

A minta-előkészítés hatása a visszaszórt elektron-diffrakció képminőségére AISI 304-es acéltípus esetében

Gaál Zoltán, Szabó Péter János, Ginsztler János

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék
MTA-BME Fémtechnológiai Kutatócsoport
e-mail: gaalzoli@eik.bme.hu

Összefoglalás

A cikk az AISI 304 típusú acélból készített minták visszaszórt elektron-diffrakciós vizsgálatokhoz történő előkészítésének módjaival foglalkozik. Összehasonlítottuk az elterjedt minta-előkészítési módokat az általuk elérhető képminőség szerint, és azt találtuk, hogy a korlátozottan alkalmazható elektropolírozás után a polírozás-maratás kombinációjának ismételtetése ad elfogadható képminőséget, de a legtöbbször javasolt kolloid szilikás (tisztán mechanikus) polírozás nem hoz kielégítő eredményt. Ennek oka a vitatott Beilby-réteg kialakulása lehet, melyet a marószer nemcsak láthatóvá tesz, hanem el is távolít. Bemutatjuk továbbá az AISI 304-es acél esetében, hogy a hidegalakítás mértékének növelésével az átlagos képminőség-érték csökken.

Bevezetés

A visszaszórt elektron-diffrakciós készülékek (EBSD – Electron Back Scattered Diffraction) elterjedésével egyre szaporodnak az automatikus orientációmérések eredményeit bemutató publikációk. Bár ezek a készülékek jelentősen felgyorsítják és egyszerűsítik a statisztikai mennyiségű mérési adatok összegyűjtését, a minták megfelelő előkészítése a vizsgálatokhoz sokszor nem elhanyagolható problémát okoz. Ennek ellenére, a témában írott publikációkban a legritkábban jelenik meg utalás a minta-előkészítés módjára [1], illetve ha ez elő is fordul, legfeljebb nagyvonalakban kerül bemutatásra. Még az EBSD készülékekhez mellékelt vaskos kezelési útmutató [2], és az EBSD-s kutatásokat összefoglaló, alpműnek tekinthető kötet [3] is csak korlátozott terjedelemben tud foglalkozni a kérdéssel, és csak általános információkat közöl, de konkrét anyagokkal kapcsolatos útmutatást nem találunk benne. Fentiek miatt a témában kutatóknak saját maguknak kell kikísérletezni a megfelelő módszereket, rengeteg időt és energiát befektetve.

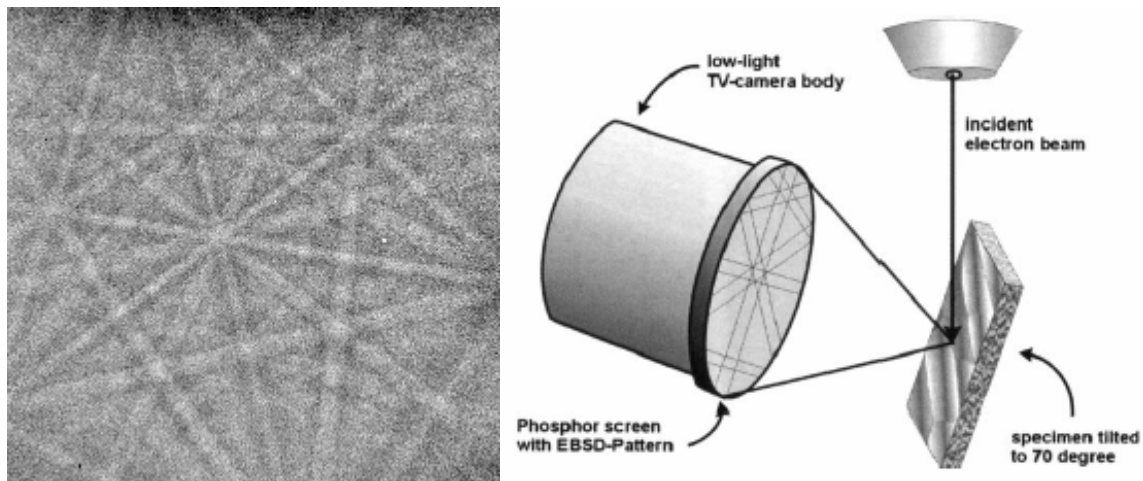
A megfelelő minta-előkészítés sokak számára problémát okoz a szükséges információ hiánya miatt, másrészt a téma kutatói sokszor azért nincsenek tisztában az adott minták előkészítésének módjával, mert azt legtöbbször a laborszemélyzetre bízzák. Hazánkban azonban ez nem mindig lehetséges, mert a kutató kénytelen saját maga előkészíteni a mintáit, ill. a módszer nem eléggé elterjedt, így a minta-előkészítéshez az útmutatást a kutatótól várják az előkészítést végző kollégák, ezért szükséges a terület ismerete az EBSD méréseket végzők számára is.

