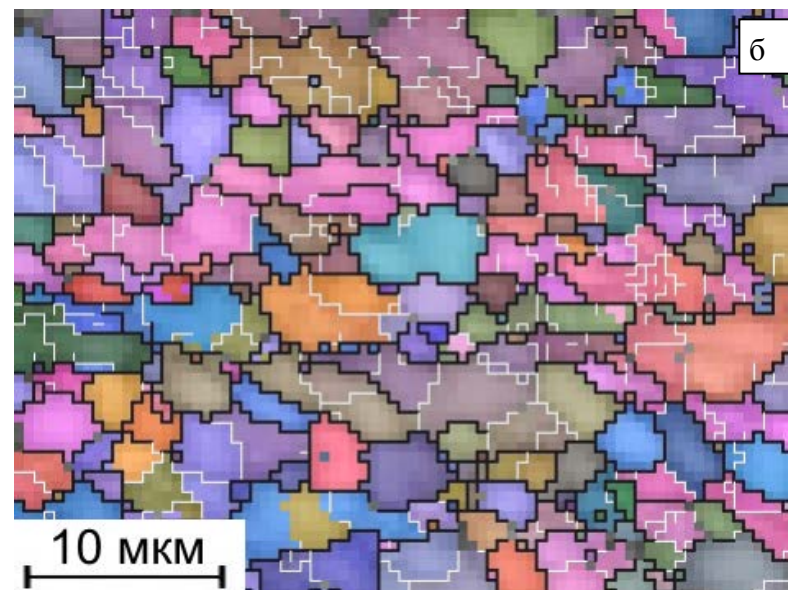
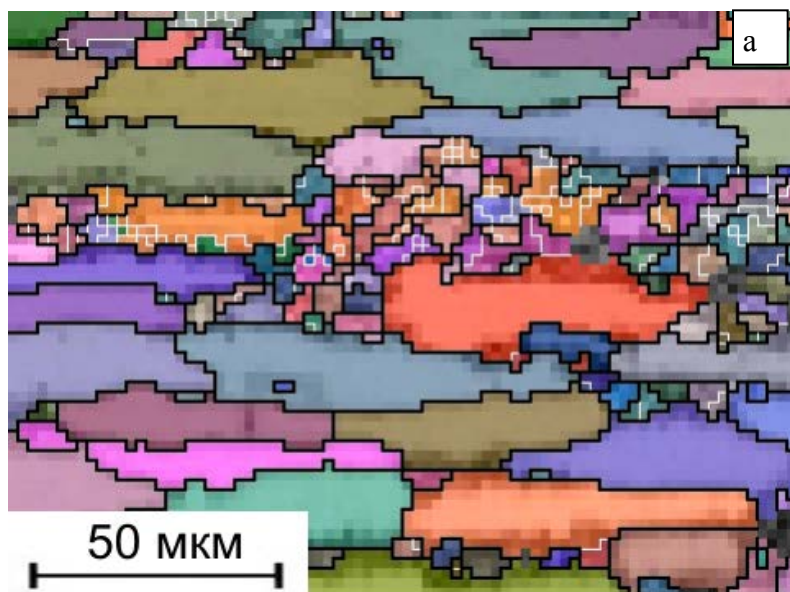
Пересечение этих линий дает углы пересечения плоскостей. Сравнение полученных углов с углами структур из базы данных позволяет выделить индексы Миллера каждой плоскости.



