

مقدمه‌ای بر روش تحلیلی پراش الکترون‌های به عقب رانده شده (EBSD)

مهرداد عباسی^{۱*} و مجید عباسی^۲

چکیده

در این نوشتار مقدمه‌ای بر روش کارآمد و در حال تکامل Electron Backscattered Diffraction (EBSD) ارائه می‌شود. روش پراش الکترون‌های به عقب رانده شده (EBSD) توانایی‌های قابل توجهی در بررسی کمی و کیفی ریزساختار دارد. توسعه EBSD بتازگی مورد توجه وسیع صنایع و مراکز پژوهشی قرار گرفته، به گونه‌ای که به روش اصلی بررسی ریزساختار در بسیاری از این مراکز تبدیل شده است. این روش در محاسبه جهات بلوری ریزساختارها (Nano and Microstructures)، تشخیص فاز و میزان توزیع فازها کاربرد دارد. شواهد اولیه EBSD در سال ۱۹۲۸ در میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM) دیده شد و تا به امروز پیشرفت‌های شایانی در بهبود تصویر و استخراج داده‌ها صورت گرفته است. از آن جمله می‌توان به توسعه سخت افزار، تهیه نرم افزارها، ابداع روش‌های مشاهده تصویر و کمیت‌سازی ریزساختار اشاره کرد. اصول، تاریخچه، کاربردها و چندین مثال کاربردی از EBSD در این نوشتار ارائه می‌شوند.

واژه‌های کلیدی: پراش الکترون‌های به عقب رانده شده (EBSD)، بررسی کمی ریزساختار، تصویربرداری جهتی (OIM)، اختلاف جهتی.

۱- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران.

۲- پسادکتر، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه بریگام یانگ، ایالت یوتا- آمریکا، در گذشته: پژوهشگر همکار در شرکت ایدکس - تی اس ال، ایالت یوتا- آمریکا.

*- نویسنده مسئول مقاله: mehrdaad.abbasi@gmail.com

پیشگفتار

روش پراش الکترون‌های به عقب رانده شده (EBSD) Electron Backscattered Diffraction نخستین بار در سال ۱۹۲۸ در میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM) به وسیله کیکوچی (Kikuchi) مشاهده گردید [۱]. ون بورش (Von Boersch) در سال ۱۹۳۷ کار کیکوچی را وسعت داد و پس از آن آلام (Alam)، بکمن (Backman) و پشلی (Pashley) در سال ۱۹۵۴ از یک محفظه استوانه‌ای و یک دوربین فیلم‌برداری استفاده کردند تا الگوی کیکوچی با زاویه بالا از بلورهای به هم چسبیده NaCl ، KI ، LiF و PbS_2 را تولید کنند [۱].

روش EBSD با وجود آشنایی اهل فن به دلیل مشکلات نرم افزاری و سخت افزاری مورد استفاده وسیع نبود. توسعه کاربردی - تجاری آن در اواخر دهه نود میلادی توسط پروفیسور ادمز (Adams) در دانشگاه بریگام یانگ (Brigham Young University) صورت گرفت که به تاسیس شرکت TSL انجامید. شرکت TSL بعدها توسط شرکت شناخته شده EDAX خریداری و به EDAX-TSL تغییر نام داد. EBSD به عنوان Orientation Imaging Microscopy (OIM) نیز شناخته می‌شود. هم اکنون دو محصول تجاری EDAX-TSL و Oxford-HKL از دو شرکت سازنده رقیب در بازار موجود است. محصولات EBSD به دلیل کاربردهای خاص و توانایی روش در مهندسی معکوس ریزساختار معمولاً به کشورهای معدودی به صورت مستقیم عرضه می‌شوند.

اصول روش EBSD و چگونگی قرارگیری نمونه در محفظه SEM در شکل ۱ ارایه شده است [۱]. این شکل مبنای روش را به صورت ساده بیان می‌کند. ستونی از الکترون‌ها به نمونه‌ای که حول محور عرضی (Transversal Direction) خود 70° چرخانده شده برخورد می‌کنند. الکترون‌های به عقب رانده شده، الگویی را روی صفحه فسفری (Phosphor Screen) ایجاد می‌کنند. این الگو (Pattern) حاوی خطوطی همانند خطوط کیکوچی (Kikuchi bands) در میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) می‌باشد. ترتیب هندسی و

موقعیت خطوط در تعیین ساختار و جهت‌گیری بلوری آن قسمت از نمونه که در پراش شرکت کرده نقش دارند. مثالی از الگوی EBSD و خطوط تشکیل‌دهنده آن در شکل ۲ نشان داده شده است [۱]. پس از نمایان‌سازی خطوط، آن‌ها را پردازش و شاخص‌گذاری می‌کنند. این خطوط پایه محاسبه جهات بلوری می‌باشند. هرچه خطوط واضح‌تر باشند، تعیین جهت بلوری با اطمینانی بیشتر قابل انجام خواهد بود. از این‌رو، معیاری به نام اندیس اطمینان (Confidence Index) یا CI برای هر الگو تعریف می‌شود. این معیار بیانگر کیفیت الگوی EBSD است و به عواملی همچون پردازش تصویر، کیفیت نمونه، متغیرهای SEM، نوع ماده، فاز و میزان کرنش الاستیک در شبکه بلوری وابسته است. هرچه میانگین اندیس اطمینان برای یک ریزساختار به میزان بیشینه یا عدد یک نزدیک‌تر باشد، داده‌های EBSD با اطمینان بیشتری قابل بررسی خواهند بود. معمولاً ریزساختارهایی با اندیس اطمینان میانگین کم‌تر از ۰.۳-۰.۲ ارزش تحلیلی چندانی ندارند.

یکی از مهم‌ترین اقدام‌ها در راستای افزایش اندیس اطمینان (CI) پردازش تصویر ناشی از پراش می‌باشد [۱ و ۲]. هنگامی که پرتو الکترونی به ماده‌ای بلوری تابانیده می‌شود، الکترون‌های به عقب رانده شده روی صفحه فسفر الگویی از خطوط متقاطع ایجاد می‌کنند. این الگو به گونه ذاتی دارای داده‌های ناخواسته (Noise) است که در تصویر اختلال ایجاد می‌کند. نیاز است برای افزایش وضوح و کیفیت تصویر اقدام‌هایی انجام شود. اصول بهبود تصویر بر پایه تشکیل تصویر میانگین و حذف پس زمینه استوار است. در نهایت، تصویر ایجاد شده جهت بالا بردن سرعت اندیس‌گذاری فشرده می‌شود. مثالی از نتایج پردازش تصویر در شکل ۳ نمایش داده شده است. برای تحلیل خطوط کیکوچی و جهت شاخص‌گذاری، آن‌ها را به نقاطی نظیر می‌کنند تا قابلیت خواندن را افزایش و میزان خطا را کاهش دهند. از فرایند تبدیل هاف (Huff Transform) بدین منظور استفاده می‌شود [۱ و ۲].

