



МИР Физики и техники

Метод дифракции
отраженных электронов
в материаловедении

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

Перевод с английского
С.А. Иванова

ТЕХНОСФЕРА
Москва
2014

УДК 543.07+620.22

ББК 22.36

М 54

М 54 Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении

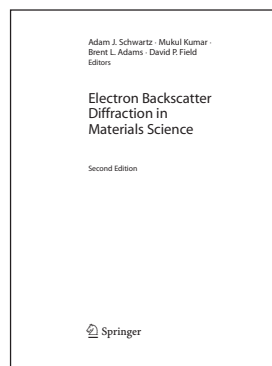
Под ред. А.Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д.Филда

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>Джереми 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. Полосные 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, Энтони Д. Роллет</i>	240
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>	256
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>	267
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. Жилев, Сринивасан Свамнатан, 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, Эллен 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 CaHPO ₄ · 2H ₂ 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

Предисловие к изданию на русском языке

Книга Адама Шварца, Мукул Кумара, Брэнта Л. Адамса и Дэвида П. Филда «Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении», в 2009 году претерпевшая уже второе издание на английском языке в издательстве «Шпрингер», среди российских научных изданий является *одной из первых* исчерпывающих коллективных монографий в этой области, переведенных на русский язык.

Метод дифракции отраженных электронов (ДОЭ или EBSD) был разработан относительно давно на основе метода картин каналирования электронов в растровых электронных микроскопах (РЭМ), но широкое практическое применение данного метода в научных и прикладных исследованиях началось лишь в середине 90-х годов прошлого века. Развитие данного метода было неразрывно связано с успехами в компьютерной технике и высокочувствительных цифровых камер, поскольку максимальный эффект от его применения мог быть получен только при высоком быстродействии систем регистрации дифракционных картин и быстрой компьютерной обработке полученной цифровой информации. Также для дальнейшего развития метода ДОЭ требовались более совершенные растровые электронные микроскопы, какими стали автоэмиссионные РЭМ с высокой плотностью пучка при его малом диаметре и возможностью цифрового управления разверткой. Цифровая развертка была необходима для дискретного (а не аналогового) пошагового сканирования электронного луча на образце. Таким образом, в середине 90-х годов были созданы все предпосылки для успешного внедрения метода ДОЭ в практику научных и заводских лабораторий.

После этого началось быстрое развитие и серийный выпуск аппаратуры для реализации данного метода, счет установленных систем ДОЭ пошел на десятки и сотни, многие крупные компании – машиностроительные, металлургические – начали массовое применение метода ДОЭ на практике. Так, в конце 1990-х годов крупнейшая японская металлургическая компания «Кобэ Стел» использовала три электронных микроскопа с детекторами ДОЭ для обеспечения экспресс-анализов микротекстуры металлургического проката с целью контроля качества продукции.

В России метод ДОЭ начали применять уже более 10 лет назад, причем одной из первых лабораторий стала лаборатория электронной микроскопии в Институте проблем сверхпластичности металлов РАН в г. Уфа. До приобретения своего собственного оборудования специалисты этой лаборатории прошли длительную практику в ведущих европейских университетах и институтах, и сразу же после приобретения собственной системы английской фирмы Oxford Instruments начали широко использовать данный метод для исследования сверхсильных деформаций в металлах и сплавах.

Поскольку в настоящее время российские университеты и академические лаборатории уже приобрели соответствующие ДОЭ системы, а также к ним начинают присматриваться заводские лаборатории металлургических и машиностроительных заводов, настоящая книга будет полезным настольным справочником для многих начинающих и практикующих специалистов в области электронной микроскопии, рентгеновского микроанализа и микротекстурного анализа материалов.

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, таких, как 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 реконструкции набора двумерных данных ДОЭ.

*С.А. Иванов,
переводчик, специалист в области растровой
электронной микроскопии и микроанализа*

Авторский коллектив

Брент Л. Адамс, Факультет технологии машиностроения, Университет Брайэм Янг, 455В СТВ, г. Прово, шт. Юта, 84602-4201, США, адрес эл. почты: b1adams@byu.edu

Натан Р. Бартон, Ливерморская Национальная лаборатория им. Лоуренса, L-129, 7000 Ист авеню, г. Ливермор, Калифорния, СА 94550, США, адрес эл. почты: barton22@llnl.gov

Джоел В. Бернье, Ливерморская Национальная лаборатория им. Лоуренса, L-129, 7000 Ист авеню, г. Ливермор, Калифорния, СА 94550, США, адрес эл. почты: bernier2@llnl.gov

Абишек Батгачарья, 1 Бектон драйв, г. Франклин Лэйкс, NJ 07417 США, адрес эл. почты: abhatt72@yahoo.com

Джон Ф. Бингерт, Отделения материаловедения и технологии, Лос-аламосская национальная лаборатория, MST-8, MS G755, г. Лос-Аламос, NM 87545, США, адрес эл. почты: bingert@lanl.gov

Люк Н. Брюер, Национальная лаборатория компании «Сандия», Нью-Мексико, PO Box 5800 MS 1411, г. Альбукерке, NM 87123-1411, США, адрес эл. почты: lnbrew@sandia.gov

Эллек К Черрета, Лос-аламосская национальная лаборатория, MST-8, MS G755, г. Лос-Аламос, NM 87545, США, адрес эл. почты: ecerreta@lanl.gov

Остин П. Дэй, Фирма «Ант Дэйзи Сайентифик, Лимитед», Дарлоу, Дикстон роуд, Монмаунт, Гвент NP25 3PP; «Кей-И Девелопментс», Зе Маунт, Тафт, Кэмбридж CB23 2RL, Великобритания, адрес эл. почты: auntedaisy@btinternet.com

Эндрю Дил, Джeneral Электрик Глобар Ризерч, Уан Ризерч Серкл, Нискаюна, NY 12309, США, адрес эл. почты: deal@research.ge.com

Дэйвид Дж. Дингли, Физическая лаборатория им. Г.Г. Уилса, Бристольский университет, Тиндэлл авеню, Бристоль, BS8 1TL, Великобритания, адрес эл. почты: djdingley@hotmail.com

Элвин Идес, Факультет материаловедения и машиностроения, Университет г. Лихай, 5 Ист Пэккер Авеню, Битлехем, PA 18015-3195, США, адрес эл. почты: jae5@lehigh.edu

Бэссем С. Эл-Дашер, Ливерморская Национальная лаборатория им. Лоуренса L-367, 7000 Ист авеню, г. Ливермор, Калифорния, СА 94550, США, адрес эл. почты: eldasher2@llnl.gov

Дэйвид П. Филд, Школа механики и материаловедения, Университет штата Вашингтон, Дейн 239Е, Пульман, WA 99164-2920, США, адрес эл. почты: dfield@wsu.edu

Дейвид Т. Фулвуд, Факультет технологии машиностроения, Университет Брайэм Янг, 435 СТВ, Прово, шт. Юта, UT 84602-4201, США USA, адрес эл. почты: dfullwood@byu.edu

Список сокращений

1D	Одномерный
2D	Двумерный
3D	Трехмерный
AD	Аналого-цифровой (АЦ)
ADC	Произвольно заданная ячейка
ADR	Адаптивное измельчение сетки
AMIS	Средняя внутризеренная разориентация
ARB	Накопительная пакетная прокатка с соединением слоев, НППСС
AS	Сторона набегания инструмента
B/T	Базисный/поперечный
BCC	Объемноцентрированная кубическая (ОЦК)
BEKD	Дифракция Кикучи в отраженных электронах
BEKP	Картина дифракции Кикучи в отраженных электронах
BF	Режим светлого поля
BKD	Дифракция Кикучи на отражение
BKP	Картина дифракции Кикучи на отражение
BSE	Отраженный (обратнорассеянный) электрон
CA	Метод клеточных автоматов, КА (метод КА)
CA	Ось сжатия
CBED	Дифракция электронов в сходящемся пучке
CCD	Прибор с зарядовой связью (ПЗС)
CD	Деформация кристаллической решетки
CD	Кристаллографическое направление
CDF	Функция кумулятивного распределения
CFD	Направление схода стружки
CI	Показатель достоверности
CIND	Распределение векторов нормали к кристаллографической границе раздела
CIP	Метод компьютеризированной поляризационной микроскопии
COCI	Цветная карта кристаллографических ориентаций
CPO	Предпочтительные кристаллографические ориентации
CSL	Совпадающие узлы решетки
DA	Цифро-аналоговый
DF	Режим темного поля
EBSD	Дифракция отраженных (обратно-рассеянных) электронов (ДОЭ)
EBSP	Картина дифракции отраженных электронов
ECAE	Равноканальная угловая экструзия (РКУЭ)
ECAP	Равноканальное угловое прессование (РКУЭ)
ECP	Картины каналирования электронов
ED	Направление экструзии
EDM	Электроэрозионная обработка
EDS	Энергодисперсионная спектроскопия (ЭДС)
EDX	Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДРС)

EM	Метод краевого ионного травления
EPMA	Электронно-зондовый рентгеновский микроанализатор (ЭЗРМА или MAP)
ESEM	РЭМ с условиями окружающей среды в камере образцов
ESR	Эквивалентный радиус сферы
FCC	Гранецентрированная кубическая (ГЦК)
FE	Полевая эмиссия (ПЭ)
FE	Конечный элемент (КЭ)
FEGSEM	Автоэмиссионный РЭМ
FEM	Метод конечных элементов
FESEM	РЭМ с полевой эмиссией (ПЭ-РЭМ)
FFT	Быстрое преобразование Фурье
FIB	Фокусированы ионный пучок
FSP	Обработка трением с перемешиванием
FSW	Сварка трением с перемешиванием
FSW/P	Сварка и обработка трением с перемешиванием
FZ	Фундаментальная зона
GAM	Средняя разориентация зерен (СРЗ)
GB	Граница зерен
GD	Направление роста
GEM	Обобщенный подход эффективной среды (ЭС)
GHAB	Общая большеугловая граница
GND	Геометрически необходимые дислокации
GOS	Разброс ориентаций зерен
GSH	Обобщенные сферические гармоники
HAB	Большеугловая граница
HAGB	Большеугловая граница зерен
HCP	Гексагональная плотноупакованная (ГПУ)
HMR	Область высокой разориентации
HOLZ	Зоны Лауэ более высокого порядка
HPT	Интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК)
IBP	Картина блокировки ионов
ICDD	Международный Центр Данных Рентгеновской Дифракции
ICSD	База данных кристаллографических структур неорганических соединений
ID	Идентификация
IMD	Интегральная плотность угловой разориентации
IMD	Девиация внутризеренной разориентации решетки
IND	Распределение векторов нормали к границе раздела
IPF	Обратная полюсная фигура (ОПФ)
IQ	Качество изображения
ITO	Оксид индия-олова
KAM	Средняя разориентация ядер (СЯР)
kV	Киловольт (кВ)
LAB	Малоугловая граница
LAGB	Малоугловая граница зерен
LC	Низкоуглеродный

LD	Большой длительности
LEED	Дифракция медленных электронов (ДМЭ)
LMR	Область малой разориентации
LPO	Предпочтительная ориентация решетки (ПОР)
LSEM	Сильнодеформационная экструзионная обработки
LV-EBSD	Метод ДОЭ в условиях низкого вакуума (НВ-ДОЭ)
MC	Метод Монте-Карло (Метод «рулетки»)
MCD	Модифицированная деформация кристалла
MIMS	Система мезоразмерного картирования границы раздела
MODF	Функция распределения ориентаций (ФРО)
MRD	Единицы, кратные хаотическому распределению
MSD	Проектирование с учетом микроструктуры материала
MSMV	Фильтр типа «максимальный шаг сетки-минимальный разброс»
ND	Направление вектора нормали
OCF	Функция корреляции ориентаций (ФКО)
ODF	Функция распределения ориентаций (ФРО)
OFHC	Безкислородная высокая проводимость
OIM	Микроскопия картирования кристаллографических ориентаций (МКО)
PC	Главный компонент
PC	Персональный компьютер (ПК)
PCA	Анализ главных компонент
PDF	Файл базы данных дифракции на порошковых материалах
PDF	Функция распределения пар
PF	Полюсная фигура (ПФ)
PQ	Качество дифракционной картины
PSN	Зародышеобразование, стимулированное частицами (ЗСЧ)
RD	Направление прокатки (НП)
RFN	Нормаль к передней поверхности резца (НППР)
RHEED	Дифракция быстрых электронов на отражение (ДБЭО)
RMS	Среднее квадратичное значение
RS	Сторона отхода
RVE	Представительный элемент объема
SACP	Картины каналирования из выбранной области
SAECP	Картины каналирования электронов из выбранной области
SD	Направление сдвига
SD	Короткодействующий
SE	Вторичный электрон
SEM	Растровый электронный микроскоп (РЭМ)
SIT	(Silicon Intensified Target) – суперкремникон, сопряженный с электронно-оптическим преобразователем (Silicon Intensified Target, ISIT)
SKM	Сферическая карта Кикучи
SM	Травление поверхности
SOS	Скалярный разброс ориентаций
SPD	Сильная пластическая деформация (СПД)
SPN	Вектор нормали к плоскости сдвига

SSD	Статистически запомненные дислокации
STEM	Просвечивающий растровый электронный микроскоп (ПРЭМ)
SZ	Зона перемешивания
SZ	Зона сдвиговой деформации (ЗС)
T	Поперечный
TCP	Тетраэдрическая плотноупакованная (ТПУ)
TD	Направление, поперечное направлению деформации
TEM	Просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ)
TMAZ	Зона термомеханического воздействия (ЗТМВ)
TMP	Термомеханическая обработка (ТМО)
TRD	Двойниковый домен
UHV	Сверхвысокий вакуум (СВВ)
WD	Направление сварного шва
WDS	Волнодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ВДС)
XRD	Рентгеновская дифракция (РД)
YAG	Иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ)

ГЛАВА I

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ МЕТОДА ДИФРАКЦИИ ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

*Роберт А. Шварцер, Дэвид П. Филд, Брент Л. Эдамс, Мукул Кумар и
Адам Дж. Шварц*

1.1. Введение

Метод дифракции отраженных электронов (ДОЭ), используемый в растровом электронном микроскопе (РЭМ) в качестве дополнительного аналитического метода, позволяет на поверхности массивных поликристаллов без труда определять ориентации отдельных зерен, локальную текстуру, корреляцию ориентаций между точками и идентифицировать фазы и двумерные распределения фаз по поверхности образца. За последние десять лет этот метод был быстро внедрен в металлургических, материаловедческих и геофизических лабораториях (Шварц и др., 2000) благодаря широкой доступности РЭМ, простоте приготовления образцов из массивных заготовок, высокой скорости сбора данных и возможности получения дополнительной информации о микроструктуре в субмикронных масштабах. С одного и того же участка образца можно получить очень детальную информацию о поверхностной структуре и морфологии данной микроструктуры путем анализа рельефа и ориентационного контраста на изображениях во вторичных и отраженных электронах, информацию о распределении химических элементов — методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС), волнодисперсионной спектроскопии (WDS) либо катодолюминесцентного анализа, а теперь, в качестве дополнительного вида анализа, можно определять ориентации отдельных зерен и фаз методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ).