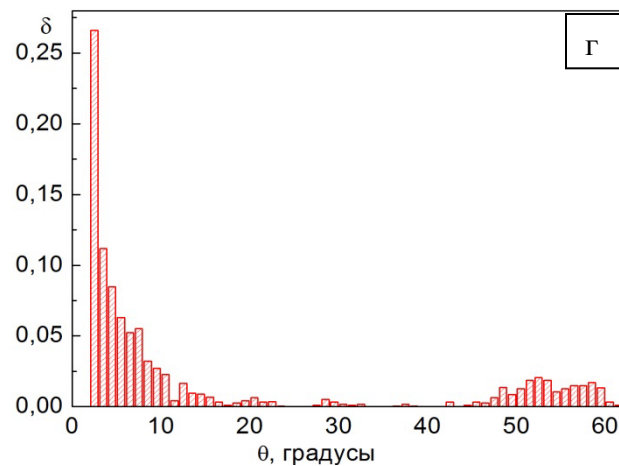
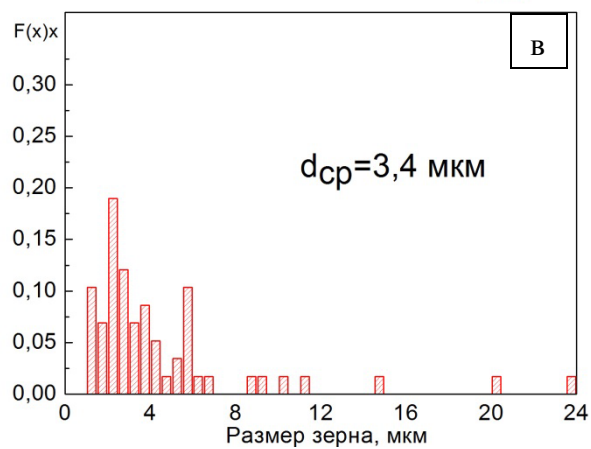
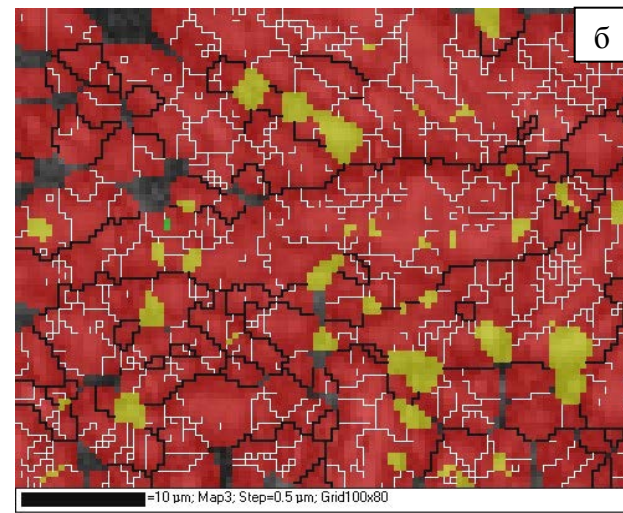
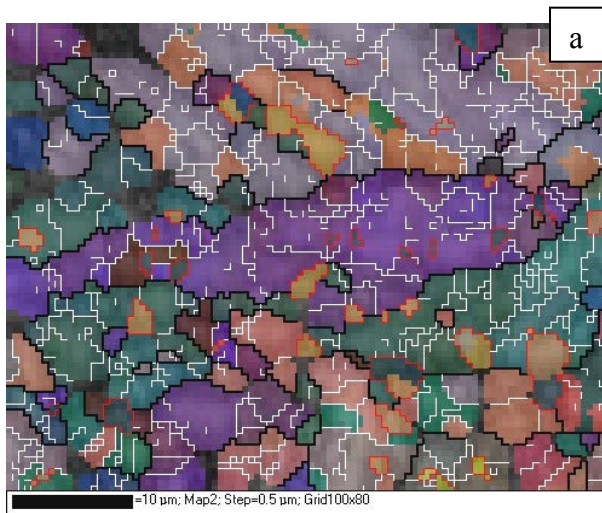
С помощью специальных компьютерных программ автоматически определяется положение каждой из полос Кикучи, производится сравнение с теоретическими данными о соответствующей кристаллической фазе и быстро вычисляется трехмерная кристаллографическая ориентация. Весь процесс занимает <0.02 секунд для каждой точки анализа.

Возможности метода EBSD

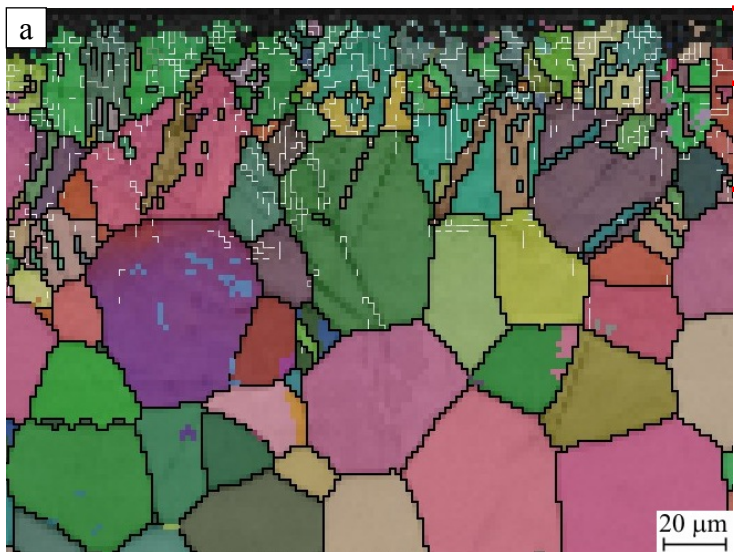
- - исследования текстуры или преимущественных кристаллических ориентаций моно- или поликристаллических материалов,
- - исследования дефектов,
- - определения и разделения фаз,
- - изучения границ зерен,
- - картирования микродеформаций и т. д.