قابلیت‌های EBSD

همان‌گونه که بیان شد، داده‌های مفیدی به وسیله EBSD قابل استخراج است که از آن‌ها می‌توان در بررسی‌های ریزساختار استفاده کرد [۵-۱]. اهداف بکارگیری EBSD جهت بررسی‌های ریزساختاری را می‌توان در موارد زیر خلاصه نمود:

- بررسی‌های کیفی شامل آشکار سازی دانه‌ها، مرزدانه‌ها، تفاوت‌های جهتی (Misorientation)، توزیع تنش- کرنش، تعیین و شناسایی فازهای موجود، اندازه و توزیع فازها و میزان بلوری شدن.

- بررسی‌های کمی شامل اندازه‌گیری موارد کیفی بالا، تعیین نوع و شدت بافت بلوری.

- مجازی سازی ریزساختار در اثر تغییر عوامل محیطی از جمله دما، فشار، اعمال تغییر شکل، محیط‌های خورنده و غیره.

- شبیه‌سازی رفتار ریزساختار و پیش بینی خواص متالورژیکی، مکانیکی، خوردگی، الکتریکی، الکترومغناطیسی و نوری

- تصویرسازی ریزساختار (Micro/Nano-structure Visualization)

نقشه‌ها و نمودارها از خروجی‌های اصلی EBSD است که جهت رسیدن به اهداف بالا استفاده می‌شوند. داده‌های دقیق کسر حجمی جهات بلوری و سایر موارد بالا را می‌توان با استفاده از این تصاویر ارایه و تحلیل کرد. جهت مقایسه، انواع روش‌های مشاهده ریز ساختار به همراه توانایی‌ها و محدودیت‌های آن‌ها در جدول ۱ ارایه شده است.

محدودیت‌های روش‌های معمول و قابلیت‌های بالای EBSD سبب شده است تا بسیاری از صنایع و مراکز پژوهشی EBSD را به عنوان ابزار اصلی بررسی ریزساختار برگزینند. این گزینش تنها به دلایل علمی نیست. بسیاری از شرکت‌های تولیدی و پژوهشی به دنبال آن هستند تا اسرار ریزساختاری خود را با استفاده از این روش به عنوان مالکیت معنوی (Intellectual Property) ثبت نمایند تا امکان مهندسی معکوس به وسیله رقبا به حداقل برسد. روش EBSD امکان مهندسی معکوس ریزساختار را فراهم می‌نماید. بدین

دلیل بسیاری از شرکت‌ها از جانب مهندسی معکوس احساس خطر نموده و اسرار ریزساختاری را با استفاده از تحلیل‌های EBSD تحت پوشش مالکیت معنوی در می‌آورند. روش EBSD گستره‌ای از کاربردها را شامل می‌شود. این کاربردها به همراه صنایع مرتبط به اختصار در جدول ۲ بیان شده اند [۵].

مفهوم دانه در EBSD/OIM

دانه‌ها در روش‌های سنتی مانند متالوگرافی نوری به صورت تصویری (Visual) آشکارسازی و اندازه‌گیری می‌شوند. قابلیت اندازه‌گیری صحیح به حساسیت (Sensitivity) مرزها به خورنده‌های شیمیایی (Chemical Etchants) بستگی دارد. هرچه حساسیت بیشتر باشد، قدرت تفکیک (Contrast) در تصویر بالاتر می‌رود. استفاده از محلول‌های گوناگون سبب تفاوت چشمگیر در نتایج شده و کمیت‌سازی را دشوار می‌سازد. عامل انسانی (Human Factor) نیز نتایج را به شدت تحت تاثیر قرار می‌دهد. این مشکلات سبب گردیده تا مجموعه‌های علمی و صنعتی در جستجوی روش‌های قابل اعتماد کمیت‌ساز در مقیاس Micro و Nano باشند. در خور توجه است که ویژگی‌های مرز دانه از جمله نوع، زاویه و بلورینگی با روش‌های سنتی مانند متالوگرافی نوری امکان پذیر نیست.

روش EBSD تعاریف جدیدی از کمیت‌هایی همانند دانه و مرز دانه ارایه نموده است. تعاریف و اندازه‌گیری‌ها همگی بر پایه جهت بلوری (Orientation) و اختلاف جهتی (Misorientation) می‌باشند [۳]. در EBSD/OIM مفهومی دقیق‌تر از دانه و مرزدانه ارایه می‌شود. به مجموعه نقاط پیوسته (Connected Pixels) که دارای جهت گیری یکسان بلوری باشند، دانه گفته می‌شود. فرایند شناسایی دانه‌ها و مرز دانه‌ها ابتدا از یک نقطه (Pixel) شروع شده و مجموعه نقاط مجاور با جهت بلوری مشابه به عنوان یک دانه در نظر گرفته می‌شوند. سپس دانه‌ها با در نظر گرفتن زاویه تحمل (Tolerance Angle) مرز دانه‌ها را در تصاویر مرتبط پدید می‌آورند. بدین ترتیب ویژگی‌های مرز دانه از جمله نوع (Tilt or Twist)، زاویه (Angle and Axis) و

تصاویر c, d و e در شکل ۴ بیانگر تغییر اندازه دانه با تغییر دادن زاویه تحمل است.

EBSD سه بعدی

یکی دیگر از قابلیت‌های روش EBSD تعیین سه بعدی ریزساختار (Micro/Nano) است. این قابلیت اهمیت بسیاری در مهندسی ریزساختاری (Micro/Nano-structure Engineering) و نیز مهندسی معکوس ریزساختار دارد. این روش کاربرد زیادی در مشخصه یابی سه بعدی صفحات مرزدانه‌ای، دانه و شکل ذره، ریزبافت سه بعدی، تحول دانه‌های همسایه در حین تغییر شکل، جوانه‌زنی در طی تبلور مجدد، رشد و استحاله دارد. در برخی موارد مفاهیم پذیرفته شده ریزساختاری همانند نحوه تشکیل ساختارهای هم محور (Equiaxed) توسط EBSD سه بعدی زیر سوال رفته و در حال تعریف سازی دوباره می‌باشند.

دو روش EBSD و اشعه یونی متمرکز^۱ با هم ترکیب شده تا ریزساختار سه بعدی را تعیین نمایند. اشعه یونی متمرکز جهت برش لایه‌های نازک و ماده برداری استفاده شده تا EBSD هر زیرلایه را بررسی نماید. شلیک یون‌های نیمه‌سنگین همانند گالیم (Ga^+) به سطح نمونه‌ها امکان برش و ماده برداری را فراهم می‌سازد [۱۳].
مثالی از EBSD سه بعدی و ریزساختار حاصل در یک آلیاژ دوفازی تیتانیوم در شکل ۵ نمایش داده شده است. داده‌هایی این گونه تا پیش از مطرح شدن EBSD سه بعدی قابل دستیابی نبوده اند [۳].

