

ESTUDIO DE LA RESOLUCIÓN ESPACIAL DE EBSD PARA LA DETECCIÓN DE LA FASE SIGMA EN ACEROS

Santiago Fernández Bordín (1), Gustavo Castellano (2), Juan Ranalli (3), Ruben Mutal (2), Silvina Limandri (2)

(1) Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, UNCuyo. Padre Jorge Contreras 1300. M5502JMA. Mendoza, Argentina. (2) Instituto de Física Enrique Gaviola, CONICET. Medina Allende s/n, Ciudad Universitaria X5000HUA. Córdoba, Argentina. (3) Comisión Nacional de Energía Atómica. Av. Gral Paz 1499 (1650). San Martín, Buenos Aires. Argentina. Email: limandri@famaf.unc.edu.ar

La caracterización de estructuras cristalinas es de gran importancia en muchas áreas de la ciencia. Los recientes avances en la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) han mostrado su gran potencialidad para determinar orientación de granos individuales, estudiar la textura local, identificar fases cristalinas, etc. [1]. La resolución espacial de EBSD, es decir, la resolución lateral medida en la superficie de la muestra y en la dirección perpendicular es una función del coeficiente de electrones retrodispersados (η), de parámetros del haz incidente y del software utilizado para la indexación de los patrones. Se definen dos tipos de resolución espacial: la física, que indica la distancia máxima a un borde de grano para la cual la información del patrón corresponde exclusivamente a un grano, y la efectiva, que da cuenta de cuán precisamente se puede resolver un borde de grano usando algoritmos que deconvolucionan los patrones solapados. Debido al ángulo de inclinación, el perfil del haz sobre la muestra es asimétrico. Es por ello que se distinguen dos direcciones en la resolución superficial: una dirección perpendicular (longitudinal) y una dirección paralela (lateral) al eje de inclinación de la muestra. Las estimaciones de resolución realizadas por simulaciones Monte Carlo (MC) requieren del conocimiento de la distribución de electrones retrodispersados (ER) que aportan a la señal de difracción. El conocimiento actual de los procesos involucrados en la difracción sugiere que la mayoría de los electrones difractados provienen de una pequeña porción del volumen de interacción y, en consecuencia, tienen energías cercanas a la del haz incidente. La resolución espacial indica el mínimo tamaño detectable de una fase por la técnica considerada. Esto es sumamente importante cuando el objetivo es determinar la presencia de una fase minoritaria, lo cual es de mucho interés, por ejemplo en aceros inoxidable sometidos a diferentes tratamientos térmicos. En este trabajo estudiamos la resolución de EBSD para la detección de la fase sigma en aceros por medio de simulaciones MC. Se realizaron dos series de simulaciones: una para estudiar la resolución lateral y longitudinal y otra para estudiar la resolución en profundidad. Para ambas se utilizó un material homogéneo de fórmula estequiométrica FeCr (fase sigma), un haz puntual de 20 keV y un ángulo de incidencia de 70°. Se contabilizó la fracción de electrones retrodispersados en una grilla tridimensional formada por vóxeles de 5nm×5nm×2,5µm para la primera serie y de 1,5µm×1,5µm×1nm para la segunda serie de simulaciones. Se realizaron 13 corridas en cada serie correspondientes a diferentes energías de corte (E_C) para el conteo de los ER: 0,3; 12; 13,3; 14,7; 16,0; 16,7; 17,3; 18,0; 18,7; 19,0; 19,6; 19,7 y 19,8 keV. Es decir, en cada simulación se obtuvo la distribución de electrones retrodispersados emitidos con energías desde la inicial hasta E_C . El ancho en las direcciones perpendicular (ancho longitudinal) y paralela (ancho lateral) al eje de inclinación de la muestra para los cuales se encuentra el 68% de los electrones retrodispersados en función de E_C se muestra en la fig. 1. Podemos observar que, a medida que aumenta E_C , el volumen de interacción disminuye, adquiriendo una forma alargada longitudinalmente (fig. 2). Deal *et al.* [2] estudiaron experimentalmente la contribución de los electrones retrodispersados al patrón de difracción en función de E_C en muestras de Si, Ir y Fe para un haz incidente de 15 keV. Basados en ese estudio y extrapolando los datos obtenidos por dichos autores para una energía de incidencia de 20 keV, construimos un nuevo volumen de interacción correspondiente a los electrones retrodispersados que contribuyen a la difracción. El ancho de esta nueva distribución es de 145 nm lateral, 256 nm longitudinal y 5 nm en profundidad. Para estimar la resolución efectiva de la señal de EBSD hay que tener en cuenta, además, la capacidad del software para deconvolucionar dos patrones de Kikuchi solapados. Para ello consideramos que el software indexa correctamente un patrón cuando la señal de ese grano es del 60% (o más) y que la señal de difracción directamente proporcional al número de electrones retrodispersados de ese grano. Además, al resultado obtenido con este método, debe sumarse en cuadratura en ancho intrínseco del haz, el cual

