

EBSD-vizsgálatok az anyagtudományban

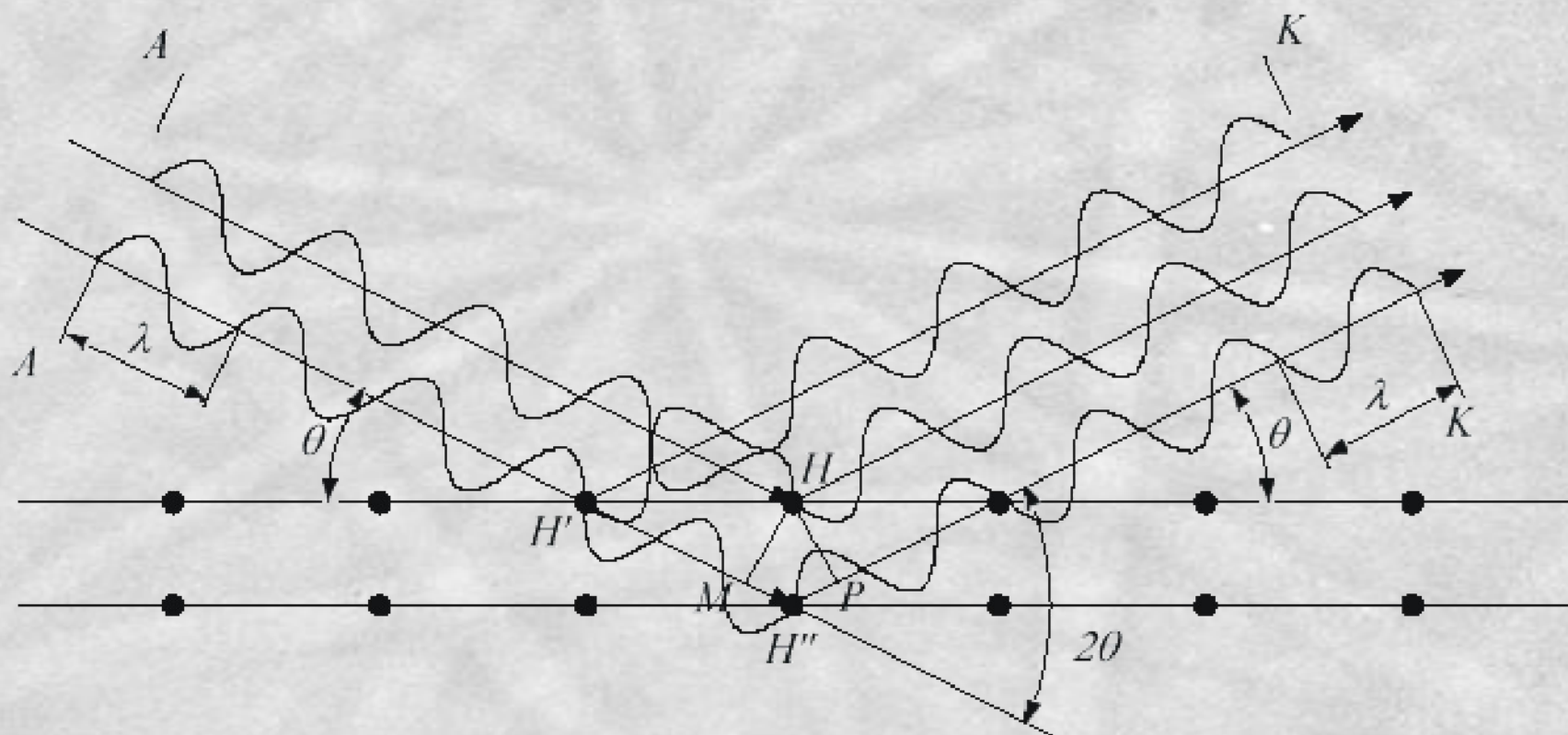
Szabó Péter János

BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék

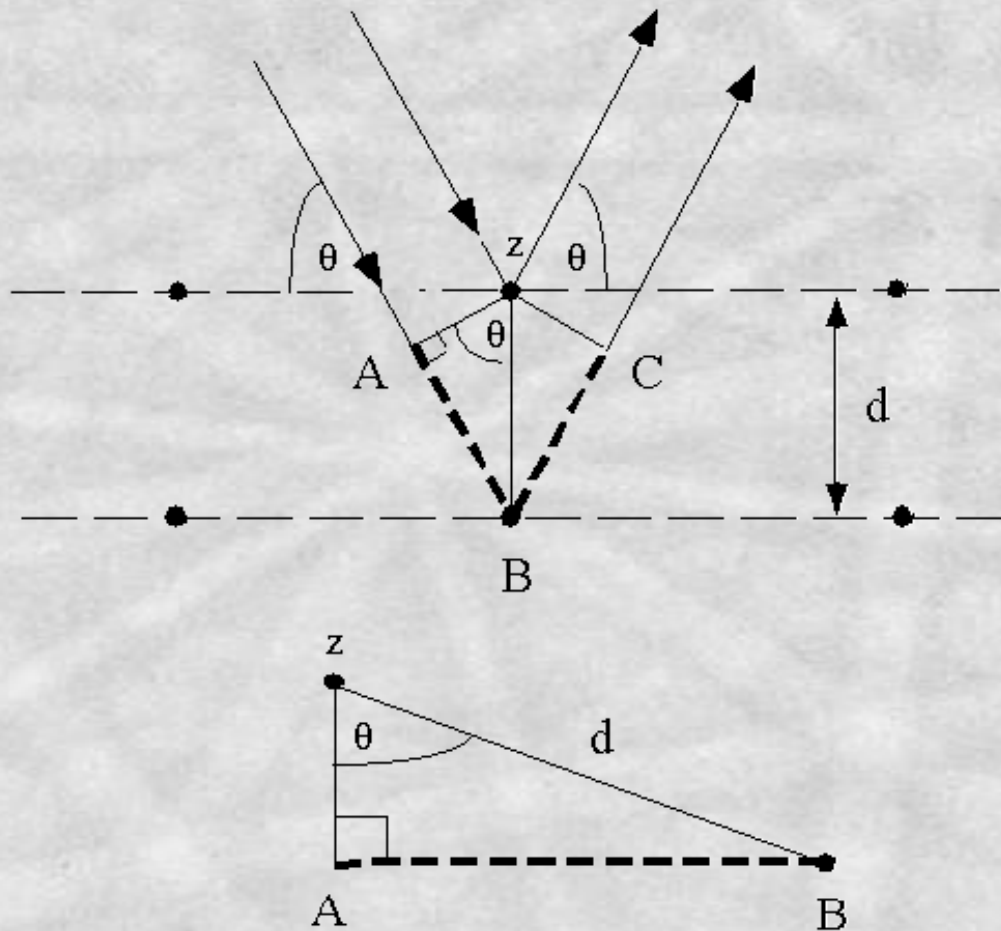
1111 Budapest, Goldmann tér 3.

szpj@eik.bme.hu

Diffrakció

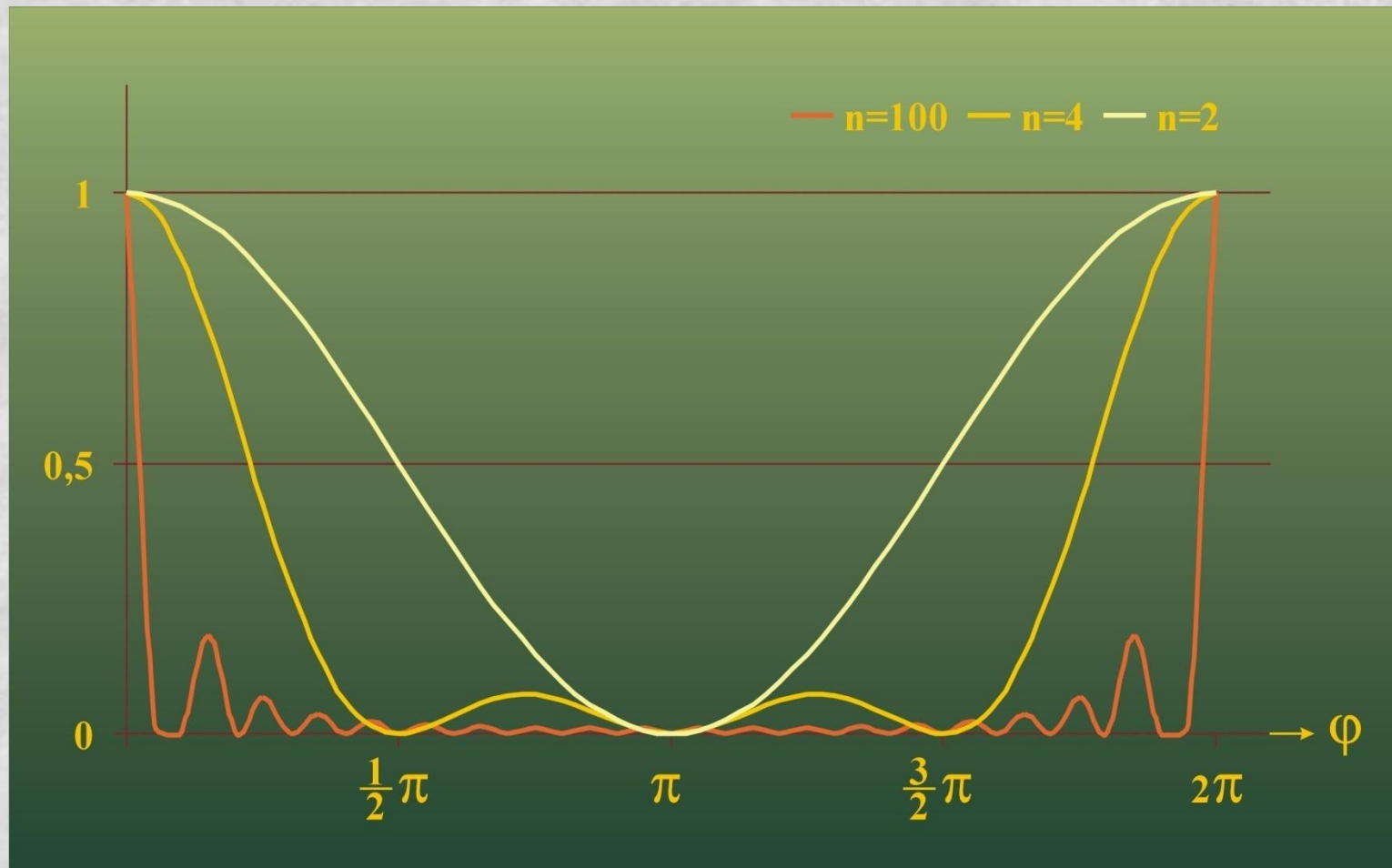


Bragg-egyenlet

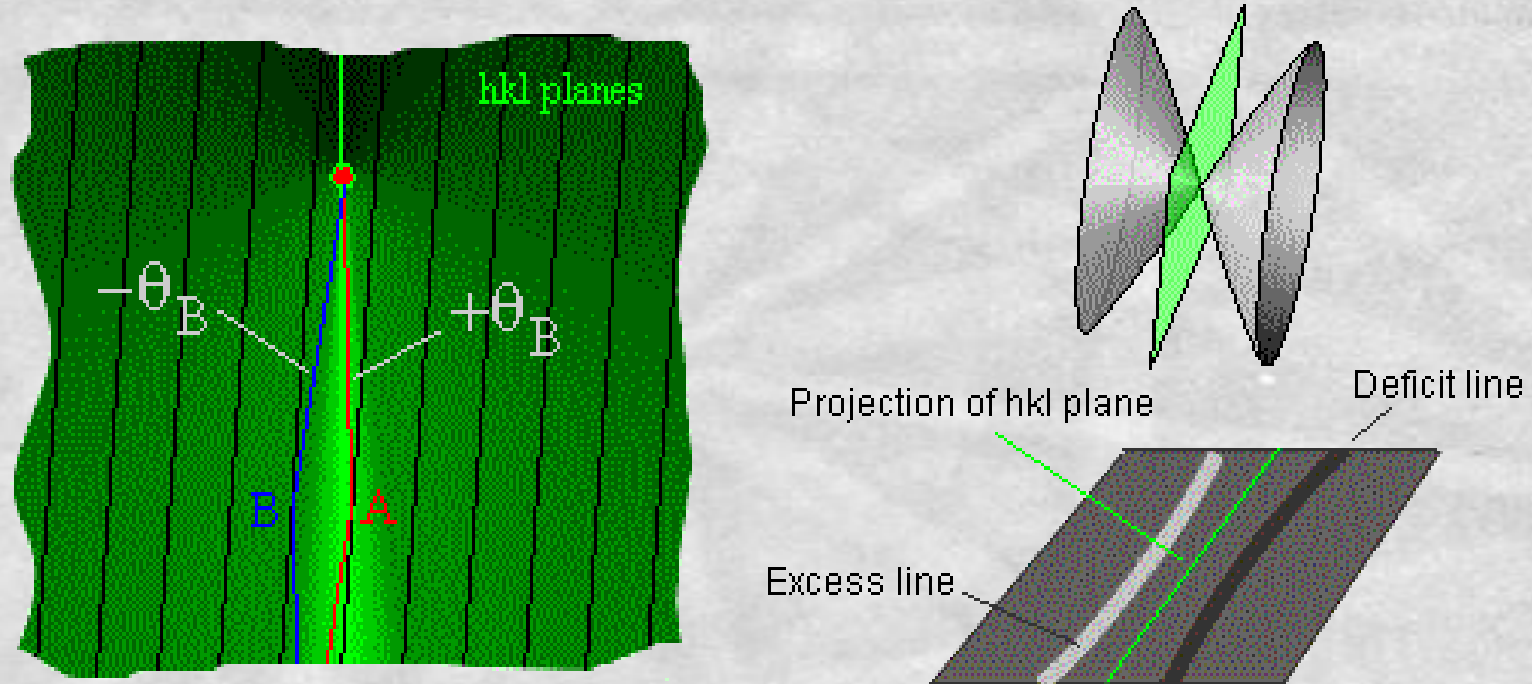


$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

Nagyszámú reflektáló sík



Kikuchi-vonalak a TEM-ben

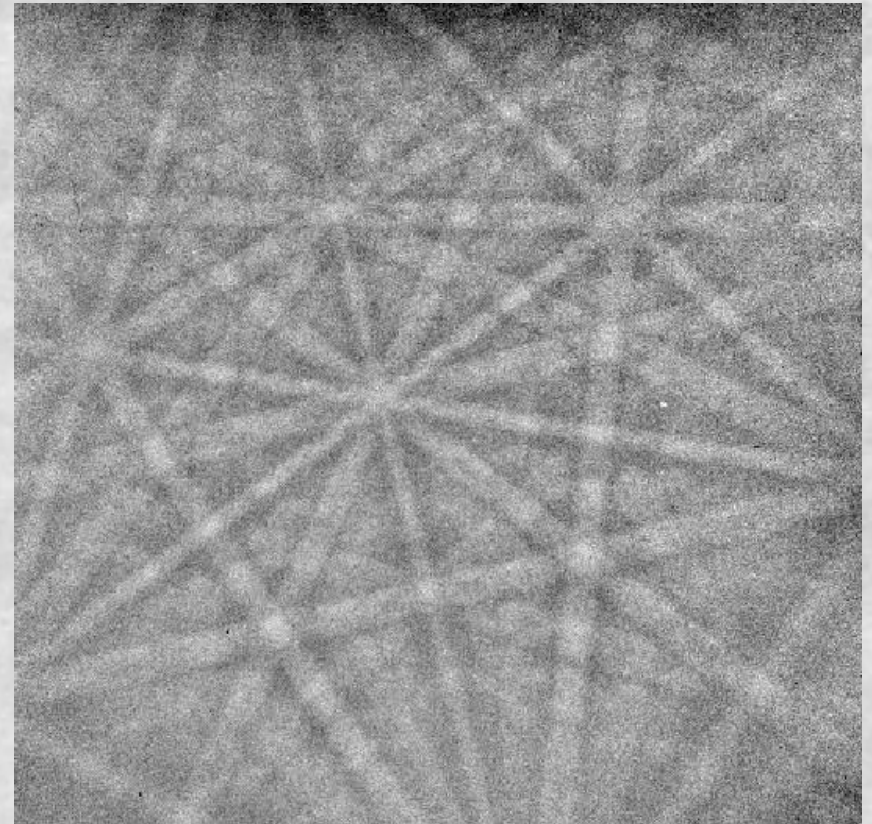
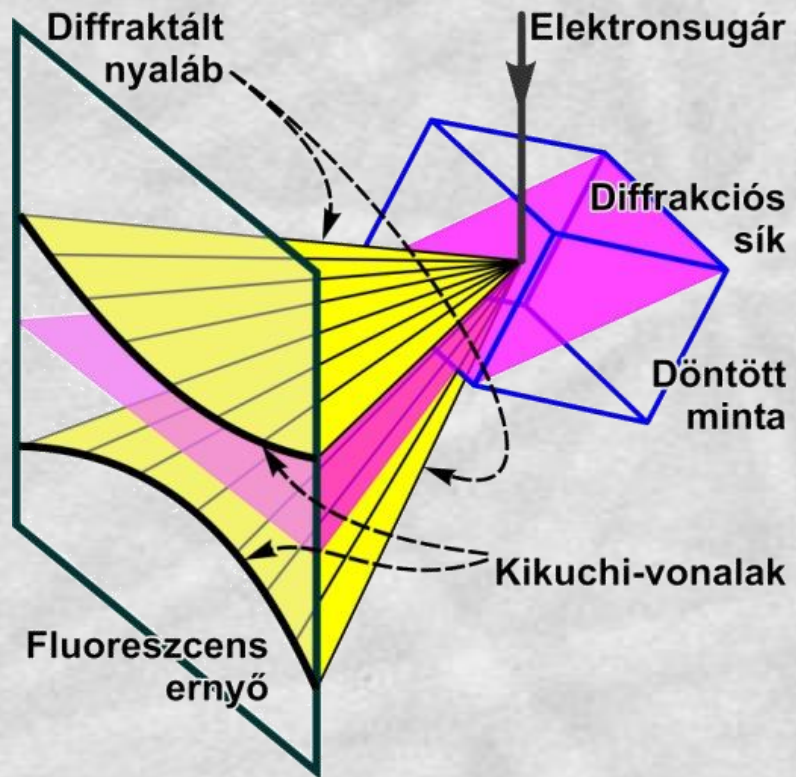


Rugalmatlan szóródás után rugalmas diffrakció.