آماده سازی نمونه EBSD/OIM:

برای داشتن یک الگوی EBSD با کیفیت خوب نیاز به آماده سازی مناسب نمونه است [۱۲]. سطح محدوده‌ای که به وسیله الکترون‌ها رویش می‌شوند می‌بایست مسطح، تمیز از آلودگی و لایه اکسیدی باشد. صافی سطح بهینه به اندازه متوسط دانه ریزساختار بستگی دارد. هرچه ساختار ریزدانه‌تر باشد صافی سطح بالاتری نیاز است. به عنوان نمونه برای یک ریزساختار نانومتری صافی سطح نانومتری

نظم شبکه‌ای میان دو دانه (Inter-crystalline Lattice Order) قابل تعیین خواهند بود.

مثالی از دانه و مرزدانه در EBSD/OIM به همراه تاثیر زاویه تحمل بر اندازه گیری‌ها در شکل ۴ ارائه شده است. تصویر جهت بلوری یا Inverse Pole Figure (IPF) در ریزساختاری از آلومینا در شکل ۴- (a) نمایش داده شده است. هر رنگ نمایانگر یک جهت بلوری است. وجود رنگ‌های متفاوت حکایت از وجود دانه‌هایی با جهات بلوری متفاوت دارد. در شکل ۴- (b) تصویر کیفی یا Image Quality یک ریزساختار نمایش داده شده است. این تصویر مشابه تصاویر میکروسکپ نوری و الکترونی روبشی از نمونه حکاکی شده است. مرزدانه‌های نمایان در این تصویر اندازه دانه را در روش‌های تصویری (Visual) تعیین می‌کنند. بسیاری از این مرزها سبب اعلام نتایج نادرست در اندازه دانه می‌شوند چراکه همه آن‌ها، مرزهای با زاویه بالا (High Angle Boundaries) نیستند.

بر اساس قراردادهای و استانداردهای متعارف متالوگرافی، مرزهایی با زاویه بیش‌تر از ۱۵ درجه مرزهای با زاویه بالا در نظر گرفته شده و جهت تعیین اندازه دانه استفاده می‌شوند، اما مشکل این‌جاست که روش‌های متالوگرافی توانایی اندازه‌گیری زاویه مرزدانه را ندارند. بنابراین، هرگونه اندازه‌گیری با این روش‌ها بر پایه این است که چه مرزهایی حکاکی شده باشند. این مرزها می‌توانند از ۱ تا ۱۸۰ درجه زاویه داشته باشند. در مقابل، EBSD این امکان را فراهم می‌کند که زاویه بلوری مرزها به دقت تعیین شود و اندازه دانه به صورت کمی و انتخابی (Quantitative and Customized) مشخص گردد.

زاویه مرز دانه متغیر اصلی در تعیین اندازه دانه است. از این متغیر به عنوان زاویه تحمل (Tolerance Angle) در اندازه‌گیری‌ها نام برده می‌شود. این بدان معنی است که با انتخاب زاویه تحمل X درجه، تنها مرزهایی با زاویه بیش‌تر از X در محاسبه اندازه دانه لحاظ می‌شوند. بدین صورت، کمی‌سازی اندازه دانه به صورت تابعی از زاویه مرزدانه هموار می‌گردد. هرچه زاویه تحمل بیش‌تر باشد، اندازه دانه‌ها مقادیر بالاتری خواهد داشت. جهت مقایسه سازی نتایج EBSD و متالوگرافی نوری یا الکترونی، مقدار X در حدود ۱۵ درجه انتخاب می‌شود.

^۱ - Focused Ion Beam or FIB

یافته در اثر تغییر شکل پلاستیک و افزایش اختلاف جهتی (Misorientation) در ریزساختار مجاور ترک می‌گردد. از داده های EBSD جهت پیش‌بینی تغییر شکل، خواص مکانیکی، خوردگی، الکتریکی و مغناطیسی استفاده می‌شود. روابط نظری یا تجربی به ریزساختار ناشی از EBSD اعمال شده تا واکنش به شرایط کاری تخمین زده می‌شود. دو نمونه از این کاربردها در شکل‌های ۹ و ۱۰ ارائه شده‌اند. در شکل ۹، نمونه های کششی-فشاری کوچک (Sub-sized Tensile/Compression) از فولاد زنگ‌نزن دو فاز و آلیاژی از تیتانیوم تهیه و به صورت درجا (In-situ) در میکروسکپ الکترونی روبشی تحت بارگذاری قرار می‌گیرند. هم‌زمان EBSD ریزساختار را ثبت می‌نماید. با اعمال مقادیر تنش و کرنش به ریزساختار ثبت شده، سفتی الاستیک ($C = \sigma_{33} / \epsilon_{33}$) هر دانه محاسبه و به صورت رنگی پردازش می‌شود. از نتایج جهت انتخاب مواد و ریزساختار در ساخت چوب‌های گلف با کیفیت بالا بهره برده شده است.

تمایل یک ریزساختار به تغییر شکل در آزمایش فشار تک محوری در شکل ۱۰ نمایش داده شده است. برای این محاسبات از عامل تیلور (Taylor Factor) استفاده شده است. دانه‌های نمایش داده شده برنگ آبی در تصویر سمت راست تمایل به تغییر شکل بیشتری دارند. از پیش‌بینی تغییر شکل در طراحی و ساخت رگ بازکن‌های پزشکی (Blood Vessel Stance/Stem) که معمولاً از جنس آلیاژ تیتانیوم یا منیزیم می‌باشند به صورت گسترده استفاده می‌شود.

پیدایش روش‌های نوین اصلاح و ریزسازی ساختار همانند Friction Stir Processing (FSP) به همراه نیاز به درک ریزساختار حاصل سبب توسعه هرچه بیشتر EBSD شده است. روش‌های معمول بررسی ریزساختار محدودیت‌های بسیاری در تحلیل ریزساختارهای پیچیده روش FSP دارند. نمونه‌ای از ریزساختار اصلاح و ریزسازی شده در یک آلیاژ استحکام بالای آلومینیوم به روش FSP در شکل ۱۱ نمایان است. تغییرات جهات بلوری و کاهش شدید اندازه دانه از چند میلیمتر به چند میکرومتر (چپه راست) در اثر فرایند درخور توجه است [۷].

نیاز است. جهت دستیابی به چنین کیفیتی از روش‌های الکتروشیمیایی، مکانیکی و یونی استفاده می‌گردد [۱۲]. آماده سازی نمونه جهت EBSD/OIM دشوارتر از متالوگرافی معمولی و آسانتر از نمونه سازی TEM است.

نمونه‌هایی از کاربردهای عملی EBSD/OIM:

یک نمونه از کاربردهای اصلی EBSD تعیین هم‌زمان ریزساختار و فاز است. بدین منظور، از ترکیب EBSD با پرتونگاری طیف انرژی^۱ استفاده می‌شود. ترکیب شیمیایی، نوع فازها و مقدار آن‌ها به همراه کسر جهات بلوری به صورت هم‌زمان تعیین می‌شوند. مثالی از این کاربرد در بررسی یک مجموعه پیچیده ریزساختاری در شکل‌های ۶ و ۷ نمایش داده شده‌اند.

