

УНИВЕРСАЛЬНЫЙ СПОСОБ ПРОБОПОДГОТОВКИ ДЛЯ МИКРОТЕКСТУРНОГО И ФАЗОВОГО АНАЛИЗА EBSD-МЕТОДОМ¹

© М. В. Лукашова²

Статья поступила 2 февраля 2016 г.

EBSD-метод (Electron Backscattered Diffraction) используют для фазового и микротекстурного анализа вещества. EBSD-детектором – приставкой к сканирующему электронному микроскопу – диагностируют тип кристаллической решетки и ее ориентацию в каждой точке образца. При этом достоверность результатов зависит от корректности пробоподготовки, которая для разных материалов требует различных методик, а в ряде случаев – дополнительного оборудования. Предложен метод подготовки образцов, характеризующийся в отличие от традиционных подходов универсальностью и быстротой. Метод использует ионный зонд двухлучевого сканирующего электронного микроскопа и позволяет работать с разными материалами однотипным образом. Главное его преимущество – можно подготовить для EBSD только выбранный участок поверхности без полировки остальной части, что принципиально в тех случаях, когда полировка всего образца невозможна по каким-либо причинам. Также высокое разрешение метода незаменимо при EBSD-анализе единичных микрообъектов (например, специфических включений или дефектов в материале, микронных зерен редких минералов в руде и др.). При других способах EBSD-пробоподготовки сохранность подобных микрообъектов после финальной полировки не гарантирована.

Ключевые слова: EBSD; пробоподготовка для EBSD; дифракция обратно отраженных электронов; картина дифракции; картина Кикучи; ионная колонна; двухлучевой микроскоп; сканирующий электронный микроскоп; СЭМ.

EBSD-детектор (Electron Backscattered Diffraction) выпускается как дополнительное оборудование к сканирующему электронному микроскопу (СЭМ). Он позволяет диагностировать параметры кристаллической решетки и ее ориентацию в каждой точке поверхности образца [1, 2]. Современные EBSD-детекторы записывают картины дифракции с высокой скоростью (более 1000 картин в секунду). (Например, у детектора Nordlys MaX производства Oxford Instruments эта скорость составляет 1580 картин дифракции в секунду.) Они применяются во многих приложениях геологии, микроэлектроники, материаловедения, в области контроля качества и анализа отказов. Совместное использование EBSD- и EDS-детекторов (EDS — энергодисперсионный спектрометр (ЭДС), широко распространенная приставка к СЭМ, позволяющая определять количественный и качественный состав микрообъектов) для определения состава дает возможность выполнять локальный фазовый анализ компонентов с одновременной регистрацией как состава, так и кристаллической структуры микрообъектов.

EBSD-метод характеризуется высоким пространственным разрешением — примерно 10 нм [1] (параметр сильно зависит от характеристик СЭМ, предпочтителен СЭМ высокого разрешения с катодом с полевой эмиссией). Метод чрезвычайно эффективен при идентификации фаз в образце, изучении

текстуры материала, оценке степени внутренних напряжений в зернах, получении карт ориентации кристаллитов и др.

Но широкому внедрению EBSD-метода в практику исследовательских (в том числе заводских) лабораторий препятствуют методические сложности, возникающие в процессе подготовки образцов. При кажущейся схожести пробоподготовка для EBSD отличается от традиционной подготовки аншлифов. Если для изучения с помощью оптического микроскопа или с помощью СЭМ достаточно подготовить обычный металлографический аншлиф (иногда и аншлиф не требуется), то для EBSD обычной полировки недостаточно.

При стандартной полировке на поверхности образца неизбежно остается сильно деформированный слой, скрывающий расположенные под ним кристаллические плоскости и тем самым препятствующий получению картин дифракции отраженных электронов (так называемых картин Кикучи).