Первый случай наблюдения дифракционной картины в режиме обратнорассеянных (или отраженных) электронов был зарегистрирован в 1928 году Нишикавой и Кикучи на том же самом образце, на котором были получены картины дифракции Кикучи в прошедших электронах, зарегистрированные методом просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ) (Нишикава и Кикучи, 1928). Исследователи поместили фотопленку для регистрации дифракционных картин в прошедших электронах, а затем поместили фотопленку перед образцом таким образом, чтобы получить изображение в отраженных электронах. Этот метод подробно обсуждался Эламом, Блэкманом, и Пэшли в 1954 году (Элам и др., 1954) и затем был исследован Венейблсом и др. (Венейблс и Харланд, 1973; Венейблс и Бен-Джая, 1977). В ранней литературе этот метод называли методом высокоуг-

ловой дифракции Кикучи, и за последние двадцать лет для него использовали различные сокращения. Наиболее запоминающимися сокращениями, за исключением ДОЭ, более точно назывались метод дифракции Кикучи на отражение (ДКО) или дифракцией Кикучи в отраженных электронах (ДКОЭ)¹. Термины «дифракция отраженных электронов» и «дифракция Кикучи на отражение» часто используются в литературе как синонимы.

Полностью автоматизированный метод ДОЭ превратился в зрелую альтернативу рентгеновскому дифракционному методу измерения полюсных фигур при количественном текстурном анализе, причем он не имеет ограничений наподобие проблемы ложных пиков, эффектов дефокусировки или получения противоречивых данных вследствие наклона образца на большие углы. Кроме того, метод автоматизированного ДОЭ-анализа открыл новые горизонты в количественном анализе текстур благодаря своему высокому пространственному разрешению, его доступности для корреляции ориентаций и ориентационной стереологии, благодаря своей высокой скорости и способности визуального и количественного представления текстуры и характера межзеренных границ посредством ориентационных карт. Поскольку в настоящее время растровые электронные микроскопы и системы ДОЭ-анализа производятся серийно, то метод дифракции отраженных электронов перестал быть академическим методом, сохраняющимся только в нескольких исследовательских лабораториях, и скорее стал тем методом, который будет широко применяться для разработки технологий и контроля качества.

Кроме того, этот метод позволяет получать трехмерные объемные реконструкции микроструктуры на последовательных срезах поверхности, создаваемых последовательным механическим срезанием материала, которые будут описаны в гл. 16 Ререром и Рандле, либо ионным травлением с помощью сфокусированного ионного пучка (ФИП), как описано в главах, написанных Зеффелой и Райтом, Гребером, Ровен-Хортом и Ушиком и также Синтаем, Гребером и Роллеттом. Для использования метода трехмерной реконструкции и анализа как никогда решающим требованием к системе ДОЭ является быстроедействие и простота управления, а также наличие возможности в любое время осуществлять перепроверку полученных результатов.

Автоматизированный метод регистрации картин ДОЭ в настоящее время ограничивается исследованием материалов, в которых размеры зерен больше нескольких десятков нанометров в диаметре и в которых можно исследовать область размерами несколько квадратных миллиметров. Поверхностные механические напряжения не должны быть чрезмерными, и образцы должны быть совместимы с общими требованиями к образцам, исследуемым методом электронной микроскопии. В частности, образцы должны быть проводящими и не разлагаться в вакууме или под электронным пучком. Они должны иметь достаточно гладкую поверхность и не содержать инородных слоев.

¹ Сокращенные названия ДОЭ (или EBSD), ДКО (или VKD) и ДКОЭ (или VEKD) также часто встречаются в литературе, и они относятся к изображению, сформированному в ходе дифракции отраженных электронов, т.е. к картине дифракции отраженных электронов.

1.2. Формирование и интерпретация картин дифракции отраженных электронов

Картинки дифракции отраженных электронов образуются на люминофорном экране в результате дифракции стационарного пучка электронов высокой энергии, отраженных из объема кристаллического материала, равного произведению глубины порядка 20 нм под поверхность на площадь проекции падающего пучка. Характерной особенностью картины дифракции Кикучи на отражение является наличие на ней регулярной структуры не в виде правильной сетки дифракционных пятен, которые образуются в просвечивающем электронном микроскопе при селективной дифракции от одиночного кристаллита, а в виде параллельных светлых полос, окруженных непрерывным фоном (рис. 1.1). Пересечения полос Кикучи образуют контрастные и четкие оси зон.

Геометрия картины Кикучи может быть интерпретирована как гномоническая проекция кристаллической решетки на плоский экран люминофора. Точка падения первичного пучка на поверхность образца является центром проекции. Плоскости кристаллической решетки можно изобразить в виде плоскостей, тянущихся до пересечения с плоскостью люминофорного экрана в центре линий соответствующих полос Кикучи. На рис. 1.2 представлено схематическое изображение первичного пучка, падающего на монокристаллический образец с данной ориентацией элементарной кристаллической ячейки и конкретной дифракционной плоскостью, на которой возникает дифракция Кикучи «на отражение». Два конуса дифракции являются краями полосы Кикучи, а плоскость, проходящая через центр этих конусов, является геометрической проекцией плоскости дифракции на люминофорный экран.

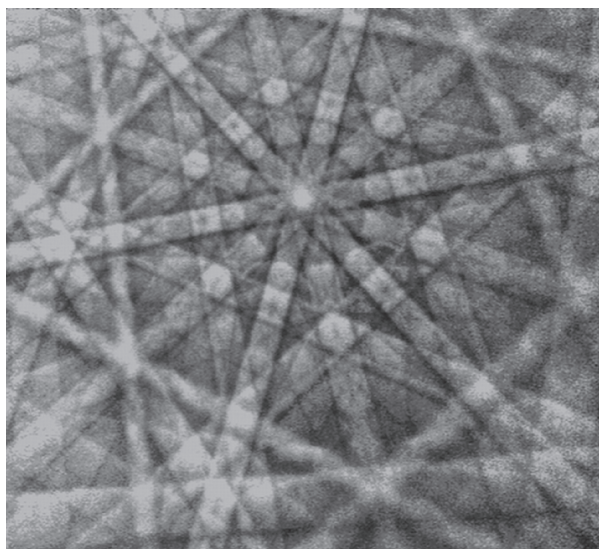


Рис. 1.1. Картина дифракции Кикучи в электронах с энергией 20 кэВ, отраженных от кадмия, полученная с помощью аналоговой видеокамеры

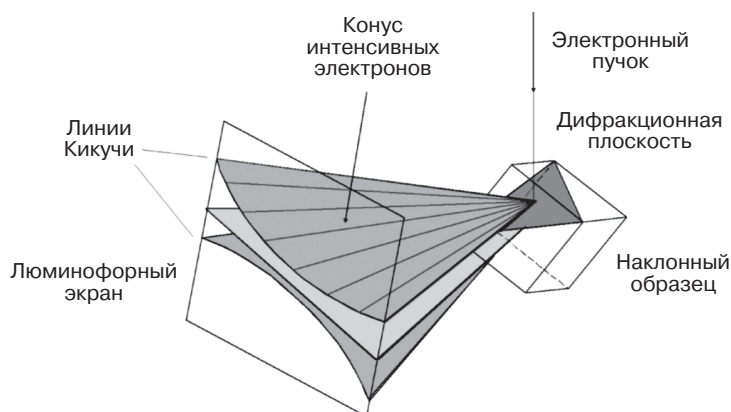


Рис. 1.2. Схематическое изображение конусов дифрагированных электронов по отношению к отражающей плоскости, образцу и люминофорному экрану

Когда рассматривается более чем одна такая полоса Кикучи, углы между проектируемыми плоскостями перпендикулярной ориентации соответствуют межплоскостным углам, а угловая ширина полосы Кикучи $\{hkl\}$ является удвоенным брэгговским углом θ_{hkl} . Таким образом, ширина полос связана с межплоскостным расстоянием d_{hkl} в соответствии с законом Брэгга:

$$2 \cdot d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = n \cdot \lambda, \quad (1.1)$$

где n – порядок рефлекса, а λ – длина волны падающего электронного пучка, которая зависит от ускоряющего напряжения РЭМ. Правила гашения для ожидаемых рефлексов (т.е. Кикучи-полос) конкретной кристаллической структуры определяются структурным фактором данного кристалла. Кроме того, рефлексы более высокого порядка могут выглядеть как множество прямых, параллельных краям полос. Уменьшение ускоряющего напряжения, U , приводит к увеличению длины волны электрона и, следовательно, к увеличению ширины полосы, которая, в первом приближении, равна $\theta_{hkl} \sim 1/U^{1/2}$. Заметное увеличение ширины полосы и ее отклонение от обычной аппроксимации реального конического сечения в виде прямой линии наблюдаются при низких ускоряющих напряжениях, в частности, для линий Кикучи более высокого порядка.

Такая простая геометрическая модель и такое кинематическое приближение не объясняют точного распределения интенсивности в картине дифракции Кикучи. Чтобы в полной мере дать количественное описание распределения интенсивности, необходимо воспользоваться динамической теорией дифракции электронов (Реймер, 1985).

Механизмы, которые приводят к формированию характерного дифракционного контраста особенностей на картинах ДОЭ, включая полосы Кикучи, а также известные огибающие профили полосы Кикучи вокруг осей зон, – по внешнему виду напоминающие линии зон Лауэ высокого порядка (HOLZ – High Order Laue Zone) от тонких фольг в электронной дифракции в сходящемся пучке (ДЭСП или СВЭД), – описываются с использованием теории динамической дифракции.

С использованием расширенных динамических расчетов в многолучевом приближении методом блоховских волн (Винкельманн и др., 2007; Винкельманн, 2008), обсуждаемого Винкельманном в гл. 2, было получено отличное соответствие между экспериментальными и теоретически рассчитанными картинками дифракции.

1.3. Экспериментальная конструкция системы регистрации картин ДОЭ

Оборудование для генерации и захвата картин каналирования электронов (ККЭ) из малых областей образца еще поставляется вместе с некоторыми серийными моделями РЭМ, однако пространственное разрешение этого метода редко превышает 50 мкм вследствие большой сферической аберрации зондоформирующей линзы и качающегося электронного зонда. В результате относительно низкого разрешения метода картин каналирования электронов (ККЭ) и того факта, что многие материалы, представляющие интерес для исследователей, имеют размер зерен меньше, чем 50 мкм, метод ККЭ, использующийся в материаловедении и минералогии, в значительной степени был заменен методом ДОЭ. В методе картин ДОЭ для формирования картины Кикучи на исследуемое зерно направляют *стационарный* луч. Размер пятна и, следовательно, объем взаимодействия первичного пучка с кристаллом, вносящие вклад в данную дифракционную картину, можно сделать более чем на два порядка меньше, чем в случае с размером пятна в методе ККЭ. Пространственное разрешение, а также разрешение по глубине в методе ДОЭ зависят от наклона образца, плотности образца и ускоряющего напряжения. В случае использования флуоресцентного экрана без верхнего слоя из напыленного алюминия самое низкое практическое ускоряющее напряжение пучка составляет около 3 кВ.

Для количественного анализа текстуры требуется наличие статистически значимого количества ориентаций отдельных зерен. Сбор такой базы данных в интерактивном либо в ручном режиме настолько неудобен, насколько отнимает много времени у оператора. Для сбора и индексации картин дифракции Кикучи в РЭМ (Адамс и др. 1993) и в ПЭМ (Зеффеллер и Шварцер, 1994; Шварцер и Суккау, 1998) были разработаны полностью автоматизированные методы. В настоящее время серийно производится и продается несколько систем ДОЭ, которые могут быть установлены на новые или уже эксплуатируемые РЭМ. Автоматизированные системы ДОЭ, как правило, требуют практически минимального вмешательства оператора, после начальной настройки системы единственный параметр, который требуется ввести, это – размер шага сканирования. Программное обеспечение ДОЭ управляет РЭМ и сканированием пучка по образцу по заданным пользователем точкам сетки, останавливаясь на каждой точке в течение такого времени, которое требуется для сбора картины дифракции в отраженных электронах, индексации ориентации и записи координат x , y и векторов ориентации. Ниже подробно обсуждается, что сканирование может осуществляться либо путем перемещения образца в направлениях x и y относительно неподвижного первичного пучка с помощью высокопрецизионного автоматизированного столика образцов с компьютерным управлением (Адамс и др., 1993), либо путем пошагового перемещения первичного электронного пучка с помощью компьютерной

цифровой системы развертки по поверхности неподвижного образца аналогично тому, как это делается в обычной растровой электронной микроскопии (Кунце и др. 1994). Точки, в которых измеряются дифракционные картины, могут располагаться на поверхности образца в виде кластеров отдельных точек, линий из точек либо сеток точек наподобие растра. При цифровой развертке электронного луча рекомендуется использовать быстродействующий цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП) с высоким разрешением (> 12 бит). Мелкие сетки растра дают возможность очень точно позиционировать пятно электронного пучка на наклонной поверхности образца для того, чтобы скорректировать искажения этой сетки из-за крутого наклона поверхности образца и поворота изображения во время динамической фокусировки зондоформирующей линзы.