ترکیب EBSD با EDS این امکان را فراهم می‌سازد تا ریزساختارهای پیچیده متشکل از فازهای فلزی، غیرفلزی و بین فلزی (Intermetallic) به صورت هم‌زمان شناسایی و کمیت سازی گردند. برای نمونه، مجموعه ارائه شده در شکل ۶ از ترکیبات پنج عنصر Al, Ti, Zr, O و Er تشکیل شده است. توزیع این عناصر در شکل ۷ نمایش داده شده است.

از دیگر کاربردهای مهم EBSD در بررسی شکست و خوردگی می‌باشد. تاثیر ریزساختار، مرز دانه‌ها، شکل دانه‌ها و محیط‌های خورنده بر تشکیل ریزترک‌ها و گسترش آن‌ها مورد بررسی قرار می‌گیرند. همچنین، تاثیر وجود ترک بر ریزساختار نیز قابل مطالعه است. افزون بر این موارد، معرفی EBSD سبب ظهور شاخه‌ای با نام مهندسی مرز دانه (Grain Boundary Engineering) شده است. مرزهایی مقاوم در برابر ترک، مناسب از نظر استحاله فازی، مقاوم در برابر محیط‌های خورنده و نفوذ اتم‌های اکسید کننده، دارای خواص الکتریکی-مغناطیسی-نوری مناسب به وسیله EBSD به صورت کمی مطالعه شده و استفاده می‌شوند [۴۰].

شکل ۸ مثالی از یک ریزترک در آلیاژ مقاوم به خوردگی نیکلی را نشان می‌دهد. ایجاد ترک در این نمونه سبب تشکیل مرزهای کم زاویه ($1-10^\circ$)، نقاط کرنش

^۱ - Energy Dispersive Spectroscopy or EDS

ای از روابط هندسی و ریاضی بکار گرفته می‌شوند. مثالی از چگونگی بازسازی ساختار یک دانه آستنیت و جهت آن با استفاده از اطلاعات EBSD ساختار دانه‌های فریتی در شکل ۱۴ نشان داده است [۹ و ۱۱]. جهت مطالعه جزییات لطفاً به منابع رجوع شود.

جمع بندی

روش در حال تکامل پراش الکترون‌های به عقب رانده شده یا (EBSD) (Electron Backscattered Diffraction) روشی کارآمد جهت بررسی‌های کمی ریزساختاری است. گوشه‌های از توانایی این روش در نوشتار حاضر بیان شده اند. نگارندگان امیدوارند که این نوشتار گامی سازنده در معرفی روش برای کاربران و پژوهشگران آتی کشور باشد.

EBSD افزون بر محاسبه جهات دانه‌ها، در نمایان‌سازی دانه‌هایی به ریزی ۱۰ نانومتر توانایی دارد. دستیابی به این ابعاد اندازه‌گیری وابسته به استفاده از مجموعه‌هایی با قدرت تفکیک بالاست. نانوساختار ناشی از فرایند FSP در مس عاری از اکسیژن در شکل ۱۲ نشان داده شده است. دستیابی به نانوساختار در حجم بالا با فرایند FSP در این تصویر EBSD قابل مشاهده است. دانه‌هایی به ریزی ۲۰ نانومترو بالاتر قابل تشخیص هستند [۸]. بررسی‌های جهتی و توزیع حجمی مرز دانه‌ها در نمودارهای جانبی ارایه شده اند.

بی‌گمان، یکی از مهم‌ترین کاربردهای EBSD که بتازگی مطرح گردیده و در حال تکامل است، قابلیت بازسازی ریزساختارهای پیش از استحاله فازی (Pre-) (transformed Microstructure Reconstruction) است. مجموعه‌های آلیاژی فلزی و غیرفلزی بسیاری وجود دارند که استحاله فازی حالت جامد را تجربه می‌کنند. به خانواده آهن و فولاد، آلیاژهای تیتانیوم، کبالت، زیرکونیوم، زیرکونیا و بسیاری دیگر از آلیاژهای فلزی و سرامیکی می‌توان اشاره نمود.

یکی از مهم‌ترین چالش‌های مهندسی و فیزیک مواد دستیابی به درک پایه‌ای از استحاله‌های فازی است. پیچیدگی استحاله‌های فازی، تنوع بالا و محدودیت‌های روش‌های تحلیلی معمول سبب شده تا روش EBSD در تحلیل‌های کمی و کیفی استحاله فازی به سرعت رشد نماید. با استفاده از نتایج EBSD ناشی از یک فاز، ریزساختار فاز دیگر را با اعمال روابط بلوری و هندسی با دقت مناسب می‌توان بازسازی نمود. نمونه‌ای از این بازسازی‌ها (Reconstruction) در شکل ۱۳ ارایه شده است. ساختار آستنیتی در ناحیه جوش^۱ FSW فولاد API X80 بازسازی شده است. جهت بازسازی از اطلاعات EBSD ساختار فریتی که در آن هیچ آستنیت باقی مانده ای (Retained Austenite) وجود ندارد، استفاده شده است [۹ و ۱۲].

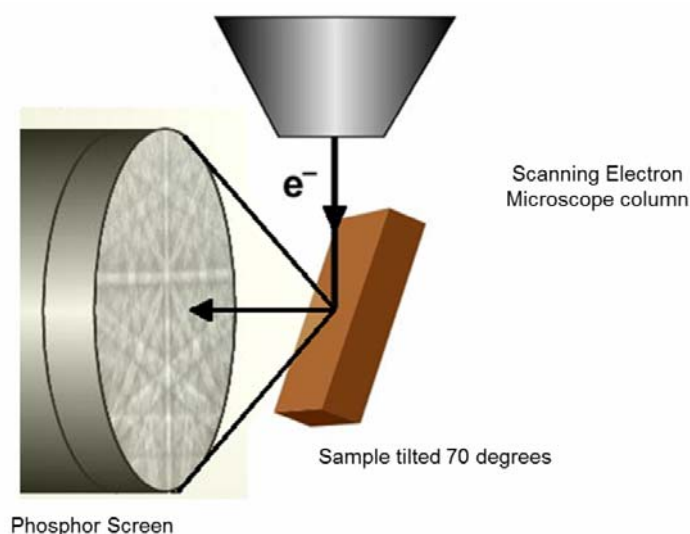
برای انجام این بازسازی‌ها، روابط بلوری شناخته شده به فاز پس از استحاله اعمال شده و جهت بلوری فاز پیش از استحاله تعیین می‌شود. مجموعه پیچیده