Наличие такого слоя не ограничивает применимость других методов (например, он не мешает определению состава микрообъектов с помощью EDS), поэтому многие лаборатории, использующие в своей практике EDS-детектор, после приобретения EBSD-детектора сталкиваются с необходимостью добавить к процессу пробоподготовки дополнительный этап финальной обработки — удаление деформированного слоя.

¹ Статья публикуется на договорных условиях.

² ООО «ТЕСКАН», г. Санкт-Петербург, Россия;
e-mail: LukashovaMV@tescan.ru

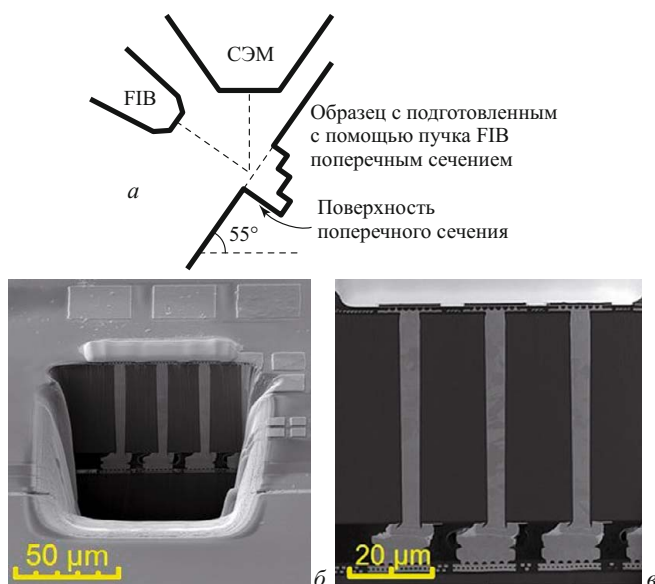


Рис. 1. Схема изготовления поперечных сечений на двухлучевом микроскопе (а) (штриховыми линиями показаны электронный и ионный пучки, ионный пучок распространяется по нормали к поверхности образца, на которой схематически нарисована форма поперечного сечения), а также приготовленное поперечное сечение на поверхности многослойного полупроводникового прибора (б, в)

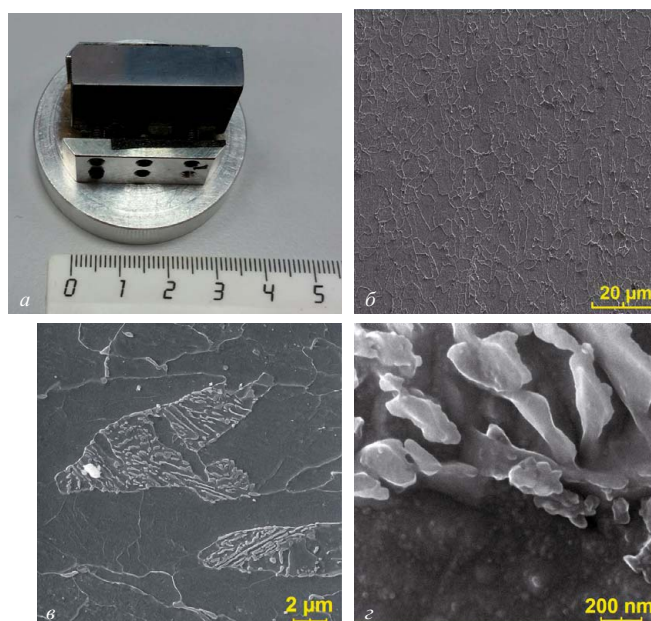


Рис. 2. Исследуемый образец трубной стали (а) и электронные изображения протравленной поверхности образца при разных увеличениях (б – г)

Традиционные методы пробоподготовки для EBSD

Среди традиционно используемых для EBSD-пробоподготовки методов нет универсальных решений, подходящих для всех типов материалов.

Образцы с точки зрения EBSD-пробоподготовки можно условно классифицировать по следующим признакам: 1) проводящие/непроводящие; 2) гомогенные/многофазные; 3) твердые/пластичные.