Mivel a korrózióálló ausztenites acélok kedvelt anyagai a szemcsehatár-kutatásoknak és így az EBSD vizsgálatoknak, ezért cikkünk célja az ausztenites acélok közül az egyik legelterjedtebb, az AISI 304-es acéltípus példáján keresztül bemutatni a minta-előkészítéssel kapcsolatos észrevételeinket.

A visszaszórt elektron-diffrakció elvén működő orientációs mérések esetében kritikus jelentősége van a vizsgálandó minták megfelelő előkészítésének. Természetesen előkészítetlen minták felületéről is kaphatunk feldolgozható válaszjeleket; például durván maratott újrakristályosított alumínium darabok vizsgálatakor azt tapasztaltuk, hogy a

pásztázott területen véletlenszerűen kiválasztott pontok egy részében értékelhető eredményt kapunk, ha azonban orientációs térképet akartunk előállítani, akkor a területen az értékelhetetlen pontok száma túlsúlyban volt. Megállapítható, hogy ha statisztikai mennyiségű orientációs adatot akarunk nyerni EBSD vizsgálat útján, akkor a mintát biztosan elő kell készíteni mechanikus, kémiai vagy elektrolitikus polírozással.

A megfelelő minta-előkészítés azonban önmagában nem garantálja a jó minőségű orientációs térkép elkészíthetőségét, mert a visszaszórt elektron-diffrakciós vizsgálat nagyon érzékeny a reflektáló anyagban található „zavaró tényezőkre”, ezért nehézkes például az erősen deformált kristályszerkezetű anyagok mérése. Korábbi méréseink során azt tapasztaltuk, hogy minél nagyobb az alakítás okozta deformáció, a diffrakciós vonalak minősége annál rosszabb, ill. ezzel arányosan a Kikuchi-ábra (1. ábra) minősége is romlik [4].



1. ábra. A Kikuchi-ábra és keletkezésének sematikus vázlatja [2].

A Kikuchi-ábra képminőségét az EBSD berendezéshez csatolt szoftver automatikusan egy nullánál nagyobb számmal értékeli olyan módon, hogy minden mérési ponthoz rendel egy képminőség értéket (IQ – Image Quality) ill. az egész vizsgált felülethez egy átlagos képminőség értéket. Ez az érték azonban nem önkényes. A Kikuchi-ábra feldolgozása során a sávok helyét az ún. Hough-transzformáció segítségével határozzuk meg, amely az egyes sávokhoz egy-egy intenzitás-maximumot rendel [12]. Az IQ képminőség érték ezeknek az intenzitás-maximumoknak az átlaga. Minél nagyobb az adott mérési ponthoz rendelt számérték, annál jobb minőségű a Kikuchi-ábra, és annál nagyobb biztonsággal lehet a pont orientációját meghatározni megfelelő illesztés esetén. A képminőséget jelző szám segítségével a különböző állapotú ill. különböző módon előkészített, de azonos alapanyagú minták összehasonlítása a belőlük nyerhető információ minősége és megbízhatósága szempontjából könnyedén végrehajtható, amelyből a minta-előkészítés hatékonyságára következtethetünk. Meg kell jegyezni azonban, hogy az IQ értéket nemcsak a kristályrács deformációja és a minta-előkészítés befolyásolja, hanem például a detektáló CCD kameránál beállított erősítés mértéke. Éppen ezért a méréseket célszerű ugyanazokkal a beállításokkal végrehajtani, ha lehetséges, hogy a mérések összehasonlíthatóak legyenek.

