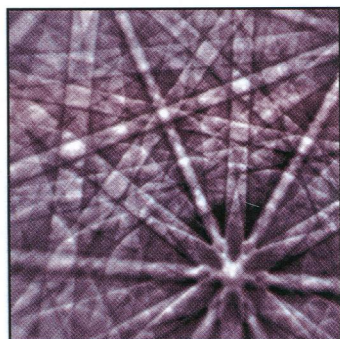


ФИЗИКИ И ТЕХНИКИ

Метод дифракции
отраженных электронов
в материаловедении

Под редакцией
А.Шварца, М. Кумара,
Б. Адамса, Д.Филда



ТЕХНОСФЕРА

УДК 543.07+620.22

ББК 22.36

М 54

М 54 Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении

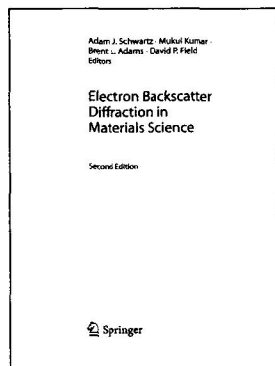
Под ред. А.Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д.Филда

Москва: ТЕХНОСФЕРА, 2014. – 544с.+104 с. цв. вкл. ISBN 978-5-94836-385-1

Книга содержит материалы, полезные как для общего понимания принципа ДОЭ-анализа, истории его создания и развития, так и практическую информацию по исследованию процессов в материалах при сильных пластических деформациях (равноканальное угловое прессование (РКУП), сварка трением с перемешиванием), а также для понимания трехмерного анализа границ раздела методом комбинации послойного травления материала с помощью фокусированного ионного пучка и исследования поверхности каждого слоя методом ДОЭ с последующей трехмерной реконструкцией набора двумерных данных ДОЭ.

Перевод на русский язык второго оригинального издания книги «Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении» является одной из первых исчерпывающих коллективных монографий в этой области.

Книга станет полезным настольным справочником для многих начинающих и практикующих специалистов в области электронной микроскопии, рентгеновского микроанализа и микротекстурного анализа материалов.



УДК 543.07+620.22

ББК 22.36

Перевод с английского:

Electron Backscatter Diffraction in Materials Science

edited by Adam J.Schwartz, Mukul Kumar, Brent L.Adams, David P.Field

Copyright ©Springer Science+Business Media, LLC 2009

All Rights Reserved

© 2014, ЗАО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», перевод на русский язык, оригинал-макет, оформление

ISBN 978-5-94836-385-1

ISBN 978-0-387-88135-5 (англ.)

Содержание

Предисловие к изданию на русском языке	14
Авторский коллектив	16
Список сокращений	17
Глава 1. Современное состояние и перспективы метода дифракции отраженных электронов	
<i>Роберт А. Шварцер, Дэвид П. Филд, Брент Л. Эдамс, Мукул Кумар и Адам Дж. Шварц</i>	21
1.1. Введение	21
1.2. Формирование и интерпретация картин дифракции отраженных электронов	23
1.3. Экспериментальная конструкция системы регистрации картин ДОЭ	25
1.4. Компоненты автоматизированной системы ДОЭ	26
1.4.1. Устройство захвата картин ДОЭ	27
1.4.2. Механическая развертка путем сканирования столика образцов и цифровая развертка электронного луча	29
1.5. Пространственное разрешение	33
1.6. Требования к рабочим характеристика РЭМ для хорошей работы системы ДОЭ	36
1.7. Преобразование Радона или Хафа для локализации полос	39
1.8. Индексация	42
1.9. Высокоскоростные измерения методом ДОЭ	43
1.10. Теневые картины в ионном пучке	48
1.11. Выводы	52
Благодарности	53
Литература	53
Глава 2. Динамическое моделирование картин дифракции отраженных электронов	
<i>Аймо Винкельман</i>	56
2.1. Введение	56
2.2. Моделирование дифракции отраженных электронов	56
2.3. Динамическая дифракция электронов в методе ДОЭ	58
2.3.1. Использование принципа обратимости	58
2.3.2. Формализм волн Блоха	59
2.3.3. Включение в рассмотрение процесса обратного рассеяния	61
2.4. Приложения	62
2.4.1. Вид картин ДОЭ в реальном пространстве	62
2.4.2. Полномасштабное моделирование картин ДОЭ	64
2.4.3. Влияние энергетического спектра отраженных электронов	66
2.4.4. Динамические эффекты анизотропного обратного рассеяния	69
2.5. Выводы	72
Благодарности	72
Литература	73