Свойства образца определяют пробоподготовку. Сначала исследователю необходимо выбрать метод финальной обработки — механическую полировку, электрополировку или ионное травление. Затем следует отработать процесс финальной обработки, который подойдет для данного типа материала, но может быть непригодным для другого класса материала. Так, при механической полировке надо выбрать типы и зернистость абразивных материалов, время полировки на каждом этапе, используемые при этом химические среды и др. Результаты электрополировки сильно зависят от длительности процесса, состава электролита, температуры и напряжения, а главное, метод применим только для проводящих материалов. Ионное травление — метод, в котором потенциально меньше всего методических сложностей, но стоимость оборудования для него примерно равна стоимости самих EBSD-детекторов. К тому же установки для ионного травления обычно имеют ограничения на размеры исследуемого образца и за один цикл обрабатывается

только один образец (в отличие, например, от машин для механической полировки).

Говоря об общепринятой практике пробоподготовки для EBSD-задач, стоит отдельно упомянуть вибрационный полировальный станок VibroMet производства Buehler, разработанный специально для EBSD-пробоподготовки. На этом станке можно подготовить для EBSD-исследований образец любого типа, однако финальная полировка может занять от 3 ч до нескольких дней (этот недостаток частично компенсируется тем, что, во-первых, установка работает автономно, а во-вторых, в ней одновременно размещаются до 18 образцов диаметром 25 – 30 мм).

Пробоподготовка для EBSD с помощью двухлучевого СЭМ

Двухлучевой СЭМ объединяет в одном устройстве электронную и ионную колонны [4]. С помощью электронного зонда исследуют поверхность образца при больших увеличениях, а посредством сфокусированного пучка высокоэнергетических ионов FIB (Focused Ion Beam) выполняют модификацию его поверхности (рис. 1, а). Чаще всего FIB используют для создания поперечных сечений (рис. 1, б, в), чтобы наблюдать структуры в объеме образца, а не только на его поверхности. (На рис. 1 и далее использованы следующие размерные обозначения: μm — 10^{-6} м; nm — 10^{-9} м.) Применяют пучки ионов Ga^+ или Xe^+ , реже Au^+ , Pb^+ и др.

В данном случае использовали двухлучевой СЭМ LYRA 3 GMH производства компании TESCAN (Чешская Республика) с жидкометаллическим источником ионов Ga^+ и электронной пушкой на основе катода с

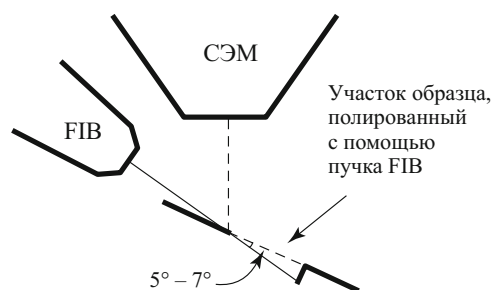


Рис. 3. Схема пробоподготовки для EBSD-анализа на двухлучевом микроскопе (ионный пучок распространяется почти по касательной к поверхности образца, образец наклонен на большой угол в сторону от ионной колонны)