^۱ -friction stir welding

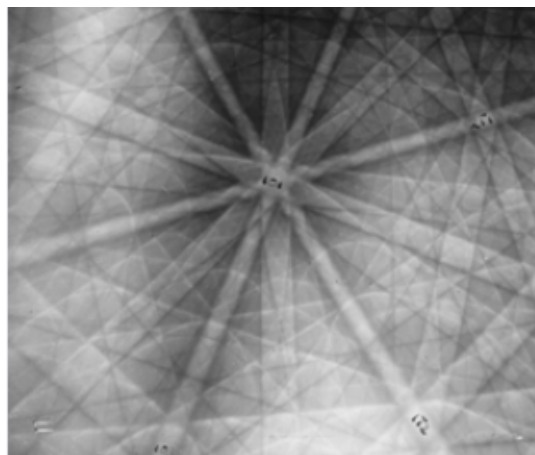
References

- 1- OIM Data Collector/Analyzer 5.2 Software Help, EDAX-TSL Advanced Microanalysis Solutions, Draper Utah USA, 2009.
- 2- S. Wright, Introduction to Orientation Imaging Microscopy (OIM) and Electron Backscattered Diffraction (EBSD), EDAX-TSL Advanced Microanalysis Solutions, Draper Utah USA, 2010.
- 3- H. Jiao, EBSD – An Introduction and Latest Development, HKL Oxford Instruments, Singapore 2010.
- 4- A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, and D.P. Field, Electron Backscattered Diffraction in Materials Science, 2nd Ed. Springer, 2009.
- 5- B.L. Adams, S.R. Kalidindi, D.T. Fullwood, Microstructure Sensitive Design for Performance Optimization, BYU Academic Publishing, Printed September 2006.
- 6- M. Abbasi, T.W. Nelson, C.D. Sorensen, Variant Selection Mechanisms in Friction Stir Welded HSLA Steels, Journal of Applied Crystallography, Under Review, February 2013.
- 7- R.W. Fonda, J.F. Bingert, K.J. Colligan, Development of Grain Structure During Friction Stir Welding, Scripta Mater. 51 , 243-248, 2004.
- 8- J.Q. Su, T.W. Nelson, T.R. McNelley, and R.S. Mishra, Development of Nanocrystalline Structure in Cu During Friction Stir Processing (FSP), Materials Science and Engineering A. 528,5458–5464, 2004.
- 9- M. Abbasi, T.W. Nelson, C.D. Sorensen, and L. Wei, An Approach to Prior Austenite Reconstruction, Materials Characterization 66: 1-8, 2011.
- 10- M. Abbasi, L.Y. Wei, T.W. Nelson, Prior Austenite Reconstruction in Friction Stir Processed API X65 Steel Using OIM, MS&T09, Oct. 2009, Pittsburgh, PA, USA.
- 11- Majid Abbasi, Microstructural Evolution in Friction Stir Welded High Strength Low Alloy Steel, PhD Dissertation, Brigham Young University, Fall, 2011.
- 12- M. Abbasi, T.W. Nelson, C.D. Sorensen, Transformation and Deformation Texture Study in Friction Stir Processed API X80 Pipeline Steel, Met. Mat. Trans. A, Vol. 43 A: 4940-4946, 2012.

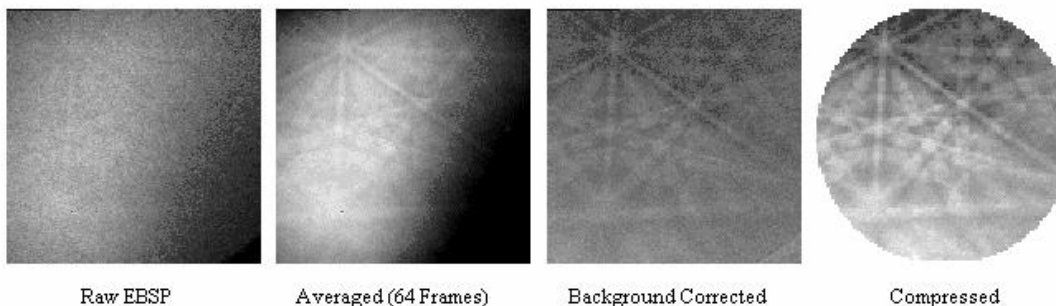
پیوست‌ها



شکل ۱- شمایی از روش تصویر برداری [OIM/EBSD] [۱۰۲].



شکل ۲- نمونه ای از الگوی پراش [۱] EBSD.



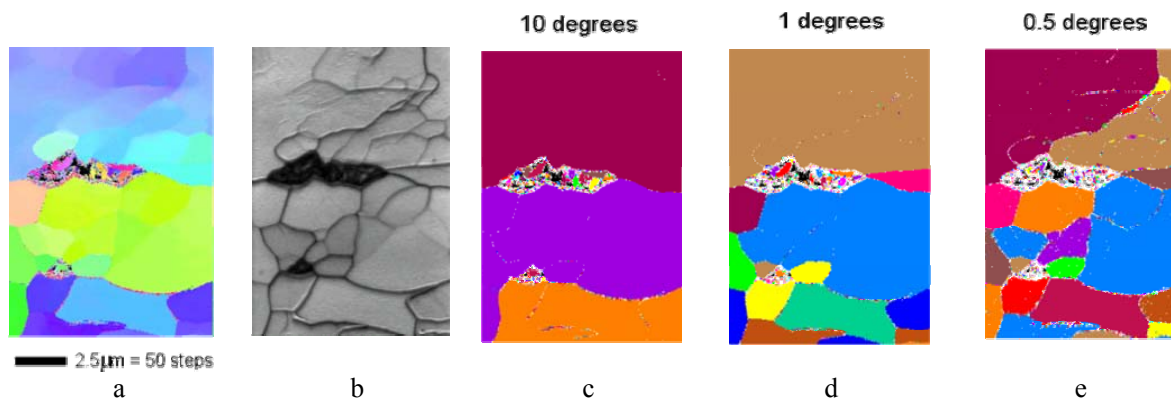
Raw EBSD

Averaged (64 Frames)

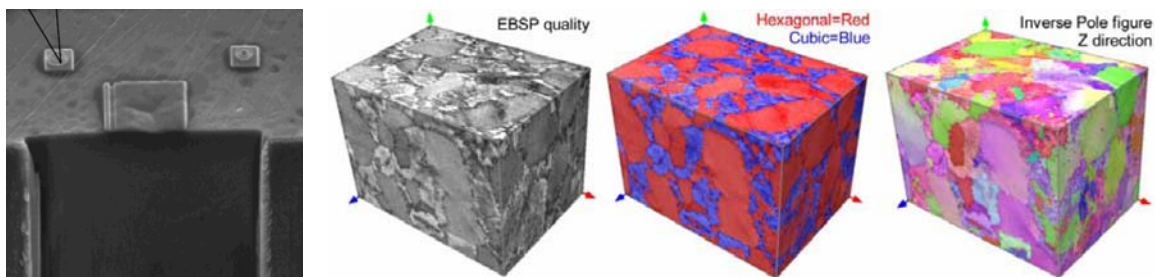
Background Corrected

Compressed

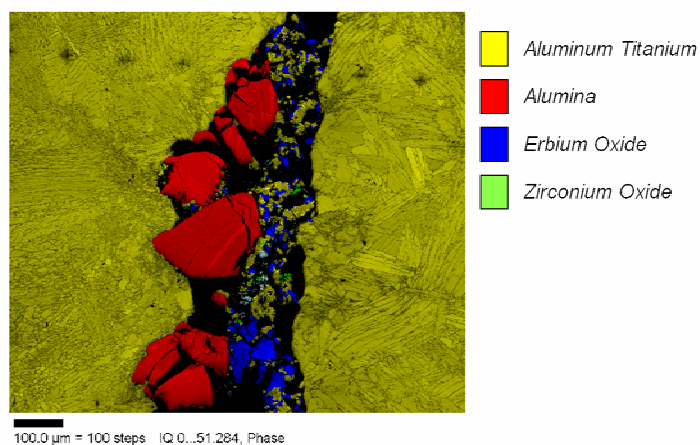
شکل ۳- مثالی از پردازش تصویر و بهبود کیفیت الگوی [۱و۲] EBSD.