Глава 3. Способы отображения текстуры

<i>Джерми К. Мэйсон и Кристофер А. Шух</i>	75
3.1. Введение	75
3.2. Повороты и ориентации	77
3.2.1. Определение поворота	77
3.2.2. Определение ориентации	79
3.3. Полюсные фигуры	79
3.4. Дискретные ориентации	83
3.4.1. Осе-угловые параметры	84
3.4.2. Векторы Родригеса	86
3.4.3. Кватернионы	87
3.4.4. Углы Эйлера	91
3.5. Функции распределения ориентаций	93
3.5.1. Круговые гармоники	93
3.5.2. Сферические гармоники	94
3.5.3. Гиперсферические гармоники	96
3.5.4. Обобщенные сферические гармоники	97
3.5.5. Симметризованные гармоники	99
3.6. Выводы	101
Литература	101

Глава 4. Дифракция отраженных электронов с энергетической фильтрацией

<i>Элвин Идс, Эндрю Дил, Эбишек Бхаттачарья и Тьепал Хуган</i>	103
4.1. Введение	103
4.2. Фон	104
4.3. Энергетические фильтры	105
4.4. Работа с использованием фильтра	108
4.5. Самые первые результаты	109
4.6. Картины дифракции отраженных электронов для электронов различных энергий	114
4.7. Локализация сигнала	117
4.8. Перспективы использования энергетических фильтров в методе ДОЭ	118
4.9. Выводы	119
Благодарности	120
Литература	120

Глава 5. Сферические картины дифракции Кикучи

<i>Остин П. Дэй</i>	121
5.1. Введение	121
5.2. Картины дифракции обратно-рассеянных электронов	121
5.3. Сферические картины дифракции Кикучи	121
5.4. Детекторы картин ДОЭ	122
5.5. Получение изображения картины ДОЭ и ее однородность	125
5.6. Моделирование картин ДОЭ	125
5.7. Сферические карты дифракции Кикучи, смонтированные из отдельных карт ДОЭ	126

5.8. Профили интенсивности полос Кикучи	130
5.9. Инверсия сферической карты Кикучи	133
5.10. Применение сферических карт Кикучи	134
5.11. Цветные изображения в ориентационном контрасте	134
5.12. Режим просвечивающей растровой электронной микроскопии в РЭМ	135
5.13. Необычные особенности на картинах ДОЭ	136
Благодарности	138
Литература	138
Глава 6. Применение дифракции отраженных электронов для фазового анализа	
<i>Бассем Эль-Дашер и Эндрю Дил</i>	141
6.1. Введение	141
6.2. Соображения по поводу фазового анализа с помощью метода ДОЭ	143
6.3. Примеры исследований	147
6.3.1. Дискриминация фаз путем совместного применения методов ДОЭ и ЭДС	148
6.3.2. Структурная дифференциация γ -фазы и γ' -фазы в никелевых жаропрочных сплавах	151
6.3.3. Определение объемной доли в многофазном сплаве	155
Благодарности	163
Литература	163
Глава 7. Идентификация фаз на основе симметрии в картинах ДОЭ	
<i>Дэвид Дж. Дингли и С.И. Райт</i>	164
7.1. Введение	164
7.2. Основы метода идентификации фаз	165
7.3. Определение элементарной кристаллической ячейки	166
7.4. Обнаружение симметрии решетки	168
7.5. Переиндексация дифракционной картины в соответствии с обнаруженным классом кристаллической решетки	170
7.6. Примеры	172
7.6.1. Случай 1: кубическая кристаллическая решетка	172
7.6.2. Случай 2: гексагональная кристаллическая решетка	175
7.6.3. Случай 3: тригональная кристаллическая решетка	176
7.7. Обсуждение	177
Литература	178
Глава 8. Трехмерная ориентационная микроскопия посредством ориентационного картирования последовательных срезов образца методом ДОЭ в приборе с фокусированным ионным пучком на базе РЭМ	
<i>Стефан Цефферер и Стюарт И. Райт</i>	179
8.1. Введение	179
8.2. Схемы конфигураций для исследования трехмерной структуры в ФИП-РЭМ	182