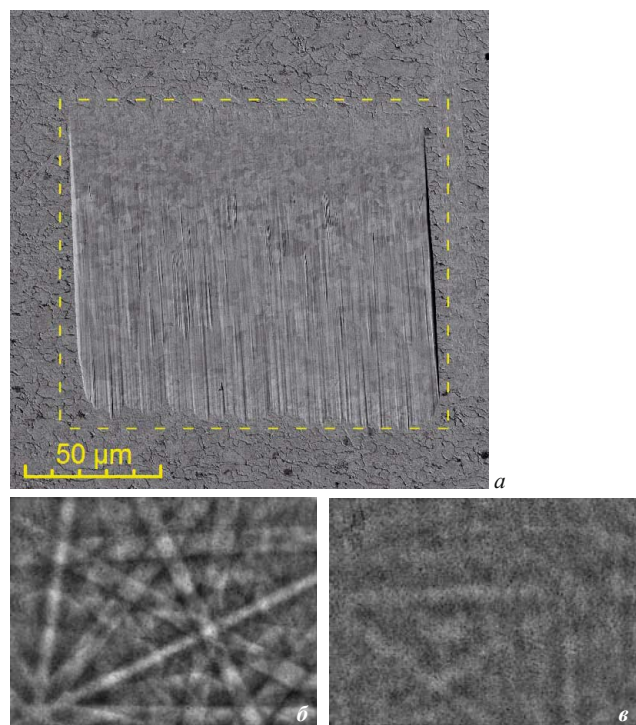


Рис. 4. Поверхность, подготовленная для EBSD-анализа ионным пучком (выделена пунктирной линией) (а), и картины дифракции с подготовленной (б) и неподготовленной (в) поверхностей

полевой эмиссией типа Шоттки (пространственное разрешение электронной колонны — 1 нм). Микроскоп был оснащен EBSD-детектором (NordlysMax) и EDS-детектором (X-Max 150) производства компании Oxford Instruments (Великобритания).

Наличие ионной колонны позволяет применять СЭМ для широкого круга задач в самых разных областях исследований, но мы остановимся только на одном из вариантов использования ионного пучка — локальной пробоподготовке поверхности образца для EBSD-экспериментов на примере изучения трубной стали и минеральных микровключений.

Исследовали образец трубной стали в виде бруска с полированной и протравленной поверхностью размером 30×10 мм (рис. 2).

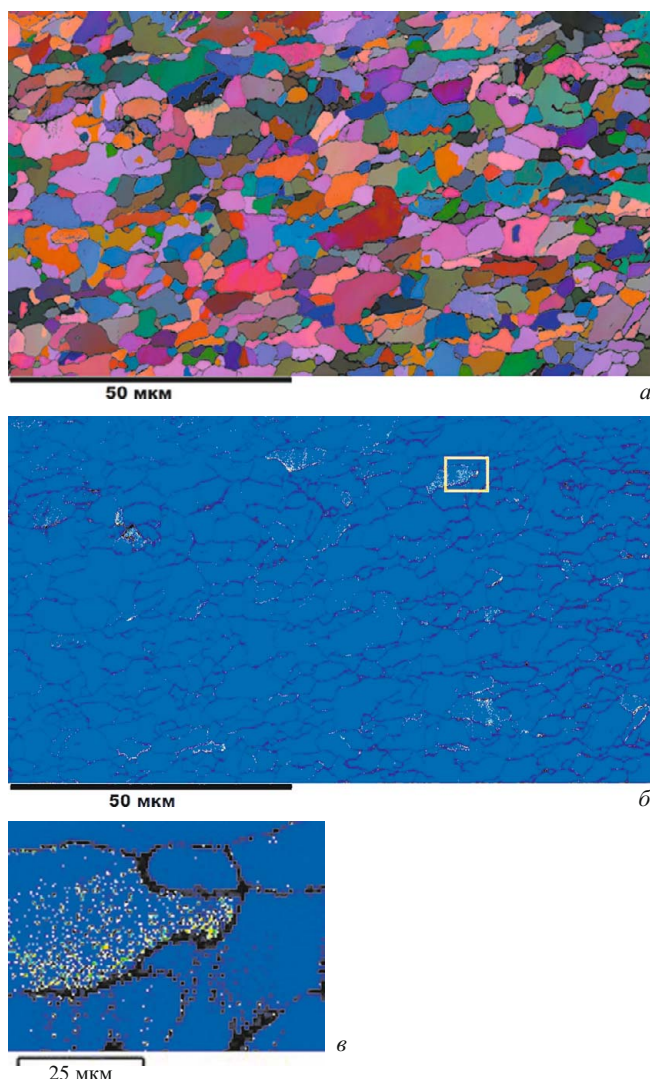
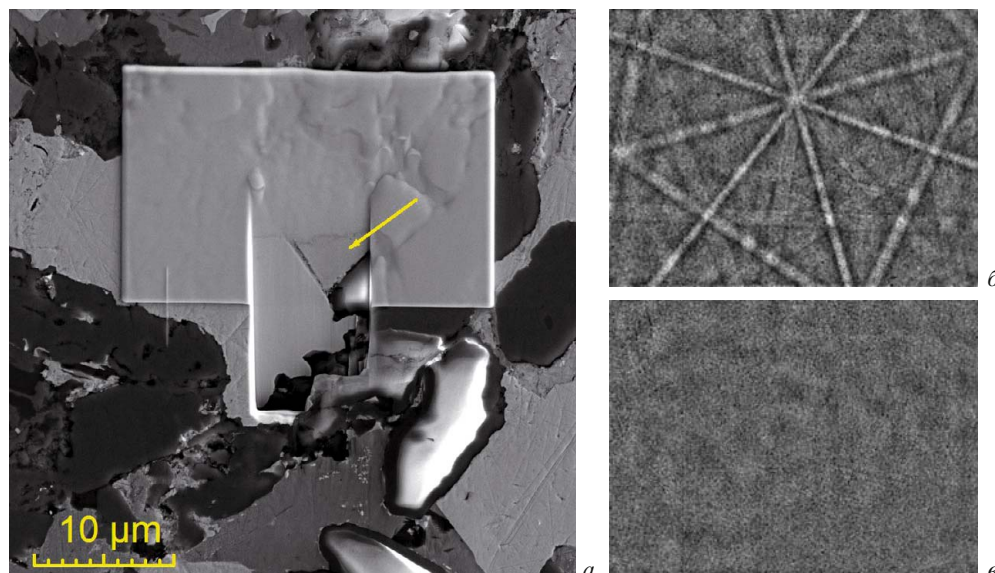