1.4. Компоненты автоматизированной системы ДОЭ

Автоматизированная система ДОЭ состоит из трех основных частей: РЭМ, устройства захвата картин дифракции (либо телекамеры) и программного обеспечения. Для достижения максимально возможной производительности при конструировании и настройке системы эти части должны приниматься во внимание одновременно. В принципе, не рекомендуется начинать конструирование своей собственной системы с нуля. Значительные усилия требуются для обеспечения синхронной работы всей системы и для разработки программного комплекса управления функциями РЭМ, функциями захвата дифракционной картины и функциями интерпретации данных. При этом необходимо учитывать следующие проблемы, присущие методу ДОЭ:

- установку образца под большим углом, примерно равным 70° относительно падающего луча (см. рис 1.3);
- низкую контрастность и интенсивность картин дифракции Кикучи в отраженных электронах и присущий им высокий фоновый шум;

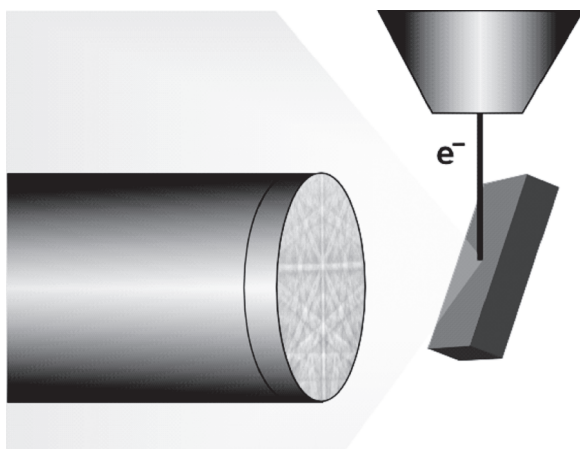


Рис. 1.3. Схема типичной геометрии метода ДОЭ, показаны полюсный наконечник объективной линзы РЭМ, электронный пучок, наклоненный образец и флуоресцентный экран

- склонность к деградации дифракционной картины в результате нарастания загрязнения и деформации слоев в точке анализа;
- декомпозицию и зарядку слабопроводящих материалов под пучком;
- требования высокого быстродействия при сборе картин дифракции, высокого пространственного разрешения и высокой точности измерения данного метода.

1.4.1. Устройство захвата картин ДОЭ

Картина дифракции Кикучи в отраженных электронах обычно проецируется на прозрачный флуоресцентный экран (примерно 5 см в диаметре), который расположен на расстоянии около 2 см от образца. Преимущественно экран установлен параллельно первичному пучку и оси наклона столика образцов, но может быть повернут примерно на 20 градусов в любом направлении от этой плоскости. Наблюдение картины дифракции либо производится через окно в камере образцов с помощью установленной снаружи высокочувствительной камеры, либо флуоресцентный экран устанавливается на волоконно-оптическом жгуте, который непосредственно сопряжен с ПЗС-матрицей цифровой камеры. Флуоресцентный экран обычно согласован со спектральной характеристикой чувствительности ПЗС-матрицы цифровой камеры для достижения оптимальных рабочих характеристик. Для экрана, применяемого в ДОЭ-системах, чаще всего используются люминофоры типов Р20 и Р43. Люминофор Р20 имеет короткое время послесвечения при высокой плотности тока, что свойственно счетчикам фотонов, но обладает большим временем послесвечения при низкой плотности тока. Это последнее свойство хорошо подходит для прямого наблюдения слабо светящихся систем. Он обладает желто-зеленым спектром послесвечения на длине волны 540 нм и имеет время затухания около 1–10 мс при эффективности 30 лм/Вт. Люминофор Р43 является предпочтительным для большинства приложений, в которых используются камеры с телевизионным выходным сигналом из-за своей эффективности и линейности. Кроме того, этот люминофор является достаточно быстродействующим для большинства приложений с высокой частотой развертки. Он имеет зеленый спектр излучения на длине волны 548 нм и время затухания послесвечения 1,2 мс при эффективности 50. Часто на флуоресцентный экран наносится тонкое отражающее алюминиевое покрытие. Это покрытие повышает яркость свечения люминофора в результате отражения света обратно в цифровую камеру. Он также действует как своего рода пассивный энергетический фильтр в том смысле, что он поглощает электроны низких энергий до того, как они попадут на флуоресцентный экран. Наиболее важной функцией покрытия является заземление флуоресцентного экрана, так как электрически незаземленный люминофор будет электрически заряжаться и ухудшать работу РЭМ, а также будет взаимодействовать с ориентационным картированием в автоматизированной системе ДОЭ. (Кроме того, на окно, являющееся подложкой люминофора, может напыляться слой оксида индия и олова (ИО) либо некоторого другого проводящего прозрачного покрытия). В большинстве систем ДОЭ регистрирующее устройство захвата картин ДОЭ монтируется на выдвижном столике. Это дает воз-

возможность точного перемещения экрана и камеры на фиксированное расстояние друг от друга вдоль оптической оси системы камеры для возможности фокусировки дифракционной картины, которая проецируется на экран. Перемещение на несколько сантиметров требуется в целях обеспечения достаточного места для установки крупногабаритных образцов, когда ориентацию зерен необходимо измерять на краю исследуемого материала. Точное перемещение устройства для регистрации дифракционных картин также может быть использовано для калибровки системы ДОЭ с помощью «метода увеличения дифракционной картины» либо «метода перемещения экрана» (Дэй, 1993; Хьелен и др., 1993). При отодвигании экрана от образца дифракционная картина «расширяется в размерах», причем расширение происходит из центра дифракционной картины, который таким образом может быть довольно легко локализован. Эта функция используется для того, чтобы обеспечить точную калибровку системы. Центр дифракционной картины и расстояние от образца до экрана можно точно откалибровать, измерив положение нескольких осей соответствующих зон на дифракционных картинах до смещения и после смещения. Не требуется первичного расчета калибровочных параметров и не требуется начального знания кристаллографии образца. Для проведения эталонного измерения экран следует перемещать на расстояние примерно двух исходных расстояний от образца до экрана. Однако, при увеличении расстояния до экрана интенсивность дифракционной картины падает как квадрат расстояния от образца до экрана. Кроме того, точное перемещение устройства захвата дифракционной картины должно выполняться *in situ* под вакуумом. Для того чтобы гарантировать чистый вакуум, рекомендуется использовать систему с сильфонами, а не систему с вакуумными кольцевыми прокладками с масляным уплотнением.

Существует несколько типов систем с видеокамерами, которые использовались для обнаружения изображения картин дифракции отраженных электронов (ДОЭ). Исторически сложилось так, что для систем с автоматической регистрацией картин ДОЭ применялись высокочувствительные цифровые камеры на основе приборов с зарядовой связью (ПЗС) с Пельтье-охлаждением и суперкремниконы, а более дорогие ПЗС-камеры с медленной разверткой применялись для получения высококачественных снимков с высоким разрешением и идентификации фаз. В настоящее время ПЗС-камеры используются как для захвата изображений с большими скоростями развертки, так и для получения изображений картин ДОЭ. ПЗС-камеры могут воспроизводить изображения в режиме биннинга с разрешением порядка $\sim 100 \times 100$ пикселей со скоростью около 1000 кадров в секунду с интенсивностью, достаточной для надежного индексирования картин ДОЭ. Практический предел скорости индексации в настоящее время находится в диапазоне 600–800 кадров в секунду, но это число, вероятно, будет продолжать расти по мере использования все более мощных компьютеров и оптимизированных алгоритмов обработки изображений. Для получения высококачественных картин ДОЭ, используемых в целях идентификации фаз либо в целях публикации статей, биннинг, как правило, не применяют, а производят захват полного изображения для получения достаточной интенсивности света и контраста.

Некоторый акцент должен быть сделан на световой оптике. Высококачественный макрообъектив с малым раскрытием (с большой апертурой, так называемый «быстрый объектив») является хорошим выбором в случае короткого расстояния между флуоресцентным экраном и ПЗС-матрицей камеры.

Чувствительность системы захвата дифракционных картин может быть почти удвоена за счет более высокой стоимости и более сложного управления путем сопряжения флуоресцентного экрана с ПЗС-матрицей посредством конического волоконно-оптического жгута. Самую высокую эффективность ожидают получить от осаждения люминофора прямо на ПЗС-матрице либо от непосредственного экспонирования ПЗС-матрицы электронами, создающими дифракционную картину. Такая ПЗС-матрица, предположительно, помещается внутри камеры образов и закрепляется либо на небольшом выдвижном штоке, либо непосредственно на столике образцов микроскопа.

Цифровое изображение – единственный источник информации для распознавания изображения. Программное обеспечение лишь в некоторой степени может исправлять изображение плохого качества или устранять его искажения. Поэтому камеру следует выбирать с осторожностью, ища компромисс между чувствительностью, шумом, количеством пикселей, качеством изображения и стоимостью. Почти все существующие системы ДОЭ были переведены с видеокамер на цифровые камеры с твердотельными сенсорами, либо к усилителям изображений на ЭОП, либо совмещенными с ПЗС-камерами. Эти камеры являются экономичными, и геометрия сенсора является фиксированной, не внося ни неоправданных искажений, ни ореолов, ни отоженных светлых пятен (Шварцер, 1989), как это было в случае с ранее используемыми вакуумными видиконами. Стоит отметить, что при коротких выдержках менее одной секунды Пелтье-охлаждение чипа сенсора или фотокатода ЭОП для понижения уровня шума является неэффективным.

1.4.2. Механическая развертка путем сканирования столика образцов и цифровая развертка электронного луча

Для автоматизированного сбора картин ДОЭ используются два режима с компьютерным управлением: режим механического сканирования путем перемещения столика образцов, в котором образец перемещается механически под неподвижным первичным пучком; и режим цифровой развертки электронного луча, в котором сфокусированный первичный пучок перемещается по поверхности неподвижного образца (Кунце и др., 1994). Сочетание этих двух режимов позволяет проводить сканирование по большой площади с высокой точностью и скоростью, когда электронный зонд сканирует в результате цифровой развертки по небольшим перекрывающимся полям, которые сшиваются вместе после того, как столик образцов перемещается грубыми дискретными шагами с одного поля развертки луча на другое поле.

Преимущество механической развертки перемещением столика образцов включает: возможность сканирования полей больших измеряемых полей, размер которых ограничен только пределами перемещения столика образцов, калибров-

ка размера шага перемещения не зависит от увеличения РЭМ; отсутствуют геометрические искажения в результате наклона поверхности образца либо в результате отклонения пучка, и при переходе с одной точки измерения на другую геометрия дифракции не изменяется, т.е. положение центра дифракционной картины, расстояние от образца до экрана, интенсивность фона и настройки фокусировки остаются постоянными. Следовательно, в этом случае требования к уровню разработки программного обеспечения для обработки картин ДОЭ являются достаточно невысокими. Однако, при этом необходим столик образцов с высокими рабочими характеристиками для обеспечения возможности точного удержания поверхности образца в плоскости перемещения образца. Должна иметься возможность перемещения столика с шагом менее 0,5 мкм вдоль координат x и y . Такие высокоточные столики образцов с компьютерным управлением по координатам X – Y являются относительно медленной и дорогой альтернативой использованию цифровой развертки электронного пучка. Кроме того, механический столик имеет более высокую неопределенность при измерении положения вследствие наличия в системе люфта.

С другой стороны, цифровое сканирование пучка позволяет обеспечивать очень высокую скорость развертки, а также точность позиционирования пучка. Такая система является экономически эффективной и не подвержена поломкам. Однако, по мере ступенчатого перемещения луча в поперечном и вертикальном направлениях по образцу геометрия дифракции и центр дифракционной картины изменяются в каждой точке образца в результате различного наклона луча (рис. 1.4).

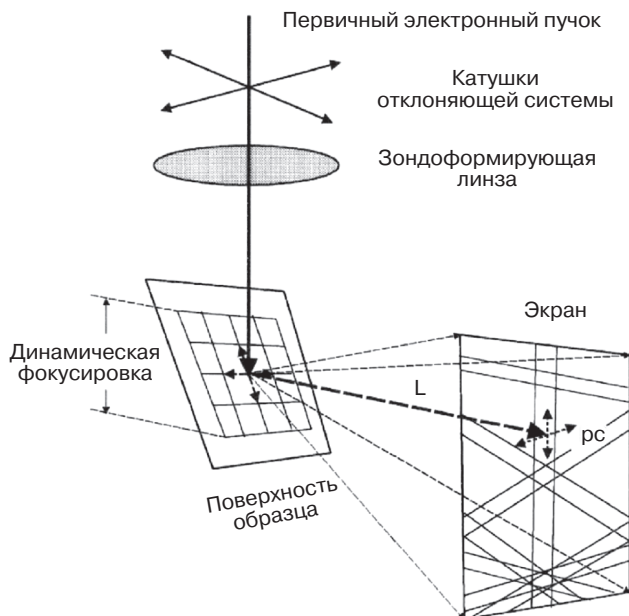


Рис. 1.4. Сетка раstra на наклонной поверхности образца с цифровой системой развертки пучка

Таким образом, система должна иметь динамическую калибровку при перемещении пятна с одного места на другое (так называемая «автокалибровка» — [Шварцер, 1997]). В ином случае ошибки в расчете ориентаций зерен могут превышать несколько градусов, либо можно потерпеть неудачу с индексацией картины дифракции, особенно на малых увеличениях и с возрастанием расстояния места измерения от той точки, в которой система была первоначально откалибрована. Из-за важности правильной калибровки, на системах серийного производства, начиная с 1994 г., когда была разработана методика картирования с помощью сканирующего пучка, применялась динамическая калибровка центра дифракционной картины. Простой тест на точность калибровки может быть сделан путем проведения измерений по большому полю на монокристалле и проверки однородности данных по ориентации. Точно таким же образом производится первоначальная калибровка в большинстве систем ДОЭ. Необходимость точной калибровки по центру дифракционной картины, а также длины дифракции (расстояния от образца до экрана) была проверена в ходе компьютерного моделирования на картинах дифракции Кикучи в прошедших электронах Моравеком (Morawiec, 1999).

Программное обеспечение ДОЭ должно решить две дополнительные проблемы с цифровой разверткой луча. В результате того, что при прямом направлении электроны рассеиваются под острым углом, при обратном рассеянии (отражении) поверхность образца должна быть установлена под крутым углом наклона, как правило, под углом около 20° к первичному пучку (т.е., около 70° от горизонтали) с целью получения достаточной интенсивности картины Кикучи в отраженных электронах. При перемещении луча строка за строкой вниз по образцу пятно первичного пучка выходит из фокуса и увеличивается в диаметре, при этом происходит серьезное снижение пространственного разрешения. Это справедливо как для малых, так и больших увеличений вследствие требований высокой степени разрешения при выбранном увеличении. Однако у большинства РЭМ аппаратные возможности в режиме динамической фокусировки не позволяют как скомпенсировать такие крутые углы наклона образца, которые требуются для метода ДОЭ, так и не дают возможность наклонить столик образца относительно оси, расположенной под острым углом к оси столика образцов. Последнее ограничение будет требовать наличия свободного порта для цифровой камеры системы ДОЭ с той стороны камеры образцов РЭМ, которая смотрит на столик образцов в направлении, перпендикулярном оси его наклона.