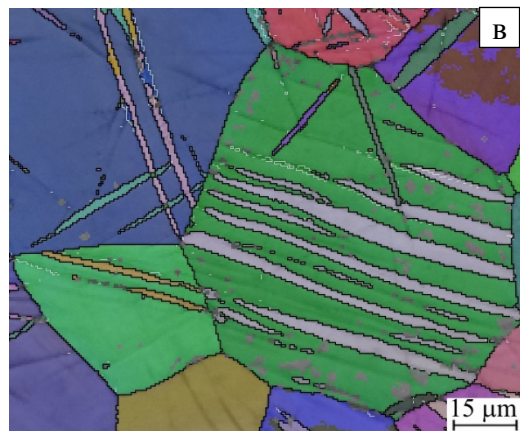
Карты разориентировок зерен, полученные на боковой грани прокатанного листа стали ЭК-181 вблизи поверхности (а) и в середине листа (б)



Карты разориентации границ зерен (а) и фазового состава (б) стали ЭК-181, а также гистограммы распределений зерен по размерам (в) и границ зерен по углам разориентации (г). Желтые области на рис. (б) соответствуют фазе Fe_2W

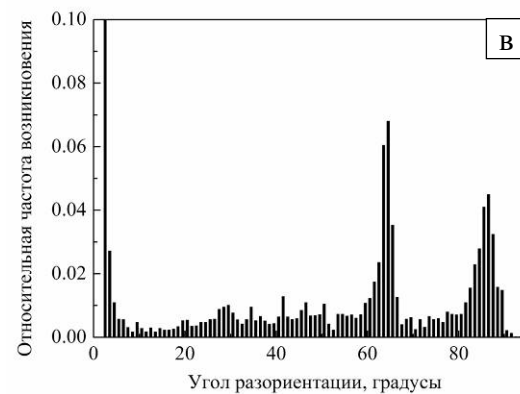
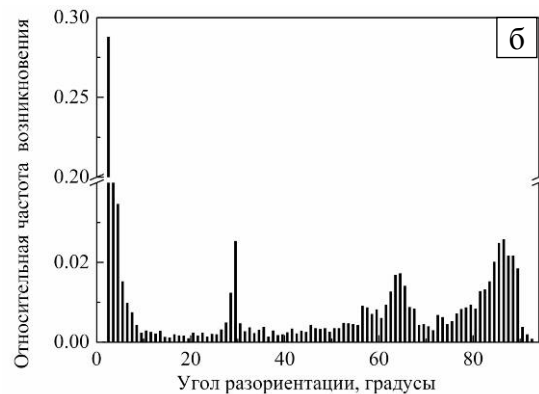
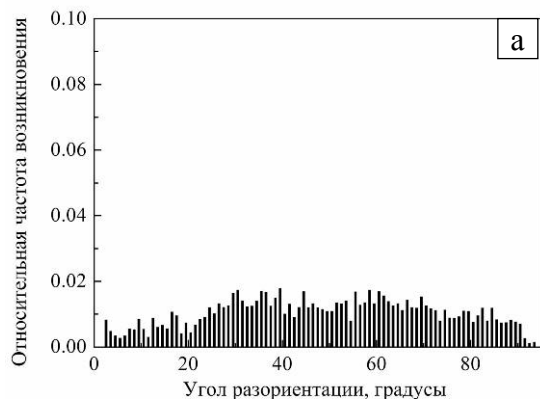