Irodalmi áttekintés

Több módszer ismert a minták EBSD-méréshez történő előkészítéséhez: mechanikai polírozás, elektrolitikus polírozás, kémiai maratás, ionmaratás, vezető anyaggal történő bevonatolás (nem vezető anyag esetében). A legáltalánosabban ismert és legtöbbször hatásos

mechanikai polírozás a hagyományos metallográfiai vizsgálatokéhoz hasonló. A darabok kivágása után a mintákat egyre finomabb felületű koronggal csiszoljuk (1200-as finomságú papírig), majd polírozzuk (több lépésben, 0,5 μm -es finomságú polírozószerig). A polírozást a fémmikroszkópos vizsgálatokhoz szükségesnél finomabb szemcséjű (pl. 0,05 μm finomságú kolloid szilika szuszpenzió) polírozószerrel célszerű folytatni (ennek optimális ideje néhány perctől néhány óráig terjedhet, anyagtól függően). A kolloid szilika azért előnyös, mert negatív töltésű SiO_2 részeket tartalmaz 8 és 11 közötti pH-val, amely finoman megmarja a minta felszínét, eltávolítva a deformált réteget. Ezt követően a minta a polírozószer letisztítása után elvileg vizsgálható.

Ezt a módszert ajánlja az EBSD készülék gyártója is a legtöbb anyaghoz, és képekkel illusztrálja, hogy a polírozási idő és a polírozóanyag finomságának növelésével a Kikuchi-ábrák minősége hogyan javul. Ezzel a módszerrel kiválóan elő lehet készíteni például az Armco-vasat [5], de jól működik a duplex acél előkészítésekor is [6]. Egyes esetekben viszont hiába polírozzuk teljesen karcmentesre a vizsgálandó felületet, a Kikuchi-vonalak „nem jönnek” akkor sem, ha nagyon hosszú ideig folytatjuk a polírozást. Ennek oka valószínűleg a Beilby-réteg jelenléte, melyet a polírozással nem tudunk eltávolítani a minta felületéről.

A múlt század harmadik évtizedében Beilby [7] tette a felfedezést, hogy a metallográfiai vizsgálatokhoz előkészített minták felületén a mechanikai polírozás következtében egy amorf, szétkent réteg jön létre, amely szerkezetében erősen különbözik a darab eredeti kristályszerkezetétől, és amely a felfedezőjéről a Beilby-réteg elnevezést kapta. Beilby továbbá arra a következtetésre jutott, hogy a mechanikai polírozás során a minta felületéről nem történik anyagleválasztás, ehelyett darab felső rétege szétkenődik, simítva ezzel a felületi egyenetlenségeket. A Beilby-réteget későbbi kutatások során 2-10 nm vastagságúnak becsülték. Beilby ezzel cáfolta a korábbi feltételezést, mely szerint a polírozás tulajdonképpen egy vágási eljárásnak tekinthető, ahol az anyagrészek úgy kerülnek eltávolításra, hogy a létrejövő felület apró barázdákból áll, és minél finomabb a polírozószer, annál finomabban barázdált a minta, így végül tükörszerűen reflektáló felület kapható.