8.3. Автоматическая трехмерная ориентационная микроскопия	186
8.4. Программное обеспечение для анализа трехмерных данных	187
8.5. Примеры применения	188
8.5.1. Трехмерная микроструктура и кристаллография колоний перлита	188
8.5.2. Микроструктура «нанокристаллических» осажденных пленок NiCo	190
8.6. Обсуждение	192
8.6.1. Точность и пределы применения метода трехмерной ориентационной микроскопии	192
8.6.2. Проблемы метода применительно к материаловедению	195
8.7. Выводы	195
Литература	196
Глава 9. Сбор, обработка и анализ наборов данных трехмерных карт ДОЭ	
<i>Майкл А. Грёбер, Дэвид Дж. Ровенхорст</i>	199
9.1. Введение	199
9.2. Способы получения данных	200
9.3. Методики получения срезов материалов	202
9.3.1. Регистрация и выравнивание срезов	202
9.3.2. Сегментация зерен	204
9.3.3. Подпрограммы фильтрации данных	206
9.4. Аналитические возможности	209
9.4.1. Морфологические дескрипторы	209
9.4.2. Кристаллографические дескрипторы	214
9.5. Выводы	218
Литература	218
Глава 10. Трехмерная реконструкция цифровых микроструктур	
<i>Стивен Д. Синтай, Майкл А. Гребер и Энтони Д. Роллет</i>	221
10.1. Причины написания данной главы	221
10.2. Предыстория вопроса	222
10.2.1. Взаимное влияние двумерного и трехмерного представлений микроструктуры	222
10.2.2. Реконструкция трехмерной структуры поликристалла	223
10.3. Сбор и анализ данных	223
10.3.1. Источники данных	223
10.3.2. Идентификация деталей микроструктур	224
10.3.3. Статистическое описание деталей микроструктур	225
10.4. Методы описания трехмерных структур	225
10.4.1. Аппроксимация гистограмм на основе метода Монте-Карло	226
10.4.2. Метод ограничения области определения данных на основе наблюдений	229
10.5. Создание трехмерной структуры	231
10.5.1. Упаковка эллипсоидов	231
10.5.2. Релаксация границ	233

10.6. Анализ качества	233
10.6.1. Сравнение распределений по размерам	233
10.6.2. Сравнение распределений зерен по форме	234
10.6.3. Сравнение соседних зерен	235
10.6.4. Сравнение структуры межзеренных границ	236
10.7. Идеи по поводу современного состояния дел и будущих задач	237
Литература	237
Глава 11. Прямое трехмерное моделирование пластической деформации	
на основе данных, полученных методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ)	
<i>Натан Р. Бартон, Джоэл В. Бернье, Рикардо А. Лебенсон,</i>	
<i>Энтони Д. Роллет</i>	
11.1. Введение	240
11.2. Моделирование материала и микроструктуры	241
11.2.1. Построение трехмерной микроструктуры	242
11.2.2. Микромеханическое моделирование	243
11.2.3. Моделирование методом конечных элементов	244
11.3. Результаты моделирования	245
11.4. Направления дальнейшего развития вычислительных алгоритмов	247
11.5. Заключение	251
Благодарности	253
Литература	253
Глава 12. Проектирование с учетом микроструктуры материала	
первого порядка на основе статистических данных об объемных долях зерен	
и элементарных границ	
<i>Сурья Р. Калидинди, Дэвид Т. Фуллвуд, Брент Л. Адамс</i>	
12.1. Введение	256
12.2. Количественный анализ микроструктуры	257
12.3. Основы проектирования с учетом микроструктуры	
материала (MSD)	258
12.4. Область изменения свойств	262
Благодарности	265
Литература	265
Глава 13. Разработка материалов методом моделирования	
микроструктуры второго порядка с использованием двухточечных	
пространственных корреляций	
<i>Дэвид Т. Фуллвуд, Сурья Р. Калидинди, Брент Л. Адамс</i>	
13.1. Введение	267
13.2. Определение и свойства двухточечных функций корреляции	268
13.2.1. Граничные условия	270
13.2.2. Свойства двухточечных функций	271
13.2.3. Визуализация двухточечных функций	271
13.2.4. Метрики, определяемые по двухточечным корреляциям	272