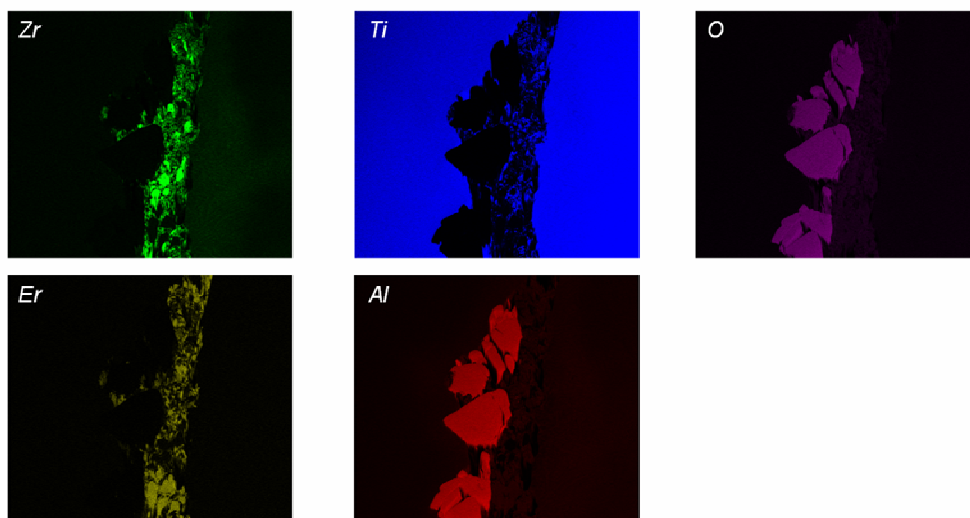
شکل ۴- مثالی از دانه و مرزدانه در EBSD/OIM به همراه تاثیر زاویه تحمل بر اندازه دانه های آلومینا [۲]. تصویر جهات بلوری یا IPF(a)، تصویر کیفی ریزساختار یا Image Quality(b) که مشابه نتایج میکروسکپ نوری و الکترونی روبشی از نمونه حکاکی شده است. c, d و e نشانگر تغییر اندازه دانه با تغییر دادن زاویه تحمل (Tolerance Angle) می باشد.



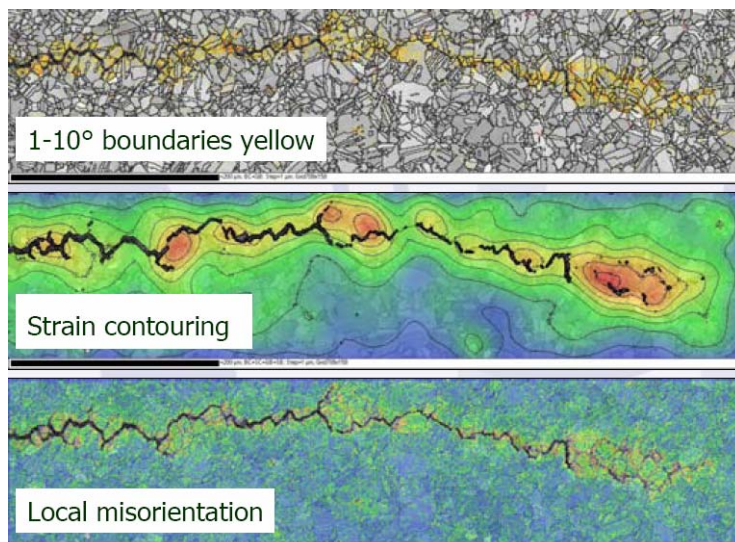
شکل ۵- مثالی از EBSD سه بعدی و ریزساختار حاصل در یک آلیاژ دوفازی تیتانیوم. از چپ به راست: تصویر SEM نشان‌دهنده سطح ماده برداری شده توسط اشعه یونی متمرکز، تصویر کیفی حاصل از الگوهای EBSD، تصویر توزیع فازی و تصویر جهات بلوری (IPF). این نتایج از ترکیب EBSD و FIB بدست آمده اند [۳].



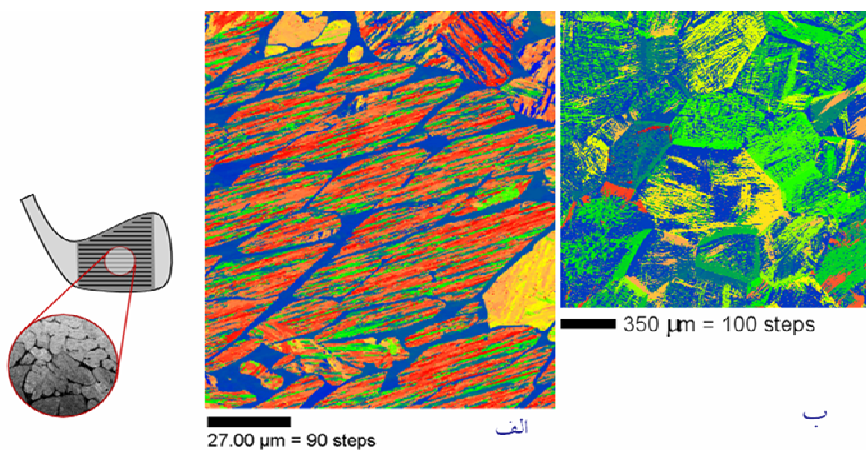
شکل ۶- تصویر کیفی (Image Quality) ریزساختار فازهای گوناگون که به رنگ‌های گوناگون نمایش داده شده اند. روش EBSD در ترکیب با EDS توانایی تشخیص همزمان فاز و نمایان سازی ریزساختار را دارد [۲].



