

Szemcsehatárok geometriai jellemzése a TEM-ben

Lábár János



Szemcsehatárok geometriai jellemzése

- Rácsok relatív orientációja
 - Coincidence Site Lattice (CSL)
 - O-lattice
- Határ közelítése síkkal
- Határsík orientációja és PCSD
- Rácsok (atomok) relatív eltolása
- Eltérés az egzakt CSL szögtől (diszlokációk miatt)
- Vonatkoztatási rendszer az orientáció megadásához
 - Egyik szemcse
 - Labor rendszer
 - Megmunkálási irányok (RD /TD /ND)

- (Forgatási) mátrix formalizmus orientáció leírására
 - Könnyű kombinálni más (pl. szimmetria) műveletekkel
- Tengely és szög az orientáció (-eltérés) megadására
 - Egy-egy értelmű megfeleltetés
- Euler-szögek
- Szimmetria-ekvivalens megoldások
- **Határsík normálisa (és a körüli elforgatás) a két szomszédos szemcsében**
 - Előnyös klasszifikáláshoz
 - Tilt / twist komponens
 - Twist / symmetrical tilt / asymmetrical tilt/ (general) CSL



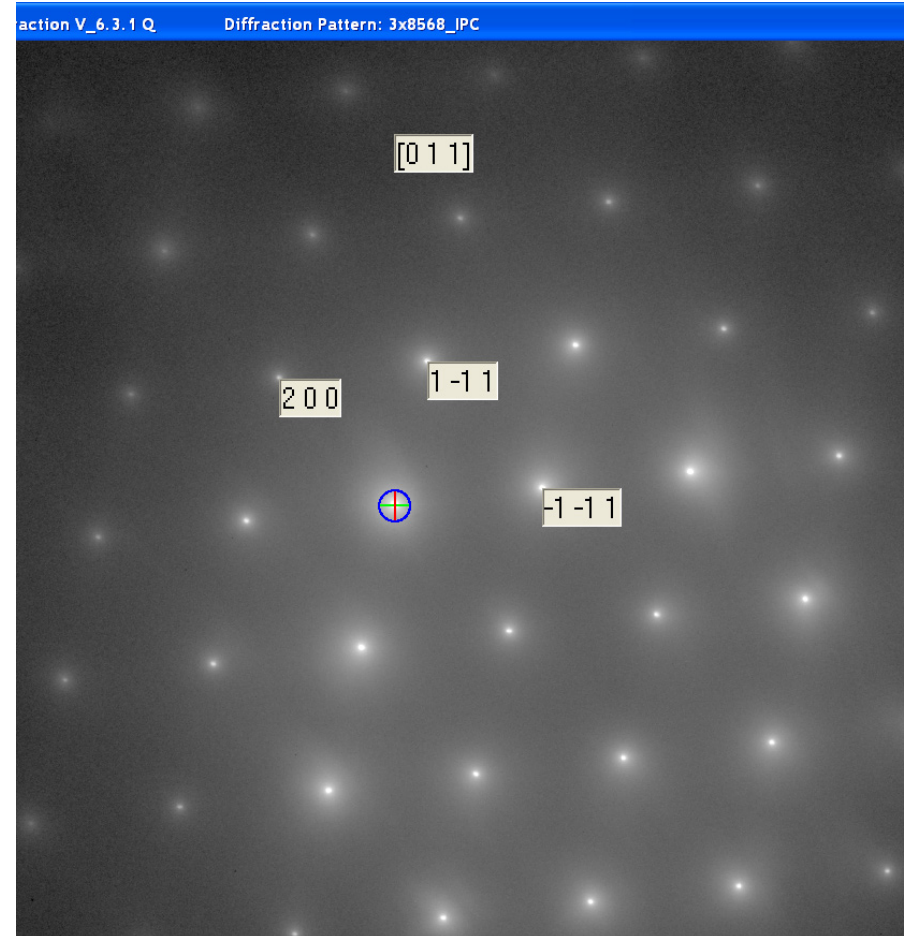