A Beilby-réteg jelenlétére vonatkozó megállapításokat tett Verő [8] is a '60-as években. Verő szerint a polírozás célja az, hogy vizsgálandó minta felületét megtisztítsuk a karcoktól és a Beilby-rétegtől is, melyet egy néhány μm vastag elkent, összetört réteggént aposztrofál. A Beilby-réteg szerinte eltávolítható kellően finom csiszolással tisztán mechanikusan, vagy pedig „kémiai-elektrokémiai oldó művelettel”. A polírozott, látszólag karcmentes mintafelület nem jelenti azt, hogy a felület megfelelően elő van készítve, mert a Beilby-réteg maradványai még ott lehetnek rajta. Az elkent réteg eltávolítására azt a módszert ajánlja, hogy a polírozást követő maratással tegyük láthatóvá a réteg maradványait (melynek „zavaros szerkezete némi tapasztalattal felismerhető”). Ezután újra polírozzuk fel, majd marassuk meg, és ha megváltozik a szövetség a maratás végén, akkor a csiszolat nem volt kész. Az egymást követő polírozás és maratás kombinációjának ismételtetését addig javasolja, míg két egymás utáni ciklus végén a szövetség már nem változik, mert a „a csiszolat tehát akkor nevezhető késznek, ha újra fényesítve és maratva a szövete képe már nem változik.”

Az elektrolitikus polírozás kapcsán Verő megemlíti, hogy ennek során olyan vastag réteget oldunk le a mintáról, hogy a Beilby-rétegből nem marad rajta semmi, ezért így legtöbbször jobb minőségű csiszolatot kapunk. Az eljárás korlátozott használhatóságát az okozza, hogy eltérő oldási potenciálú fázisok alkotta szövetet nehezen lehet előkészíteni vele ill. nemfémes zárványokat tartalmazó csiszolat sem kezelhető ilyen módon. Természetesen az elektrolitikus polírozás csak kiegészíteni tudja a mechanikus polírozást, nem minden esetben helyettesíthető vele [9].

Samuels a '80-as években erősen megkérdőjelezte a Beilby-réteg elméletét, és Beilby-vel ellentétben – a korábbi feltételezéseket alátámasztva – azt találta, hogy a mechanikai polírozás vágási folyamat, attól csak a megmunkálás szögében különbözik [10]. Továbbá a Beilby által

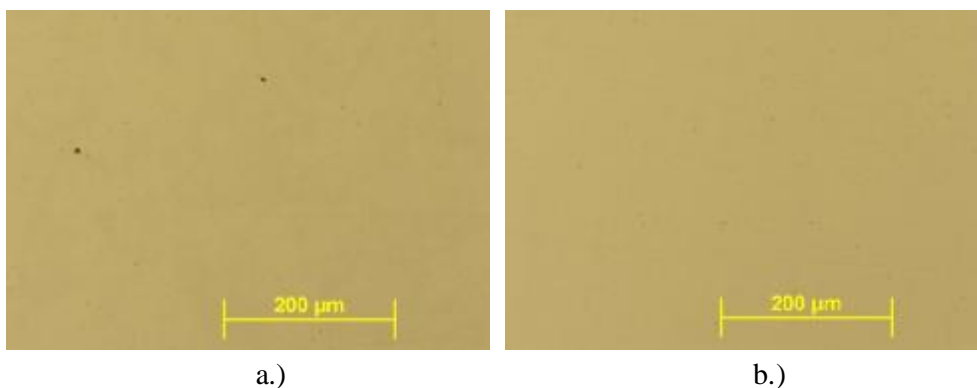
feltételezett amorf réteggel szemben kristályos, de képlékenyen deformált felület kialakulására következtetett, melyben a képlékeny alakváltozás mértéke progresszíven csökken a polírozás finomságának növelésével [11].

Kísérletek, mérési eredmények értékelése

Kísérleteink során bemutatjuk különböző módokon előkészített, hidegen hengerelt AISI 304-es acéltípusból készített minták mérésének eredményeit az elért képminőség (IQ érték) szempontjából, és megpróbáljuk az eredmények okait felfedni. Megvizsgáltuk továbbá, hogy a hideghengerlés hogyan befolyásolja a képminőséget EBSD- mérésnél az AISI 304-es acél esetében.