Az EBSD fejlődése

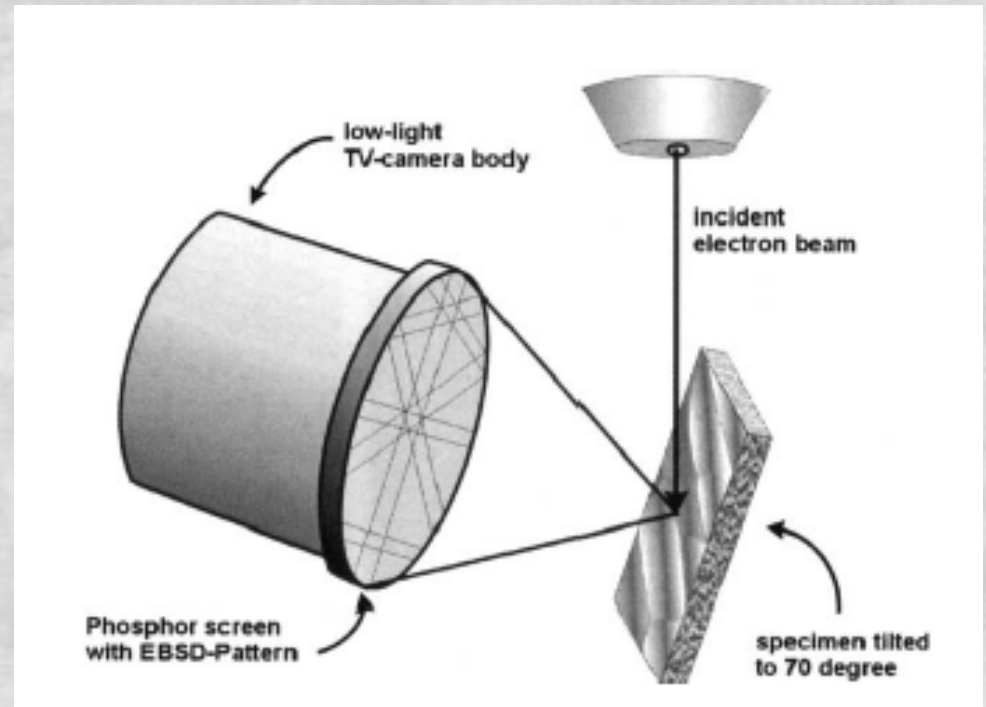
- **1954** Nagyszögű Kikuchi-szóródás megfigyelése (Alam et. al, „High Angle Kikuchi Patterns”, *Proc. Royal Society of London*, **A221**, 224-242.)
- **1973** Kristályorientáció meghatározása; elsőkénti alkalmazás pásztázó elektronmikroszkópban (Venables and Harland, *Phil. Mag.* **2**, 1193-1200.)
- **1987** On-line indexelés (Dingley et. al., *Scanning Electron Microscopy*, **11**, 451-456.)
- **1992** A Burns-módszer, később a Hough-transzformáció alkalmazása a Kikuchi-sávok azonosítására (Wright et. al., *Met. Trans. A*, **23**, 759-767., ill. Russ et. al., *J. Computer-Assisted Microscopy*, **1**, 3-37.)

EBSD

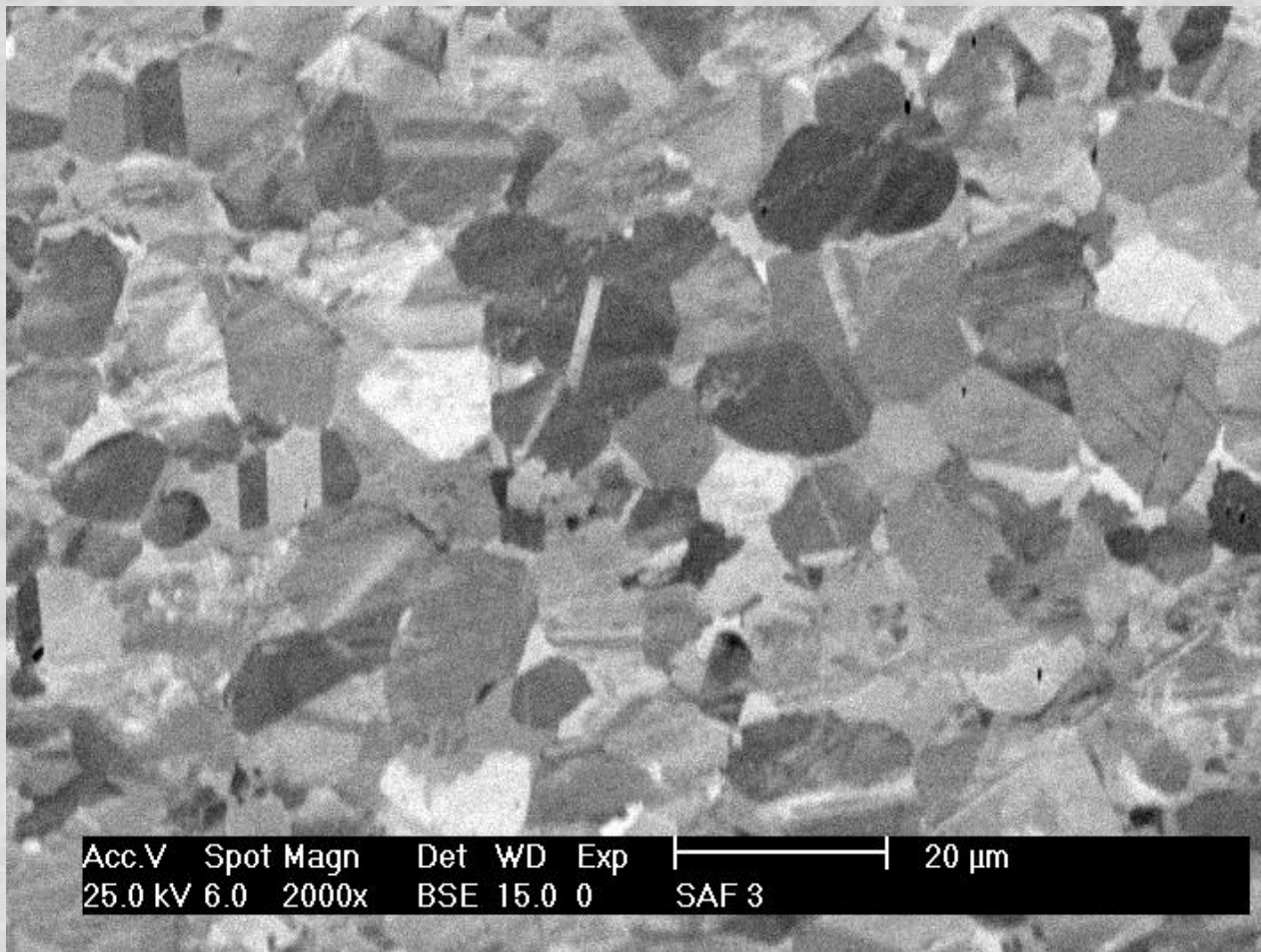


Kikuchi-ábra detektálása

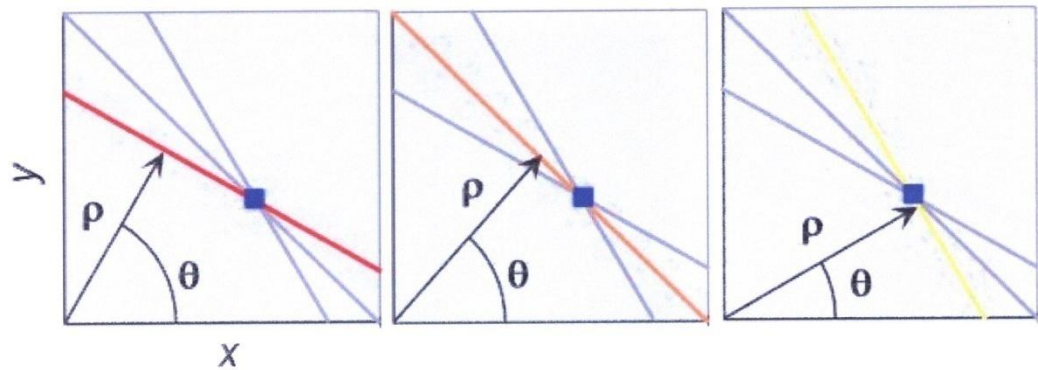
- Fluoreszcens ernyő
- Nagyfelbontású CCD-kamera (1300x1030)
- Háttérlevonás
- Binning: 2x2, 4x4, 8x8
- Max. kiolvasási sebesség: 65 fps



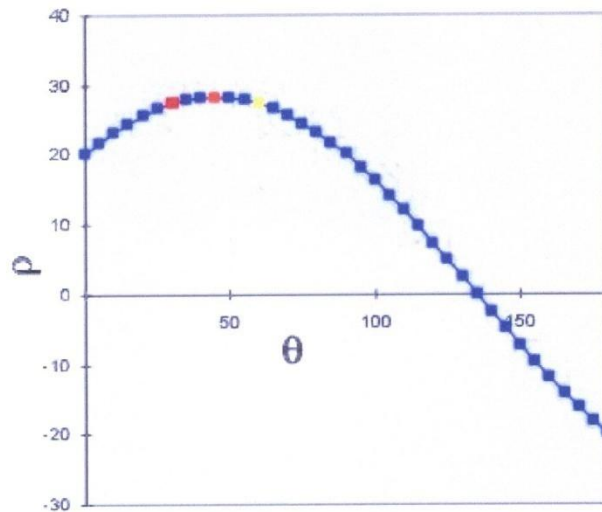
BSE-kép



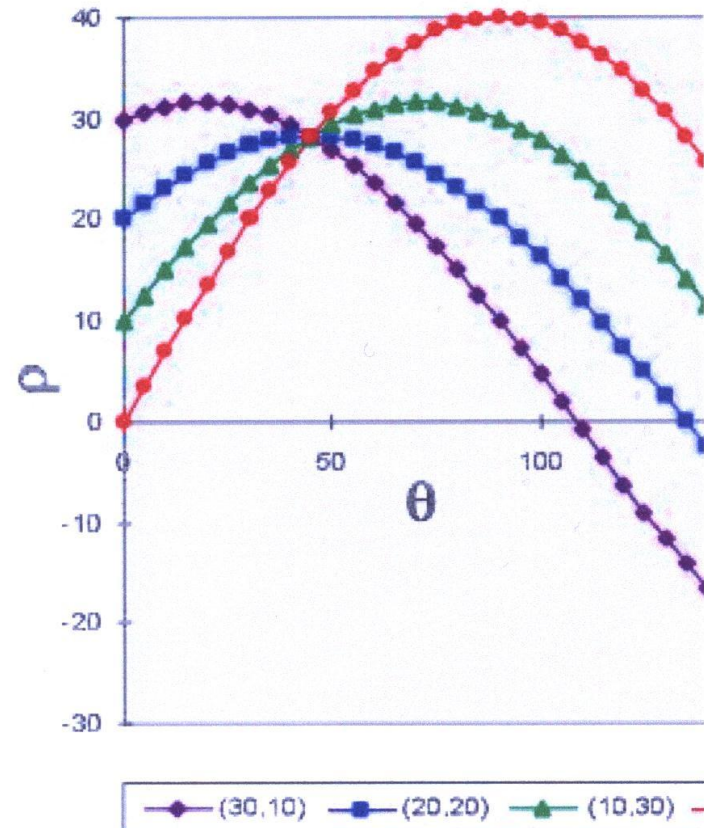
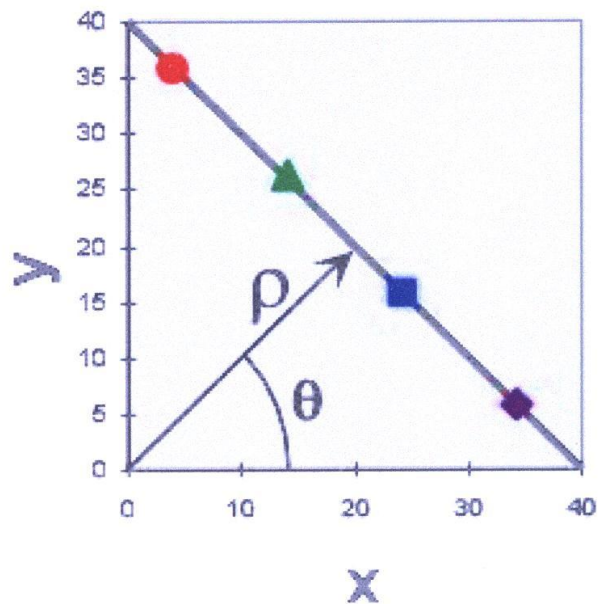
Hough-transzformáció



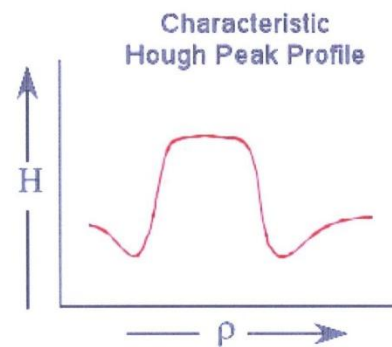
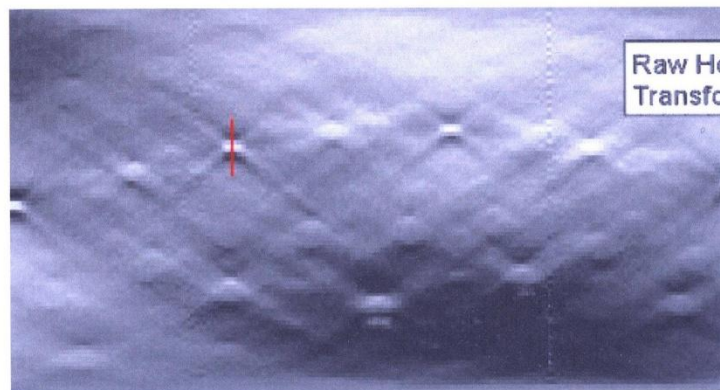
$$\rho = x \cos \theta = y \sin \theta$$



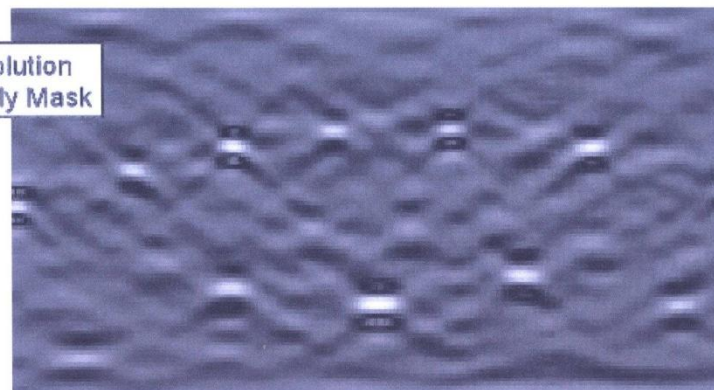
Hough transformáció



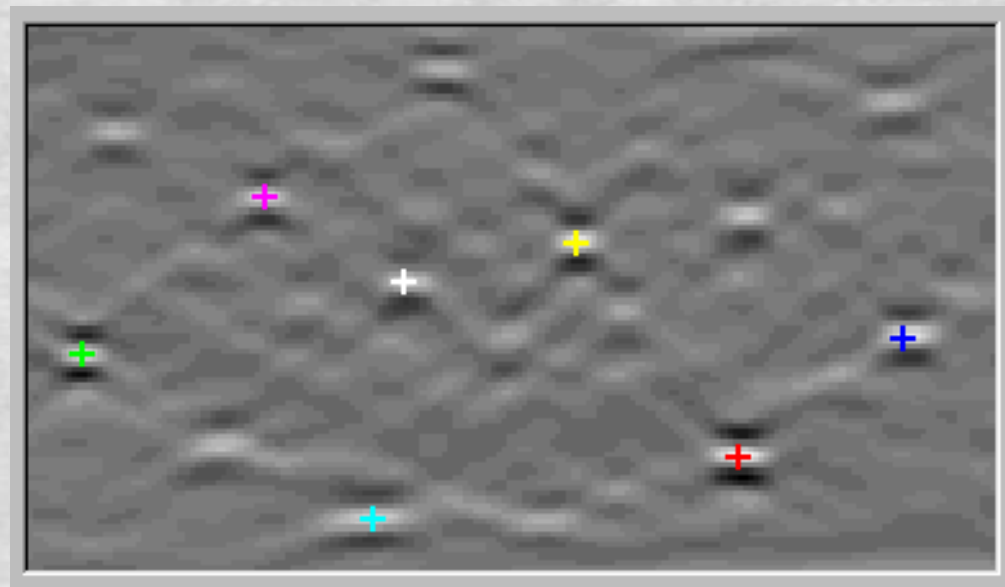
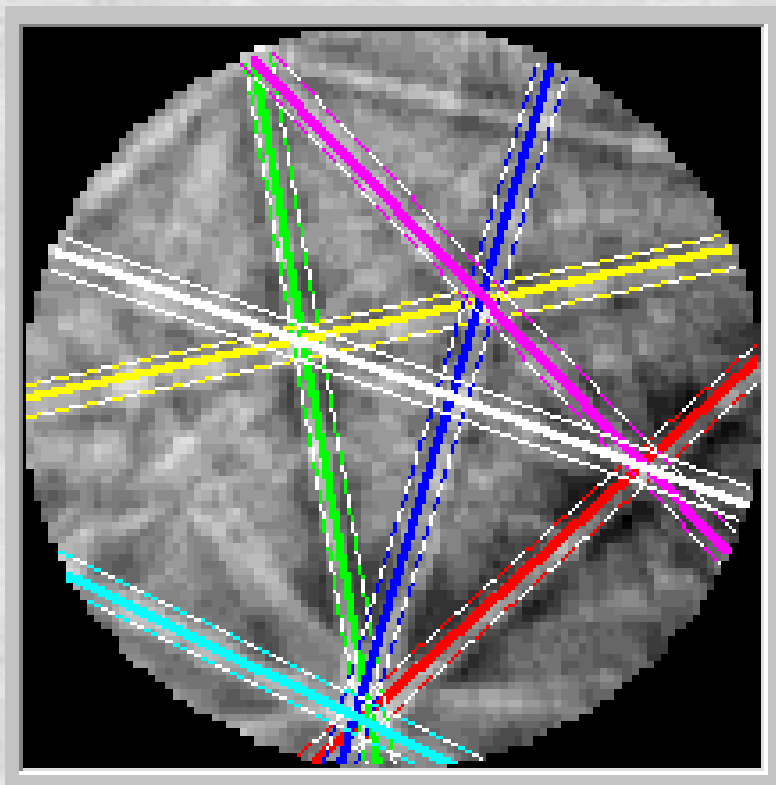
Hough-transzformáció