- 20 мкм

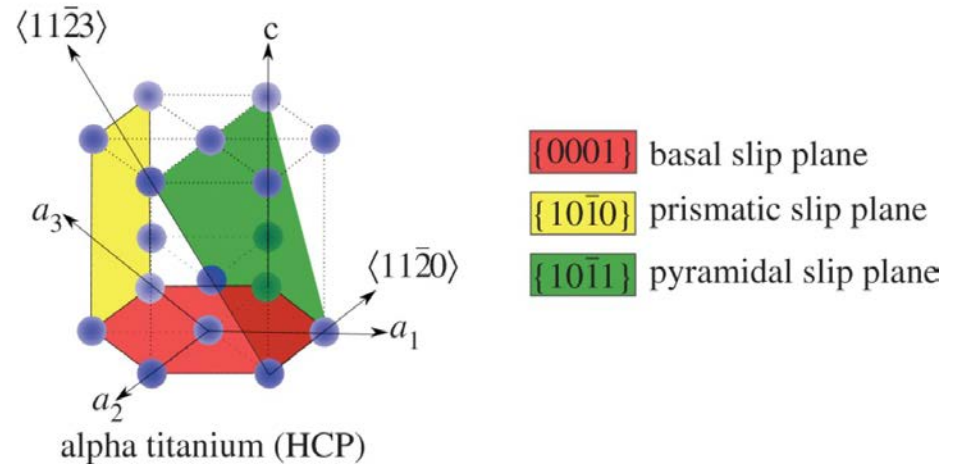
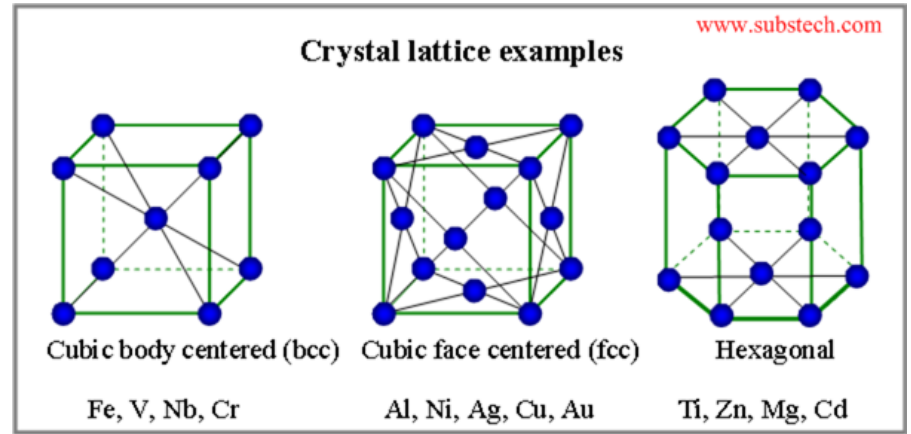
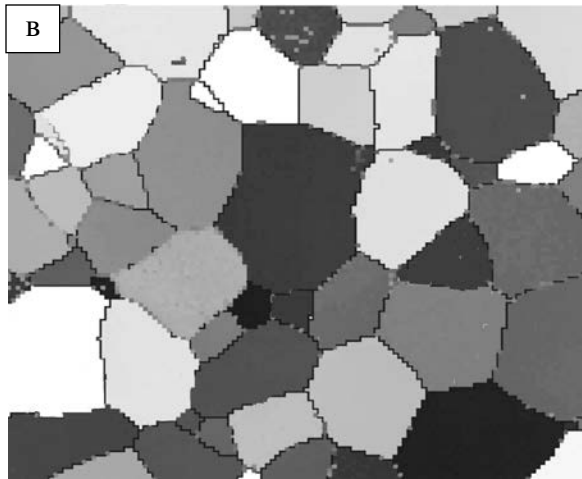
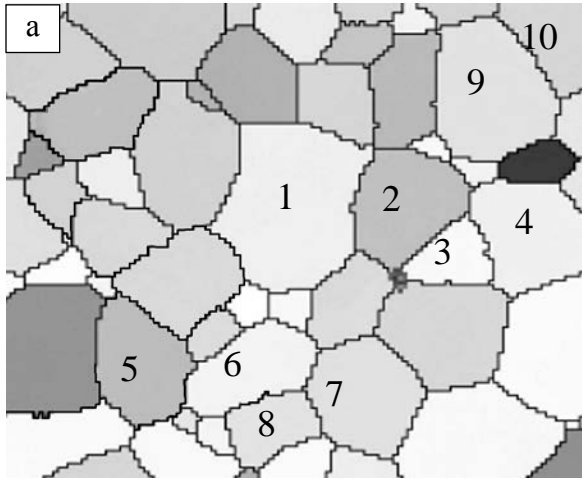


- 50 мкм

Микроструктура образца BT1-0, подвергнутого ультразвуковой обработке; а- EBSD –карта боковой грани; (б, в) - EBSD –карты плоской поверхности, полученные на глубине 20 и 50 мкм соответственно