Дефокусировка имеет пагубное влияние на пространственное разрешение и надежность индексации, в частности, для материалов с мелкозернистой структурой, так что динамическая фокусировка является незаменимой не только при низких, но и при средних увеличениях. Качество дифракционной картины является очень чувствительным индикатором неправильной настройки фокуса из-за размытия Кикучи-картин. Наложение двух или нескольких дифракционных картин оказывает два неблагоприятных эффекта на результаты индексации. Во-первых, мелкие зерна вносят меньший вклад в сигнал в виде интенсивности дифракционных полос сигнала. Слабые дифракционные картины от мелких зерен в лучшем случае игнорируются в основном за счет зерен больших размеров, которые покрывают большую часть площади пятна первичного пучка.

Во-вторых, на слабоконтрастных дифракционных картинах могут захватываться ложные полосы Кикучи, которые могут включаться в набор полос для индексации этих дифракционных картин. Интерпретация дифракционных картин может потерпеть неудачу вследствие несоответствия рефлексов либо даже, хуже того, в результате может быть рассчитана ложная ориентация. Влияние ложных рефлексов на надежность индексации может быть четко продемонстрировано при моделировании картин Кикучи в прошедших электронах (Morawiec, 1999).

В РЭМ с полевой эмиссией апертура пучка значительно меньше, так что глубина фокуса существенно возрастает и требования к динамической фокусировке на поверхностях образца, установленных под большими углами наклона, в той же самой степени смягчаются. Крутой наклон образца под углом около 70° от горизонтали является причиной дальнейших осложнений метода ДОЭ: пятно пучка на образце удлиняется, поэтому пространственное разрешение снижается в вертикальном направлении примерно в 3 раза. Ориентационные карты, а также обычные изображения РЭМ, полученные при том же самом наклоне образца, предварительно сужаются в той же пропорции. Поэтому в количественной стереологии для такого рода искажений изображения следует вносить поправку, либо для осей X и Y необходимо использовать различные масштабы длины путем вытягивания предварительно сжатого изображения.

Отношение сигнал/шум в картинах ДОЭ является довольно низким. Картина Кикучи в отраженных электронах накладывается на фон, интенсивность которого почти в 25 раз выше интенсивности полезного сигнала и который зависит от ориентации зерна, т.е. так выглядит реальная дифракционная картина. Кроме того, распределение интенсивности фона изменяется во время перемещения пятна по поверхности образца в процессе цифрового сканирования луча, а также изменяется в зависимости от локальной плотности образца (фазы) и рельефа его поверхности.

Дальнейшие флуктуации могут быть вызваны изменениями тока зонда из-за нестабильности тока эмиссии электронной пушки, дрейфа юстировки электронно-оптической колонны, зарядки образца либо образования углеродного нагара. Качество дифрактограммы значительно повышается путем коррекции с использованием «изображения плоского поля» (коррекции темнового сигнала). В этом случае грубая дифракционная картина нормируется по изображению плоского поля, которое содержит фон и артефакты изображения (например, царапины на экране, темные или светлые точки на ПЗС-матрице камеры), но не по детали Кикучи-картины. Существует несколько способов получения такого изображения плоского поля: пучок может сканировать по достаточно большой области, содержащей большое количество зерен различных ориентаций. Картины Кикучи-дифракции этих зерен интегрируются так, чтобы они сглаживались до образования ровного фона. Также первичный пучок может быть расфокусирован в режиме неподвижного пятна до максимума до полного исчезновения картины Кикучи. И, наконец, фон может быть реконструирован из реальной дифракционной картины путем фильтрации с помощью специальной программы (Фильд, 1997; Шварцер и Сукко, 1998). В режиме быстрого индексирования картин ДОЭ (см. ниже) с автономной индексацией последовательности дифракционных картин в оффлайн режиме, «изображение плоского поля» может быть построено эмпирически

путем суммирования и усреднения нескольких дифракционных картин из этой последовательности, которая была получена с различными положениями пятна пучка на образце. Каждый из этих методов имеет свои преимущества и ограничения. Например, режим расфокусированного пятна адекватно устраняет тени из-за рельефа поверхности образца. Реконструкция фона посредством фильтрации особенно полезна в случае грубой микроструктуры зерен либо в случае присутствия сильной текстуры.

Следовательно, программное обеспечение передовых систем ДОЭ не только управляет цифровой разверткой пучка или механическим сканированием столика образцов, но вдобавок управляет режимами работы РЭМ (переключением между режимом получения изображения и режимом остановки пучка в определенном месте образца) и захватом дифракционных картин (Шварцер, 1997).

Переключение между режимом работы РЭМ для получения изображения и режимом остановки пучка в определенном месте образца необходимо для автоматического экспериментального перемещения пучка по полю образца. Для автокалибровки и динамической фокусировки должна иметься возможность считывания токов возбуждения последней линзы (соответственно, величины рабочего отрезка и увеличения РЭМ). Ток последней линзы объектива должен устанавливаться компьютером как функция положения пучка по осям X–Y для динамической фокусировки с программным управлением. Ускоряющее напряжение должно считываться в качестве меры длины волны электронов, когда для индексации дополнительно используют ширину полосы дифракции Кикучи в отраженных электронах.

1.5. Пространственное разрешение

Для изучения мелких зерен и сильно деформированных материалов, рекристаллизации и роста зерен, межзеренных границ и наноматериалов при измерении ориентации требуется высокое пространственное разрешение микроскопа. Но почему пространственное разрешение в ДОЭ падает более чем на один порядок по сравнению с пространственным разрешением на обычных изображениях в РЭМ и все еще намного хуже в сравнении с пространственным разрешением ПЭМ?

Собственное разрешение метода ДОЭ определяется не диаметром пятна луча в точке попадания пучка на поверхность образца, а прежде всего объемом возбуждения, то есть той долей объема взаимодействия первичных электронов с образцом, из которой электроны, участвующие в построении дифракционной картины, отражаются и затем покидают кристалл без дальнейшего рассеяния.

Эта доля объема выделена темным цветом на рис. 1.5. Этим демонстрируется то, почему для ориентационной микроскопии в РЭМ не стоит уменьшать размер пятна ниже диаметра объема возбуждения. Снижение тока пучка может вызывать нежелательный эффект в виде получения дифракционных картин с малой интенсивностью, а также, возможно, вызывать сильный рост углеродного нагара на образце в результате полимеризации углеводородов под электронным пучком.

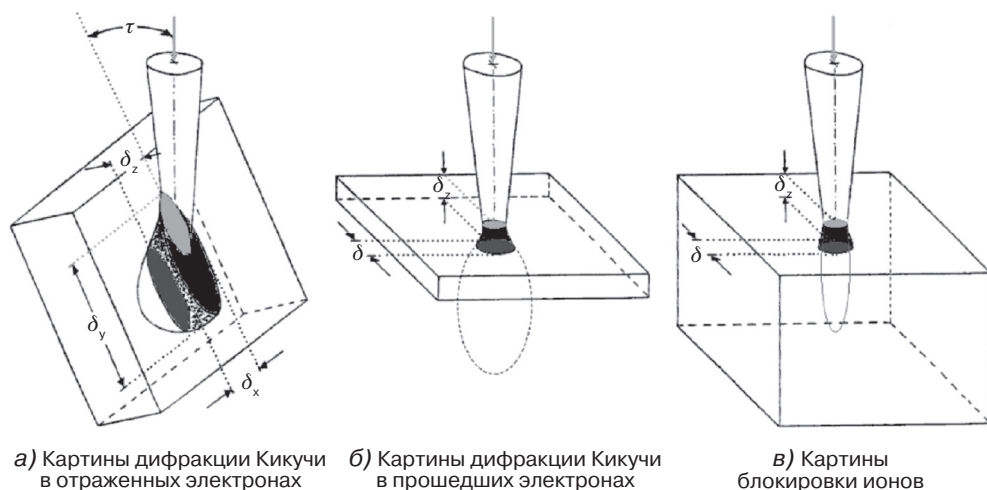


Рис. 1.5. Объем взаимодействия, объем возбуждения и пространственное разрешение, δ , в случае картины ДОЭ от массивного образца в РЭМ (а), картины Кикучи в прошедших электронах от тонкой фольги в ПЭМ (б) и картины блокировки ионов при упругом рассеянии ионов от массивного образца в сканирующем ионном микроскопе (схематическое изображение) (в)

Вследствие наклона образца под большим углом, удлиненной проекции пятна пучка и рассеяния электронов в прямом направлении пространственное разрешение в методе ДОЭ вдоль направления пучка на поверхности образца, δ_y , примерно в три раза хуже, чем δ_x . Глубина получения информации, δ_z , ограничена средней глубиной свободного пробега отраженных электронов в исследуемом материале при данном ускоряющем напряжении пучка.

Объем возбуждения увеличивается для легких материалов и высоких ускоряющих напряжений пучка. С другой стороны, ПЭМ работает на значительно более высоком ускоряющем напряжении, чем РЭМ. Однако пространственное разрешение, δ , при работе ПЭМ в режиме дифракции в микропучке еще примерно равно диаметру пучка, потому что образец утонен до размера порядка длины свободного пробега высокоэнергетических электронов, так что дифракция может происходить только в небольшом объеме взаимодействия (рис. 1.5б).

Пространственное разрешение в режиме ДОЭ может быть несколько улучшено за счет снижения ускоряющего напряжения пучка с 20 кВ до приблизительно нескольких киловольт. Однако при этом также снижается яркость свечения и чувствительность флуоресцентного экрана и, следовательно, также будет снижаться интенсивность дифракционной картины. В то время как разрешение внутри зерна не имеет большого значения, оно становится весьма критическим, когда луч подходит к границе зерна. Интеллектуальная программа индексации дифракционных картин может улучшить разрешение путем учета уровней интенсивности наложенных друг на друга дифракционных картин, отбрасывая наименее вероятные варианты ориентации и сравнивая ориентации в соседних пикселях.

При использовании вольфрамового катода и ускоряющего напряжения 20 кВ на медном образце достигаемое пространственное разрешение не превосходит 0,05 мкм,

а при использовании автоэмиссионной электронной пушки в настоящее время достигают разрешения лучше 0,02 мкм в результате того, что эта пушка позволяет получать больший ток пучка при его малом диаметре. Это примерно то самое значение разрешения, которое было предсказано Венейблсом и Харландом в 1973 году. Было обнаружено, что когда на поверхности образца образуется тонкий инородный слой, примерно в два превосходящий по толщине среднюю длину свободного пробега при резерфордском рассеянии при данной энергии пучка, картины дифракции отраженных электронов исчезают, то есть разрешение по глубине для Al составляет 100 нм, для Ni – 20 нм и для Au – 10 нм при ускоряющем напряжении 40 кВ и угле падения пучка на поверхность образца 20° (см. Michael and Goehner, 1994).

Теоретические и экспериментальные значения длины свободного пробега связаны с аморфными материалами, но в кристаллах они могут быть значительно больше и могут зависеть от ориентации, что является следствием эффекта каналирования. Таким образом, реальная глубина получения информации в методе ДОЭ, как ожидается, будет больше этих грубых оценочных значений.

Высокое пространственное разрешение требует использования высокоинтенсивного первичного пучка, а также небольшого объема взаимодействия первичных электронов под поверхностью образца. Последнее может быть достигнуто только за счет значительного снижения ускоряющего напряжения ниже величины 20 кВ, которую принято использовать в существующих системах с термокатодом до величины примерно менее 5 кВ. Большой ток пучка в небольшом пятне на низких ускоряющих напряжениях является сферой применения РЭМ с полевой эмиссией. Недостатками низких ускоряющих напряжений являются восприимчивость луча к рассеянным магнитным полям (отсюда является обязательным использование небольшого рабочего расстояния, что, однако, может вступать в конфликт с конструкцией современных систем видеозахвата дифракционных картин), низкая эффективность современных флуоресцентных экранов и высокая чувствительность качества дифракционных картин к артефактам пробоподготовки образца или к наличию инородных поверхностных слоев.

Поскольку пространственное разрешение зависит от размера пятна луча, а не от фактического увеличения РЭМ, высокое пространственное разрешение может быть получено путем правильной настройки фокуса независимо от низкого увеличения. Таким образом, путем сочетания механического перемещения столика с образцом и цифровой развертки пучка можно исследовать большую площадь образца. Доступная область образца ограничена только большим полем зрения РЭМ при выборе самого низкого увеличения и самого большого рабочего расстояния. Методом ориентационной микроскопии можно исследовать глобальную текстуру на большой площади образца, применяя несколько повышенную частоту сетки точек измерения на образце, то есть путем выбора достаточно высокой плотности сетки раstra с тем, чтобы каждое зерно измерялось в среднем только несколько раз. При этом имеется множество преимуществ по сравнению с обычным методом измерения полюсных фигур с помощью рентгеновской дифракции.

Выбранная область образца сканируется равномерно, при этом можно выбирать область сканирования неправильной формы. На ориентационных картах оста-

ются заметными области неоднородностей в микроструктуре и текстуре. В этом случае получают согласованные данные, в то время как данные из измерения полюсных фигур методом рентгеновской дифракции могут быть сдвинуты в большую или меньшую сторону из-за больших вариаций в наклоне образца, вариаций в информационной глубине и вариаций в окне полюсных фигур. Угловое разрешение прибора, как правило, выше (около $0,5^\circ$ в методе ДОЭ, в то время как в методе рентгеновских фигур обычно проводят измерения с шагом по углу от 3 до 5°). Скорость счета счетчика рентгеновских импульсов должна быть проверена на линейность. В то же время, метод расчета обратных полюсных фигур из ориентаций отдельных зерен не подвергается таким случайным помехам. Поскольку с помощью цифровой развертки в методе ДОЭ и в методе измерений полюсных фигур с помощью рентгеновской дифракции с качающимся столиком образцов может измеряться одинаковая максимальная область образца, статистика зерен является одинаковой и зависит от отношения среднего размера зерна к площади измерения. Автоматизированная система ДОЭ успешно конкурирует по скорости измерения с методом рентгеновской дифракции, но является более универсальным инструментом благодаря дополнительным возможностям РЭМ.