After Convolution with Butterfly Mask



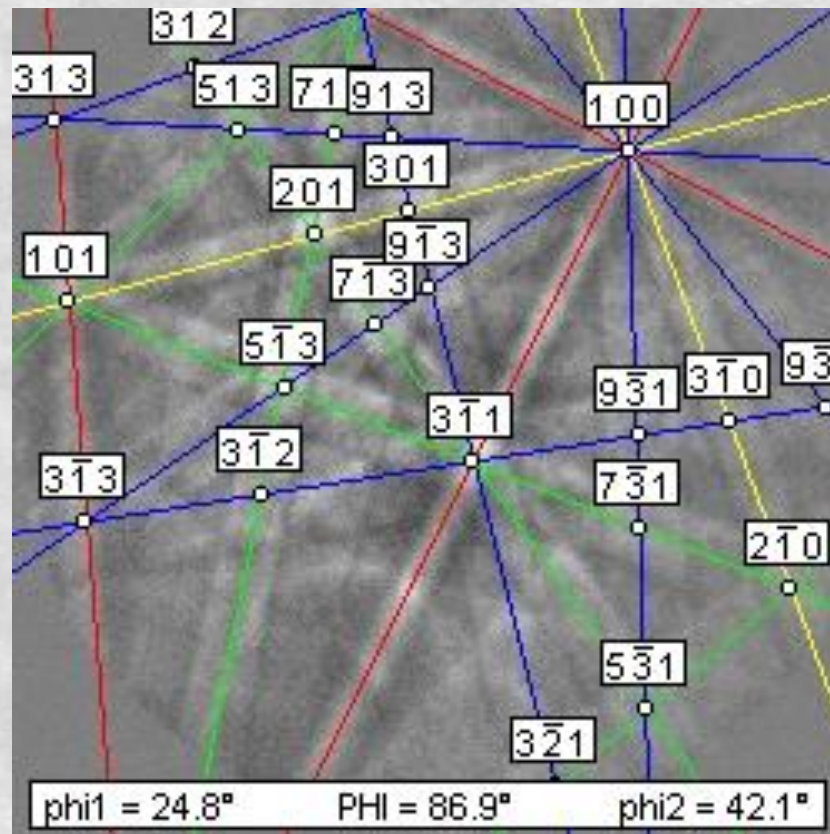
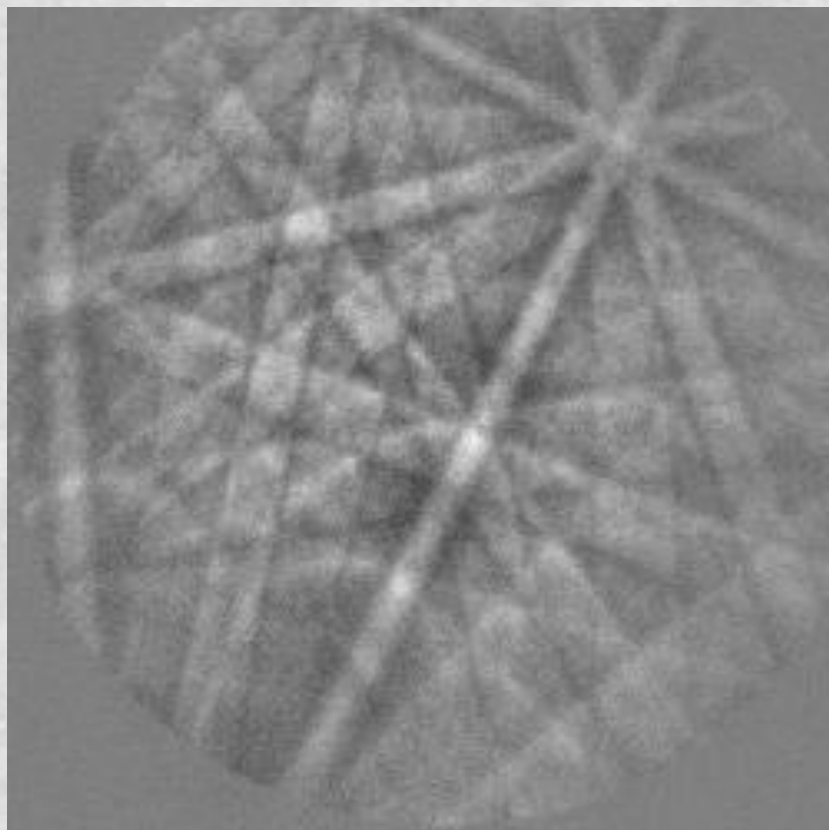
Hough-transzformáció



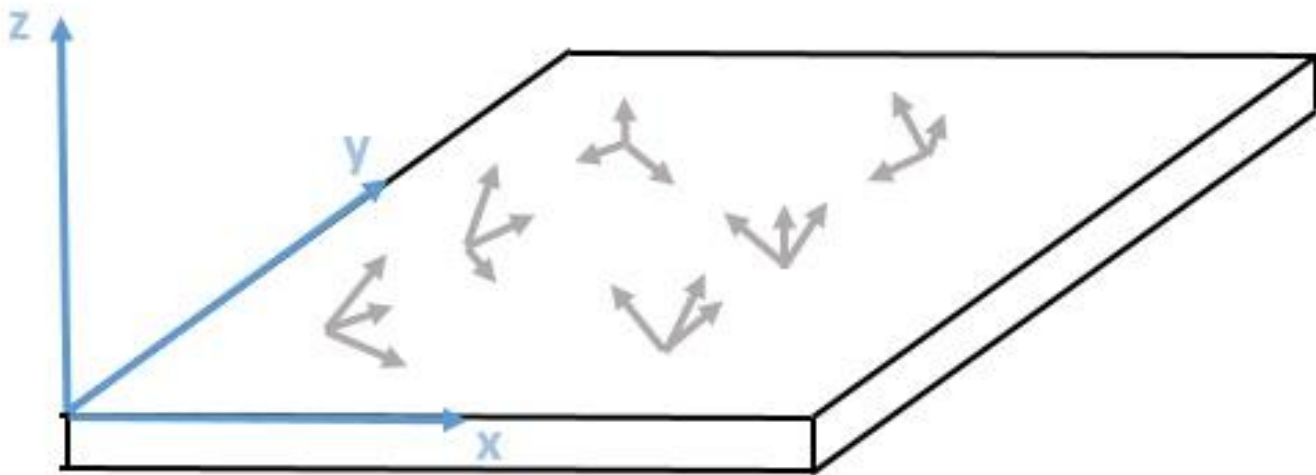
Automatikus indexelés

- Legerősebb zónatengelyek közti szög meghatározása
- Több megoldás is megfelelhet egy adott Kikuchi-ábrának
- „Voting system” alapján kiválasztja a szoftver a legjobbat

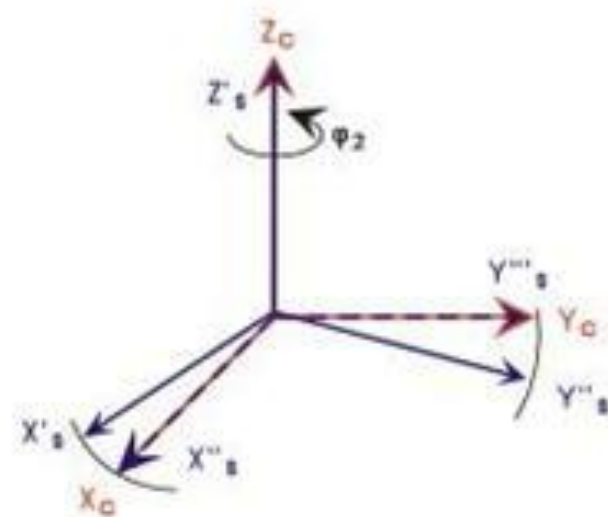
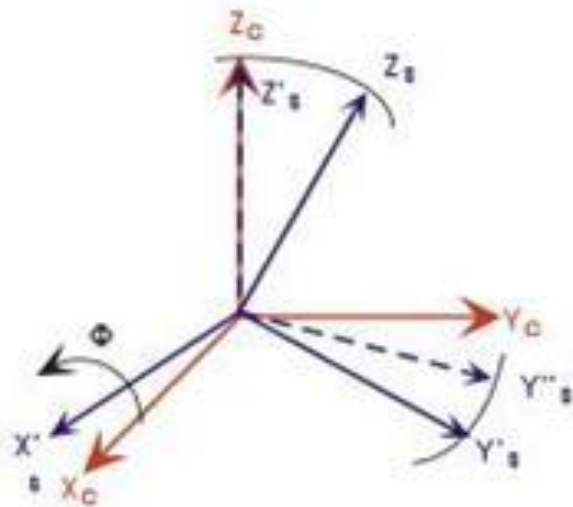
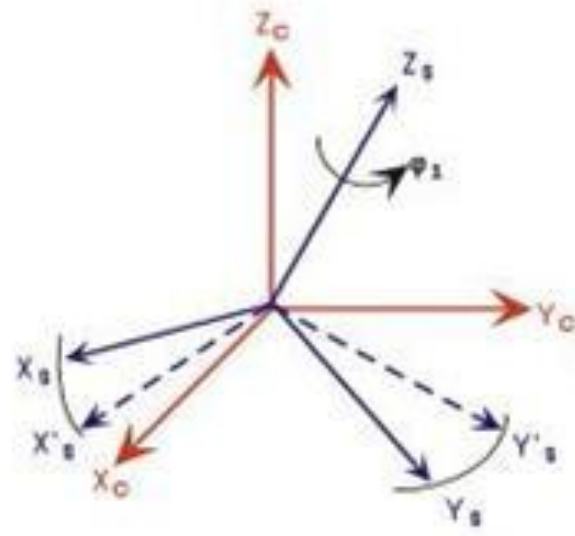
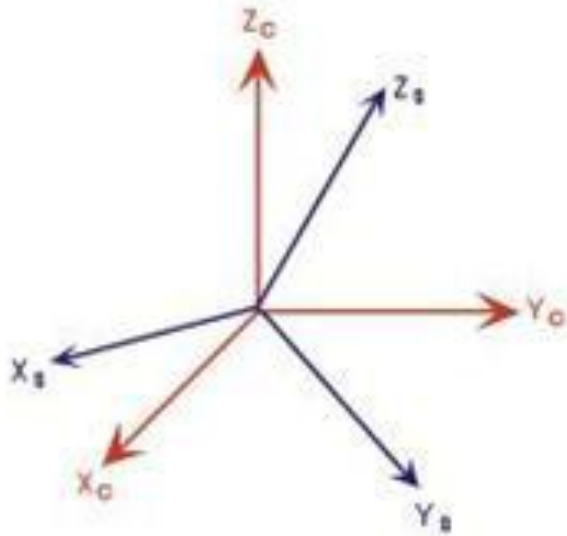
Automatikus indexelés



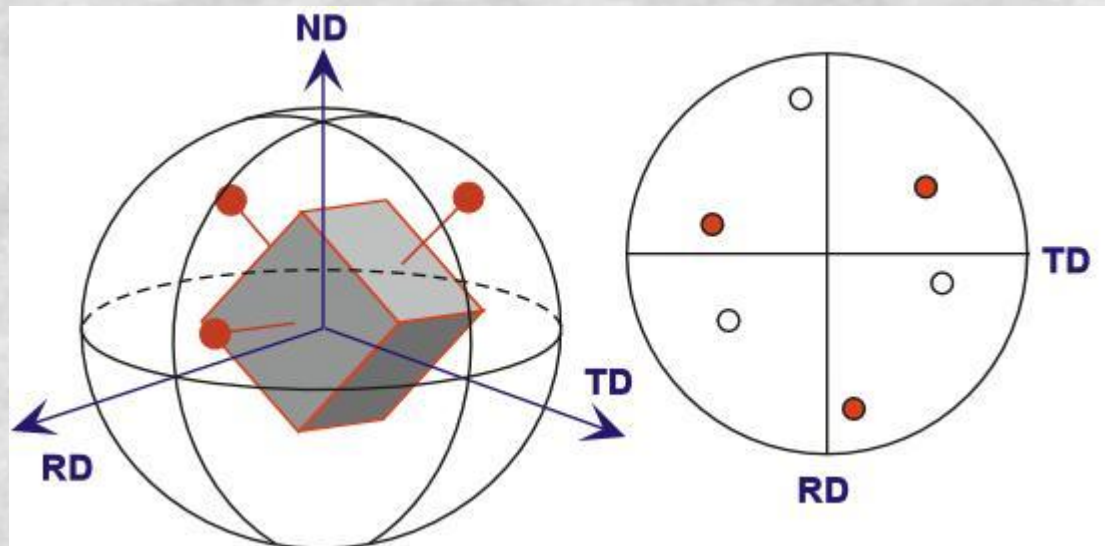
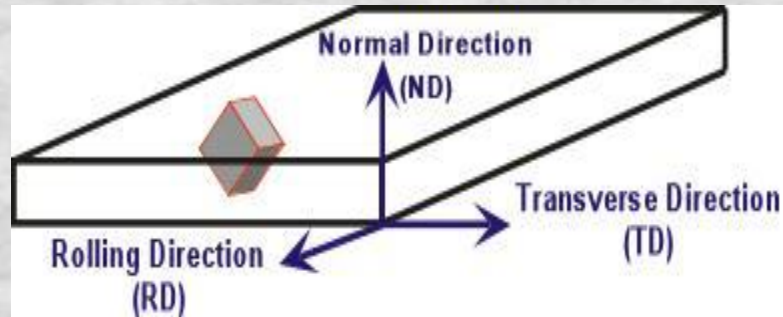
Orientáció



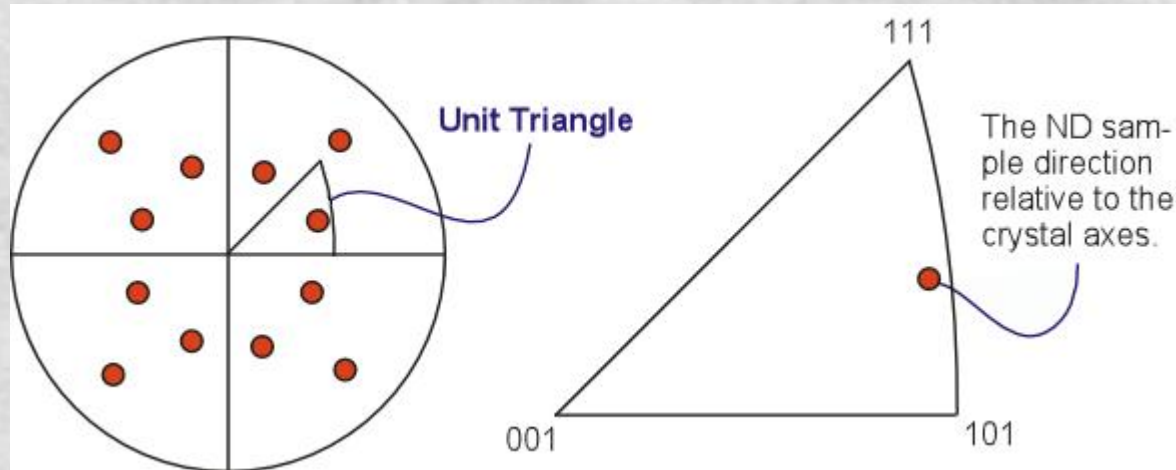
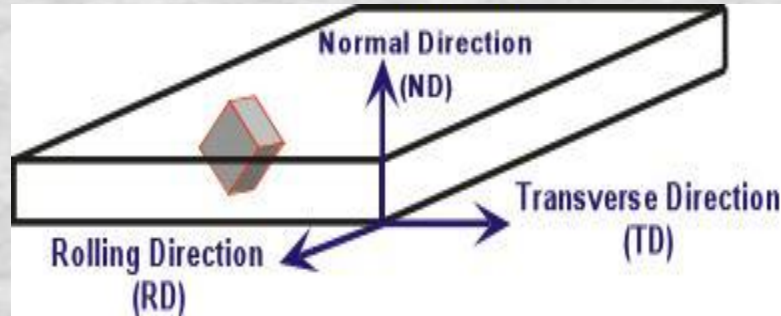
Orientáció