13.2.5. Получение двухточечных корреляций от исследуемых образцов материала	272
13.3. Взаимосвязь структуры со свойствами	273
13.3.1. Тензоры локализации	274
13.3.2. Эффективные тензоры	278
13.4. Проектирование микроструктуры	280
Благодарности	280
Литература	281
Глава 14. Комбинаторное материаловедение и ДОЭ: высокопроизводительный метод исследований	
<i>Кришна Раджан</i>	282
14.1. Введение	282
14.2. Введение в комбинаторные методы	283
14.2.1. Высокопроизводительный скрининг методами ДОЭ	286
14.2.2. Данные и их обработка	290
14.3. Заключение	291
Благодарности	292
Литература	292
Глава 15. Сетки межзеренных границ	
<i>Брайан У. Рид, Кристофер А. Шу</i>	296
15.1. Введение	296
15.2. Измерение и классификация элементов локальных систем	297
15.2.1. Одиночные границы: общие определения	297
15.2.2. Структуры с более чем одной границей	300
15.3. Геометрия структуры сетки границ	303
15.3.1. Перколяционные измерения сетки межзеренных границ	303
15.3.2. Кристаллографические ограничения	305
15.4. Связь микроструктура–свойства	308
15.4.1. Усреднение состава и теория перколяции	308
15.4.2. Кристаллографические корреляции	313
15.5. Выводы и перспективы	314
Литература	315
Глава 16. Измерение распределения межзеренных границ по пяти параметрам на основе плоских срезов	
<i>Грегори С. Рорер, Валери Рэндл</i>	318
16.1. Введение: плоскости межзеренных границ и их свойства	318
16.2. Метод последовательных срезов	320
16.3. Анализ следов одиночной плоскости межзеренной границы	321
16.4. Стереологический анализ по пяти параметрам	323
16.4.1. Параметризация и дискретизация пространства типов межзеренных границ	323
16.4.2. Измерение распределения межзеренных границ по их свойствам	324
16.4.3. Проведение стереологического анализа	327