1.6. Требования к рабочим характеристика РЭМ для хорошей работы системы ДОЭ

От РЭМ требуется высокий ток пучка в пятне диаметром от 0,02 мкм (или немного меньше) до 0,5 мкм (для согласования пределов разрешения метода ДОЭ с характеристиками исследуемого материала) на среднем рабочем расстоянии (для возможности установки элементов системы ДОЭ и дополнительных детекторов), а также возможность установки ускоряющих напряжений в пределах от 10 до 30 кВ. Еще одним важным требованием является долговременная стабильность в течение нескольких часов тока пучка, а также механики столика образцов. Электронная пушка с полевой эмиссией имеет яркость примерно на 3 порядка выше, чем у термоэлектронного эмиттера, а ее кроссовер — в качестве эффективного источника электронов — имеет диаметр менее 10 нм, по сравнению с диаметром кроссовера 10 мкм у гексаборид-лантанового катода. Пушки с полевой эмиссией намного превосходят любую термоэлектронную пушку при получении зондов малого диаметра размером менее 0,02 мкм, тогда как эмиттеры с катодом из LaB_6 превосходят, когда размер пятна превышает 0,5 мкм. РЭМ с полевым эмиттером дает ток пучка в несколько десятков наноампер при диаметре пятна около нескольких нанометров, тогда как в случае использования пушки с термоэлектронной эмиссией ток пучка резко падает при уменьшении размера пятна. Поэтому РЭМ с полевой эмиссией является первоочередным кандидатом на роль прибора для работы в режимах высокоскоростной ориентационной микроскопии высокого разрешения.

Низкую чувствительность детектора лишь до некоторой степени можно компенсировать за счет выбора высокого тока пучка. Следует иметь в виду, что при

повышении плотности тока пучка быстро возрастает контаминация (образование углеродного нагара) образца. Поэтому имеет смысл уменьшать фокальное пятно пучка лишь до необходимого диаметра, соответствующего реальному размеру зерна и физическому пределу разрешения картин дифракции Кикучи в отраженных электронах, который лежит в пределах нескольких десятков нанометров в зависимости от материала и ускоряющего напряжения.

Кроме того, при получении картин дифракции обычно желательно использовать низкий ток пучка для уменьшения радиационного повреждения образца и электростатической зарядки материалов с низкой электропроводностью. Другим неопределимым преимуществом пушек с полевой эмиссией является их гораздо меньшая диафрагма пучка и, следовательно, их большая глубина фокуса.

В диапазоне размеров пятна, представляющих интерес для метода ДОЭ, рабочие характеристики колонны во многом зависят от конструкции линзовой системы. РЭМ с полевой эмиссией, как правило, оптимизированы для высокого разрешения при низких ускоряющих напряжениях и коротких рабочих расстояниях. Электронные пушки с холодной полевой эмиссией особенно подвержены значительным флуктуациям тока и нуждаются в регулярной очистке (отжиге) после рабочего периода продолжительностью около 1 часа. Поэтому они не так хорошо подходят для автоматизированной системы ДОЭ. С другой стороны, пушки типа Шоттки могут достигать адекватной долговременной стабильности тока пучка. Главным недостатком РЭМ с полевой эмиссией, однако, является его более высокая стоимость. Токи пучка у термоэмиссионной электронной пушки с обычным вольфрамовым катодом примерно в 4 раза ниже, чем токи пучка, получаемые с помощью гексаборид-лантанового катода. Вольфрамовые катоды все еще являются стандартной принадлежностью РЭМ со средними рабочими характеристиками, так как они довольно экономичны, нуждаются лишь в умеренно высоком вакууме в камере пушки и известны своей отличной стабильностью тока пучка. Кроме того, срок службы вольфрамового катода легко может превышать 150 часов. При регулярной смене катода и работе с некоторой осторожностью срок службы является лишь незначительной причиной прерывания долговременного процесса сканирования. В заключение отметим, что в настоящее время термоэмиссионная пушка с катодом из LaB_6 является хорошим экономичным компромиссом, но тенденция определенно направлена в сторону применения термополевой пушки с катодом типа Шоттки.

Большой проблемой автоматизированных ЭИ является исследование поверхностей образцов с низкой электропроводностью, таких как минералы, оксиды (которые обсуждаются в гл. 27 монографии Kim and Szpunar), геологических образцов (как описано в гл. 26 монографии Prior, Mariani and Wheeler), твердых покрытий, интегральных схем с диэлектрическими слоями, образцов с неметаллическими включениями либо образцов, залитых в эпоксидную смолу. Есть несколько экспериментальных методик, которые предполагают снизить электросопротивление образца, чтобы уменьшить плотность тока зонда для увеличения коэффициента эмиссии вторичных электронов либо для компенсации поверхностной зарядки (Шварцер, 1994).

Проблему зарядки в некоторой степени решает установка образца под острым углом наклона по отношению к пучку. Однако нанесение проводящих углеродных покрытий — если не сказать, покрытий пленками золота или других тяжелых металлов, как при получении обычных изображений поверхности в РЭМ — возбраняется, поскольку любой инородный слой ухудшает качество картины дифракции и, как следствие, снижает информационную глубину дифракции Кикучи в отраженных электронах. Камера образцов низковакуумного РЭМ является удобным способом подавления зарядки образца, как описано в гл. 25 монографии Эль-Дашера и Торреса (El-Dasher and Torres). В случае наличия возможности РЭМ с режимом «переменного давления», работающий при давлении в камере образцов порядка 1 мбар (100 Па) и ускоряющем напряжении 20 кВ, является хорошим выбором при исследовании диэлектрических материалов.

Чрезмерное рассеяние электронов, формирующих картину дифракции, на их пути к флуоресцентному экрану является неблагоприятным побочным эффектом низковакуумного режима работы РЭМ, что приводит к получению диффузных картин дифракции. Следовательно, для уменьшения такого нежелательного рассеяния электронов, формирующих картину дифракции при работе в низковакуумном режиме, обязательным является использование минимального расстояния от образца до экрана и высокого ускоряющего напряжения. При уменьшении расстояния от образца до экрана будет захватываться все больший угловой сегмент картины Кикучи. При уменьшении расстояния от образца до экрана перемещение пятна пучка по образцу с помощью цифровой развертки на одинаковое расстояние будет давать одинаковое перемещение центра картины дифракции по экрану (см. рис. 1.4), но угловое отклонение эталонной ориентации будет возрастать. Таким образом, по мере приближения экрана к образцу динамическая калибровка центра дифракционной картины становится все более незаменимой для правильного измерения ориентации.

Важным требованием является чистый вакуум в камере образцов для того, чтобы исключить избыточное образование углеродного загрязнения. Поэтому рекомендуется использование турбомолекулярного насоса с форвакуумной откачкой сухим механическим насосом, в то время как следует избегать использования масляных вакуумных уплотнений. Должна иметься возможность установки крупных образцов на столик образцов и возможность выполнения их эвцентрического наклона от 0° до примерно 75° от горизонтальной плоскости. Перемещение столика по осям X–Y должно выполняться в плоскости поверхности образца. Требуется наличие свободного порта шириной не менее 5 см, ориентированного вдоль нормали к оси наклона столика образцов примерно на 1 см ниже точки эвцентричности для установки на него камеры и флуоресцентного экрана. Наконец, для выполнения быстрой развертки луча по образцу необходимо наличие в РЭМ быстрого компьютерного интерфейса, возможность получения плоских изображений и динамической фокусировки. К сожалению, большинство РЭМ с высокими рабочими характеристиками на сегодняшний день не оптимизированы для работы с автоматизированной системой ДОЭ. Таким образом, должен быть сделан компромисс между рабочими характеристиками системы, имеющимися приставками и доступным аппаратным обеспечением.

1.7. Преобразование Радона или Хафа для локализации полос

Геометрия картины Кикучи является уникальной для конкретной кристаллической структуры и конкретной ориентации кристаллической решетки. Расстояние между парой линий, т.е. ширина полосы, соответствует углу Брэгга, а центральная линия данной полосы соответствует (воображаемой) линии пересечения набора дифракционных плоскостей решетки с флуоресцентным экраном. Межплоскостные углы получаются из положения центральных линий в дифракционной картине. Следовательно, для индексации достаточно знать положения и ширины некоторых полос на данной дифрактограмме, так как точки пересечения полос соответствуют осям или полюсам зон. Ориентация зерен может быть определена с высокой точностью без необходимости дополнительного измерения интенсивности полос, в то время как для точного определения ориентации из дифракционных пятен (рефлексов) дифракционной картины в ПЭМ требуется измерение положений дифракционных пятен, а также их интенсивности («метод центра интенсивности»).

Здесь стоит отметить, что угловое расстояние между кристаллографическими полюсами не зависит от ускоряющего напряжения. В отличие от компьютера, человеческий глаз может легко воспринимать линии, кривые и других регулярные повторяющиеся рисунки на диффузных или зашумленных изображениях. Таким образом, пользователь системы ДОЭ может интерактивно без труда извлекать из картины дифракции Кикучи положения дифракционных полос. Однако перенос этого процесса в полностью автоматизированную систему ДОЭ не является таким простым. Первым шагом для надежной индексации является определение дифракционных полос, а затем выбор наиболее подходящих полос без участия оператора. Несмотря на то, что кажется довольно простым делом автоматически приписать отдельные точки или сегменты линии из общего массива точек конкретной прямой линии, эту сложную задачу по-прежнему трудно решать с помощью методов распознавания дифракционных картин.

Эта проблема еще более усугубляется для картин Кикучи в отраженных электронах, поскольку в этом случае должны идентифицироваться не резкие прямые линии, а диффузные широкие полосы с неоднородным распределением интенсивности на высоком уровне фона. Таким образом, здесь не подходят методы обычной линейной фильтрации и методы отслеживания градиента или контуров. Преобразование Радона (Радон, 1917; Дин, 1983) или преобразование Хафа (которое является частным случаем более общего преобразования Радона) (Hough, 1962) часто действует превосходно, если изображение имеет высокий уровень шума и если детали дифракционной картины могут определяться лишь фрагментарно, но могут быть описаны в параметрической форме, в виде прямых линий, окружностей или конических сечений. Подробное введение в теорию и применение преобразования Радона были даны Петером Тофтом (Peter Toft, 1996).

Уравнение прямой линии в полярных координатах выглядит следующим образом:

$$r = x \cdot \cos \theta + y \cdot \sin \theta, \quad (1.2)$$

где r — расстояние линии от начала координат, а θ — угол между осью x и нормалью из начала координат к данной линии. Пусть $f(x, y)$ является двумерной функцией (для наших целей — полутоновым изображением). Поэтому математическое определение преобразования Радона $f(x, y)$ для проекций вдоль прямых линий дается в виде:

$$R(\rho, \theta) = \int_{-\infty-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(\rho - x \cdot \cos \theta - y \cdot \sin \theta) dx dy. \quad (1.3)$$

Преобразование Радона $R(\rho, \theta)$ является 2-мерным интегральным преобразованием с ядром $\delta(\rho - x \cdot \cos \theta - y \cdot \sin \theta)$. Здесь мы будем рассматривать только дискретное преобразование Радона, которое означает, что изображение (то есть дифракционная картина) строится по дискретному массиву (x_r, y_s) точек изображения (так называемых пикселей) и пространство Радона состоит из массива дискретных ячеек на декартовой сетке (ρ, θ) . Интегралы в уравнении (1.3) заменяются суммами. При пошаговом перемещении по пространству Радона от одной ячейки (ρ, θ) к другой значения интенсивности всех точек (x_r, y_s) на соответствующих линиях Кикучи, i , на данной дифракционной картине извлекаются, накапливаются, а затем сохраняются в этой ячейке (см. рис. 1.6).

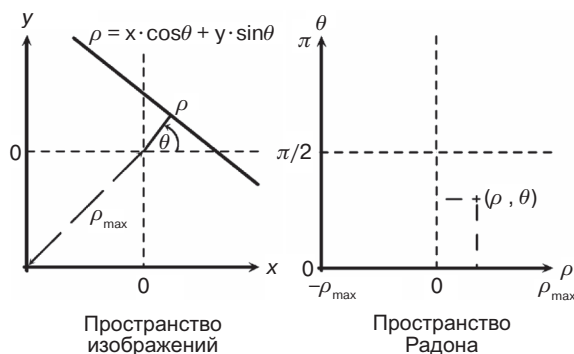


Рис. 1.6. Преобразование Радона для прямой линии

Таким образом, полоса равномерной интенсивности в пространстве Радона трансформируется в пик, имеющий форму бабочки. Линии, заключенные в эту полосу, отображаются в виде ячеек с постоянной высокой интенсивностью, тогда как линии, пересекающие полосу, переходят в ячейки с пониженной интенсивностью, в зависимости длины их сечения. Если линия или полоса фрагментированы, то накопленная интенсивность пика уменьшается в соответствии с пропущенными секциями, но все коллинеарные точки изображения еще правильно принимаются во внимание.

Уменьшение длины линии с увеличением расстояния от центра кадра, а также артефакты изображения учитываются путем нормировки преобразования Радона на преобразование Радона для плоского изображения одного и того же размера.

Таким образом, задача поиска (фрагментарных) линий или полос в дифракционной картине сводится к простой задаче поиска изолированных пиков в пространстве Радона. Шаг итерации может значительно повысить точность и сократить время вычисления. В качестве первого шага перед проведением этого преобразования количество точек изображения в исходной дифракционной картине уменьшается путем операции биннинга.

Разделение пространства Радона на области высокой и низкой интенсивности, R^+ и R^- , уменьшает интерференцию между темными и светлыми деталями на картинах дифракции Кикучи, а также позволяет удобно осуществлять дискриминацию связанных темных и светлых линий Кикучи (Шварцер и Сукко, 1998).

Это разделение рекомендуется, в частности, для обработки картин дифракции Кикучи в прошедших электронах и повышения четкости картин дифракции Кикучи в отраженных электронах. Пики в R^+ пространства и уступы в R^- пространстве затем используются в качестве «вешек» для последующего преобразования Радона, но теперь вдоль полос в исходной дифракционной картине, ограждающих грубо локализованные полосы. Концепция преобразования Хафа (Hough, 1962; Duda and Hart, 1972) похожа на преобразование Радона. В то время как преобразование Радона сначала накапливает интенсивности пикселей вдоль линии на изображении, а затем приписывает это значение интенсивности одной ячейке в пространстве Радона, преобразование Хафа картирует каждый отдельный пиксель (x, y) отдельно от изображения на синусоидальную кривую постоянной интенсивности в пространстве Хафа, которая представляет собой все возможные линии, проходящие через этот пиксель.

