

ЛОКАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ДИФРАКЦИОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

В. И. Гроховский

*Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
г. Екатеринбург, grokh47@mail.ru*

В последние годы наблюдается бурное развитие новых возможностей в изучении состава, структуры и свойств малых количеств минералов и материалов. Это обусловлено, с одной стороны, повышенным интересом к исследованию вещества на наноуровне, а с другой стороны, плодотворным внедрением компьютерных технологий в процесс получения и обработки аналитических данных. Для того, чтобы иметь полное представление о структуре минерала или материала, необходимо знать морфологию, химический состав и кристаллографию, однако получение локальных кристаллографических данных являлось наиболее сложной задачей. В обзоре рассмотрены сравнительные возможности методов, основанных на дифракции точечных широкорасходящихся источников рентгеновских лучей (метод Косселя) и электронов (метод ДОЭ/EBSD), реализуемых в установках с электронным зондом.

Возможность дифракции от точечного источника рентгеновских лучей была предсказана Косселем в 1924 г., но экспериментально реализована им на кристалле меди спустя 10 лет. Установки с электронным зондом оказались идеальным устройством для реализации этого метода, т.к. точечный источник рентгеновских лучей генерируется в месте падения электронного пучка на объект. Образующийся сферический источник характеристического рентгеновского излучения взаимодействует со всеми соседями кристаллической решетки и дает конусы дифракции от каждой плоскости семейства плоскостей, удовлетворяющих условию Вульфа – Брегга. Метод Косселя можно реализовать также при возбуждении характеристических рентгеновских лучей пучками протонов, ионов и синхротронным излучением.

Первая дифракционная картина обратноотраженных электронов была получена в 1928 г. с кристалла кальцита, однако широкую известность метод ДОЭ/EBSD получил с начала XXI века, когда компьютерные технологии в обработке изображений открыли революционные возможности этого метода (рис. 1).

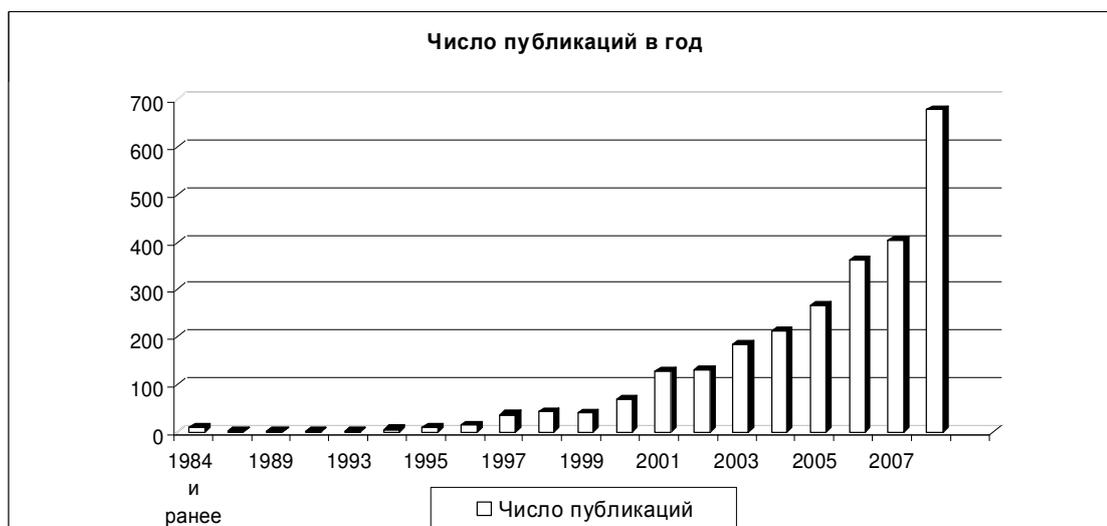


Рис. 1. Число публикаций с использованием метода ДОЭ/EBSD по данным Science Direct.

Получение картин дифракции отраженных электронов (известных также как линии Кикучи) с помощью растрового электронного микроскопа не составляет особого труда. Для этой цели полированный образец наклоняют под углом около 70 градусов по отношению к горизонтали. Электронный зонд направляют в интересующую точку на поверхности образца: упругое рассеяние падающего пучка создает точечный широко-расходящийся (геометрия 4π) источник электронов. В тех случаях, когда удовлетворяется условие дифракции для атомных плоскостей решетки кристалла, образуются по 2 конусообразных пучка дифрагированных электронов для каждого семейства кристаллических плоскостей. Эти конусы электронов можно сделать видимыми, поместив на их пути фосфоресцирующий экран, а вслед за ним высокочувствительную цифровую CCD камеру. Там, где конусообразные пучки электронов пересекаются с фосфоресцирующим экраном, они проявляются в виде пары тонких полос, называемых полосами Кикучи. Каждая из этих полос соответствует определенной кристаллографической плоскости. Результирующие картины ДОЭ состоят из множества полос Кикучи.