Рис. 5. Результат EBSD-картирования: а — ориентационная карта (составлена в углах Эйлера); б — фазовая карта; в — фазовая карта участка перлита (на фазовой карте участок перлита отмечен желтым прямоугольником, феррит — синим цветом, ромбический цементит — желтым, гексагональный цементит — зеленым)

Для EBSD-пробоподготовки образец располагали в камере микроскопа так, чтобы угол между поверхностью образца и ионным пучком составил 5° (рис. 3). Затем участок поверхности размером 130×110 мкм полировали ионным пучком в течение 1 ч, при этом энергию пучка выбрали равной 30 кэВ, а ток пучка — 5 нА. (Можно подготовить более широкую поверхность и/или выполнить процесс быстрее, чем за 1 ч, если выбрать ток ионного пучка больше 5 нА. У микроскопов марки TESCAN максимальный ток ионной колонны составляет 50 либо 40 нА, в зависимости от комплектации.) Подчеркнем, что процесс полировки происходит без участия оператора. От него требуется только выбрать участок поверхности и задать параметры пучка ионов.

Рисунок 4 иллюстрирует, как выглядит подготовленная ионным пучком поверхность (при этом оставшаяся часть образца осталась нетронутой, рельеф

Рис. 6. Зерно редкого минерала (отмечено стрелкой), полированное ионным пучком (а) и картины дифракции после (б) и до (в) FIB-полировки



травления сохранился); показаны также EBSD-картины дифракции соответственно с подготовленной и неподготовленной поверхностей. Хорошо видно, что на картине дифракции (рис. 4, б) гораздо контрастнее полосы Кикучи, используемые для идентификации фазы и определения ориентации кристаллита в исследуемой точке.

В качестве примера результатов EBSD-анализа на рис. 5 приведены фазовые карты и карта ориентации кристаллитов, полученные с поверхности, выделенной пунктирной линией на рис. 4, а. Современное программное обеспечение EBSD-анализа предлагает множество форм интерпретации результатов, ориентационные и фазовые карты — это лишь два примера представления результатов.