Случайные одиночные пиксели высокой интенсивности в изображении приводят к одиночным синусоидальным кривым высокой интенсивности. Затем эти синусоидальные кривые накладываются. Для коллинеарных пикселей в изображении их синусоидальные кривые пересекаются в общей ячейке Хафа (ρ, θ) и возрастают до пятна, интенсивность которого равна накопленным интенсивностям вдоль данной линии на изображении. Обнаружение линии на изображении, таким образом, еще раз сводится к гораздо более простой задаче обнаружения одного пятна в пространстве Хафа. В случае полосы Кикучи окончательно формируется пик в форме «бабочки» (Krieger Lassen, 1994), как это получается в случае преобразования Радона. До сих пор результаты обработки картин ДОЭ методом преобразования Радона и «модифицированного» преобразования Хафа очень похожи. Задача обратного преобразования может помочь сконцентрировать интенсивности в пространстве Хафа вероятнее всего в пик линий каждой обнаруженной полосы Кикучи (Krieger Lassen, 1998).

Пиксель на изображении принадлежит только к одной линии, кроме редких случаев, когда это точка пересечения линий на пересекающихся полосах Кикучи, и, следовательно, не должен картироваться в виде синусоидальной кривой, а должен попадать в одиночную ячейку (ρ, θ) только на данной кривой. В идеале это является точкой пересечения (соответственно, ячейкой) всех (виртуальных) синусоидальных кривых, которые принадлежат пикселям на одной и той же линии в изображении. Поэтому естественно предположить, что после наложения всех синусоид на линию эта ячейка достигает наибольшей интенсивности. Поэтому

является вычисленным второе преобразование Хафа, но теперь пиксели (x_i, y_i) на изображении отображаются один за другим путем накопления их интенсивностей только в этих ячейках (ρ_i, θ_i) , а не на синусоидах.

В результате после преобразования Хафа картина дифракции получается более чистой и с меньшим количеством элементов. В случае преобразования Радо-на этой длительной процедуры можно избежать, так как интенсивность линий непосредственно проецируется в радоновский пик данной полосы, рисунок которой может быть обработан, например, путем пере проверки длин секций непрерывных линий либо профиля интенсивности вдоль линий. В современных системах ДОЭ автоматизированное извлечение положений дифракционных полос из оцифрованных картин дифракции Кикучи заменено интерактивным измерением положений полос самим оператором, за исключением случаев калибровки системы или в случае наличия накладывающихся друг на друга дифракционных картин.

1.8. Индексация

Полосы, расположенные таким образом, сортируются в соответствии с их интенсивностями и шириной. Индексация основана на сравнении измеряемых межплоскостных углов (которые соответствуют углам между полосами Кикучи) и межплоскостных расстояний (которые представлены шириной этих полос) с теоретическими значениями в справочной таблице, заранее рассчитанной для данной реальной кристаллической структуры. Как правило, через процедуру индексации проходят положения от 5 до 10 маленьких и самых интенсивные полос. Обычно для однозначного решения задачи картины дифракции Кикучи обратного рассеяния Кикучи достаточно принимать во внимание от 3 до 4 первых семейств плоскостей $\{hkl\}$ в случае высокой симметрии кристалла, такой как у кубических и гексагональных плотноупакованных решеток, в то время как в случае псевдосимметрии и низкой симметрии кристалла необходимо сравнивать и выбирать все больше и больше дифракционных полос и семейств $\{hkl\}$ плоскостей. Большой угловой диапазон картин дифракции Кикучи в отраженных электронах способствует их правильной индексации. Основные направления в пространстве образца (например, нормаль к поверхности образца и поперечное направление в плоскости поверхности образца) окончательно индексируются и кристаллографическая ориентация зерна описывается либо в обозначениях (hkl) $[uvw]$, либо тремя углами Эйлера, $(\varphi, \Phi, \varphi_2)$, либо матрицей поворота, \mathbf{g} , которая преобразует систему координат образца, рассматриваемую в системе координат, связанной с кристаллом. В итоге на мониторе для сравнения с экспериментально полученной дифракционной картиной отображается теоретически рассчитанная картина дифракции Кикучи для данного решения. Подробные алгоритмы индексации дифракционных картин обратного рассеяния электронов были опубликованы многими авторами, включая полное описание в первом издании монографии «Дифракция отраженных электронов в материаловедении» (Шварц и др., 2000).

Максимальное число индексированных полос в сопоставлении с тем числом полос, которые были рассмотрены для индексации дифракционной картины,

может быть использовано как мера вероятности правильности найденного решения. Существуют различные способы определения статистического «доверительного коэффициента», «доверительного уровня», или «вероятности» (см. Фильд, 1997). Количественный фактор является наиболее полезным в дискриминации фаз.

Чем менее совершенным является дифрагирующий объем кристалла, тем более размытой будет соответствующая дифракционная картина Кикучи. Размытие свидетельствует о высокой плотности точечных дефектов или дислокаций, деформации решетки, тепловых колебаниях решетки вследствие фактора Дебая—Уоллера, микрофрагментации решетки или наложения дифракционных картин от нескольких зерен, измеряемых в одно и то же время пятном первичного электронного пучка. Диффузная дифракционная картина может также быть результатом наличия инородного поверхностного слоя, такого как слой углерода, определенной толщины (который может быть нанесен на поверхность образца намеренно во избежание зарядки образца), слоя загрязнения из-за плохих вакуумных условий, слоя деформации вследствие недостаточной пробоподготовки образца, либо расфокусировки пучка электронов, либо детектора ДОЭ.

Размытие может быть выражено количественно в виде «качества дифракционной картины», КДК (или качества изображения, КИ), путем измерения резкости краев некоторых полос (профиль анализ) или высоты пиков в пространстве Хафа, или путем выполнения быстрого преобразования Фурье (БПФ) (Шварцер и Сукко, 2003), либо посредством исходной дифракционной картины, либо посредством преобразования Радона. Карта в контрасте КДК материалов с большими зернами четко отображает границы зерен и царапины на поверхности и часто показывает характерные детали изображения, которые выглядят как сетки дислокаций. Карта в режиме КДК может быть использована для дискриминации между деформированными и восстановленными, либо рекристаллизованными зернами в микроструктуре.

1.9. Высокоскоростные измерения методом ДОЭ

Высокая скорость измерений не только ценна сама по себе тем, что она повышает производительность измерений в РЭМ, но также она необходима для динамических экспериментов (например, при испытаниях на растяжение и изгиб либо экспериментам с нагревом образца *in situ*, которые описаны Райтом и Новеллом в гл. 24 настоящей книги). Для этой цели в процессе последовательных измерений вместо выбора режима сканирования пучка по растру на образце может быть выбрано дискретное перемещение пучка по набору отдельных фиксированных участков, например, местоположений в окрестностях тройных точек. Короткое время измерения также будет облегчать некоторые проблемы с обеспечением долговременной стабильности в РЭМ. Уменьшение шага сетки (Шварцер, 1999), называемое также адаптивной микроскопией с картированием кристаллографических ориентаций (Yang et al., 1999), является эффективным средством для увеличения скорости. В первую очередь, визуализация микроструктуры получается путем сканирования на грубой сетке растре с шагом немного меньшим, чем диаметр самого маленького зерна. Если не рассматривать внутризеренную структуру, то в принципе достаточно только один раз измерить ориентацию каждого зерна.

Затем, на втором этапе накладывается более мелкая с вдвое меньшим шагом сетки, на третьем этапе — со вчетверо меньшим шагом, но будут записываться и обрабатываться только те дифракционные картины, у которых ориентации между соседними нодальными точками на предшествующей сетке отличаются на большую величину, чем была задана предварительно. Следовательно, измерения на более мелких сетках в следующих проходах луча будут концентрироваться вдоль границ зерен.

Тем точкам сетки, которые могут быть удалены из измерений, будет присваиваться усредненная ориентация соседних точек сетки. Этот метод имеет ограничения, накладываемые на него небольшими двойниками, которые могут быть легко пропущены в своих материнских зернах, а также ограничения накладываются в случае широкого распределения размеров зерен, когда уменьшение размеров шага сетки становится неэффективным, поскольку начальная сетка должна быть достаточно мелкой для возможности наблюдения самых мелких зерен.

Геометрические детали, представляющие собой интерес, такие как границы зерен или тройные точки, также могут быть получены из анализа изображений микроструктуры во вторичных или отраженных электронах методами автоматического распознавания изображений и затем могут использоваться для выбора места проведения измерений ориентации. Предварительным условием для использования этого метода, называемого «Системой картирования мезомасштабных границ» (MIMS, см. Wu et al., 1999), является получение достаточного и уникального контраста характерных деталей изображения. Потому что невозможно заполнить однозначную дискриминацию зерен на основе ориентационного контраста по единственному изображению в отраженных электронах, в этом случае должна быть получена серия изображений в ориентационном контрасте либо с помощью нескольких детекторов отраженных электронов, установленных под различными углами к образцу, либо серия изображений должна быть получена с помощью одного детектора путем изменения наклона для изменения ориентационного контраста от одного изображения к другому.

Если на границах зерен или фаз может быть выявлен рельеф после их слабого подтравливания, то контраст этого рельефа на изображении во вторичных или отраженных электронах может быть дополнительно использован для нахождения характерных деталей данной микроструктуры. До 2000 года быстроедействие ориентационной микроскопии в реальном времени с аналоговой камеры в качестве детектора было ограничено частотой видеок кадров и не превышало 30 ориентаций в секунду. Существовало мало поводов к дальнейшему увеличению быстрогодействия программного обеспечения для индексации дифракционных картин. Однако, ситуация изменилась после внедрения цифровых камер. В настоящее время на подходящих образцах скорость сбора превышает 750 дифракционных картин в секунду (Hjelen, 2007).

Технические подробности «Высокоскоростного метода ДОЭ» можно найти в работе Шварцера (Schwarzer, 2008a). Основными моментами этого подхода являются, во-первых, высокоскоростное получение и сохранение в памяти компьютера картин дифракции Кикучи в отраженных электронах в виде последовательности исходных, необработанных растровых изображений, а во-вторых, повто-

ряющиеся автономные измерения последовательности исходных дифракционных картин.

Высокая чувствительность детектора имеет ключевое значение для высокоскоростных измерений. Огромный шаг вперед в рабочих характеристиках сенсора изображений недавно был сделан в основном за счет повышения технических требований к небольшим бытовым цифровым камерам. Хотя КМОП-сенсоры превосходят в скорости ПЗС-матрицы, последние до сих пор имеют более высокую квантовую эффективность и более высокую чувствительность.

Последние модели ПЗС-матриц с электронным умножением (EMCCD) обеспечивают некоторые преимущества при очень низких уровнях освещенности. Для повышения общей чувствительности детектора может использоваться короткофокусный электронно-оптический преобразователь, устанавливаемый между флуоресцентным экраном и ПЗС-камерой. Биннинг пикселей на ПЗС-матрице является хорошо зарекомендовавшим себя средством для повышения чувствительности и быстродействия. (Пикселем называются каждый отдельный фотосенсор на чипе ПЗС-матрицы, а также каждая точка изображения.) Предусилитель на ПЗС-матрице, как правило, оптимизирован для обеспечения высокого динамического диапазона и низкого уровня шума для полного разрешения по всем пикселям и освещенности от среднего до высокого уровня.

Это достаточно для большинства ситуаций в приложениях для машинного зрения. Однако, при малых уровнях освещенности, как и в случае картин Кикучи дифракции отраженных электронов в РЭМ, рабочая точка предусилителя снижается до плоского подножия кривой вольт-амперной характеристики, поэтому сигнал от одиночного фотодатчика является сильно зашумленным. Если во время процедуры считывания на чипе ПЗС-матрицы будут сгруппированы вместе n смежных пикселей, то ток предварительного усилителя увеличится в n раз для того, чтобы он поднялся выше уровня шума. Кроме того, количество пикселей в изображении, которые должны быть переданы в компьютер, также сократится на $1/n$, при этом скорость считывания также увеличится. При биннинге пиксели объединяются в группы от 2×2 до 8×8 . В принципе, лучше было бы использовать специализированный датчик изображения с грубой матрицей пикселей и, соответственно, с более высоким коэффициентом усиления предусилителя.

У такой камеры были бы выше коэффициент заполнения и производительность на один пиксель, а также она имела бы преимущество в виде более высокой чувствительности и более высокого динамического диапазона. Тем не менее, коммерческий спрос на этот тип ПЗС-матриц слишком мал, в то время как бытовые камеры и камеры машинного зрения обладают все более и более высоким числом пикселей. Интерфейс такой камеры является неотъемлемым компонентом системы ДОЭ, и его надо обсудить. Карты видеозахвата изображений («видеогрabbер»), которые являются общими с обычными аналоговыми камерами и с системами машинного зрения в промышленности на основе использования интерфейса CameraLink, постепенно заменяются на стандартные компьютерные интерфейсы, такие как USB-2, Firewire и Ethernet. До последнего времени интерфейс CameraLink выбирался для профессиональных приложений машинного зрения. Это быстрое и надежное решение, которое совместимо одновременно с несколь-

кими камерами. Его недостатками являются высокая стоимость, неудобные кабели, специальные карты видеозахвата и наличие проприетарного ПО. Основными преимуществами камер, совместимыми со стандартным протоколом GigE Vision, являются низкая стоимость, высокая пропускная способность, которая позволяет очень быстро передавать изображения с камеры на компьютер, а также наличие тонкого и недорогого кабеля. Длина кабеля до 100 м позволяет устанавливать удаленной от РЭМ компьютер и осуществлять передачу данных через интранет. Цифровой сигнал, в отличие для аналоговых камер, мало зависит от влияния рассеянных электромагнитных полей. Весьма приветствуемой является стандартизация управления основными функциями камеры и передача данных с помощью просто программируемого протокола. Цифровые камеры, соответствующие стандартному протоколу GigE Vision GenICam (General Interface for Camera – Общий интерфейс для камеры), могут быть просто заменены без необходимости модификации драйверов или программного обеспечения. Это является особым преимуществом для систем ДОЭ, потому что производительность камеры из года в год быстро растет, и в действительности этот рост опережает рост производительности персональных компьютеров. Таким образом, с камерами, соответствующими GigE Vision в качестве основы детектора ДОЭ, можно весьма просто время от времени производить модернизацию аппаратного обеспечения системы ДОЭ. На момент написания этой книги скорость индексации дифракционных картин с высокой точностью достигала от 600 до 800 дифракционных картин в секунду. По данным веб-сайтов по состоянию на сентябрь 2008 года, коммерческие производители системы ДОЭ сообщали о скорости индексации ставки в 400 в секунду (по крайней мере, 400 ориентаций в секунду) и о скорости захвата 750 дифракционных картин в секунду на подходящих образцах. Такой прирост в быстродействии частично обусловлен повышением производительности компьютерного оборудования. Повышение скорости числовых расчетов обычно пропорционально $2/3$ повышения тактовой частоты процессора. Дальнейший прогресс может быть достигнут при использовании быстродействующих 16-битных ЦАП для цифрового управления положением пучка, графических плат с сопроцессорами и жестких дисков. Следующее поколение твердотельных жестких дисков устранил любой практический предел быстродействия в записи картин дифракции Кикучи. Высокий и неравномерный фон в картинах Кикучи-дифракции в отраженных электронах может постоянно корректироваться в самой камере путем вычитания из реального изображения темного изображения, содержащего фон, в режиме пиксель за пикселем. Важный шаг вперед был достигнут за счет улучшения программного обеспечения. Скорость, с которой может быть локализована полоса на картине Кикучи-дифракции, линейно зависит от количества пикселей в данной дифракционной картине и количества (ρ, θ) точек в дискретном преобразовании Радона.