С помощью специальных компьютерных программ автоматически определяется положение каждой из полос Кикучи, производится сравнение с теоретическими данными о соответствующей кристаллической фазе и быстро вычисляется кристаллографическая ориентация. Весь процесс от начала до конца расшифровки одной картины занимает микросекунды. В настоящее время уже известны устройства, работающие с частотой 600 Гц. Метод позволяет проводить количественное исследование ориентации кристаллов, фазового состава, текстуры и границ зерен, а в комбинации с анализом локального химического состава его можно использовать для определения неизвестных фаз микро- и наноразмеров. При оптимальных режимах работы растрового электронного микроскопа и правильной пробоподготовке образцов возможно получение более 95 % корректно индцированных картин ДОЭ.

В наши дни метод EBSD находит широкое применение для получения локальных кристаллографических данных вследствие того, что промышленное производство приставок к растровым микроскопам налажено несколькими фирмами, в то время как для реализации метода Косселя исследователям приходится использовать собственные разработки. Сравнение схем получения дифракционных картин с локальных участков кристаллитов и локальность методов приведено на рисунке 2, а сравнение возможностей методов Косселя, псевдо-Косселя и EBSD в получении кристаллографических данных дано в таблице 1 [Däbritz, 2001].

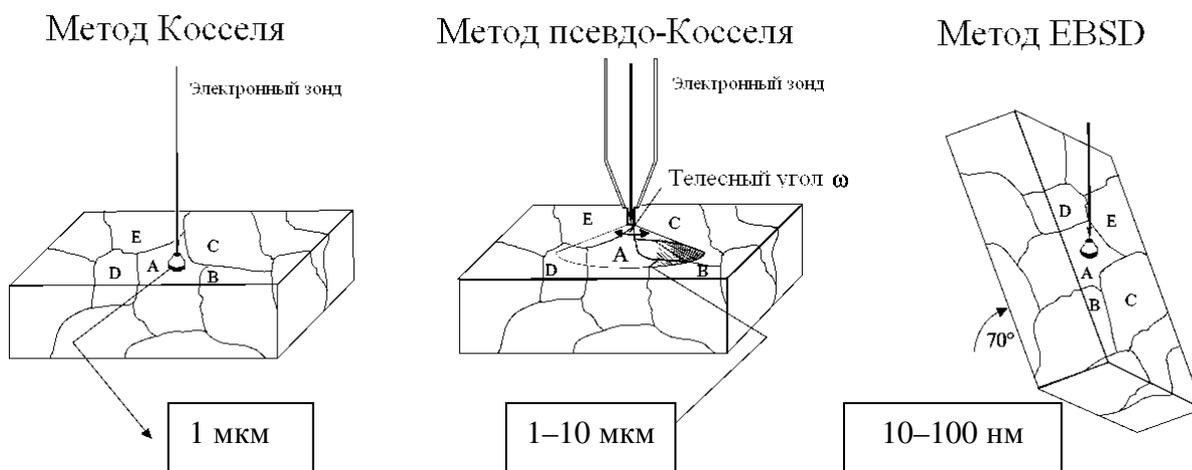


Рис. 2. Схема локальных кристаллографических методов исследования.

**Сравнительные характеристики
методов локального кристаллографического анализа**

Параметры и область применения	Метод Косселя	Метод псевдо-Косселя	Метод EBSD
Построение карт ориентаций и текстурный анализ			***
Карта распознавания фаз			++
Рисунок качественного картирования			+++
Точное определение постоянных решётки: $\Delta a/a \approx 10^{-5}$	***	++	
Точное определение ориентаций кристаллов: ± 0.05	+++	++	+
Определение кристаллической структуры	+++	++	
Определение симметрии, например, тетрагональных искажений		++	
Обнаружение мест дефектов кристалла	+	***	
Оценка плотности дислокаций: $10^6-10^{10} \text{ см}^{-2}$	++	+	
Обнаружение механических напряжений и деформаций	+++	+	
Определение стехиометрии кристалла	++	+	
Определение коэффициента расширения	+++	+	
Определение концентрации химических элементов	++		
Наблюдение новых фаз и фазовых превращений в диапазоне высоких и низких температур	++	+	+
Различие полярных плоскостей в несимметричных кристаллах	+++		+
Измерение остаточных напряжений в микродиапазоне	+++	+	

Примечание. *** – основная область применения; +++ – отлично; ++ – хорошо; + – возможно.

В докладе демонстрируются разнообразные примеры применения этих методов для исследования минералов земного и внеземного происхождения, в том числе и при регистрации новых минералов.

Работа выполнена при поддержке гранта ФЦП Кадры № P1154 NK-605P.

Литература

Däbritz S., Langer E., Hauffe W. Kossel and pseudo Kossel CCD pattern in comparison with electron backscattering diffraction diagrams Appl. Surf. Sci. 179, 38 (2001).