Mechanikus polírozás kolloid szilika szuszpenzióval.

Mivel az irodalom a kolloid szilikás mechanikus polírozást javasolja, mint általánosan működő módszert az EBSD-mérésekre történő előkészítéshez, ezért először így próbáltuk a mintákat előkészíteni. A csiszolást a bevezetőben leírt módon végeztük, de 2400-as csiszolópapírig, majd 10 percig 0,5 μm -es AlO_2 -os polírozószerrel fényesítettük. Ekkor a minta felülete látszólag teljesen karcmentes lett. A polírozást 20 perces 0,05 μm -es kolloid szilika szuszpenzióval folytatjuk. Ekkor mind szabad szemmel, mind fémmikroszkóp alatt a minta felülete karcmentesnek tekinthető, és nyoma sincs túlpolírozásnak (2.a ábra). Ha az így előkészített mintát EBSD mérésnek vetettük alá, értékelhetetlen eredményeket (Kikuchi-ábrákat) kaptunk (5.a ábra), ezért nem készíthető IQ térkép a felületről.



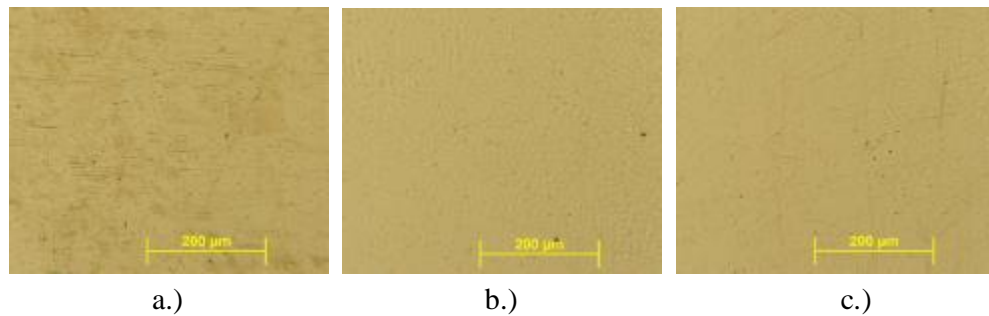
2. ábra. A csiszolat metallográfiai képe a: 20 perces; b: 40 perces finompolírozás után.

Ha a mintákat ezután további húsz percig polírozzuk a kolloid szilika szuszpenzióval, túlpolírozottság jeleit ekkor sem tapasztaljuk (2.b ábra), és az EBSD képminőség valamelyest javul, de még mindig nem lesz kielégítő (5.b ábra és 4.a ábra), és az orientációs térkép sem lesz megfelelő, a mérési pontok 46,5 %-a értékelhetetlen (6.a ábra).

AlO_2 szuszpenziós mechanikus polírozás és kémiai maratás több ciklusban.