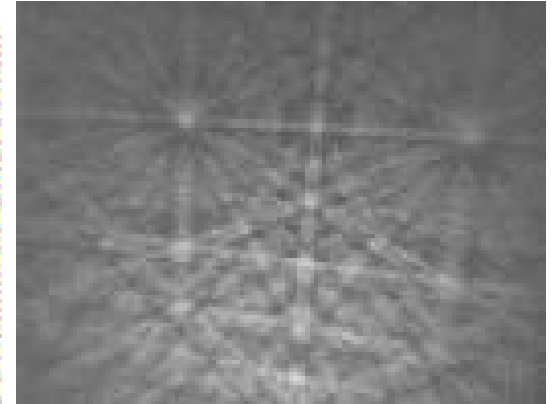
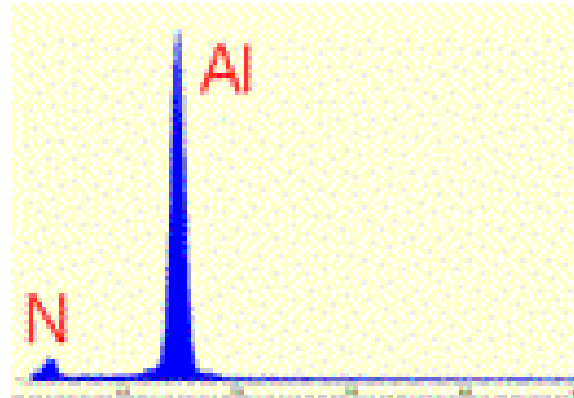
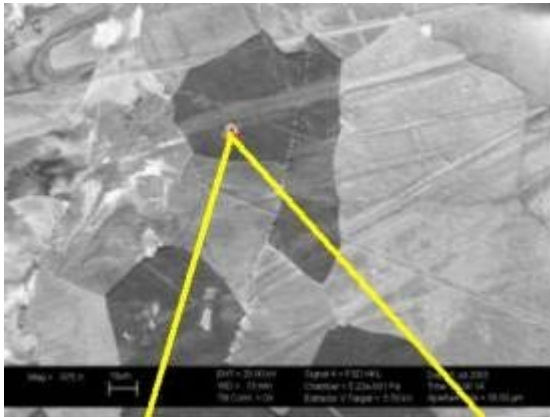


Распределения границ зерен в образцах BT1-0 до (а) и после ультразвуковой обработки (б, в), полученные на глубине 20 (б) и 50 мкм от обработанной поверхности (в)

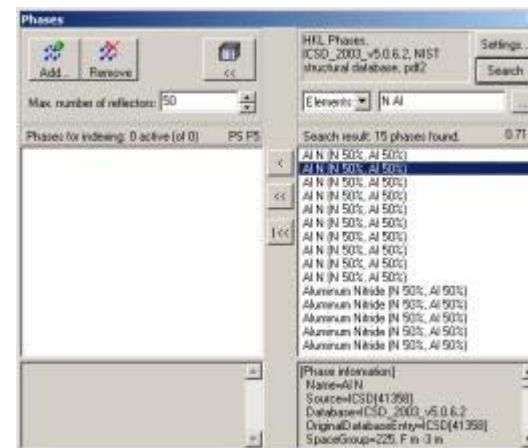


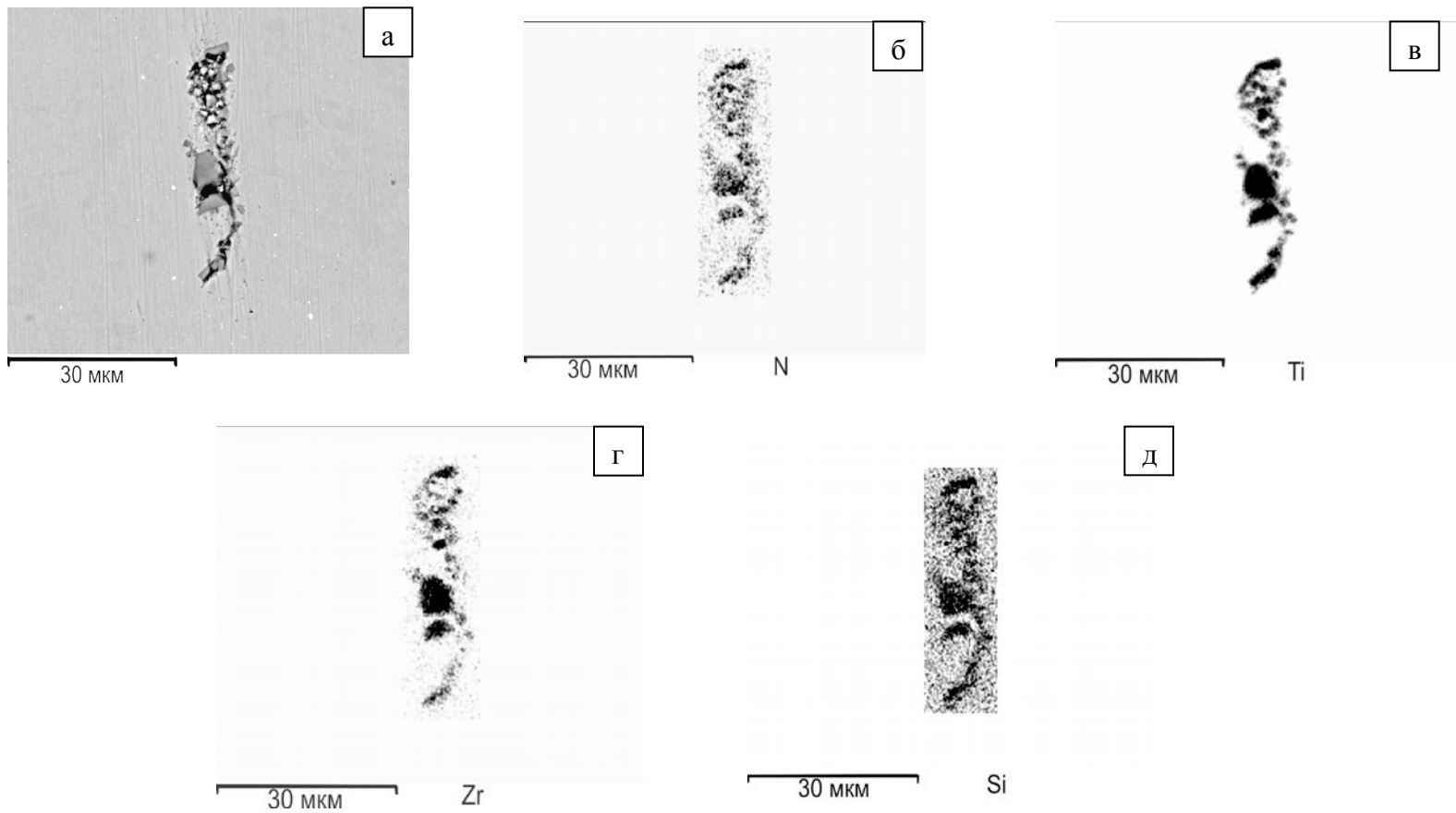
Карты фактора Шмида для призматических (а) и базисных систем скольжения (в) в поверхностных зернах образца VT1-0. Максимальному фактору Шмида соответствует белый цвет, а минимальному – черный