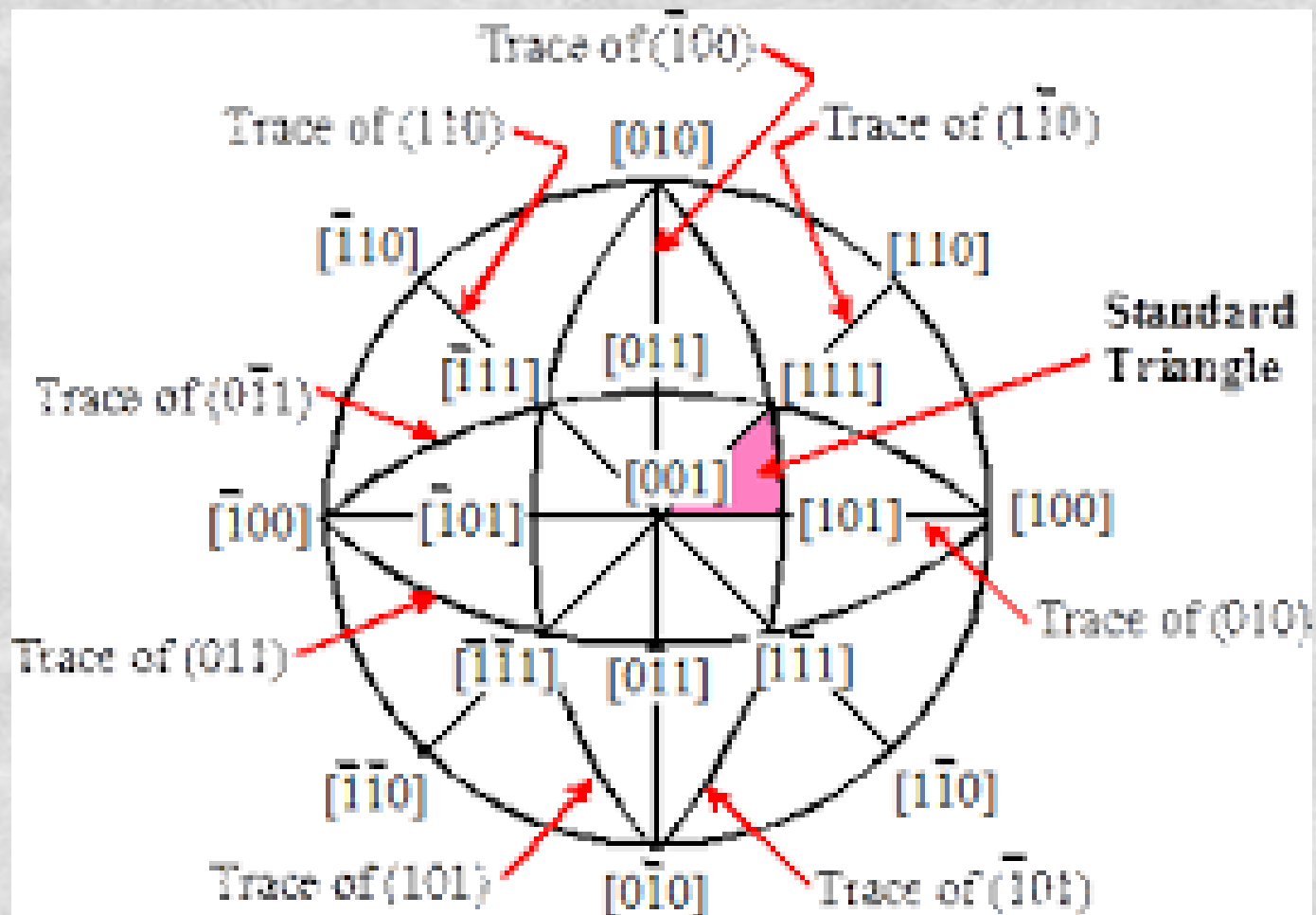
Pólusábra



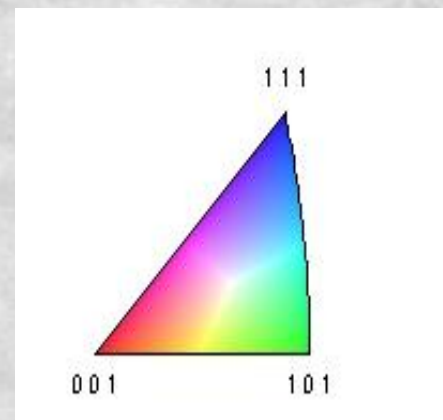
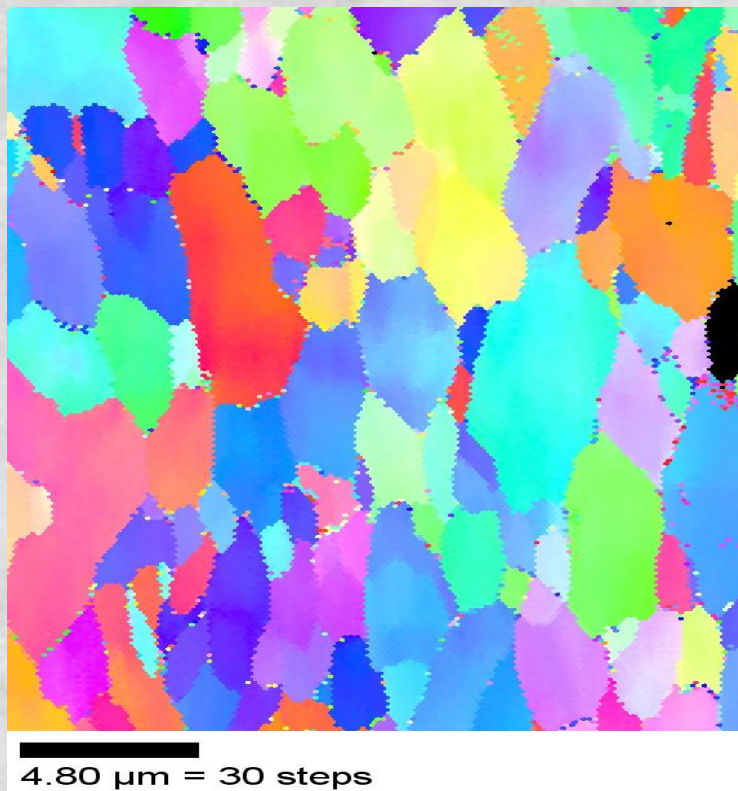
Inverz pólusábra



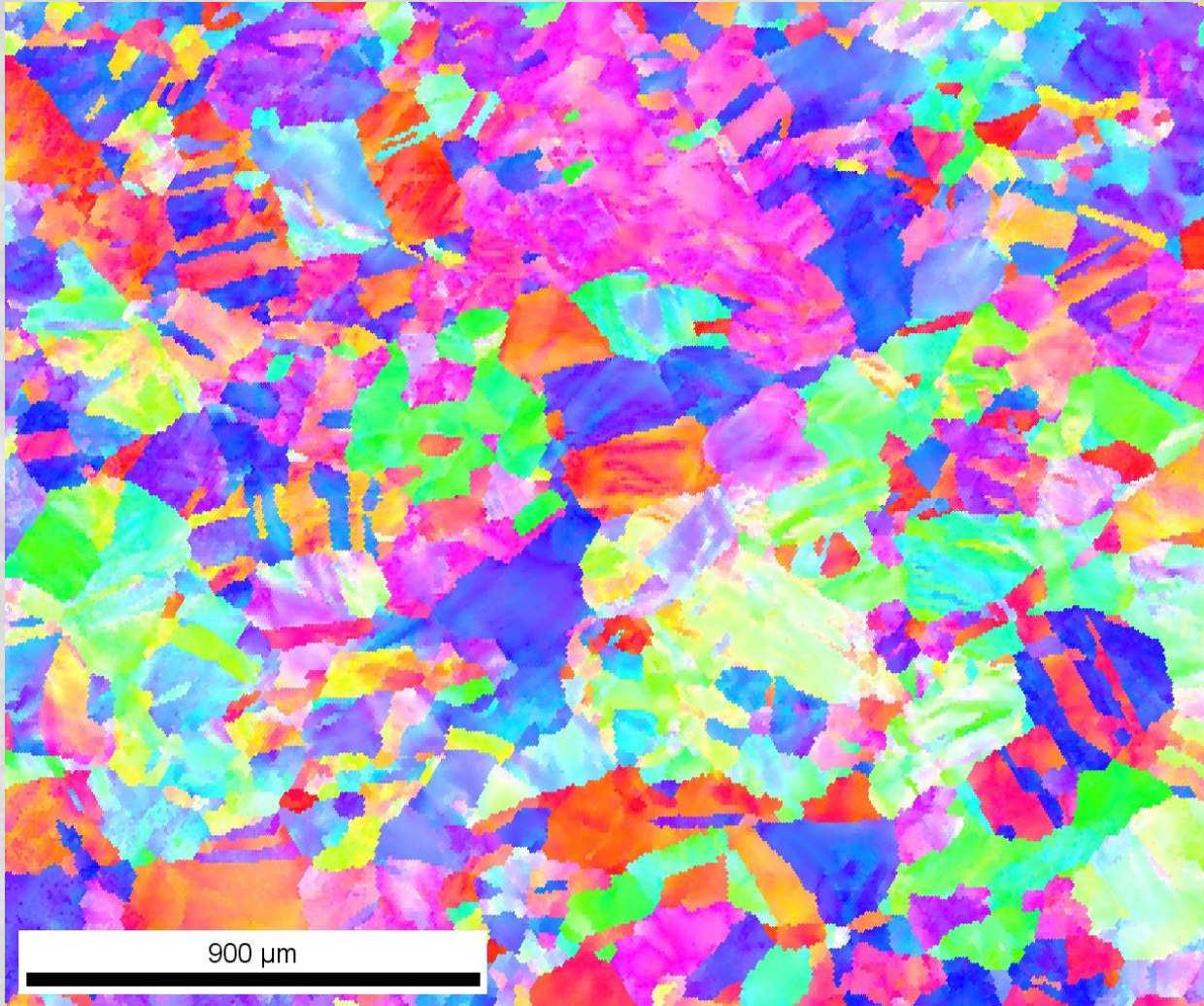
Egységháromszög



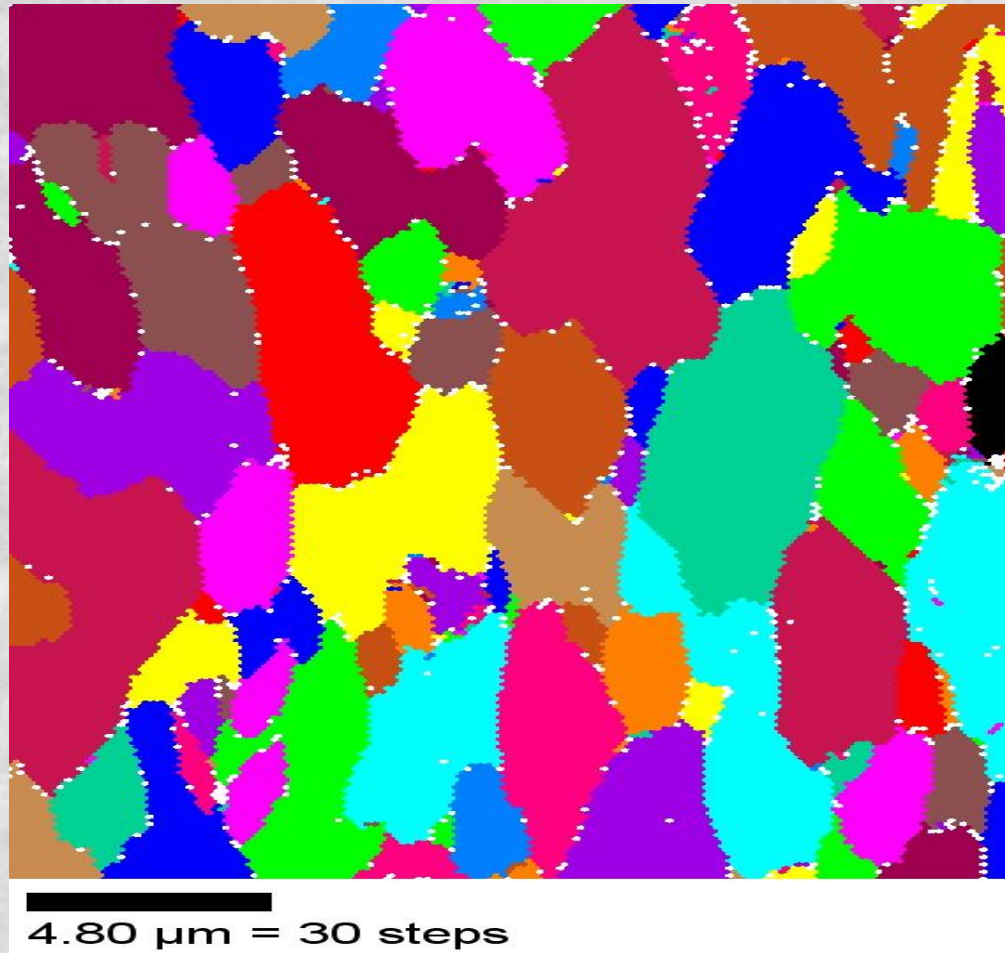
Inverz pólusábra térkép



Inverz pólusábra térkép

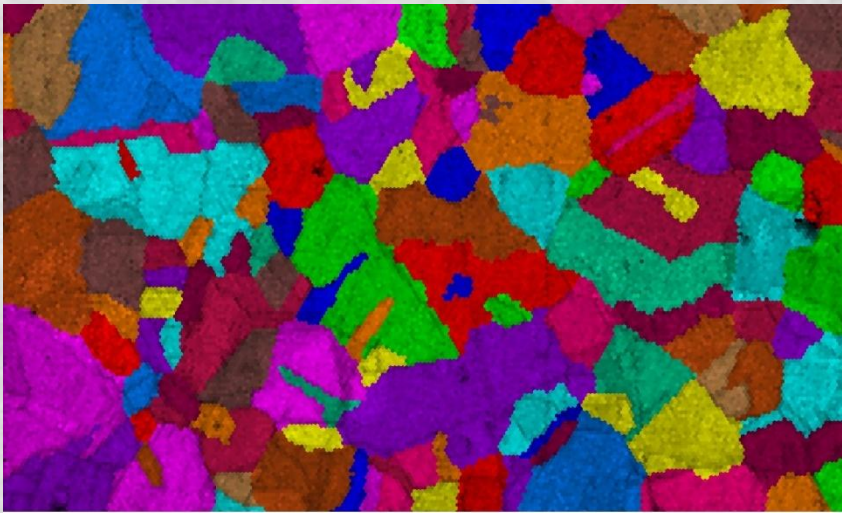


Szemcsék



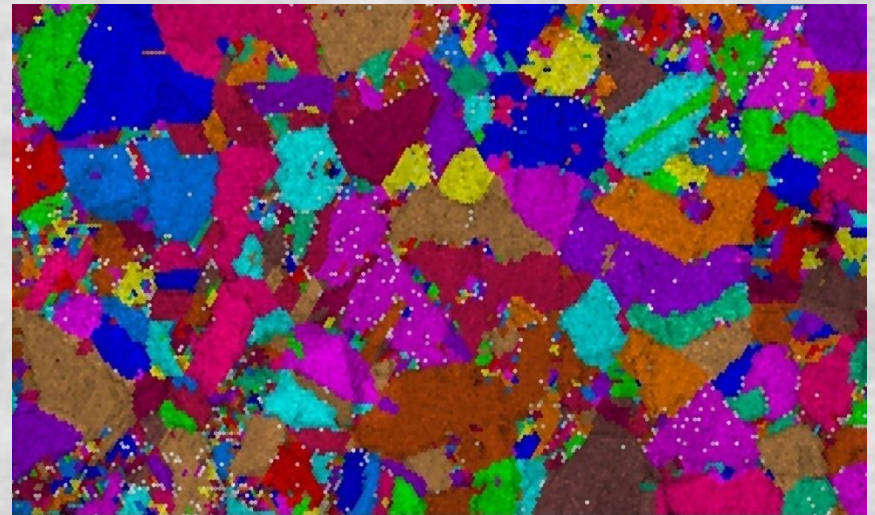
Szemcsék

- „Minimum grain size”
- „Grain tolerance angle”



35.00 μm = 50 steps IQ 0...116.462, Unique Grain Color

GTA=5°



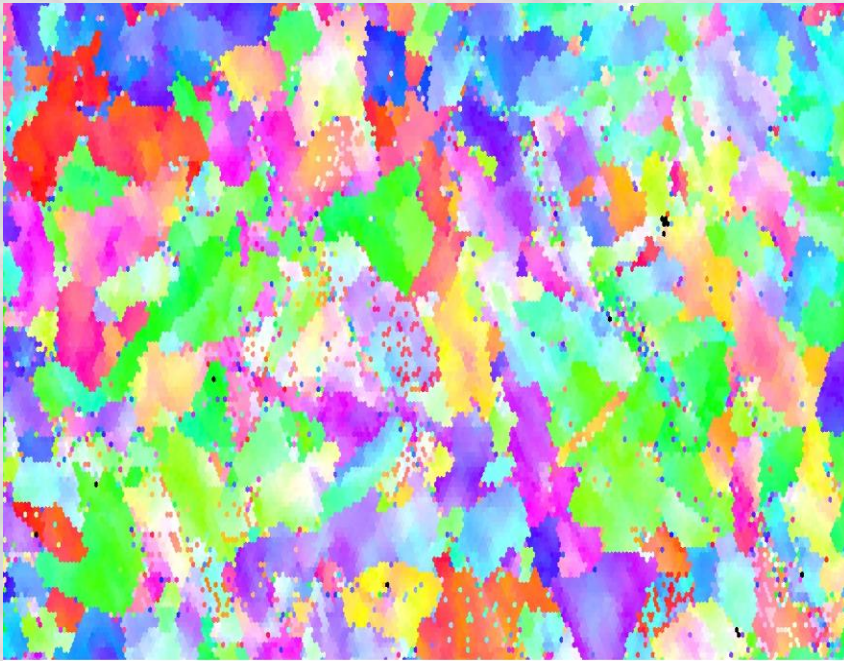
35.00 μm = 50 steps IQ 0...116.462, Unique Grain Color

GTA=1°

Szemcsék

- *Speciális határok (pl. ikrek) kizárása*
- *Kép szélén lévő szemcsék kizárása*
- *„Clean-up”*

„Clean-up”



11.00 μm = 50 steps IPF [001]

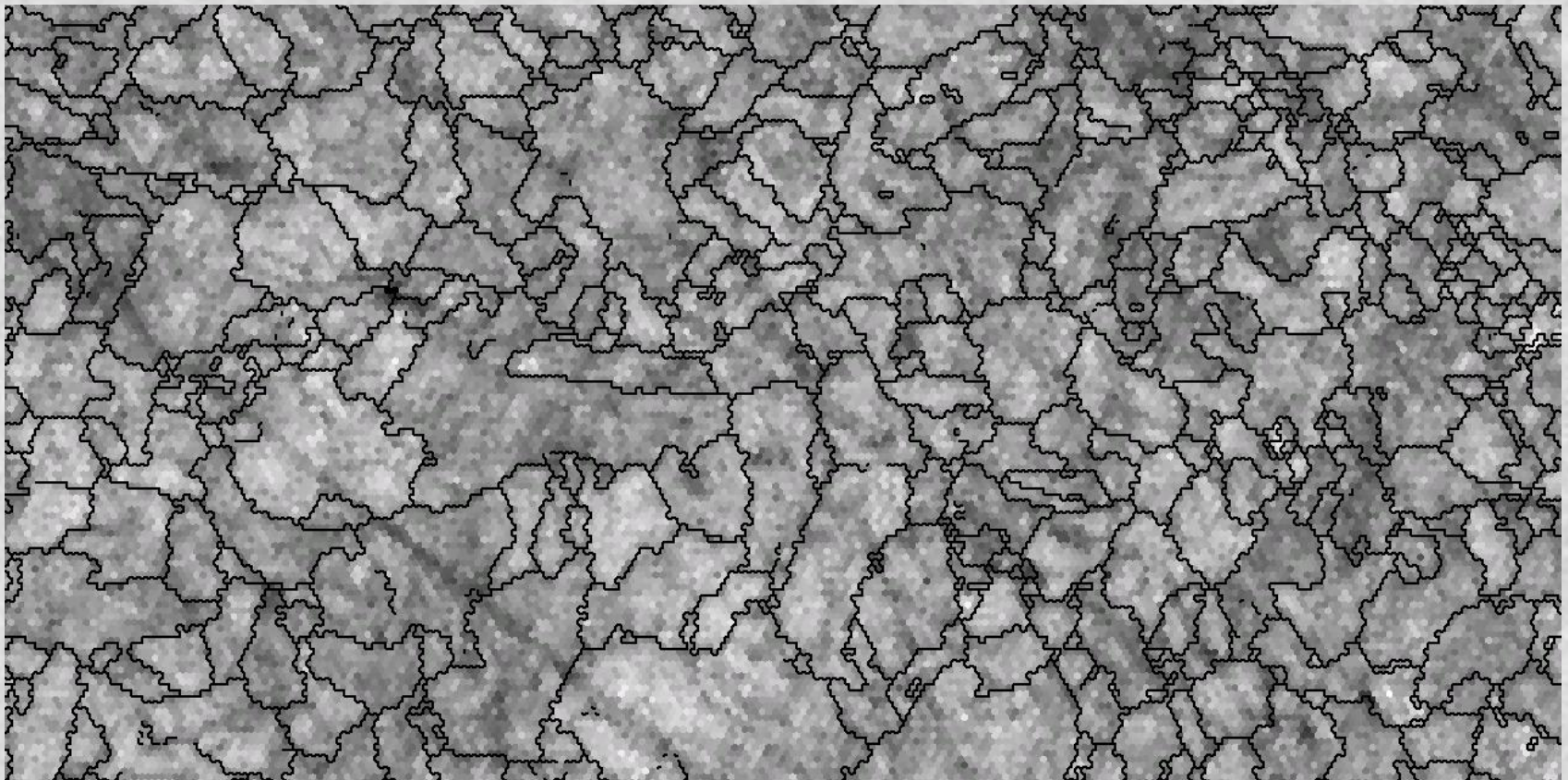


11.00 μm = 50 steps IPF [001]