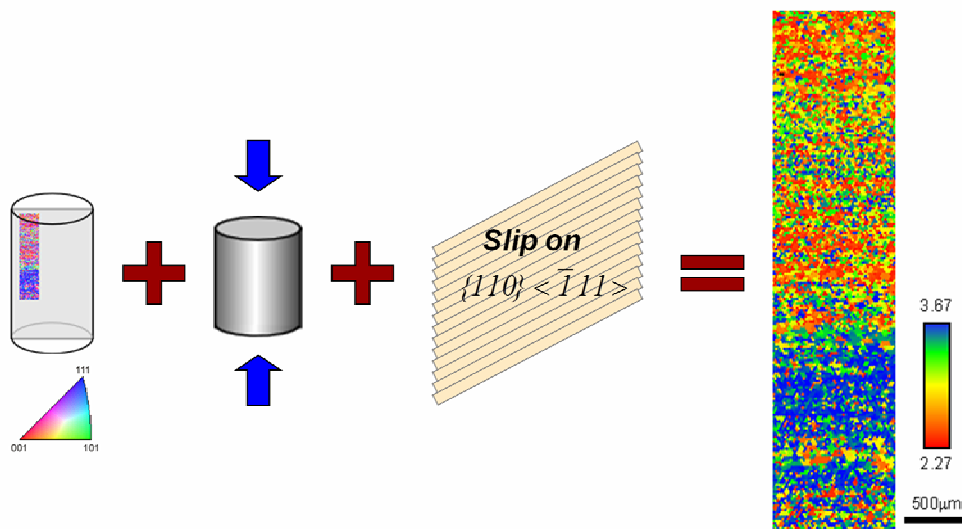
شکل ۷- توزیع عناصر در ریزساختار شکل ۶. این عناصر به وسیله روش EDS مشخص شده و هر رنگ نماینده یک عنصر است [۲].



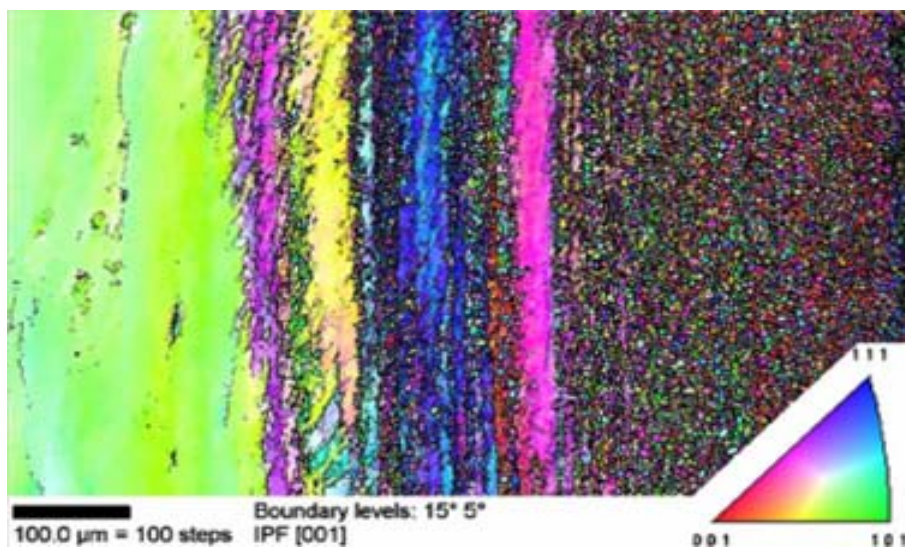
شکل ۸- مثالی از یک ریزترک در آلیاژ مقاوم به خوردگی نیکلی و تاثیر آن بر ریزساختار [۳].



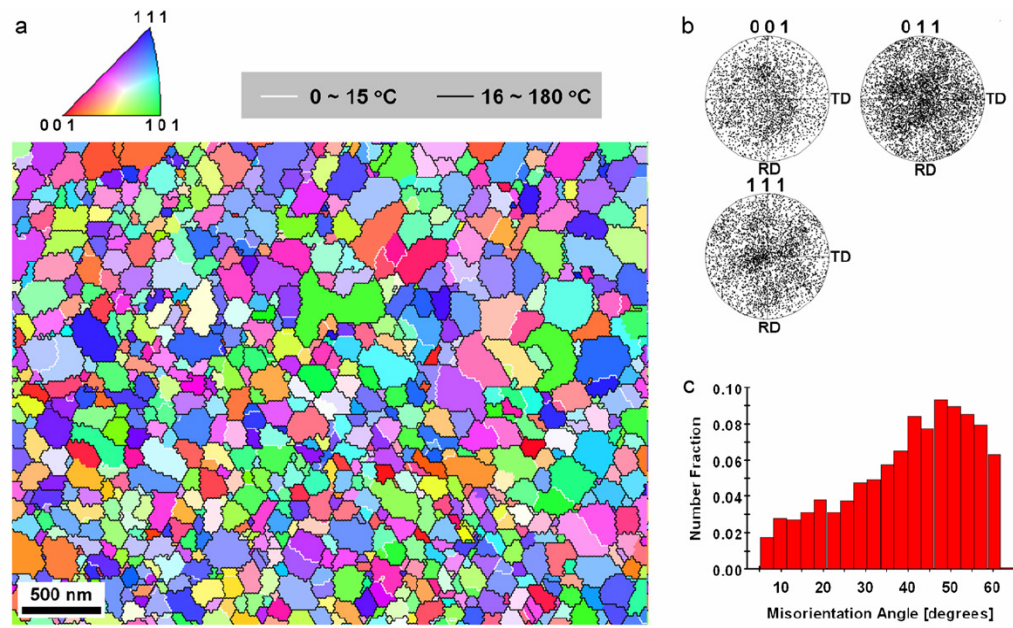
شکل ۹- داده های EBSD جهت محاسبه سفتی الاستیک ($C = \sigma_{33} / \epsilon_{33}$) انتهای چوب‌های گلف مورد استفاده قرار گرفته است. از نتایج جهت انتخاب مواد (فولاد زنگ نزن دوقازی و آلیاژی از تیتانیوم) بهره برده شده است. نتایج به صورت رنگ‌هایی بر روی ریزساختار نمایانند. ریزساختار فولاد زنگ نزن (الف) سفتی الاستیک بالاتری نسبت به تیتانیوم (ب) نشان می‌دهد. رنگ‌های سرخ و آبی بیانگر بیشینه و کمینه سفتی الاستیک می‌باشند [۲].



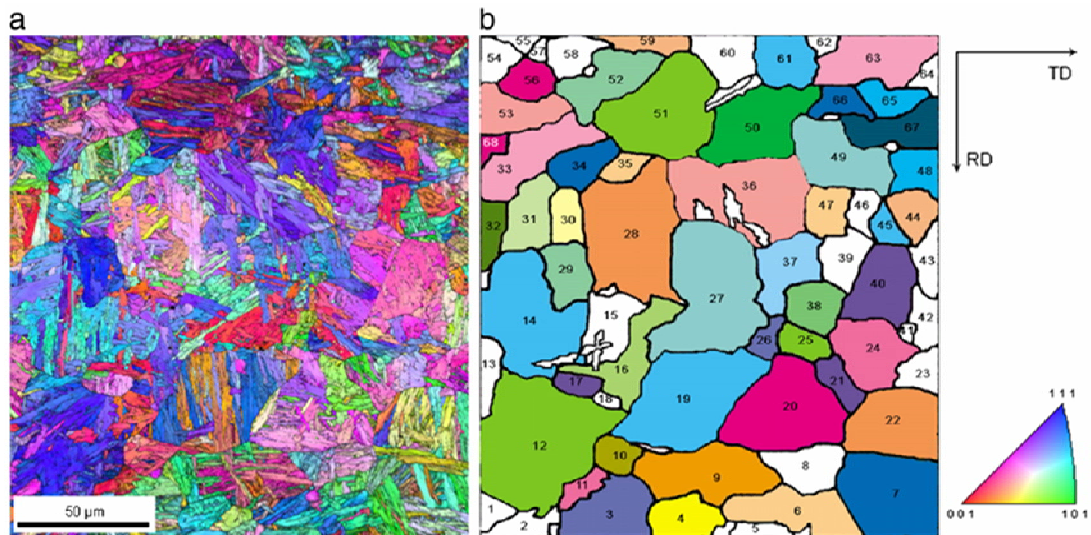
شکل ۱۰- تمایل یک ریزساختار به تغییر شکل در آزمایش فشار تک محوری. از عامل تیلور (Taylor Factor) برای این محاسبات استفاده شده است. دانه های نمایش داده شده برنگ آبی در تصویر سمت راست تمایل به تغییر شکل بیشتری دارند [۲].