Расчет и оценка преобразования Радона в 100 на 100 точек занимает по времени в среднем около 10 раз больше, чем индексация обнаруженной дифракционной полосы. Таким образом, скорость может быть четырехкратно повышена за счет простого огрубления дифракционных картин отраженных электронов и, соответственно, за счет четырехкратного уменьшения объема данных при преоб-

разовании Радона. Однако, при этом возникает нежелательный побочный эффект, связанный со значительным снижением углового разрешения. В зависимости от качества дифракционной картины, одиночная полоса может быть локализована на картине разрешением 100×100 пикселей с типичным угловым отклонением $\alpha = 1,5-2^\circ$, в то время как после огрубления этой дифракционной картины в $1/4$ этого размера угловая неопределенной будет как минимум в два раза выше либо даже еще хуже. Таким образом, пределы погрешности в программе индексации должны быть расширены для того, чтобы учесть подобную неточность локализации дифракционных полос. Тем не менее, и как следствие подобной неточности, тем меньше обнаруженных полос будет индексироваться однозначно. Иногда это приводит к неправильному определению ориентации, и доля точек, индексированных с высокой достоверностью, может быть значительно снижена. Стоит отметить, что ориентация зерна рассчитывается по принципу наилучшего совпадения с n последовательно индексированных дифракционных полос. Таким образом, средняя ошибка при таком подходе в $1/n$ раз меньше, чем среднее отклонение одной полосы. Одновременное огрубление дифракционных картин и преобразований Радона позволяет увеличить быстродействие за счет снижения достоверности данных по ориентации и используется для получения самого первого впечатления о текстуре и качестве пробоподготовки образца.

Процесс отдельного захвата и хранения последовательности картин дифракции в виде сырых, необработанных растровых изображений происходит значительно быстрее, чем одновременный захват и индексация в реальном времени тех же дифракционных картин. Кроме того, индексация дифракционных картин в автономном режиме после их видеозахвата имеет много преимуществ по сравнению с ориентационной микроскопией в реальном времени, в частности, потому что интерпретацию картин можно повторить в любое время с использованием исходных картин Кикучи-дифракции в отраженных электронах (Sofferud et al., 2008).

- Время задержки для видеозахвата и записи каждой дифракционной картины является постоянным, в то время как время, требуемое для индексации, зависит от фактической ориентации зерна и фазы.
- Не происходит создания артефактов, которые часто встречаются в процессе индексации в реальном времени, когда отсутствует синхронизация между видеозахватом и интерпретацией дифракционных картин.
- Очень высокая скорость видеозахвата ограничена только чувствительностью камеры и скоростью записи дифракционных картин на жесткий диск.
- Высокая скорость видеозахвата весьма полезна для быстрых динамических экспериментов *in situ*.
- Высокая скорость видеозахвата является экономичной, поскольку сокращается время работы РЭМ.
- Могут использоваться холодные полевые эмиттеры, обычно имеющие низкую стабильность тока пучка.
- Не делается компромисса между скоростью видеозахвата и надежностью индексации.
- Индексация картин дифракции и их интерпретация могут быть повторены в любое время с использованием исходных картин дифракции.

- Параметры настройки программы индексации могут быть оптимизированы после видеозахвата дифракционных картин, что является удобным.
- Можно проверить надежность индексации и наличие априори неизвестных фаз.
- Автономная индексация основана на той же философии, что и получение картин распределения элементов в режиме энергодисперсионного микроанализа, когда на двумерном массиве точек на поверхности образца получают полные рентгеновские спектры, которые затем подвергаются количественной обработке в автономном режиме.

Благодаря этим преимуществам стандартной методикой становится метод скоростного видеозахвата картин дифракции отраженных электронов по поверхности образца с последующей индексацией полученных дифракционных картин в автономном режиме. В качестве альтернативы рассматривается вариант метода, когда видеозахват, запись на жесткий диск и интерпретация дифракционных картин могут выполняться в режиме реального времени, но недостатком такого метода является снижение скорости и надежности получения результатов.

1.10. Теневые картины в ионном пучке

Дифрактограммы могут быть получены не только с помощью электронов или рентгеновских лучей, но и ионов с энергиями в несколько десятков кэВ кинетической энергии при их падении на кристаллическую поверхность.

Картины блокировки ионов были записаны на специальные фотографические пластины, перекрывающие большой телесный угол и были названы «теневыми картинами ионной дифракции» (IBP – Ion Blocking Pattern; Тулинов, 1965). Вследствие значительно более короткой длины волн де-Бройля у ионов и их специфического взаимодействия с твердыми кристаллами картины блокировки ионов имеют внешний вид, который на первый взгляд существенно отличается от картин дифракции отраженных электронов. Вместо широких полос Кикучи на картинах блокировки ионов наблюдаются узкие прямые черные полосы, почти прямые линии, с гораздо более высокой контрастностью на ровном плоском фоне (см. рис. 1.1 и 1.7). Тем не менее, геометрия картин блокировки ионов и картин ДОЭ весьма похожа. Таким образом, кристаллическая структура и кристаллическая ориентация дифрагирующего объема могут определяться из распределения интенсивности и положения полос в картинах блокировки ионов (Barrett, 1979) таким же образом, как это делается на картинах ДОЭ.

Интенсивные сфокусированные пучки ионов генерируются жидкометаллическими источниками ионов либо газовыми источниками с полевой ионизацией (Tondare, 2005). Для получения ионного пучка применялся источник ионов He^+ с полевым эмиттером на основе острия монокристалла вольфрама с ориентацией $\langle 111 \rangle$ с весьма высокой яркостью более 10^9 А/см², так что можно было получать ток в пучке до 100 мкА с энергетическим разбросом менее 1 эВ и типичным ускоряющим напряжением 20–30 кВ (Morgan et al., 2006). Кроме того, поскольку хроматические и дифракционные aberrации зондоформирующих линз в данном при-

боре меньше влияют в этой конфигурации, то ожидают, что можно будет сфокусировать пучок из области ионизации источника в зонд субнанометровых размеров. Благодаря небольшому объему возбуждения (в сравнении с рис. 1.5*в*), вероятно, можно будет получить высокое пространственное разрешение как в режиме ионно-микроскопических изображений, так и в режиме дифракции обратно рассеянных ионов, что значительно превосходит аналогичные показатели в РЭМ.

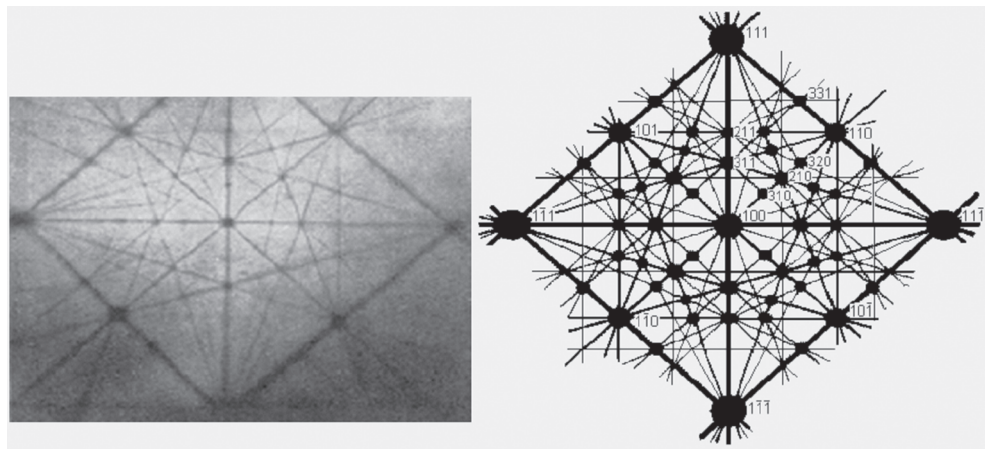


Рис. 1.7. (Слева) картина блокирования ионов от грани (100), когда пучок протонов с энергией 200 кэВ падает на монокристалл вольфрама и (справа) теоретически рассчитанная картина блокирования ионов (Тулинов, 1965, рис. 10 и 11). Фотопластинка была расположена практически параллельно к поверхности образца

В сканирующем ионном микроскопе для получения изображения образца используются как ионно-индуцированные вторичные электроны, так и обратно-рассеянные ионы. На поликристаллических поверхностях получают отличный ориентационный контраст (Wendt and Nolze, 2007; рис. 1.8). Это является четким признаком сильного блокирующего эффекта (или «эффекта каналирования». — *Примеч. пер.*). Когда пучок ионов падает на образец, то он веером отражается на большие углы из-за появления неупругого рассеяния. Дальнейшее распространение ионов в кристалле зависит от направления их движения по отношению к решетке. Ионы, которые распространяются на углы, превосходящие определенные классические критические углы падения на плотно упакованные плоскости решетки или атомные ряды, блокируются и отражаются. До определенных критических углов по отношению к решетке ионы проходят глубже в кристалл и испытывают меньшую вероятность обратного рассеяния. Таким образом, на этих углах детектируется пониженный сигнал обратного рассеяния как ионов, так и вторичных электронов. Эта классическая баллистическая модель каналирования, основанная на предположении резерфордовского рассеяния, достаточно хорошо описывающая положения полос на картинах каналирования (блокирования) ионов (ионограммах).

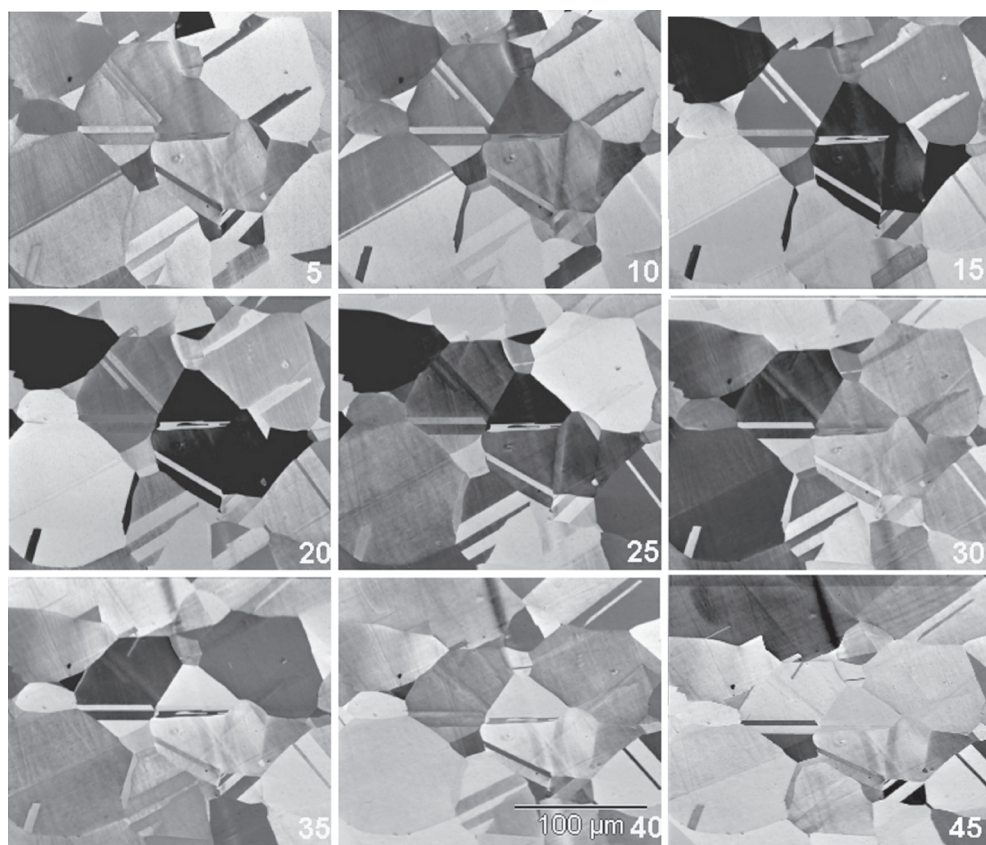


Рис. 1.8. Ориентационный контраст в зависимости от наклона образца в сканирующем ионном микроскопе. Изображение образца поликристаллической меди было получено с использованием ионно-индуцированных электронов в сканирующем ионном микроскопе с жидкометаллическим источником ионов Ga^+ с ускоряющим напряжением 30 кэВ. Наклон образца относительно оси X столика образцов изменялся с шагом 5°

Квантовомеханический расчет дифракции ионов дифракции должен учитывать многолучевой подход (Chadderton, 1968). Результаты соответствуют тем результатам, которые были получены с помощью классического подхода, в частности, ширина полосы картины блокировки ионов находится в пределах массо-инвариантного предела критического угла, тогда как ширина полосы Кикучи при дифракции электронов определяется двойным брэгговским углом.

Для записи двумерного распределения интенсивности отраженных ионов, т.е. картины ионной блокировки (каналирования), требуется детектор изображения картины блокировки ионов. Ионно-чувствительные фотографические пластины являются непрактичными носителями информации для ориентационной микроскопии. Доказано, что средством для регистрации электронных дифракционных картин являются флуоресцентные экраны, но они повреждаются в результате ионной бомбардировки, так что их чувствительность снижается после экспозиции

картин блокировки ионов. Для длительной эксплуатации в качестве ионно-электронного оптического преобразователя могут служить открытые микроканальные пластины. Преобразованная картина блокировки ионов проецируется на флуоресцентный экран и регистрируется с помощью ПЗС-камеры с волоконно-оптическим сопряжением.

Для видеозахвата и индексации картин блокировки ионов может использоваться такой же метод, который применяется для картин дифракции отраженных электронов. Только для полос блокировки ионов по сравнению с картинами Кикучи-дифракции отраженных электронов в программное обеспечение для обработки картин ДОЭ должны быть внесены поправки на разную интенсивность фона, разный контраст картин дифракции и разные профили полос Кикучи.