Szemcsehatárok

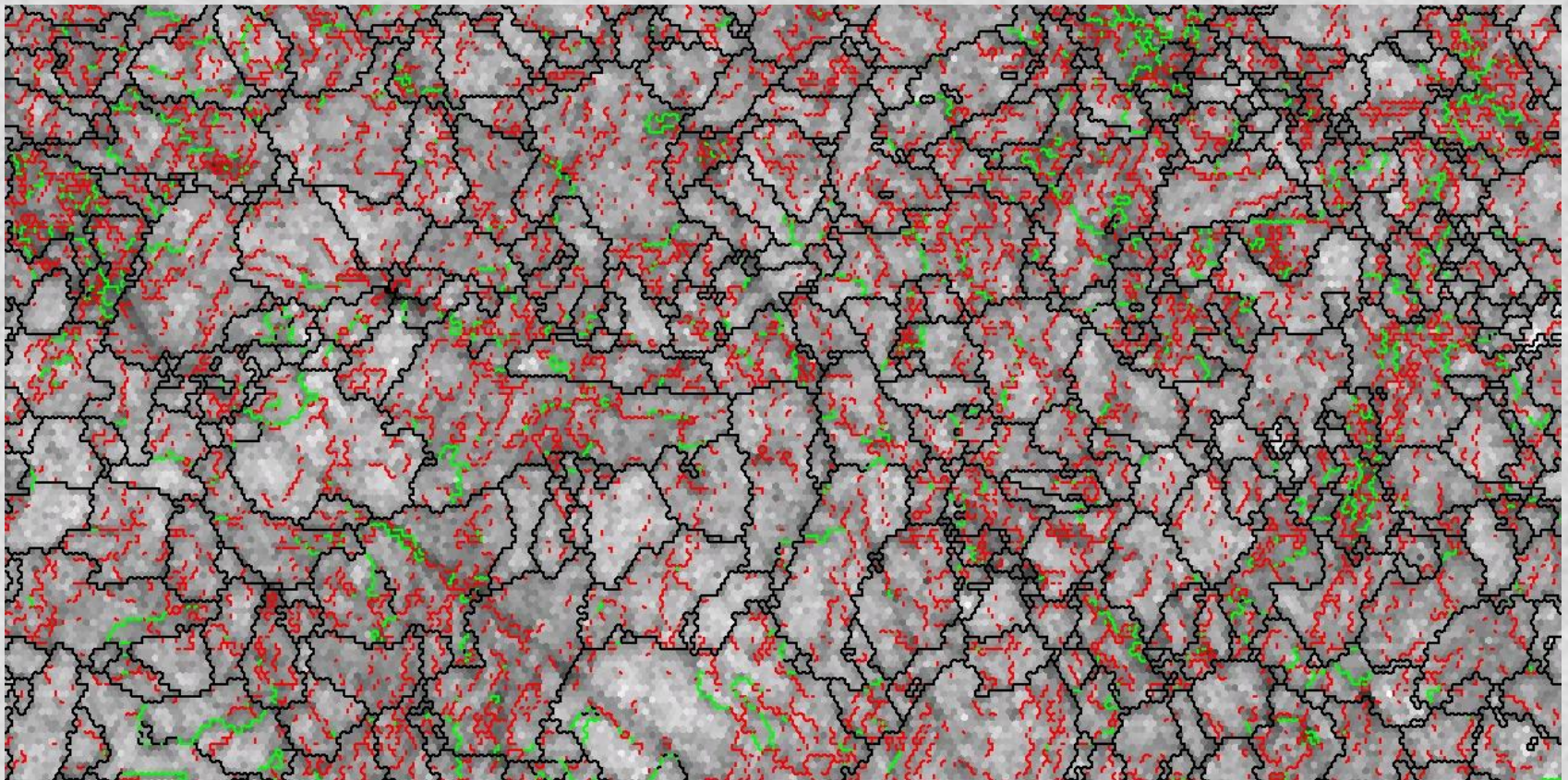
- Szomszédos szemcsék közti orientációs kapcsolatból
- Szög szerinti színkódolás
- Speciális határok (iker, CSL)

Szög szerint



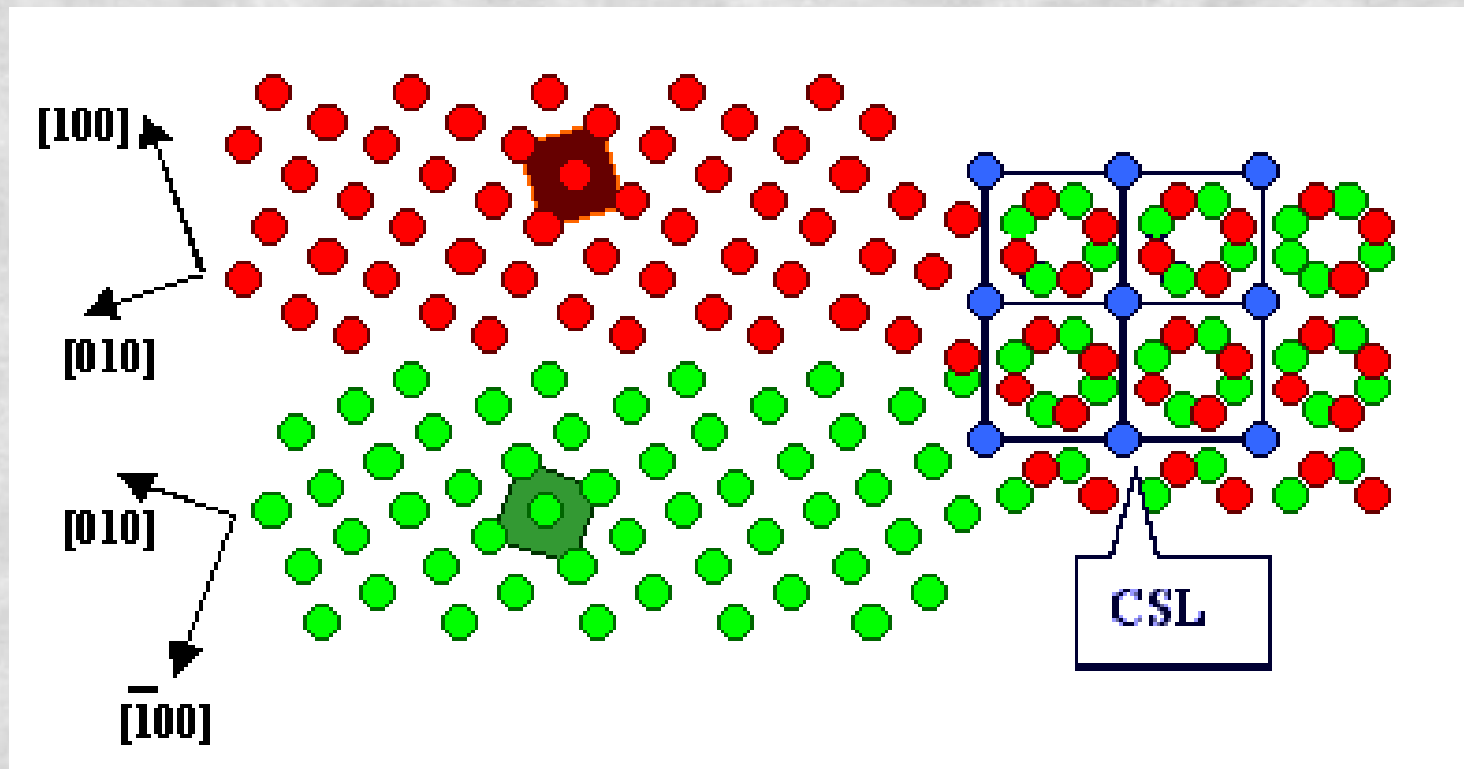
11.00 μm = 50 steps Boundary levels: 10°
IQ 0...100.929

Szög szerint

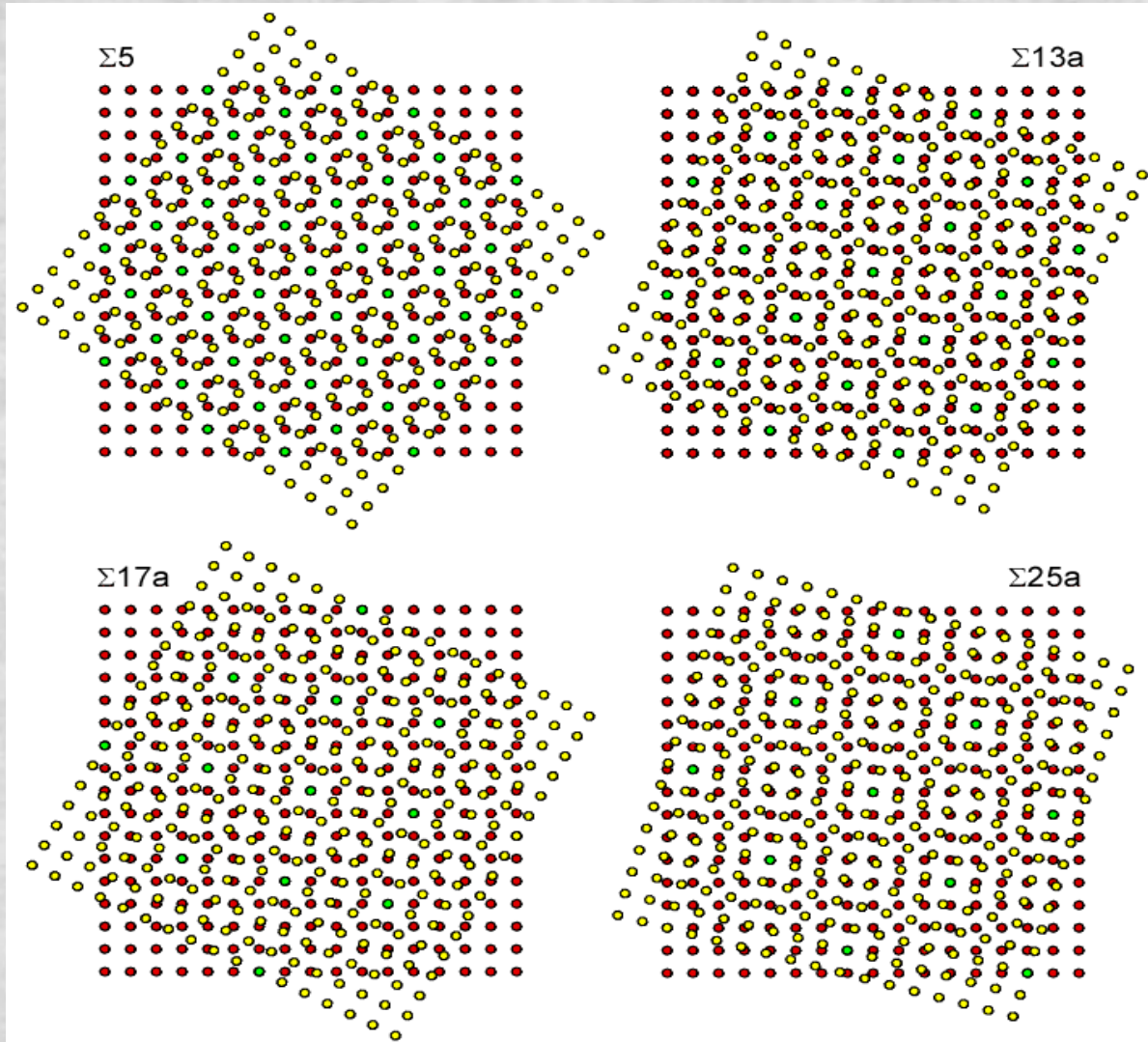


11.00 μm = 50 steps Boundary levels: 1° 5° 10°
IQ 0...100.929

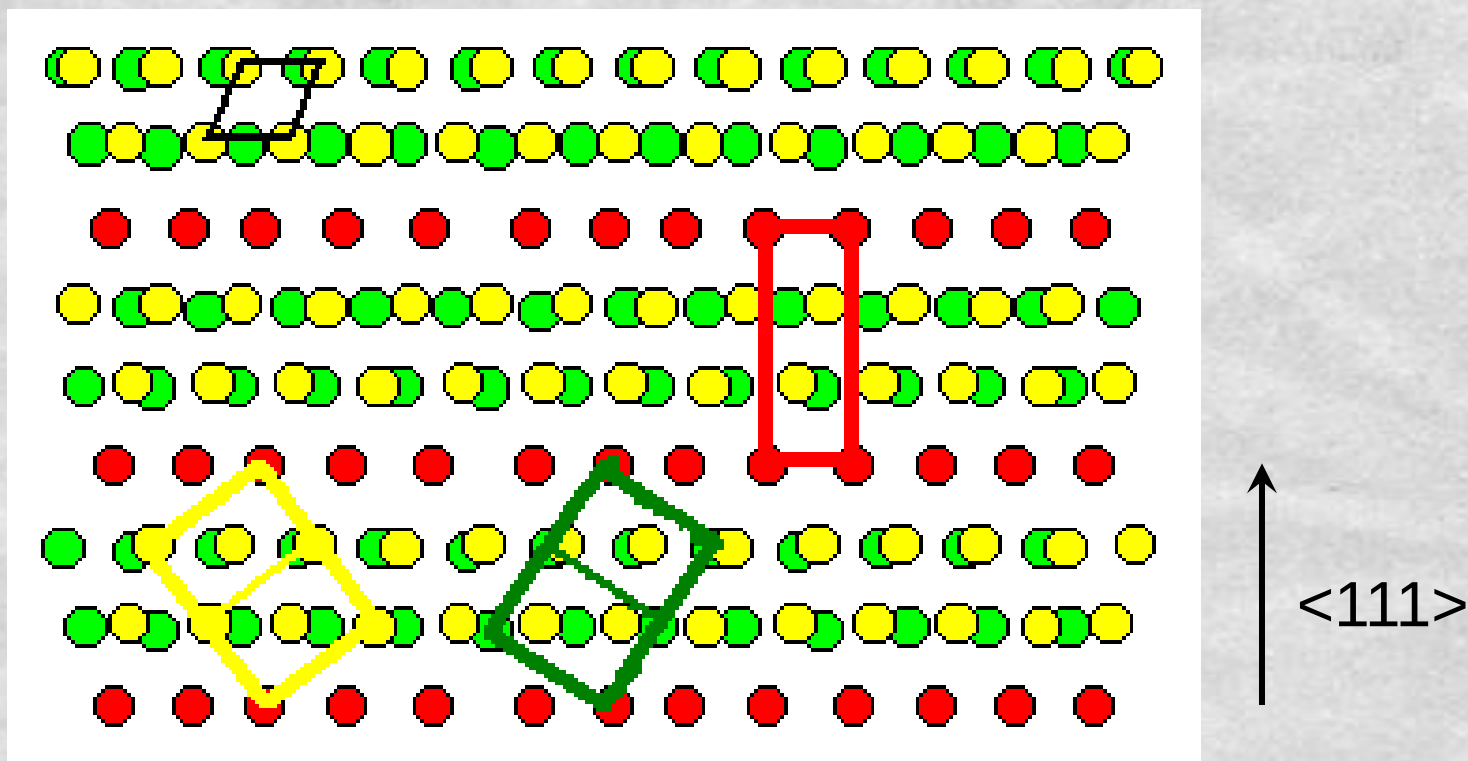
CSL-modell (Coincide Site Lattice)



CSL-határok



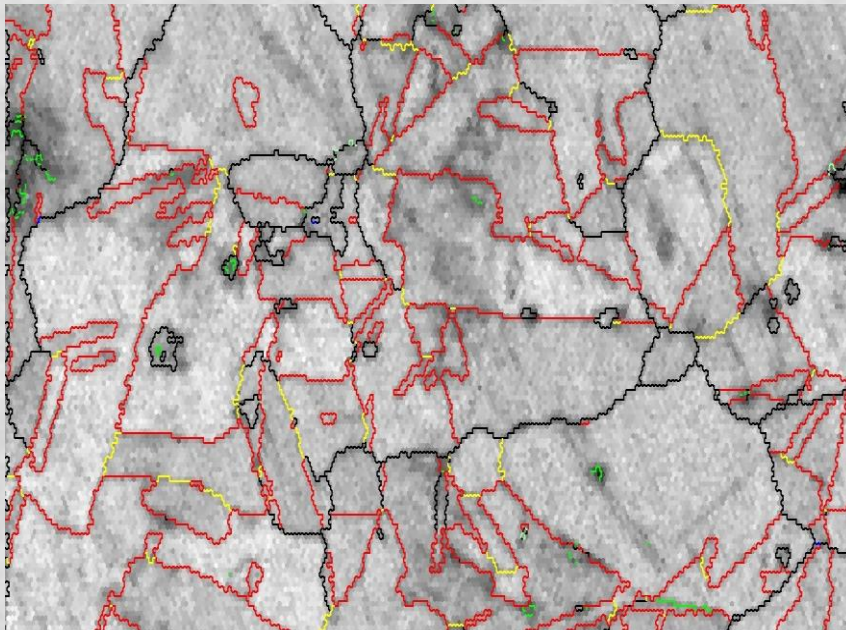
Ikerhatár mint $\Sigma 3$ -határ



FKK rács vetülete az $\langle 110 \rangle$ irányból

Koherens iker : 60°-os elforgatás az $\langle 111 \rangle$ tengely mentén

CSL-határok



Boundary levels: 5° 10°
11.00 μm = 50 steps IQ 0...119.678

Gray Scale Map Type: Image Quality
0...119.678 (0...119.678)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	5°	10°	0.015
—	10°	180°	0.859

Boundaries: CSL

	Sigma	Tolerance	Fraction	Volume	MDF Value
—	3	8.66	0.538	0.0176	30.64
—	5	6.71	0.001	0.0123	0.06
—	7	5.67	0.000	0.0099	0.00
—	9	5.00	0.060	0.0102	5.91
—	11	4.52	0.002	0.0075	0.26
summary	-	-	0.601	0.0573	10.48

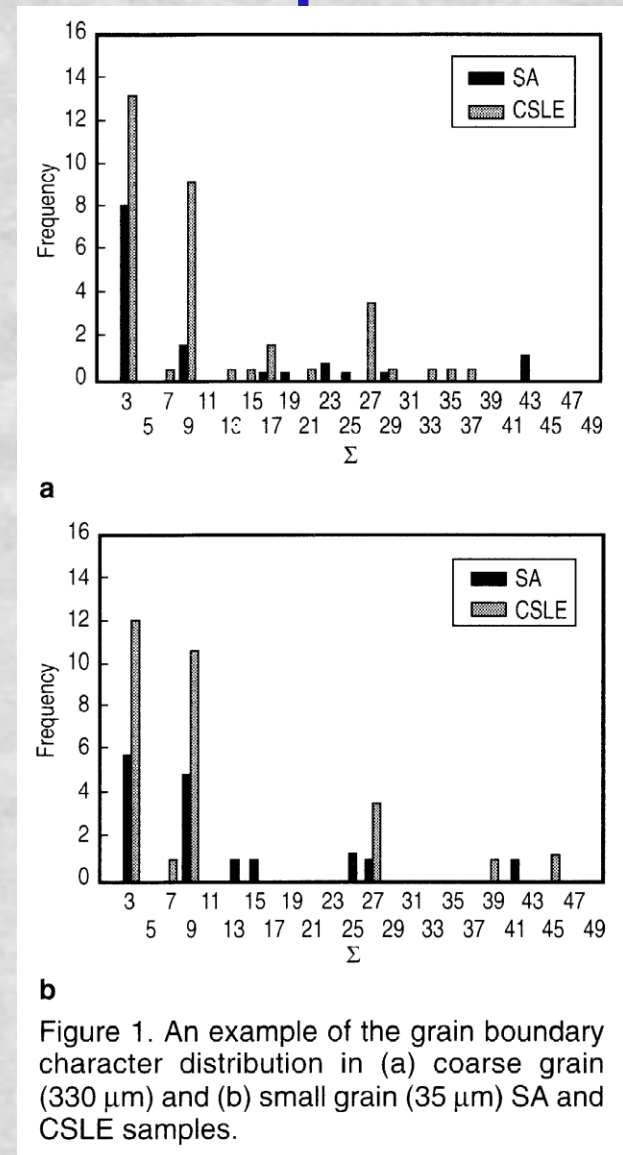
*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary

CSL-határok szerepe

Inconel-600
(Ni-16Cr-9Fe)

„Solution annealed” (SA)
és
„CSL-enhanced (CSLE)”
hőkezelés

Was, G. S., V. Thaveepriingsriporn, et al. (1998). “Grain boundary misorientation effects on creep and cracking in Ni-based alloys.” JOM 50(2): 44-49.