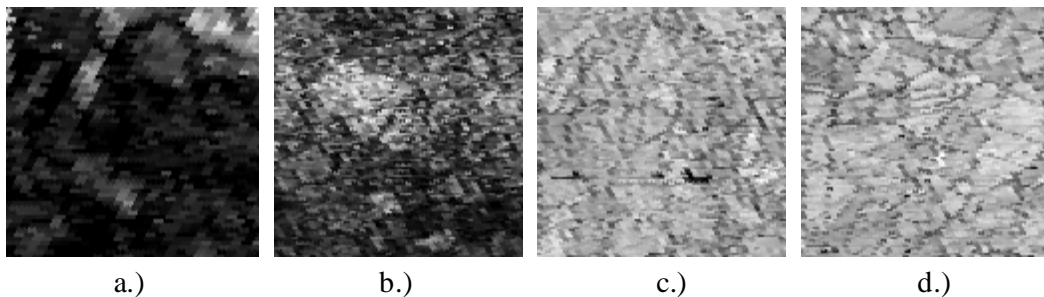
Miután a tisztán mechanikai polírozás ebben az esetben nem vezetett eredményre, a kolloid szilikás polírozás után enyhén megmarattuk a minták felületét (3.a ábra). A maratáshoz Kalling marószerét alkalmaztuk, melynek az összetétele a következő volt: 5g CuCl_2 , 100 cm^3 HCl, 100 cm^3 etilalkohol. Fémmikroszkóppal vizsgálva a mikromarotott mintákat azt tapasztaltuk, hogy a felület zavaros lett, korrodált jelleget mutat, valamint erős karcok jelentek meg a maratás előtt szinte karcmentes csiszolaton. Ez csak akkor lehetséges, ha Samuels eredményeivel szemben az AISI 304-es típusú acélon kialakult a Beilby-réteg, mely a maratás előtt befedte a karcokat, és melynek egy részét a marószer eltávolította, a megmaradt része

pedig zavarossá tette a szövete képet. Ekkor helyenként mérhető pontokat kaptunk, de EBSD mérésre továbbra is alkalmatlan volt a minta a hibás pontok nagy aránya miatt (6.a ábra). Ezután 2 ciklusban tovább políroztuk és marattuk a mintákat (3.b és c ábra).

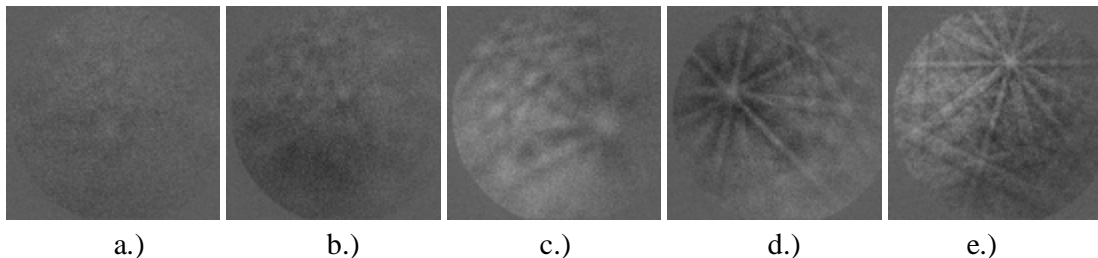


3. ábra. A minta maratott szövete képei a: 1 polírozás-maratás ciklus után; b: 2 polírozás-maratás ciklus után; c: 3 polírozás-maratás ciklus után.

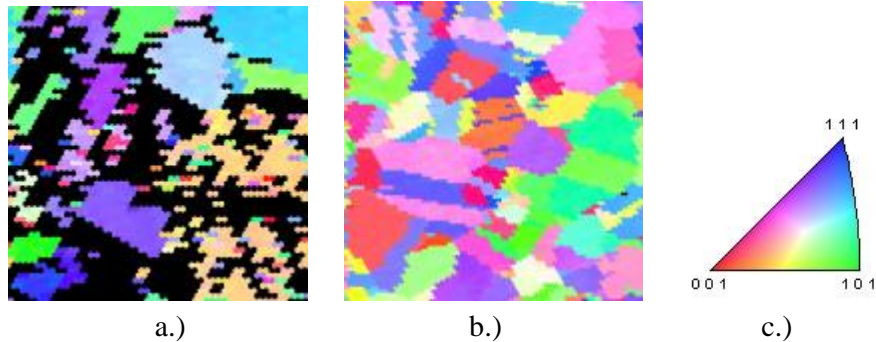
A folyamat végén a szövetszerkezet kitisztult, a karcok túlnyomórészt eltűntek, és a minta alkalmassá vált a kielégítő minőségű orientációs mérés elvégzésére is (6.b ábra), a képminőség átlagos értéke 112,76 volt.