16.4.4. Сравнение распределений межзеренных границ по их свойствам (GBCD), измеренных стереологически и посредством серии срезов в двухлучевом микроскопе с системой фокусированного ионного пучка	330
16.5. Примеры анализа по пяти параметрам	331
Благодарности	333
Литература	333
Глава 17. Картирование деформаций в образце при помощи дифракции отраженных электронов	
<i>Ангус Дж. Уилкинсон, Дэвид Дж. Дингли, Грэхем Миден</i>	335
17.1. Введение	335
17.1.1. Потребности в оценке локальных деформаций	335
17.1.2. Конкурирующие методы картирования деформаций	336
17.1.3. Обзор способов применения ДОЭ для анализа упругих деформаций	338
17.2. Кросс-корреляционный анализ картин ДОЭ	342
17.2.1. Геометрия: связь сдвигов картин ДОЭ с деформацией	342
17.2.2. Измерение относительного смещения картин ДОЭ	344
17.2.3. Анализ чувствительности	346
17.2.4. Примеры применения данного метода	349
17.3. Выводы	354
Благодарности	354
Литература	355
Глава 18. Картирование и количественная оценка пластической деформации средствами ДОЭ	
<i>Люк Н. Брюэр, Дэвид П. Филд, Колин К. Мерриман</i>	358
18.1. Влияние эффектов пластической деформации на картины ДОЭ и карты ориентаций	358
18.2. Методы измерения поворота кристаллической решетки	361
18.2.1. Построение карт ориентаций и разориентаций	362
18.2.2. Методы измерения средней разориентации	365
18.2.3. Измерение и вычисление плотностей геометрически необходимых дислокаций (ГНД)	369
Благодарности	373
Литература	373
Глава 19. Анализ деформационных структур в материалах с ГЦК-структурой с помощью ДОЭ и ПЭМ	
<i>Олег В. Мишин, Эндрю Годфри, Дорте Юуль Йенсен</i>	376
19.1. Введение	376
19.2. Ориентационный шум в данных ДОЭ	378
19.2.1. Количественное выражение ориентационного шума	378
19.2.2. Фильтрация данных ДОЭ в процессе их постобработки	380
19.3. Количественное сравнение результатов, получаемых при помощи ДОЭ и ПЭМ	384

19.4. Неоднородность измельченной микроструктуры	388
19.4.1. Анализ локальной неоднородности	389
19.4.2. Возможность анализа крупномасштабных неоднородностей	391
19.5. Заключение и выводы	392
Благодарности	393
Литература	393
Глава 20. Применение методов ДОЭ для исследования процесса интенсивной пластической деформации (ИПД) и связанных с ним методов обработки	
<i>Терри Р. МакНеллей, Александр П. Жилиев, Сринивасан Сваминатан, Цзяньцин Су, Э. Сарат Менон</i>	395
20.1. Введение	395
20.2. Начальное поведение микроструктуры при равноканальном угловом прессовании	398
20.3. Микроструктуры, образующиеся при обработке резанием	401
20.4. Измельчение зерен при обработке трением с перемешиванием	403
20.5. Выводы	406
Благодарности	407
Литература	407
Глава 21. Применение ДОЭ для контроля микроструктуры материала при сварке и обработке трением с перемешиванием	
<i>Сергей Миронов, Ютака С. Сато, Хироюки Кокава</i>	410
21.1. Введение	410
21.2. Краткое изложение терминологии, используемой для описания процесса сварки и обработки трением с перемешиванием	412
21.3. Эволюция микроструктуры	412
21.4. Пластическая деформация материалов	416
21.5. Взаимосвязь «структура—свойства»	419
21.6. Выводы и перспективы	421
Литература	421
Глава 22. Исследование с помощью методов ДОЭ локализации деформации сдвига и структурных дефектов при ударной нагрузке	
<i>Джон Ф. Бингерт, Вероника Ливеску, Элен К. Черрета</i>	423
22.1. Введение	423
22.2. Локализация деформации сдвига	425
22.2.1. Вынужденный вязкий сдвиг в чистом железе: геометрия зоны сдвига	425
22.2.2. Вынужденная деформация сдвига в чистом железе: эволюция текстуры	429
22.2.3. Влияние морфологии на потерю устойчивости зерен в меди при пластической деформации	431
22.3. Повреждения, образующиеся в тантале под воздействием ударного нагружения	432