Пробоподготовка единичных микрообъектов для EBSD-анализа

Подготовка образцов для EBSD-задач с помощью ионной колонны СЭМ — это удобный и простой в применении метод. Простота выражается, прежде всего, в том, что образцы любого типа обрабатываются единообразно и за разумное время. (При полировке объектов, не проводящих электрический ток, рекомендуется запускать одновременное сканирование ионным и электронным пучками. Ионный пучок для обработки поверхности, электронный — для нейтрализации накапливающегося заряда. Если на микроскопе не реализуется одновременное сканирование двумя пучками, то можно выполнять FIB- и СЭМ-сканирования поочередно.) Немаловажен также тот факт, что только с помощью ионного пучка двухлучевого микроскопа можно подготовить нужный участок образца, не затронув остальную поверхность. Все прочие известные на сегодня способы подготовки полируют образец целиком. Это означает, что при использовании любой другой техники обработки поверхности уникальные объекты могут просто исчезнуть с поверхности образ-

ца. Такими уникальными микровключениями могут быть, например, неметаллические включения в стали, дефекты в полупроводниковых гетероструктурах, зерна минералов. Так, в рамках настоящей работы были получены данные по кристаллическим решеткам трех ранее неизвестных минералов, зерна которых были представлены в единичных экземплярах в геологических аншлифах.

На рис. 6 показаны одно из таких зерен после обработки ионным пучком и картины дифракции до и после FIB-полировки. С помощью EDS- и EBSD-детекторов определили состав зерна и тип кристаллической решетки. Светлый прямоугольник (см. рис. 6, а) — платиновый слой, использующийся в качестве маски и нанесенный с помощью системы инжектирования газов GIS — приставки к сканирующему электронному микроскопу LYRA 3 GMH. Между платиновой маской и минеральными зернами видна тонкая темная полоска — след от углеродного напыления, которое наносили на поверхность аншлифа для обеспечения оттока заряда. В соответствии с решаемой задачей в данном случае выбрали гораздо меньший ток пучка ионов, и полировку выполняли в два этапа (170 пА/30 кэВ в течение 10 мин, затем 1 нА/5 кэВ в течение 10 мин).

Преимущества использования СЭМ с широким диапазоном наклона столика

Рассматриваемый метод локальной полировки ионным пучком требует наклона столика с образцом на большой угол в сторону от ионной колонны (см. рис. 3). Однако не все двухлучевые микроскопы имеют достаточный диапазон наклона образца. Если диапазон таков, что позволяет наклонить образец на достаточный угол (диапазон наклонов столика образцов двухлучевых микроскопов марки TESCAN составляет +90° ... –60° или +90° ... –30° в зависимости от модели, мы использовали наклон –30° для трубной

стали и -28° для минерального микровключения), то осаждение платиновой маски и ионная полировка реализуются за одну сессию удобным для оператора способом. В противном случае необходимо подбирать держатель образца с нужным преднаклоном и один лишний раз открывать — закрывать — откачивать камеру СЭМ (к тому же, на держателе с преднаклоном нужно закреплять образец так, чтобы край осажденной платиновой маски был параллелен оси преднаклона, а для этого требуется определенная сноровка).

Таким образом, можно выделить следующие преимущества предлагаемого метода пробоподготовки для EBSD.

1. *Локальность.* Полировка ионным пучком — единственный из известных на сегодня методов, позволяющих выполнять финальную тонкую полировку единичного включения микронных размеров. Другие методы полируют образец целиком, в результате чего интересующее микровключение может исчезнуть с поверхности образца. Это особенно актуально при исследовании редких единичных микровключений.

2. *Сохранность образца.* Ионный пучок в СЭМ полирует локальную область, заданную оператором. Остальная часть образца при этом сохраняется в первоначальном виде, что может быть важно при дальнейшем изучении образца другими методами.

3. *Возможность исследования образцов с линейными размерами до 30 мм.* Обычно для ионного травления требуются образцы меньших габаритов.