4. ábra. IQ térkép a minta felületének egy részletéről; a: 40 perc finompolírozás után; b: maratás után; c: 2 polírozás-maratás ciklus után; d: 3 polírozás-maratás ciklus után.



5. ábra. Az átlagos IQ értéknek megfelelő Kikuchi-ábrák. a: 20 perc finompolírozás után (nem értékelhető); b: 40 perc finompolírozás után (IQ = 36,7); c: maratás után (IQ = 67,5); d: 2 polírozás-maratás ciklus után (IQ = 105,2); e: 3 polírozás-maratás ciklus után (IQ = 119,9).



6. ábra. Inverz pólusábra a színekódolást tartalmazó egységháromszöggel (c) 40 perces finompolírozás (a) és 3 polírozás-maratás ciklus (b) után.

A képminőség átlagos értékének változását a minta-előkészítés szakaszaiban az 1. Táblázat tartalmazza. Jól látható, hogy a tisztán mechanikai polírozás esetében lényegesen alacsonyabb értéket (ill. értékelhetetlen Kikuchi-ábrát) kapunk, mint akár már egy maratást követően, de a polírozás-maratás ciklus ismétlésével lényegesen javítható az IQ érték, de a harmadik ciklust követően már csak csekély képminőség javulást tapasztaltunk.

1. Táblázat. A képminőség átlagos értékének változása a minta-előkészítés során.

Minta-előkészítés	20 min. polírozás	40 min. polírozás	1 cikl. polír.-maratás	2 cikl. polír.-maratás	3 cikl. polír.-maratás
IQ _{átlag}	-	36,7	67,5	105,2	119,9

Későbbi vizsgálatainkhoz kapcsolódó minta-előkészítéskor megfigyeltük, hogy a kolloid szilikás polírozás teljesen elhagyható, ha a több ciklusban alkalmazott polírozás-maratást végezzük. Ilyenkor elegendőnek bizonyul a néhány perces AlO₂ szuszpenziós polírozás az első maratás előtt is.

A mechanikai polírozás és a maratás kombinálásának sikerét valószínűleg nem az okozza, hogy a maratással láthatóvá téve a Beilby-réteget, addig polírozzuk a mintát, amíg a Beilby-réteget teljesen el nem távolítottuk. Ha ez igaz lenne, akkor a polírozási ciklusok összeadott idejét egy ciklusban elvégezve, ugyanerre az eredményre kellene jutnunk. Mivel ez nem következik be, a maratás szerepe nem a Beilby-réteg láthatóvá tételében, hanem éppen annak eltávolításában a legfontosabb. Ez azt jelenti, hogy a réteget, melyet a polírozással szétkenünk a minta felületéből, a maratással eltávolítjuk. Tisztán maratást végezve, a minta nem lesz alkalmas az EBSD-mérés végrehajtására, mert először nem kapunk megfelelően értékelhető Kikuchi-ábrákat, majd túlmaródik a felület.

További vizsgálataink során, különböző mértékben hidegen hengerelt AISI 304-es típusú acélmintákról készített orientációs térképek képminőségét értékelve azt tapasztaltuk, hogy az alakváltozás növelésével a képminőség csökkent (2. Táblázat), mint ahogy ez várható volt.

2. Táblázat. A képminőség átlagos értékének változása a deformáció függvényében.

Alakváltozás	0 %	16,1 %	25,2 %	46,5 %	69,3 %
IQ _{átlag}	72,4	60,8	43,9	34,2	31,6

Elektrolitikus polírozás.