CSL-határok szerepe

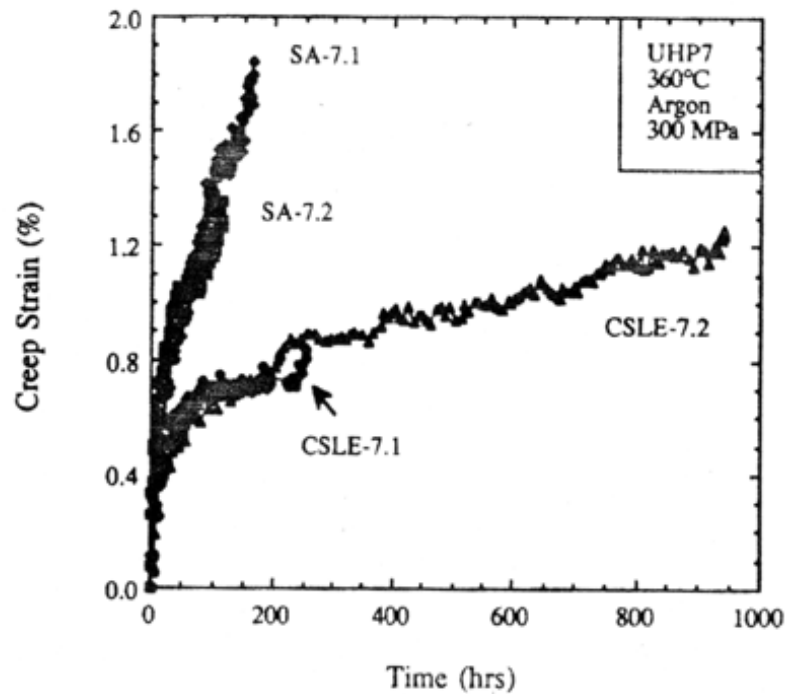


Fig. 2—Constant load creep curves of the coarse-grain SA and CSLE samples in 360 °C argon at 300 MPa.

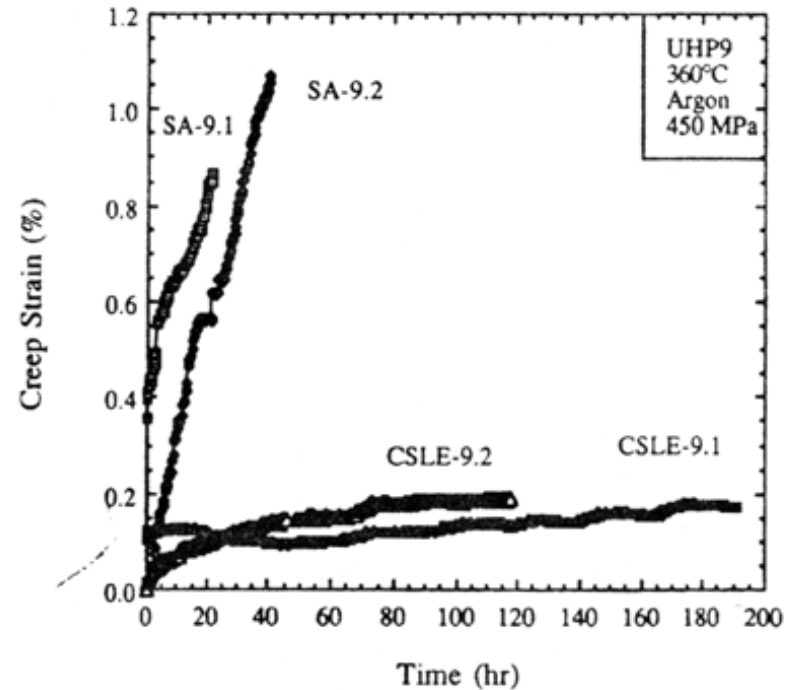
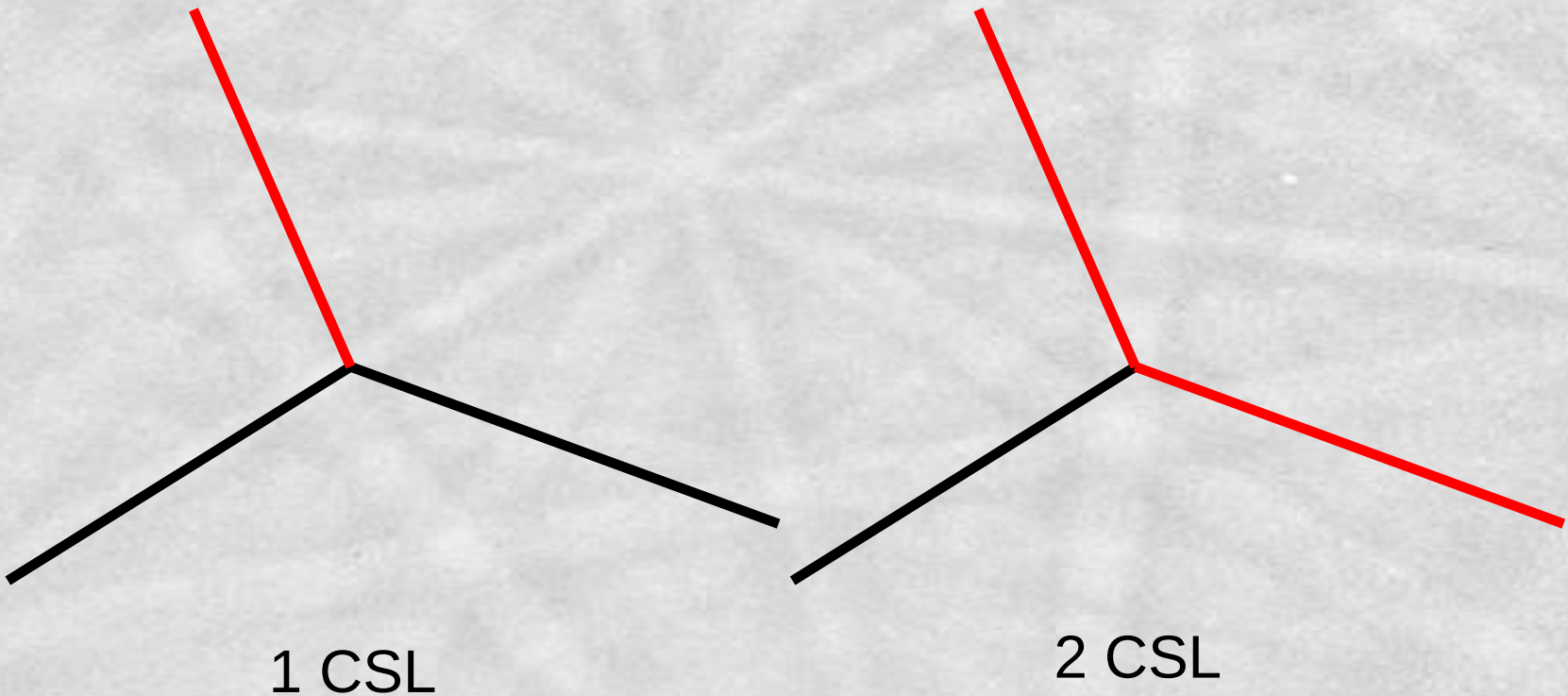


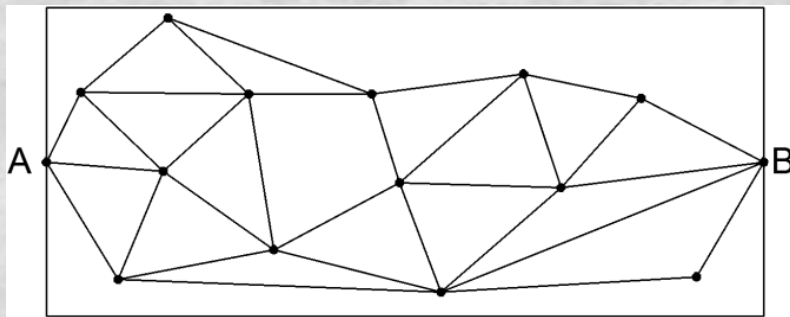
Fig. 3—Creep behavior of small-grain SA and CSLE samples at an initial stress of 450 MPa in 360 °C argon.

A CSL-határok szerepe

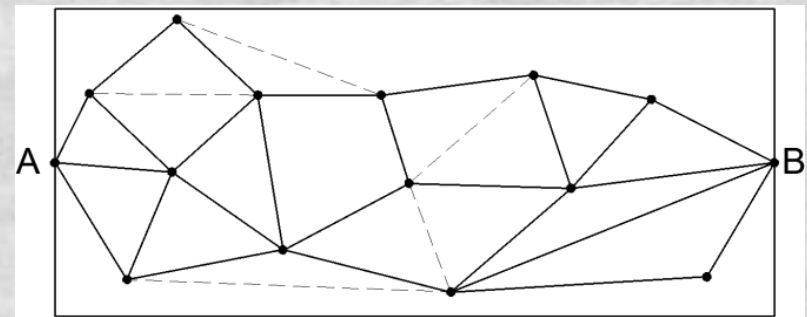
- „Triple junctions” (hármaspontok) vizsgálata



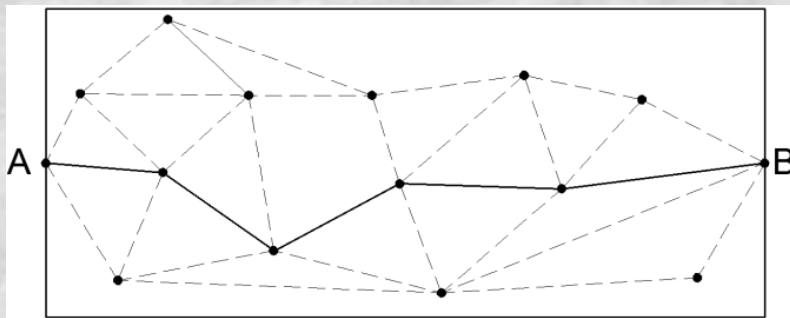
Perkoláció



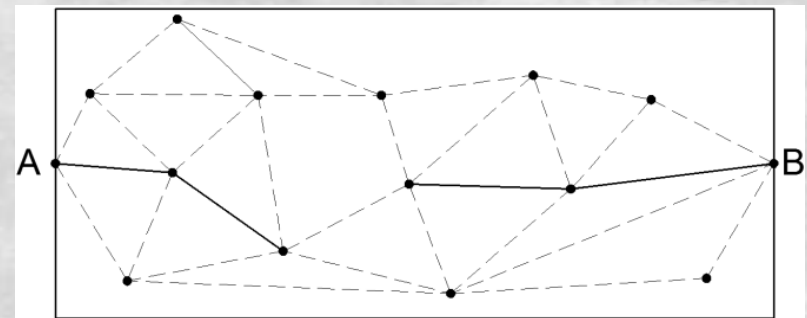
a



b

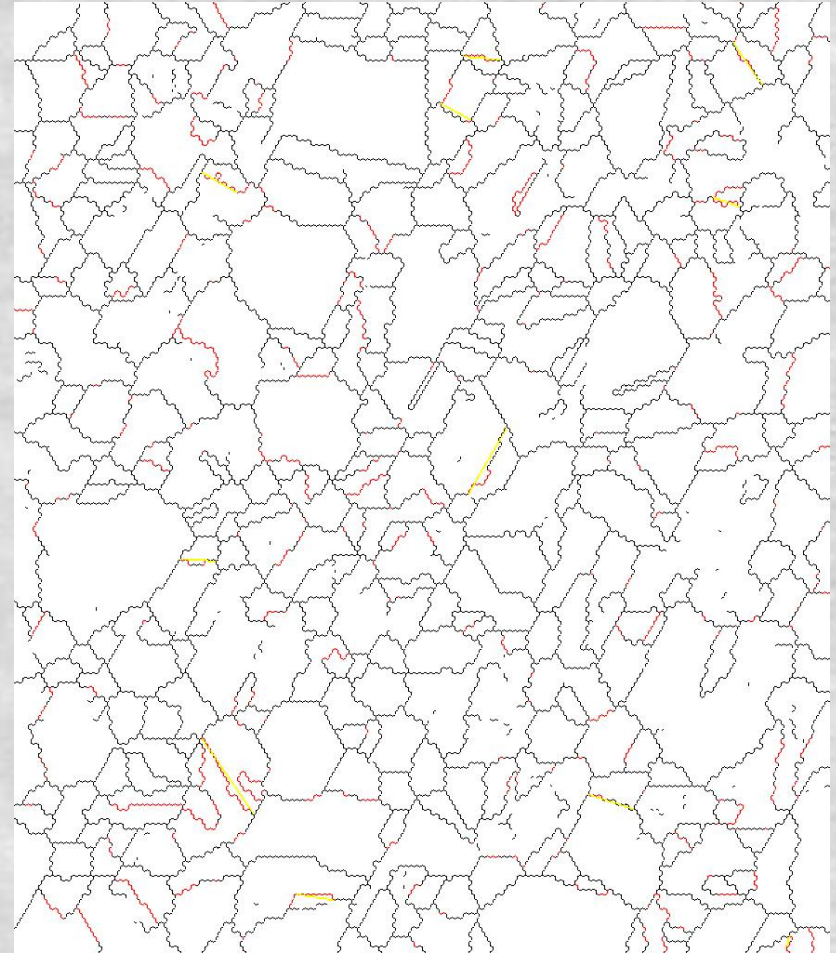


c

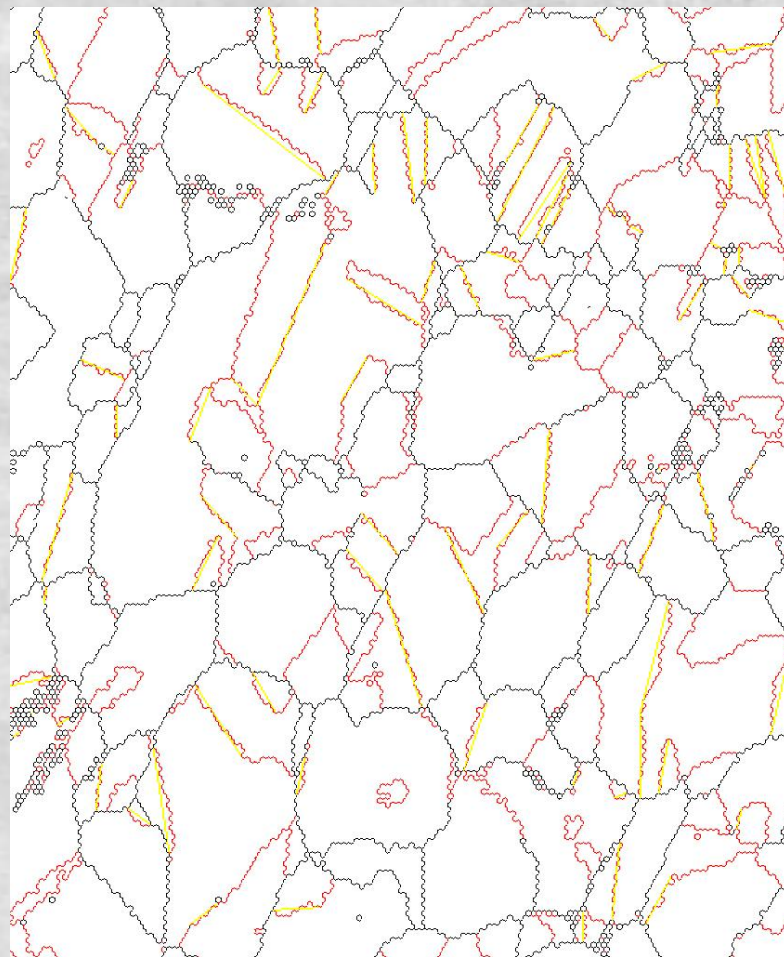


d

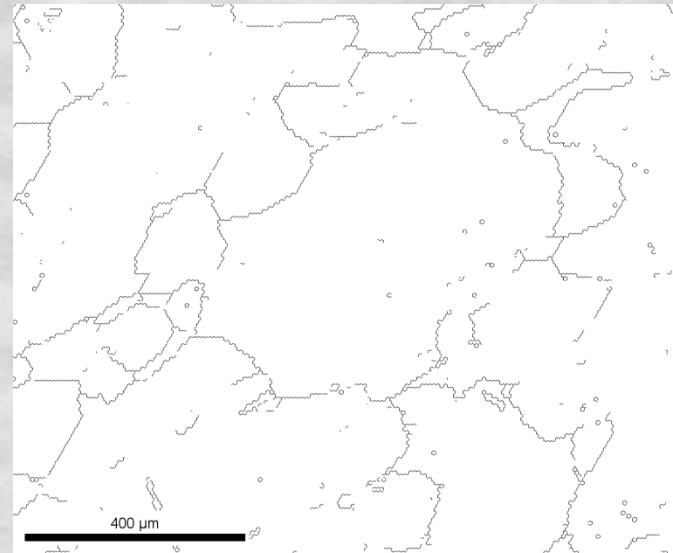
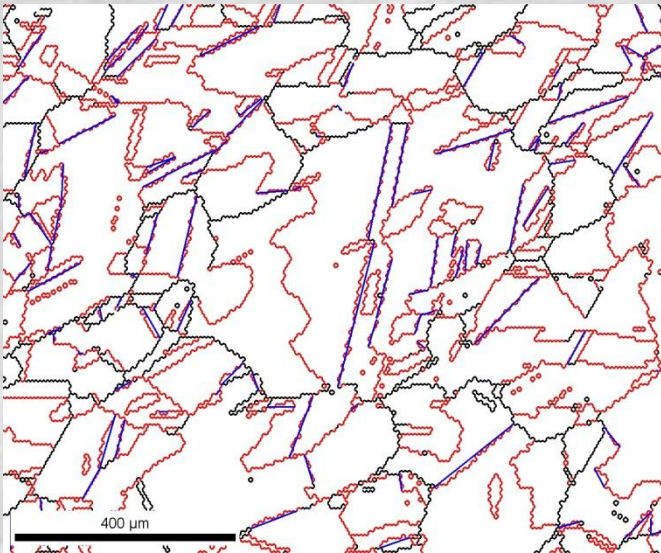
Termomechanikus kezelések hatása: 1 ciklus