Использование метода ДОЭ для идентификации неизвестных фаз.



Состав включения определяется путем выбора из списка (базы данных) подходящих по составу фаз

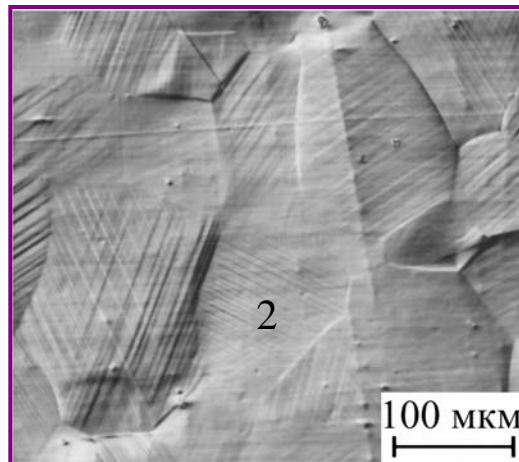
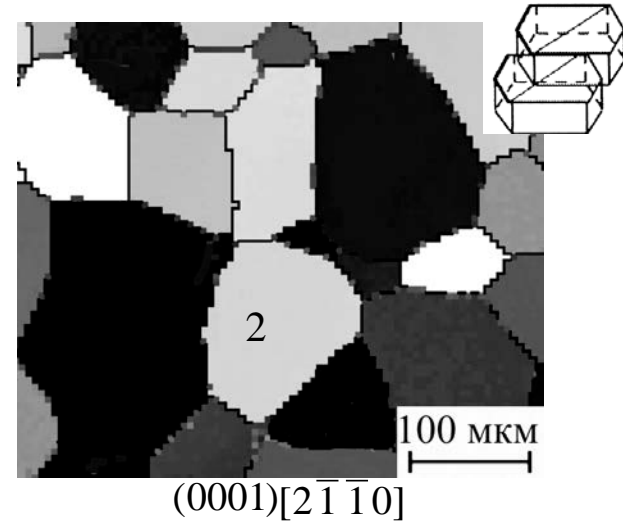
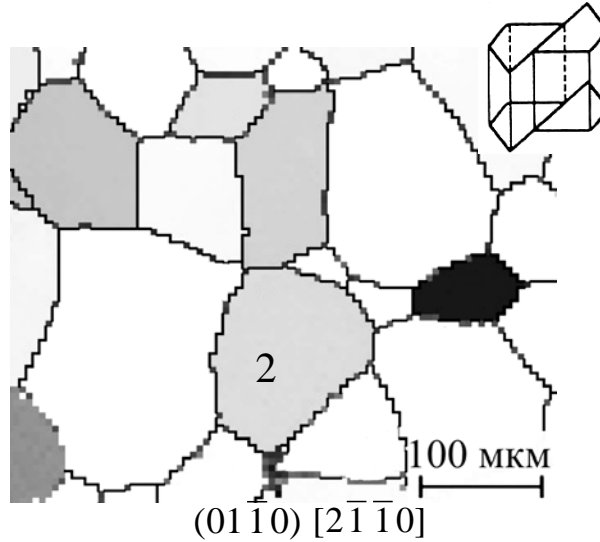
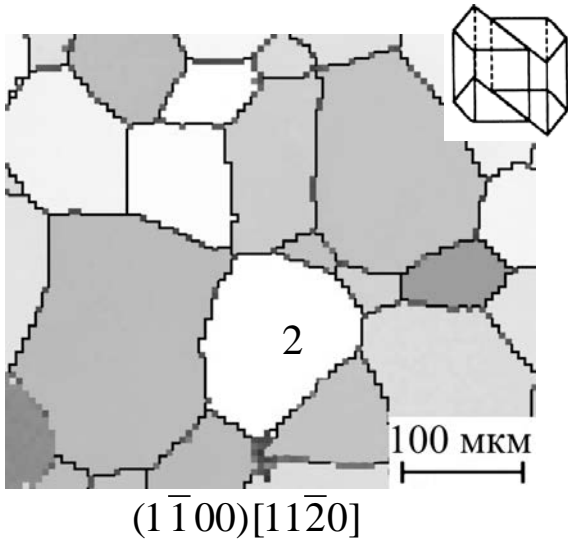