4. *Универсальность.* Предложенный подход чрезвычайно прост в отличие от прочих известных на сегодня способов подготовки поверхности для EBSD-анализа, требующих для каждого нового типа материала свой рецепт финальной обработки (выбор абразивов, растворов, условий и длительности полировки, вплоть до выбора оборудования).

5. *Высокая достоверность в исследовании микровключений из непроводящих материалов.* Обычно EBSD-исследования образцов из непроводящих материалов выполняют с использованием напыления тонкого слоя углерода на поверхность образца или в атмосфере низкого вакуума в камере микроскопа. И то, и другое применяется для борьбы с накоплением заряда на поверхности диэлектриков при сканировании их электронным пучком. Однако и то, и другое — причина деградации картин дифракции. Предлагаемый метод удобен тем, что позволяет обойтись без какого-либо напыления и при этом продолжать работу в классическом для электронного микроскопа режиме высокого вакуума. Если изучаемое включение проводящее, то отказ от напыления полученного микросечения очевиден. Если же включение непроводящее,

то находящаяся рядом платиновая маска, а также окружающее углеродное напыление аншлифа, как показала практика, вполне достаточны для обеспечения оттока заряда для микровключений размером меньше 10 – 15 мкм. Таким образом, возможен EBSD-анализ мелких включений, не проводящих электрический ток, без какой-либо деградации картин Кикучи.

6. *Теплоотвод при EBSD-картировании.* Слой платины, который используется в качестве маски при ионной полировке, работает в качестве канала для теплоотвода при дальнейшем EBSD-анализе (теплоотвод может стать актуальным, если используется большой (>1 нА) ток пучка электронов).

7. *Гибкость в выборе параметров полировки.* Конструкция ионной колонны двухлучевого микроскопа позволяет варьировать в широких пределах как ток, так и энергию ионного пучка. Это открывает исследователю широкие возможности для прецизионной работы с деликатными образцами с одной стороны, и ускорения рутинной пробоподготовки — с другой (так, в приведенных примерах трубную сталь полировали при токе FIB, равном 5 нА, а минеральное микровключение — при 170 пА).

8. *Производительность.* Предлагаемый метод позволяет получить EBSD-результаты относительно быстро (в среднем через 1 ч).

Помимо рассмотренного аспекта применения двухлучевой СЭМ дает возможность выполнять и другие виды работ. Это и изготовление поперечных сечений в заданном месте, и приготовление ламелей с конкретного участка для дальнейшего изучения их в просвечивающем электронном микроскопе, и 3D-томография (т.е. автоматическое послойное FIB-травление и СЭМ-сканирование с последующей реконструкцией трехмерного изображения).

ЛИТЕРАТУРА

1. Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении / Под ред. А. Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д. Филда. — М.: Техносфера, 2014. — 544 с.
2. Engler O., Randle V. Introduction to Texture analysis. Macrotexture, microtexture and orientation mapping. — CRC Press, 2010.
3. Giannuzzi L. A., Stevie F. A. Introduction to focused ion beams. Instrumentation, theory, techniques and Practice. — Springer, 2005.

REFERENCES

1. Schwartz A., Kumara M., Adams B., Fild D. (eds.). Metod difraktsii otrazhennykh elektronov v materialovedenii [Electron backscatter diffraction in material science]. — Moscow: Tekhnosfera, 2014. — 544 p. [in Russian].
2. Engler O., Randle V. Introduction to Texture analysis. Macrotexture, microtexture and orientation mapping. — CRC Press, 2010.
3. Giannuzzi L. A., Stevie F. A. Introduction to focused ion beams. Instrumentation, theory, techniques and Practice. — Springer, 2005.

Внимание, опечатка!

В № 2 с.г. на стр. 46 опечатка: в состав авторов статьи кроме А. В. Сисанбаева входят также А. А. Круглов и Р. Я. Лутфуллин.