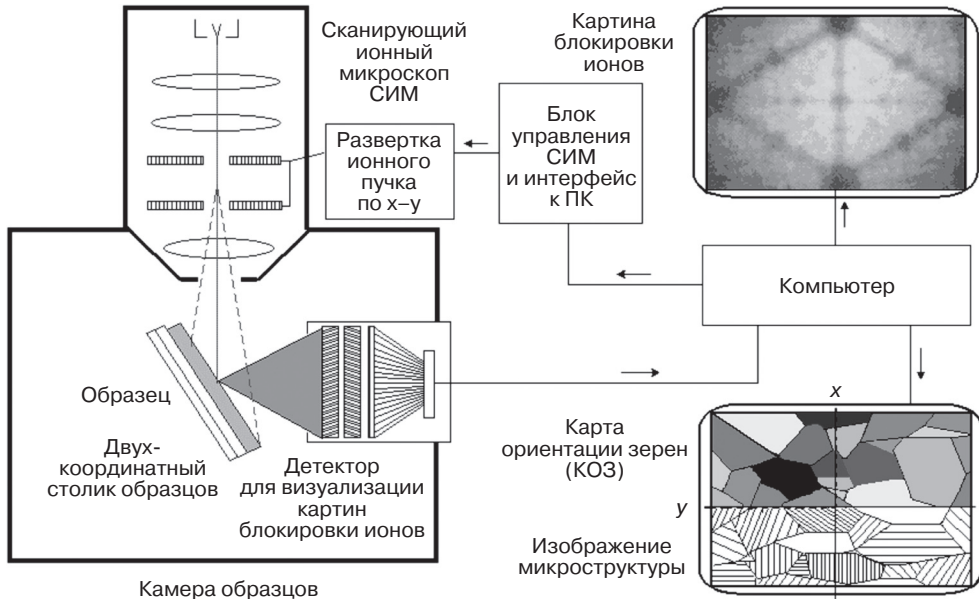


Рис. 1.9. Экспериментальная установка для ориентационной микроскопии на базе сканирующего ионного микроскопа с компьютерным управлением методом картин блокировки ионов для измерения ориентации зерен

На рис. 1.9 показана схема установки для ориентационной микроскопии с детектором картин блокировки ионов и сфокусированным ионным пучком (Шварцер, 2007, 2008b). Этот метод обещает следующие преимущества над методом ДОЭ в РЭМ:

- Метод может быть технически реализован как приставка к сканирующему ионному микроскопу.
- Образец наклоняют на средние углы около 45° к направлению первичного пучка для регистрации картин блокировки ионов в широком диапазоне углов. В результате искажения изображение и пространственное разрешение в направлении луча заметно снижаются по сравнению методом ДОЭ, в котором образец наклоняют под большим углом порядка 70° .

- Подготовка образцов является менее трудоемкой, поскольку слои деформации либо инородные поверхностные слои могут удаляться с контролируемой скоростью *in situ* с помощью первичного пучка тяжелых ионов вплоть до появления четких картин блокировки ионов.
- С помощью ионного травления облегчается процесс трехмерной реконструкции объемной микроструктуры из плоских двумерных 2D срезов. При неглубоком проникновении падающего пучка создается гладкая поверхность, демонстрирующая лишь незначительные повреждения. Для ориентационной микроскопии образцы могут оставаться неподвижными в этом положении либо просто наклоняться под острым углом к ионному пучку, если потребуется получение картин блокировки ионов с более высоким пространственным разрешением. Напротив, в комбинированных двухлучевых ФИП-РЭМ системах образец должен быть повернут под скользящим углом падения для режима полировки поверхности сфокусированным ионным пучком, что требует последующего точного поворота оси наклона образца для возврата к условиям измерения в режиме ДОЭ с наклонным падением электронного пучка.
- Зарядка образца оказывает меньшее влияние, чем в РЭМ, потому что под влиянием бомбардировки стенок камеры образцов рассеянными ионами и нейтральными атомами из них выбиваются вторичные электроны. Эти электроны снижают положительную зарядку поверхности образца.

Ориентационная микроскопия в гелий-ионном микроскопе (Morgan et al., 2006; Scipioni et al., 2007) дает особые преимущества:

- Газовый полевой ионизационный источник может работать на различных ионизационных газах, например, на водороде, кислороде, азоте и инертных газах, тогда как работа жидкометаллических источников ионов ограничена только одним видом ионов (например, Ga^+ или V^+).
- При использовании первичного пучка легких ионов, например, протонов или He^+ , образец практически не распыляется во время измерения ориентации или во время получения изображения. Контаминация образца является низкой.
- Объем возбуждения не намного больше, чем минимальный размер пятна. Ожидается, что пространственное разрешение и разрешение по глубине в ориентационной микроскопии с использованием картин блокировки ионов будут достигать субнанометрового диапазона.
- Чередую пучки тяжелых и легких ионов, можно проводить исследование с последовательным травлением по глубине при сохранении неподвижного положения образца (трехмерная ориентационная микроскопия).
- Можно проводить исследование образцов, отрицательно реагирующих на ионы Ga^+ , таких как сплавы на основе алюминия.

1.11. Выводы

Метод дифракции отраженных электронов стал стандартной методикой для ориентационной микроскопии и анализа текстуры на объемных поликристаллах на

уровне отдельных зерен. Причинами этого являются удобство работы с использованием метода ДОЭ на серийных установках, широкая доступность растровых электронных микроскопов и высокоскоростное получение данных. Из базы данных, содержащей ориентации отдельных зерен в выбранных областях произвольной формы на образце, могут рассчитываться прямые и обратные полюсные фигуры, функция распределения ориентации по всем углам (ODF), а также функции корреляции распределения разориентации и ориентации (ODE, MODF, OCF). Такие морфологические параметры, как распределения зерен по размерам и форме, а также величины, относящиеся к кристаллической решетке, такие как совершенство кристалла и доля рекристаллизованных зерен, межзеренные границы, величина разориентации и тип кристаллической решетки, могут быть получены из набора ориентаций отдельных зерен.

Изучение мелкозернистых и сильно деформированных материалов, наноматериалов, процессов рекристаллизации, роста зерен и межзеренных границ часто требует существенно более высокого пространственного разрешения, чем это достигается в методе ДОЭ на базе РЭМ. Комбинация сканирующей ионной микроскопии и метода регистрации картин блокировки (каналирования) ионов обещает получение высокого пространственного разрешения и разрешения по глубине вплоть до субнанометрового диапазона как в режиме получения изображений, так и в дифракционном режиме.

Благодарности

Картинки блокировки ионов на рис. 1.7 являются перепечаткой из работы А.Ф. Тулинова (1965). Выражаем признательность профессору д-ру А. Ф. Тулинову из МГУ им. Ломоносова и журналу «Успехи физических наук», Москва, за разрешение на использование этого рисунка. Р. Шварцер хотел бы поблагодарить профессора д-ра У. Вендт из Университета Магдебурга, Германия, за любезно предоставленные картины в режиме ориентационного контраста на рис. 1.8. Работы Мукула Кумара и Адама Дж. Шварца проводились под эгидой Министерства энергетики США в Ливерморской национальной лаборатории по контракту DEAC52-07NA27344.

Литература

1. Adams B.L., Wright S.I., Kunze K. (1993) Orientation imaging: The emergence of a new microscopy. *Met Trans* 24A: 819–831.
2. Alam M.N., Blackman M., Pashley D.W. (1954) High-angle Kikuchi patterns. *Proc Roy Soc London A*221: 224–242.
3. Barrett C.S. (1979) Ion beam scattering applied to crystallography. *Naturwissenschaften* 57: 287–295.
4. Chadderton L.T. (1968) A correspondence principle for the channelling of fast charged particles. *Phil Mag* 8(18): 1017–1031
5. Day A. (1993) Developments in the EBSD technique and their application to grain imaging. Ph. D. dissertation, University of Bristol, Bristol, England.
6. Deans S.R. (1983) *The Radon transform and some of its applications*. Wiley, New York.

7. Duda R.O., Hart P.E. (1972) Use of the Hough transformation to detect lines and curves in pictures. *Comm ACM* 15: 11–15.
8. Field D (1997) Recent advances in the application of orientation imaging. *Ultramicroscopy* 67: 1–9.
9. Jarle Hjelen A.S., N-7079 Flatasen, Trondheim, Norway (2007) NORDIF ultra-fast EBSD detectors – the UF series. <http://www.nordif.com>
10. Hjelen J., Шрсунд E., Hoel E., Runde P., Furu T., Nes E. (1993) EBSP, progress in technique and applications. *Textures Microstruct* 20: 29–40.
11. Hough P.V.C. (1962) Methods and means for recognizing complex patterns. US patent 3069654.
12. Krieger Lassen N.C. (1994) Automated determination of crystal orientations from electron backscattering patterns. Ph. D. thesis, Danmarks Tekniske Universitet, DK-2800 Lyngby.
13. Krieger Lassen N. (1998) Automatic high-precision measurements of the location and width of Kikuchi bands in electron backscatter diffraction pattern. *J Microsc* 190: 375–391.
14. Kunze K., Zaefferer S., Schwarzer R. (1994) Orientierungsmapping mit dem Raster-Elektronenmikroskop. *Beitr Elektronenmikroskop Direktabb Oberfl* 27: 169–176.
15. Michael J.R., Goehner R.P. (1994) Advances in backscatteredelectron Kikuchi patterns for crystallographic phase identification. In: Bailey GW, Garratt-Reed AJ (eds), *Proceedings of the 52nd annual meeting of the microscopy society of America*, San Francisco Press, pp. 596–597.
16. Morawiec A. (1999) Reliability of automatic orientation determination from Kikuchi patterns. In: Szpunar JA (ed), *Proceedings of the 12th international conference on textures of materials*. NRC Research Press, Ottawa 1: 62–67.
17. Morgan J., Notte J., Hill R., Ward B. (2006) An introduction to the helium ion microscope. *Microsc Today* 14(4): 24–31 .
18. Nishikawa S., Kikuchi S. (1928) The diffraction of cathode rays by calcite. *Proc Imperial Acad (Japan)* 4: 475–477.
19. Radon J. (1917) Ueber die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte in Eangs gewisser Mannigfaltigkeiten. *Ber Verh Sachs Akad Wiss Leipzig Math-Naturw Klasse* 69: 262–267.
20. Reimer L. (1985) *Scanning electron microscopy*. Springer Verlag, Berlin.
21. Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L. (2000) *Electron backscatter diffraction in materials science*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
22. Schwarzer R (1989) Die Aufnahme von Reflexions-Kikuchi- Diagrammen im REM mit einer peltiergekühlten, integrie renden CCD-Videokamera. *Beitr Elektronenmikr Direktabb Oberfl* 22: 279–282.
23. Schwarzer R.A. (1994) Preparation of high-resistance or sensitive samples for grain orientation measurement with electron microscopes. *Mater Sci Forum* 157–162: 201–206.
24. Schwarzer R.A. (1997) Automated crystal lattice orientation mapping using a computer-controlled SEM. *Micron* 28: 249–265.
25. Schwarzer R.A., Sukkau J. (1998) Automated crystal orientation mapping (ACOM) with a computer-controlled TEM by interpreting transmission Kikuchi patterns. *Mater Sci Forum* 273–275: 215–222.
26. Schwarzer R.A. (1999) Advancements of ACOM and applications to orientation stereology. In: Szpunar J.A. (ed) *Proceedings of the 12th international conference on textures of materials*. NRC Research Press, Ottawa 1: 52–61.
27. Schwarzer R.A., Sukkau J. (2003) Automated evaluation of Kikuchi patterns by means of Radon and fast Fourier transformation, and verification by an artificial neural network. *Adv Eng Mater* 5: 601–606.

28. Schwarzer R. (2007) Vorrichtung zur Kristallorientierungsmessung mittels Ionen-Blocking-Pattern und einer fokussierten Ionensonde. Patent pending.
29. Schwarzer R.A. (2008a) A fast ACOM/EBSD system. *Arch Metall Mater* 53: 1–6.
30. Schwarzer R.A. (2008b) Spatial resolution in ACOM—What will come after EBSD. *Microsc Today* 16(1): 34–37.
31. Scipioni L., Stern L., Notte J. (2007) Applications of the helium ion microscope. *Microsc Today* 15(6): 12–15.
32. Søfferud M., Hjelen J., Karlsen M., Breivik T., Krieger Lassen N.C., Schwarzer R. (2008) Development of an ultra-fast EBSD detector system. In: Luysberg M., Tillmann K., Weirich T. (eds) *Proceedings of the 14th European microscopy congress, EMC2008, Vol. 1: Instrumentation and methods*. Springer-Verlag, Berlin, pp. 623–624.
33. Toft P. (1996) The Radon transform – Theory and implementation. Ph. D. thesis, Danmarks Tekniske Universitet, DK-2800 Lyngby. Free download from: <http://petertoft.dk/PhD>.
34. Tondare V.N. (2005) Quest for high brightness, monochromatic noble gas ion sources. *J Vac Sci Technol A* 23:1498–1508.
35. Tulinov A.F. (1965) On an effect accompanying nuclear reactions in single crystals and its use in various physical investigations. *Sov Phys-Doklady* 10: 463–465 (English translation of the original article of A.F. Tulinov in *Doklady Akademii Nauk SSSR* 162: 546–548).
36. Venables J.A., Harland C.J. (1973) Electron back-scattering patterns – A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope. *Phil Mag* 27: 1193–1200.
37. Venables J.A., Bin-Jaya R. (1977) Accurate microcrystallography using electron back-scattering patterns. *Phil Mag* 35: 1317–1328.
38. Wendt U., Nolze G. (2007) FIB milling and channeling. *GIT Imaging Microsc* 9(3): 34–36.
39. Winkelmann A., Trager-Cowan C., Sweeney F., Day A., Parbrook P. (2007) Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. *Ultramicroscopy* 107: 414–421.
40. Winkelmann A. (2008) Dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. Chapter 2, this volume.
41. Wu C.T., Adams B.L., Bauer C.L., Casasent D., Morawiec A., Ozdemir S., Talukder A. (1999) Mapping the mesoscale interface structure in polycrystalline materials. *Microsc Microanal* 5(Suppl 2): 260–261.
42. Yang W., Adams B.L., De Graef M. (1999) Adaptive orientation imaging microscopy. In: Szpunar JA (ed) *Proceedings of the 12th international conference on textures of materials*. NRC Research Press, Ottawa 1: 192–197.
43. Zaefferer S., Schwarzer R.A. (1994) Automated measurement of single grain orientations in the TEM. *Z Metallkd* 85: 585–591.