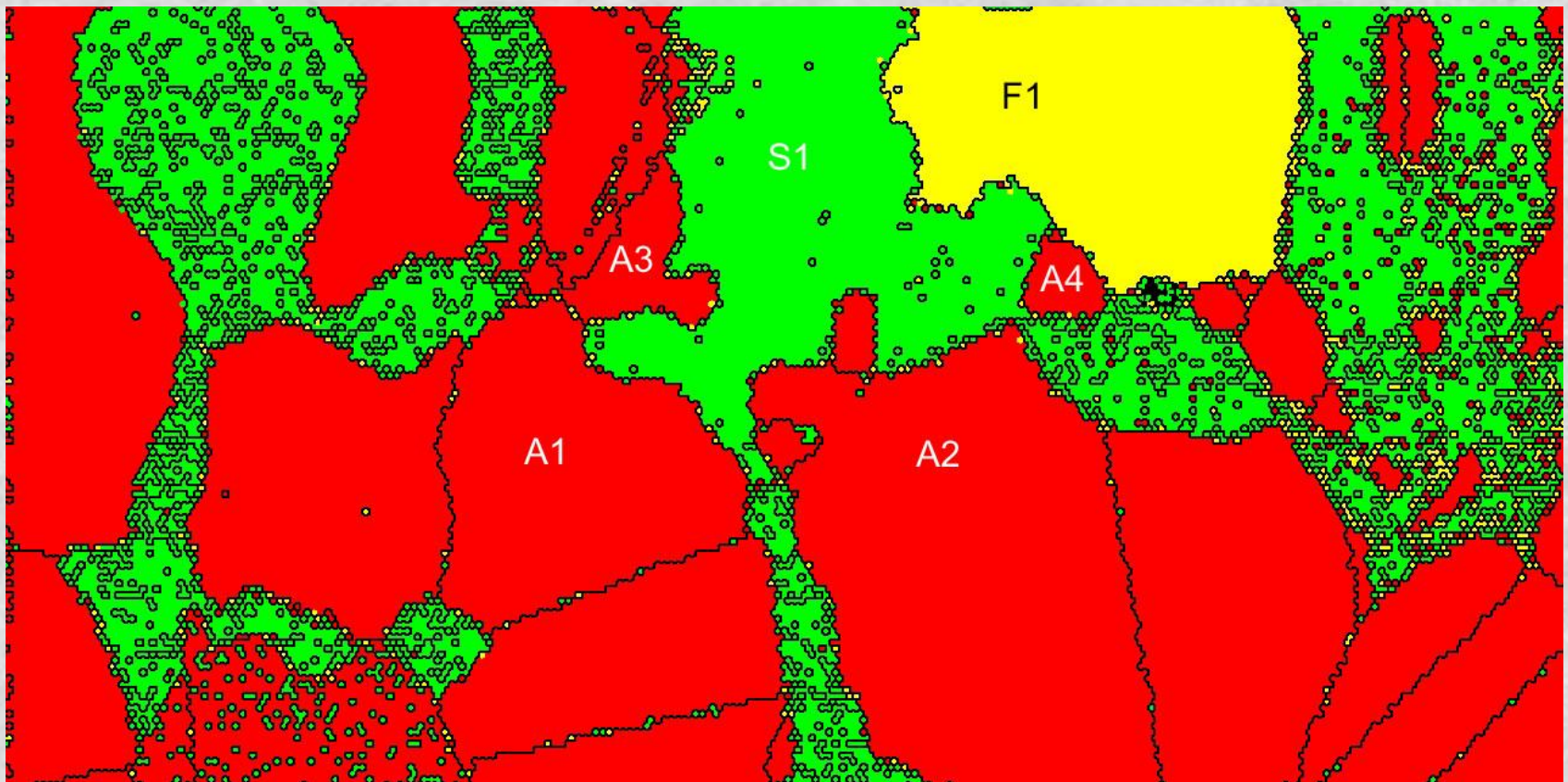
Termomechanikus kezelések hatása: 3 ciklus



A random határok felszakadozása



Második fázis



11.00 μm = 50 steps Boundary levels: 15°
Phase

Kiválások orientációs viszonyai

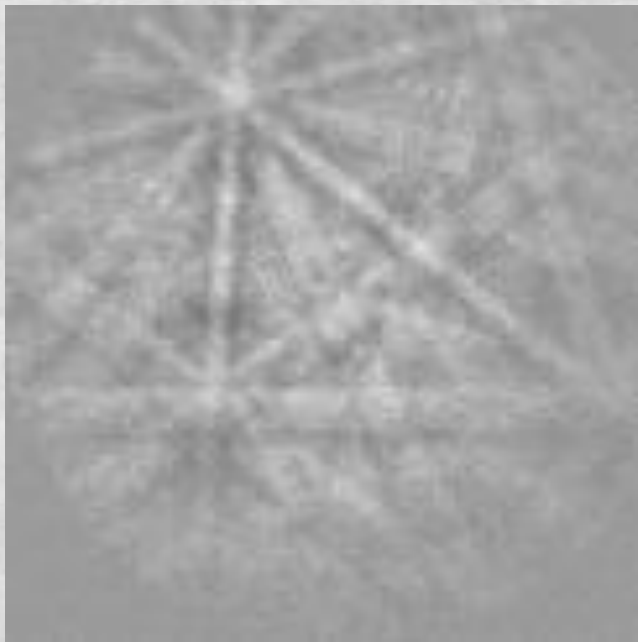
- Duplex acél σ -kiválásai
- Nenno-féle orientációs kapcsolat:
 $(111)_{\gamma} \parallel (001)_{\sigma}$ és $[-101]_{\gamma} \parallel [110]_{\sigma}$
- Eltérés 900 °C-os hőkezelés után:

Lágyítás [s]	200	500	1000	5000
Szögeltérés [fok]	5,7	6,6	10,4	12,6

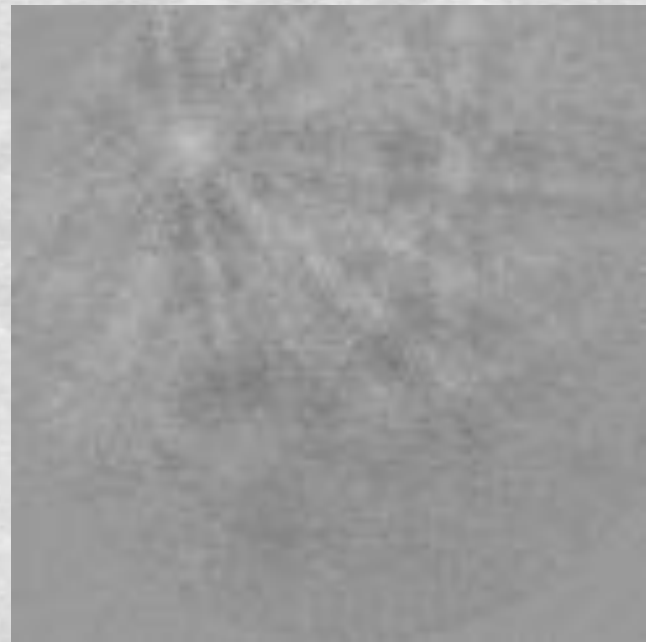
IQ – a képminőség

- Deformált kristály esetén a diffrakció egy szélesebb szögtartományban valósul meg
- A Kikuchi-vonalak elmosódottabbak lesznek
- Képelemzős módszerekkel 0-255 közötti számmal minősíthető a Kikuchi-ábra
- Azonos mintaelőkészítés

Eltérés a képminőségben

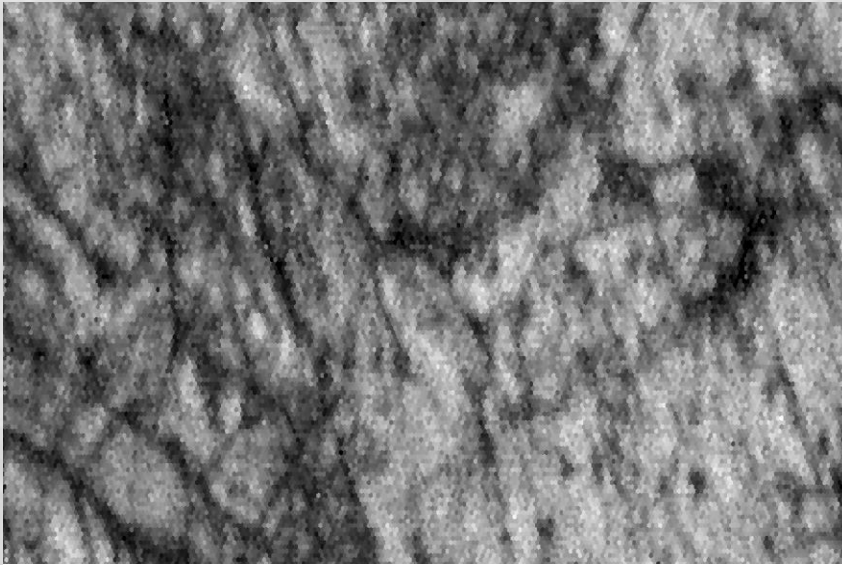


IQ=113

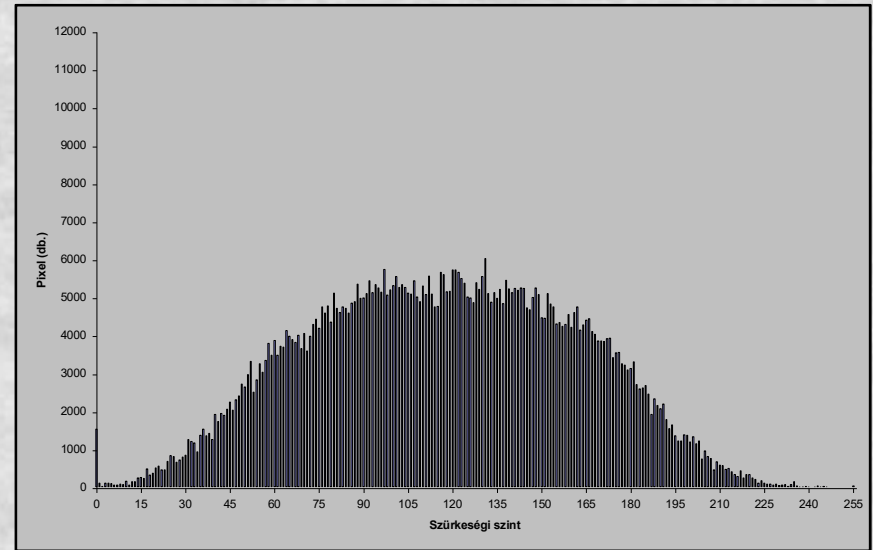


IQ=47

Szürkeségi hisztogram

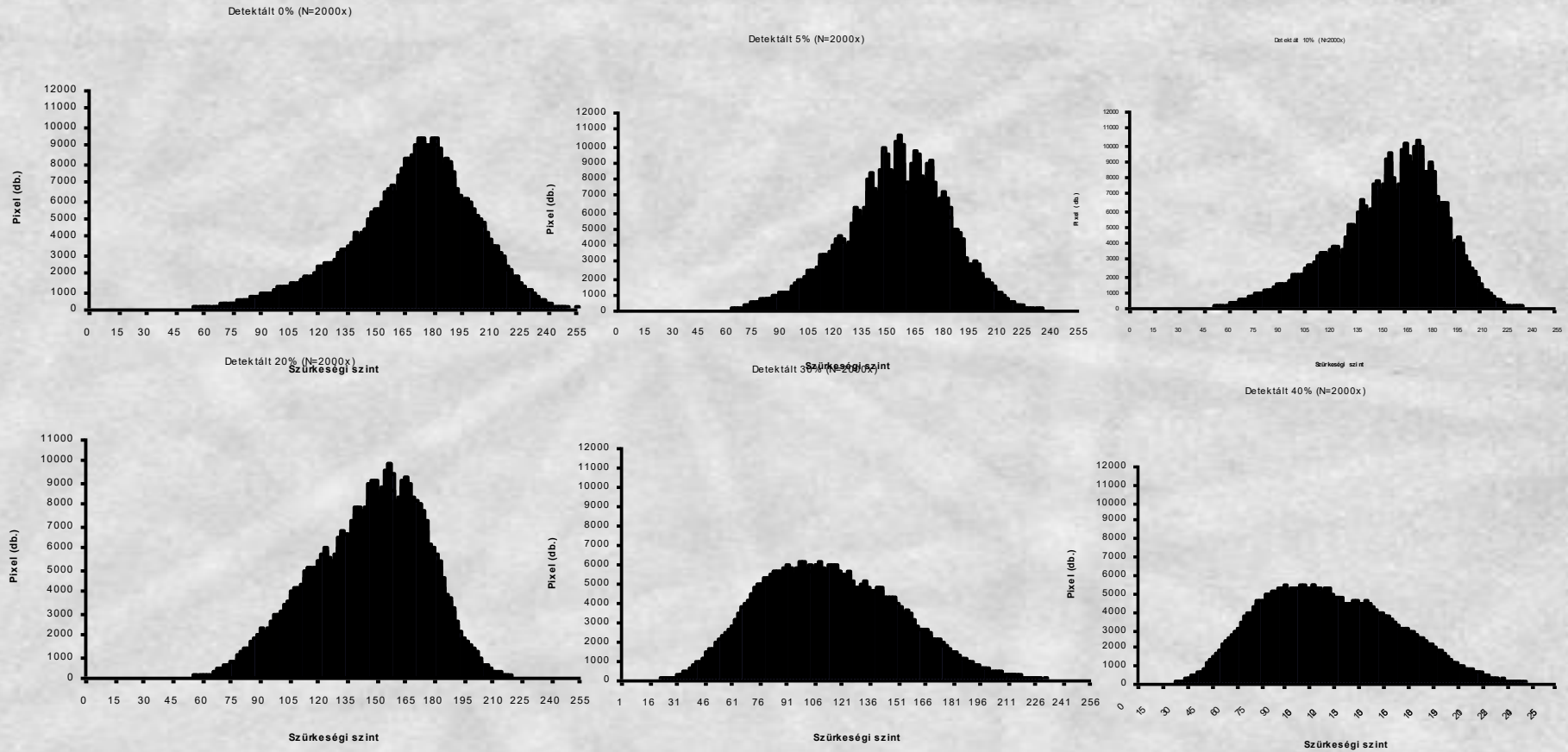


5.50 μm = 50 steps IQ 25.043...101.943

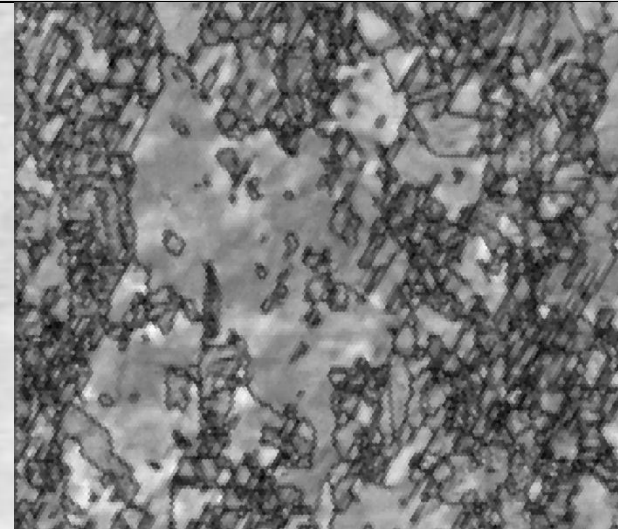
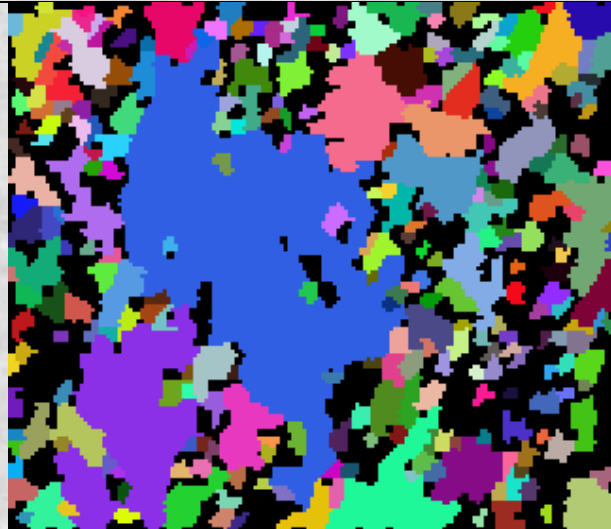
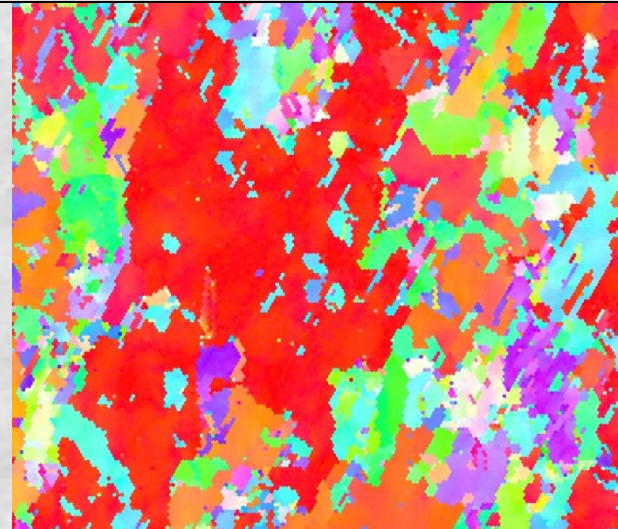