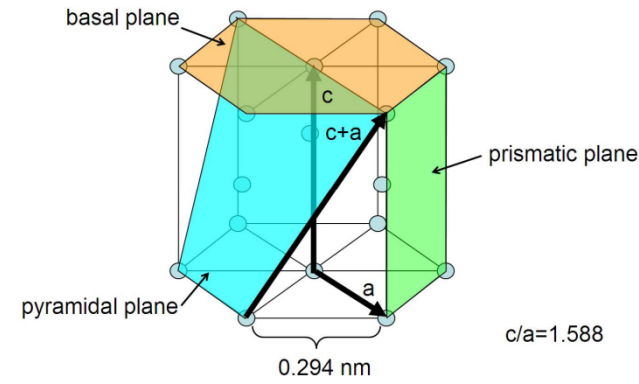




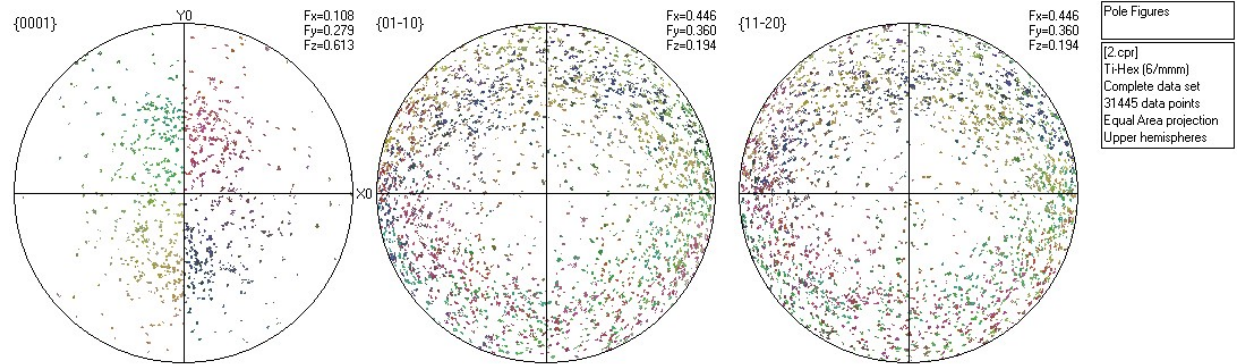
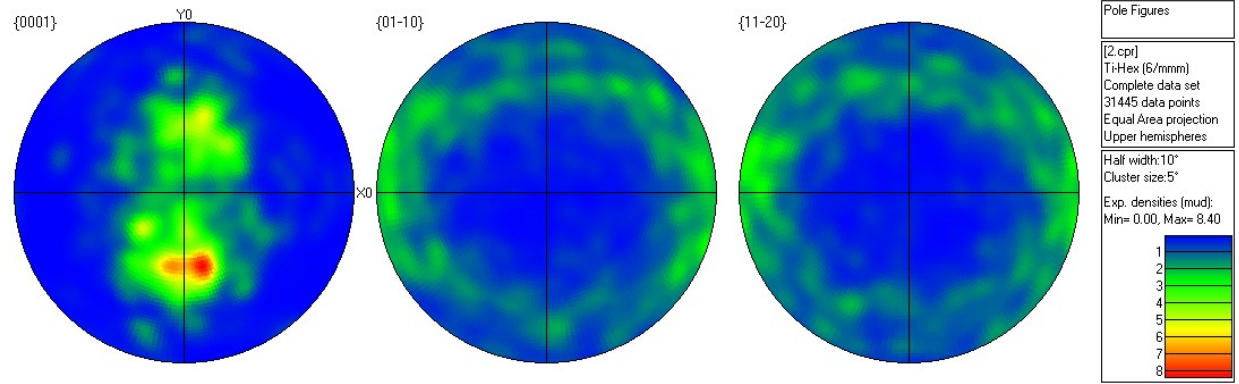
РЭМ - изображение (а) скопления интерметаллидных частиц, выявленных в процессе механической шлифовки плоского образца стали ЭК-181, а также карты распределения N (б), Ti (в), Zr (г), Si (д) в данном микрообъеме