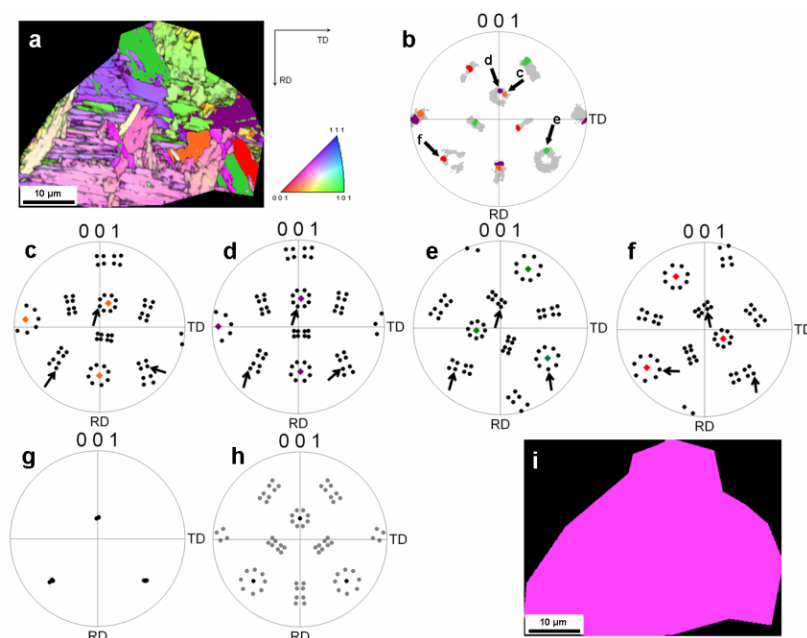
شکل ۱۱- تغییرات جهت بلوری و اندازه دانه در آلیاژ استحکام بالای آلومینیوم که بر روش Friction Stir اصلاح ساختاری شده است. تصویر بالا ترکیبی از تصاویر Inverse Pole Figure (IPF) و Image Quality (IQ) بدست آمده از EBSD می باشد. هررنگ نماینده یک جهت بلوری می باشد. کاهش شدید اندازه دانه از چند میلیمتر به چند میکرومتر (راست به چپ) در اثر فرایند درخور توجه است [۷].



شکل ۱۲- نانو ساختار ناشی از فرایند Friction Stir در مس عاری از اکسیژن (a). توزیع جهات در نمودار قطبی (Pole Figure) (b) و توزیع کسر حجمی مرز دانه‌ها به عنوان تابعی از تفاوت جهتی [A] (c).



شکل ۱۳- ساختار آستنیتی (b) بازسازی شده از ساختار فریتی (a) با استفاده از EBSD در ناحیه جوش FSW فولاد API X80 بکار رفته در خطوط لوله گاز طبیعی فشار بالا [۹۱۲].



شکل ۱۴- مثالی از چگونگی بازسازی ساختار یک دانه آستنیت (i) و جهت آن (g) با استفاده از داده‌های EBSD ساختار دانه‌های فریتی (a) در دمای اتاق [۹ و ۱۱]. جهت مطالعه بیشتر لطفاً به منابع رجوع شود.

جدول ۱- مقایسه انواع روش‌های مشاهده ریز ساختار

| محدودیت‌ها | توانایی‌ها | روش‌های مشاهده ریزساختار |
|--|--|---|
| دقت و وضوح پایین | آماده‌سازی راحت، هزینه پایین، قابلیت تشخیص فاز به صورت محدود، ارایه داده‌های آماری | میکروسکوپ نوری |
| ناتوانی در تعیین جهت بلوری | دقت و وضوح توسعه یافته، قابلیت تشخیص فاز و ترکیب شیمیایی همزمان با EDS، ارایه داده‌های آماری | SEM equipped with Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) unit |
| نمونه سازی دشوار، عدم ارایه داده‌های آماری، هزینه بر و زمانبر | دقت و وضوح تا مقیاس اتمی، داده‌های جهت بلوری | TEM |
| داده‌های توزیع فازی نمی‌دهد، عدم ارایه داده‌های تصویری ریزساختار | قابلیت تشخیص فاز و تشخیص ترکیب شیمیایی، داده‌های حجمی جهت بلوری، ارایه داده‌های آماری | XRD |

جدول ۲- کاربردهای EBSD در صنایع گوناگون

| | |
|--|-----------------------|
| <p>فرآوری فلزات، سرامیک‌ها و پلیمرها صنایع حمل و نقل (هواپیمایی، اتومبیل سازی، ریلی و دریایی) صنایع انرژی (برق، نفت، گاز، خورشیدی و ...) صنایع دفاعی تجهیزات پزشکی (Bio-medical Implants) صنایع الکترونیک و لایه نازک زمین شناسی، باستان شناسی و مطالعه اجرام کیهانی رسیده به زمین بلور شناسی و جواهر سازی مهندسی معکوس و رمزگشایی ریزساختار</p> | <p>موارد کاربرد</p> |
| <p>فلزات و آلیاژها، سرامیک ها، مواد مرکب پایه فلزی یا سرامیکی، کانیها، مواد ابرسخت همانند الماس و BN، نیمه هادی ها، ابر هادی ها، نانو پودرها و برخی از پلیمرها</p> | <p>مواد</p> |
| <p>اندازه‌گیری‌های آماری، ریزساختار دو و سه بعدی، شکل و اندازه دانه، بافت منطقه‌ای و کلی، استحاله فازی، تنش و کرنش، تبلور مجدد و کسر حجمی تغییر شکل یافته، تعیین فاز و توزیع فاز، مرزخانه ها و کسر حجمی مرزها با زاویه بلوری معین، توزیع کیفی نابه‌جایی‌ها و عیوب شبکه بلوری، تعیین مرزهای مقاوم در برابر ترک و خوردگی، شناسایی مرزهایی با خواص مغناطیسی الکتریکی و نوری مناسب و ...</p> | <p>اندازه‌گیری‌ها</p> |