22.3.1. Влияние продолжительности удара на характер зародившейся структуры трещин	434
22.3.2. Влияние давления на характер зародившейся структуры трещин	435
22.4. Выводы	436
Благодарности	437
Литература	437
Глава 23. Фазовый анализ α/β титановых сплавов по их текстуре	439
<i>Айман А. Салем</i>	439
23.1. Введение	439
23.2. Микроструктура α/β титановых сплавов	440
23.3. Текстура сплава Ti-6Al-4V	442
23.3.1. Разделение первичной и вторичной альфа-текстур на отдельные группы	443
23.3.2. Использование карт ДОЭ и изображений в отраженных электронах	444
23.3.3. Сочетание методов ДОЭ или рентгеновской дифракции с термической обработкой	444
23.4. Разделение текстур на отдельные группы при помощи совместного использования методов ДОЭ и ЭДС	445
23.4.1. Пробоподготовка образца к измерениям методами ДОЭ и ЭДС	445
23.4.2. Наблюдение микроструктуры	446
23.4.3. Карты химического состава (ЭДС)	446
23.5. Промышленное применение: контроль текстуры сплава Ti-6Al-4V при горячей прокатке	448
23.5.1. Эволюция микроструктуры	448
23.5.2. Эволюция общей текстуры альфа-фазы	449
23.5.3. Текстуры первичной альфа-фазы (α_p)	452
23.5.4. Текстура вторичной альфа-фазы (α_s)	453
23.6. Выводы	455
Благодарности	455
Литература	456
Глава 24. Применение ДОЭ в экспериментах по деформации и нагреву образцов <i>in situ</i>	
<i>Стюарт И. Райт, Мэттью М. Ноуэлл</i>	457
24.1. Введение	457
24.2. Исследование образца после воздействия на него <i>in situ</i>	458
24.3. Эксперименты с использованием столика с возможностью растяжения образца <i>in situ</i>	460
24.4. Эксперименты со столиком с возможностью нагрева образца <i>in situ</i>	462
24.4.1. Фазовый переход	462
24.4.2. Рекристаллизация и рост зерен	463

24.5. Использование столика с возможностью растяжения образца с его одновременным нагревом	465
24.6. Выводы	465
Благодарности	467
Литература	467
Глава 25. Дифракция отраженных электронов в условиях низкого вакуума	
<i>Бассем С. Эль-Дашер, Шерон Г. Торрес</i>	470
25.1. Введение	470
25.2. Общие соображения относительно ДОЭ в условиях низкого вакуума	471
25.3. Примеры применений метода НВ-ДОЭ	473
25.3.1. Анализ микроструктуры керамического композита AlN-TiB_2	473
25.3.2. Характеризация монокристаллов $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	474
Благодарности	477
Литература	477
Глава 26. ДОЭ и науки о Земле: области применения, текущая практика, актуальные проблемы и задачи	
<i>Дэвид Дж. Прайор, Элизабетта Мариани, Джон Уилер</i>	479
26.1. ДОЭ и науки о Земле	479
26.2. Практические возможности и ограничения применения метода ДОЭ в геологии	482
26.2.1. Диапазон исследуемых материалов и их пробоподготовка	482
26.2.2. Скорость сбора данных	483
26.2.3. Пространственное разрешение	484
26.2.4. Проблемы индексации	484
26.2.5. Многофазные образцы	487
26.3. Применение ДОЭ в области геологических наук	489
26.3.1. Деформация горных пород и геофизика твердой оболочки Земли	489
26.3.2. Метаморфические процессы	492
26.3.3. Метеориты	493
26.3.4. Прочие области применения	493
26.4. Выводы	495
Литература	496
Глава 27. Использование микроскопии картирования кристаллографических ориентаций для исследования процессов высокотемпературного окисления	
<i>Пэ Гюн Ким, Ежи А. Шпунар</i>	501
27.1. Введение	501
27.2. Высокотемпературное окисление	502
27.3. Порядок проведения экспериментов	504
27.3.1. Окисление образцов и образование оксидного слоя	504

27.3.2. Подготовка образцов и геометрия измерения методом микроскопии картирования кристаллографических ориентаций зерен (МКО)	506
27.3.3. Измерение микроструктуры и текстуры образцов	508
27.3.4. Окисление низкоуглеродистой стали	509
27.4. Результаты и их обсуждение	512
27.4.1. Рост зерен в оксидном слое	512
27.4.2. Влияние процесса окисления на микроструктуру	516
27.4.3. Окисление чистого железа	517
27.5. Трещины и дефекты	525
27.6. Выводы	528
Литература	530
Предметный указатель	533
Локальность анализа при использовании различных электронно-зондовых методов микроанализа химического и элементного состава и структуры наноматериалов	
<i>С. Иванов</i>	546