Bár cikkünk elsődleges célja nem az elektropolírozásos előkészítés taglalása, ilyen módon is előkészítettünk mintát EBSD-vizsgálathoz. A várakozásoknak megfelelően a csiszolást követő elektrolitikus polírozás alkalmazásával kaptuk a vizsgált három módszer közül a

legjobb képminőséget. Akár 175-ös átlag IQ érték is elérhető, természetesen nem az erősen alakított minták, hanem pl. a 50%-osan hengerelt, majd 30 percig 750 °C-on hőkezelt darab esetében. Erősen alakított minták esetén a képminőség bármilyen módon előkészített minta mérésekor leromlik, de az elektrolitikus polírozás adta még ekkor is a legjobb képminőséget a vizsgált minták esetében.

Következtetés

Tapasztalataink szerint tisztán mechanikai polírozással az AISI 304-es típusú acélból készített minták nem voltak alkalmasak visszaszórt elektron-diffrakciós vizsgálatok elvégzésére. Ennek oka a szakirodalomban vitatott elkenődött, a visszaszórt elektron-diffrakciót gátló Beilby-réteg megjelenése lehetett, amelyet a mechanikai polírozás nem volt képes eltávolítani. Az AISI 304-es acéltípusból készített minták előkészítésének esetében megfelelő eredménnyel az elektrolitos polírozás mellett a maratás és polírozás kombinációjának többszöri megismétlése járt. A maratás nemcsak arra volt alkalmas, hogy láthatóvá tette a Beilby-réteg maradványait, hanem magának a rétegnek az eltávolítását is a marószert segítette elő. Megfigyeltük továbbá, hogy elhagyható a koloid szilikás finompolírozás, mert nélküle is megfelelő felület készíthető, ha a polírozást maratással kombináltuk. Bár az elektrolitos polírozás adja általában a legjobb EBSD képminőséget az előkészítési módok közül, a polírozás-maratás kombinációja egyszerűsége miatt és az elektrolitikus polírozás korlátozott alkalmazhatósága miatt alternatívát kínál a visszaszórt elektron-diffrakciós vizsgálatokhoz történő minta-előkészítésre. A vizsgálatok során azt is bemutattuk, hogy nemcsak a minta-előkészítés befolyásolja az elért képminőséget, hanem egyéb tényezők mellett a reflektáló kristályszerkezet deformációja is. Minél nagyobb a deformáció a kristályrácsban, annál kisebb átlagos IQ értéket kapunk az orientációs térképek készítése során.

Felhasznált irodalom

- [1] G. L. Wynick, C. J. Boehlert, Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for electron back scattered diffraction analysis, *Mater. Characterization*, Vol. 55 Issue 3, 2005, p. 190-202.
- [2] R. Witt, A systematic study of sample preparation techniques for EBSD, TSL, 2001
- [3] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Kluwer Academic, New York, 2000
- [4] Z. Gaál, P. J. Szabó: Evolution of Grain Boundaries in Austenitic Stainless Steels, *Materials Science Forum*, Vols. 537-538, 2007, p. 355-361.
- [5] Gaál Z., Szabó P. J., Ginsztler J., Armco-vas speciális szemcsehatárainak vizsgálata EBSD-vel; *Anyagok Világa*, 5. évf. 1. szám, 2004. december
- [6] T. Berecz, P. J. Szabó, Study of isothermal phase transformations in duplex stainless steels by EBSD method, *Materials Science Forum*, vol. 473-474, 2004, p. 177-182.
- [7] G. Beilby, *Aggregation and Flow of Solids*, Macmillan, London, 1921
- [8] Verő József, *Fémtan*, Tankönyvkiadó, Budapest, 1970, p. 194-195.
- [9] H. Thomson, *Microscopical Techniques in Metallurgy*, Pitman, London, 1953, p. 24.
- [10] L. Samuels, *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*, Pitman, Melbourne, 1971
- [11] D. M. Turley, L. Samuels, The nature of mechanically polished surfaces of copper, *Metallography*, Vol. 14, 1981, p. 275-294.
- [12] K. Kuncze, S. I. Wright, B. L. Adams, D. J. Dingley: *Advances in Automatic EBSP Single Orientation Measurements*, *Texture Microstruct* **20**, 41-54.