Карты фактора Шмида (Тейлора):

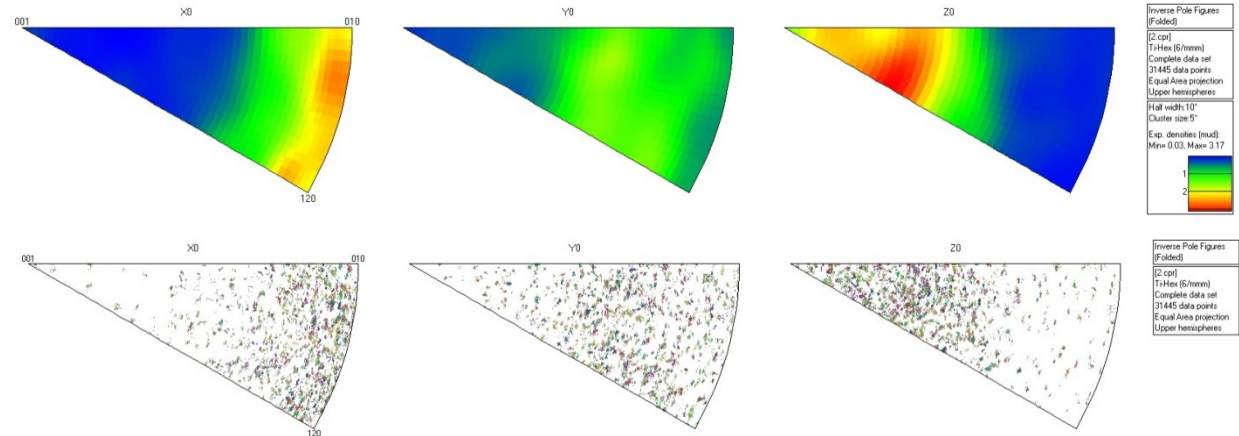
более светлые участки будут деформироваться предпочтительно по отношению к более темными



Прямые



И обратные полюсные фигуры



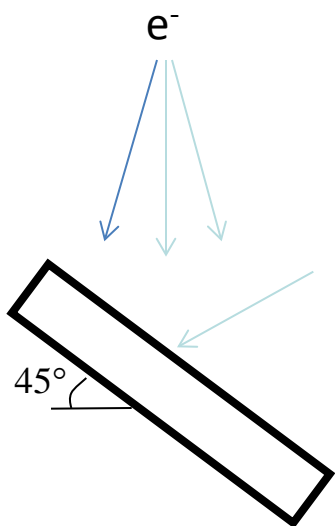
Получение
изображения
поверхности



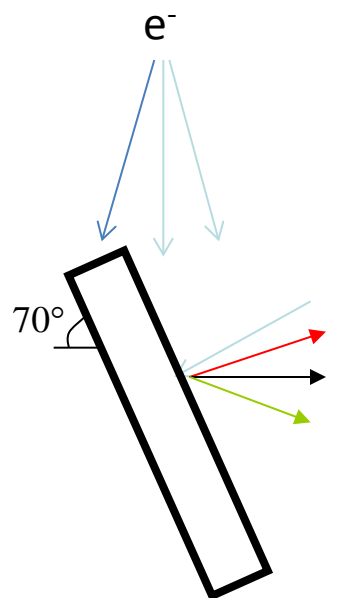
Анализ
микроструктуры

Детектирование
вторичных или
отражённых
электронов

Дифракция вторичных
электронов



Детектор вторичных электронов



EBSD camera