4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)

fue estimado a partir de mediciones de imágenes de electrones secundarios de una interfaz de Ni con distintas aperturas, resultando (17 ± 5) nm para la apertura de $120 \mu\text{m}$ comúnmente utilizada para EBSD. Obtuvimos resoluciones de 20 nm, 75 nm y 3 nm en las direcciones lateral, longitudinal y en profundidad, respectivamente. La relación de ancho longitudinal/lateral es 3,75, valor cercano al estimado por Humphreys *et al.* [3]. El tamaño del haz es un factor determinante en la resolución, particularmente en la resolución lateral. Los efectos de channeling, que no son tenidos en cuenta en las simulaciones MC, son importantes para muestras cristalinas y afectan en mayor medida la resolución en profundidad, por lo que el valor de resolución en profundidad obtenida en este trabajo es sólo una cota mínima.

REFERENCIAS

- [1] Stojakovic D., (2012) "Electron backscatter diffraction in materials characterization" *Proc. Appl. Ceram.* 6: 1-13.
 [2] Deal A., Hooghan T., Eades A., (2008) "Energy-filtered electron backscatter diffraction" *Ultramicroscopy* 108: 116-125.
 [3] Humphreys F., Huang Y., Brough I., Harris C., (1999) "Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures. resolution considerations" *J. Microsc.* 195: 212-216.

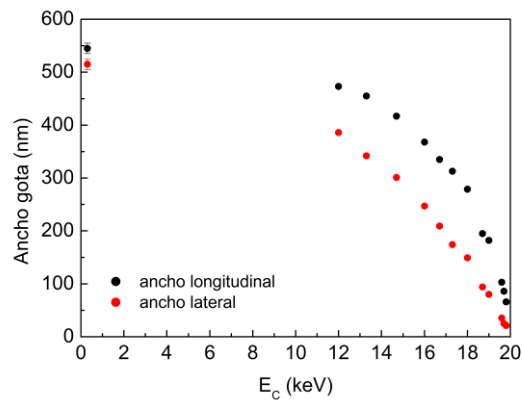


Figura 1: Ancho lateral y longitudinal correspondiente al volumen de interacción de los ER para diferentes energías de corte

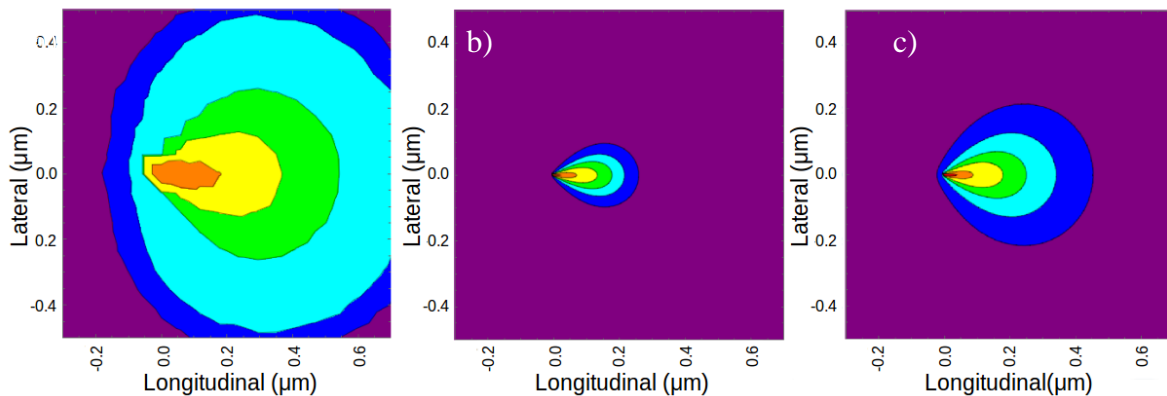


Figura 2: Distribución espacial de los ER para $E_c =$ (a) 0.3 keV y (b) 19 keV. (c) Distribución espacial correspondiente a los ER que contribuyen a la señal de difracción. Los colores corresponden a los siguientes porcentajes de corte de η : 10 (rojo), 25 (anaranjado), 50 (amarillo), 68 (verde), 80 (celeste) y 90 (violeta).