Húzott ($\epsilon=40\%$) minta

Deformáció hatása



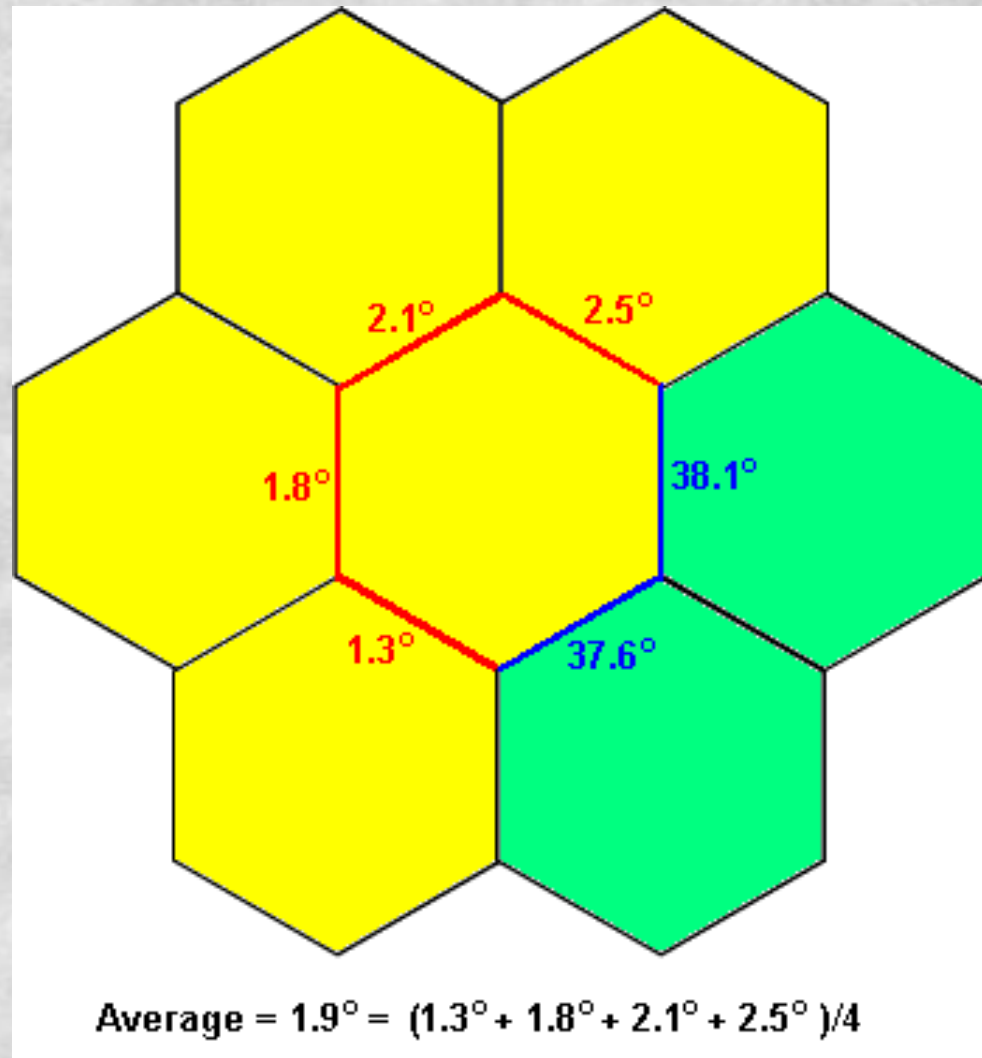
Részleges újrakristályosodás



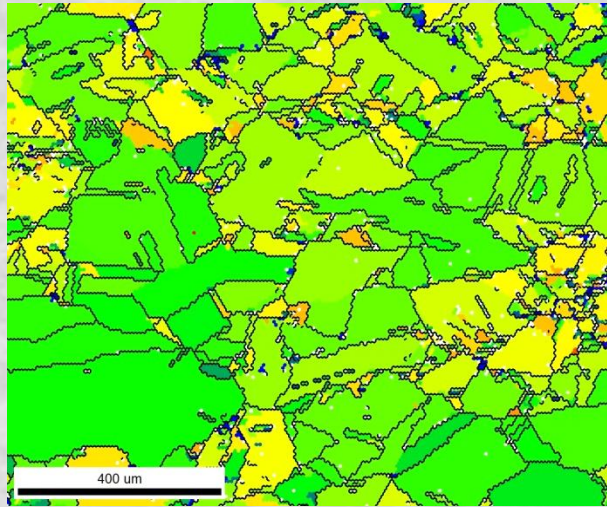
Szemcsén belüli deformáció

- Grain average misorientation
- Kernel average misorientation
- Grain orientation spread

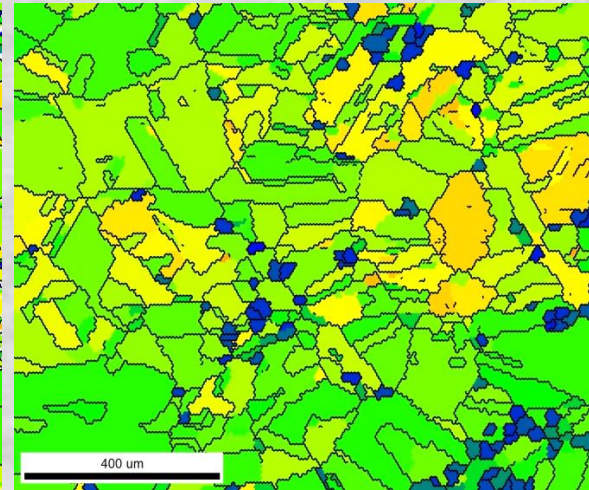
Kernel average misorientation



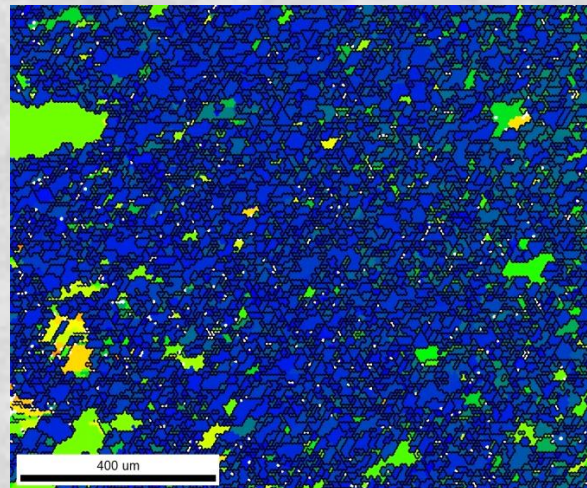
Grain average misorientation



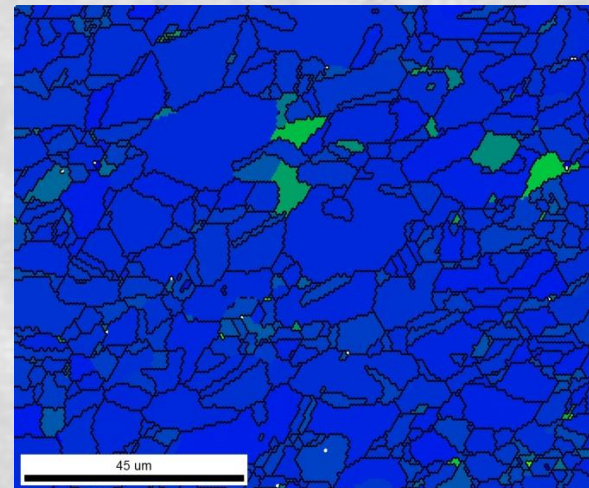
a



b



c



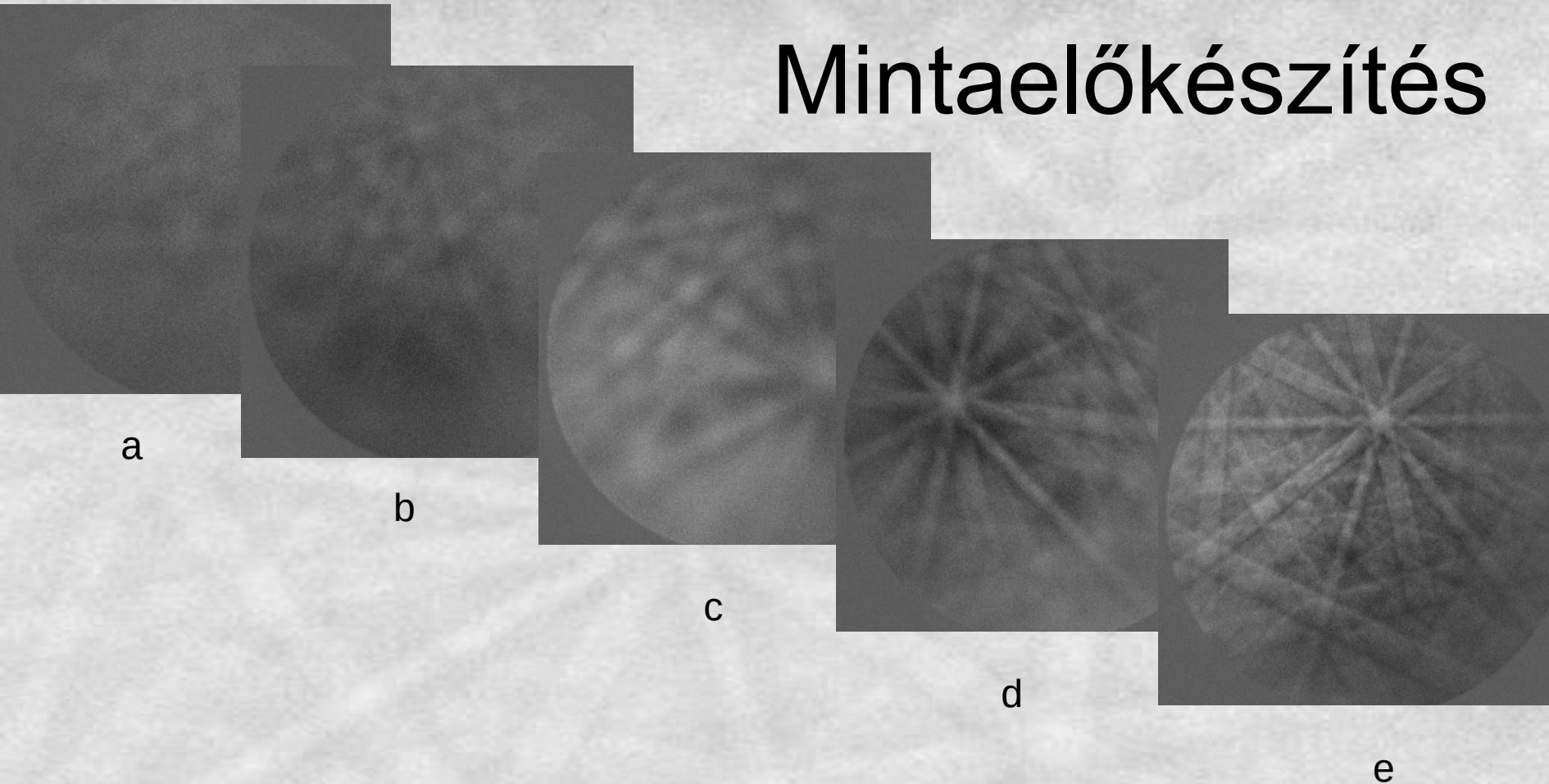
d

Mintaelőkészítés

Lényeg: a mintakimunkálás során keletkező roncsolt réteg eltávolítása.

Csiszolás, polírozás mechanikusan: Beilby-réteg

Mintaelőkészítés

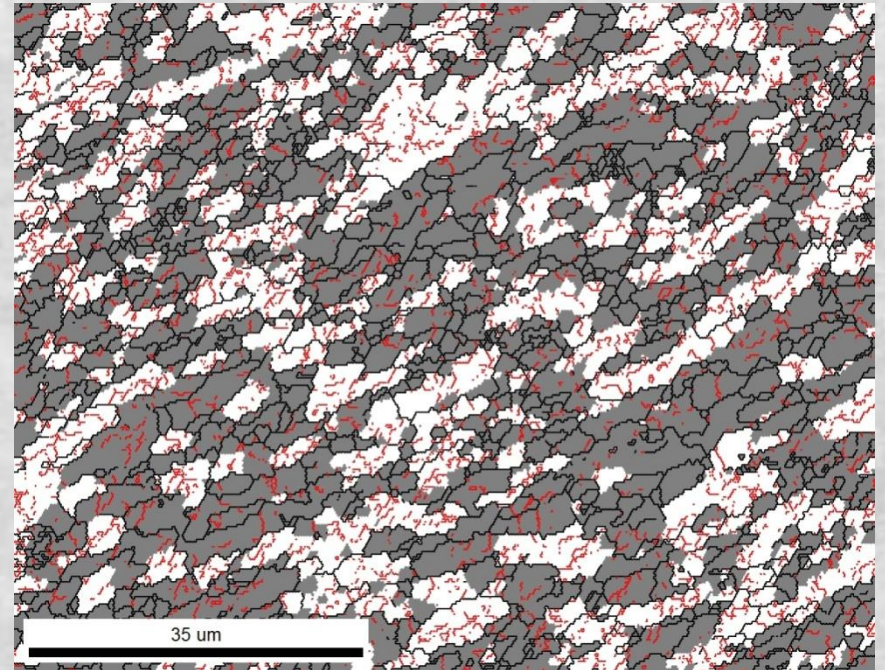
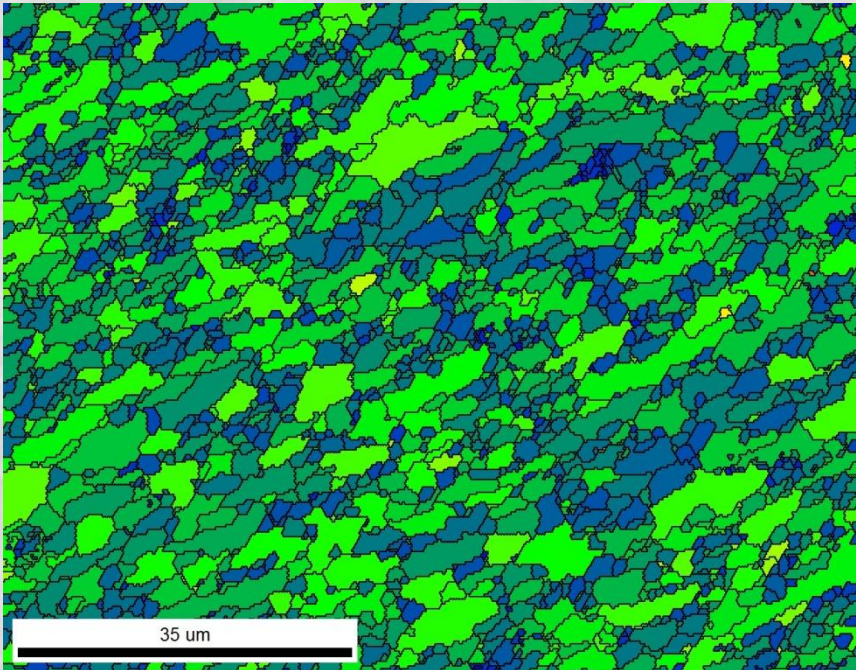


Az átlagos IQ értéknek megfelelő Kikuchi-ábrák. a: 20 perc finompolírozás után (nem értékelhető); b: 40 perc finompolírozás után (IQ = 36,7); c: maratás után (IQ = 67,5); d: 2 polírozás-maratás ciklus után (IQ = 105,2); e: 3 polírozás-maratás ciklus után (IQ = 119,9).

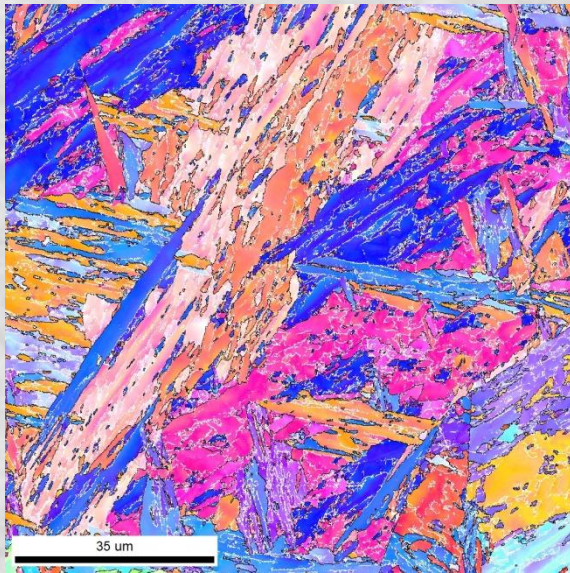
Egyéb módszerek

- elektrolitos polírozás
- vibrációs polírozás
- ionsugaras felület-előkészítés

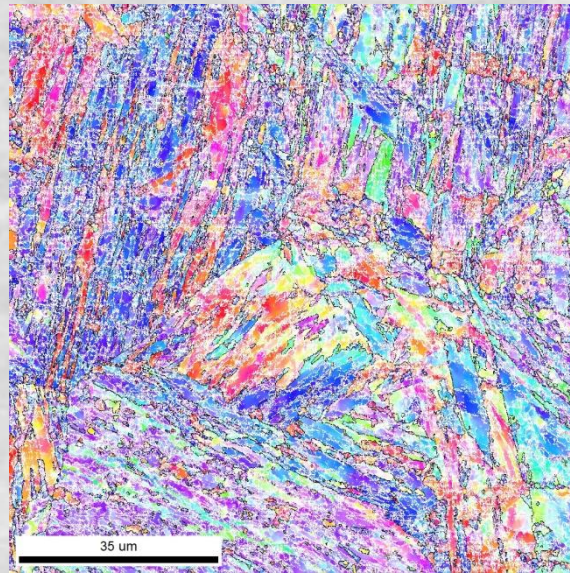
UFG acél előállítása I.: többtengelyű kovácsolás



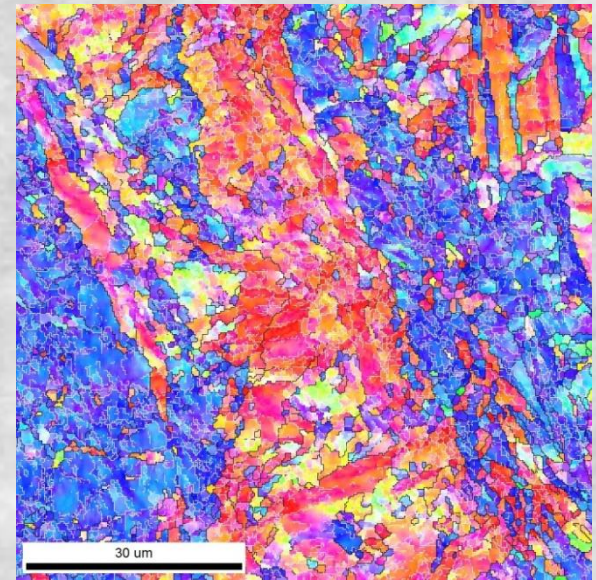
UFG acél előállítása II.: léces martenzitról



edzett



edzett + hidegen hengerelt



edzett + hidegen hengerelt
+ megeresztett

UFG acél előállítása III.: kaliberhengерrléssel