Szemcsehatárok geometriai jellemzése

- Azonos (kübös) szerkezet
 - Ha nem köbös, transzformáljuk a leírást
 - Orientációs mátrix: $\underline{\underline{O}}_i$
Labor rendszerhez képest
- Eltérő orientáció
 - Térbeli forgatás tengelye
 - Térbeli forgatás szöge
- Határfelület iránya
 - Sík (legalább lokálisan)
 - Kristálytani iránya mindkét szemcsében
- Orientáció-eltérés (misorientation) mátrix köbös leírásban
$$\underline{\underline{M}} = \underline{\underline{O}}_2 * \underline{\underline{O}}_1^{-1}$$
- Forgatás tengelye és szöge az orientáció-eltérés mátrixából
- Határsík meghatározása külön feladat

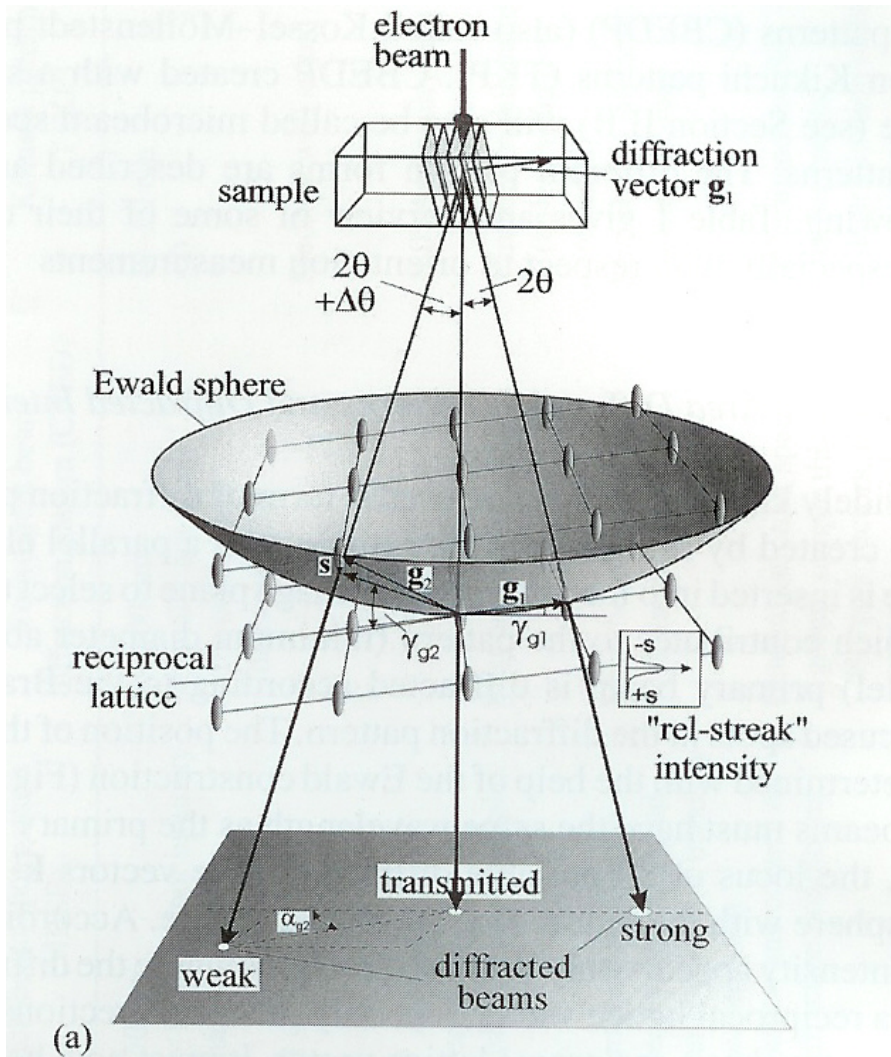


Orientáció meghatározás elektron diffrakcióból

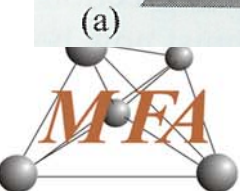
- A diffrakció indexelésével azonosítom a reciprokrács vektorok irányát és a zóna irányát.
⇒ Megadhatom az ekvivalens valós irányokat
- Miért nem elég pontos ez SAED esetén?



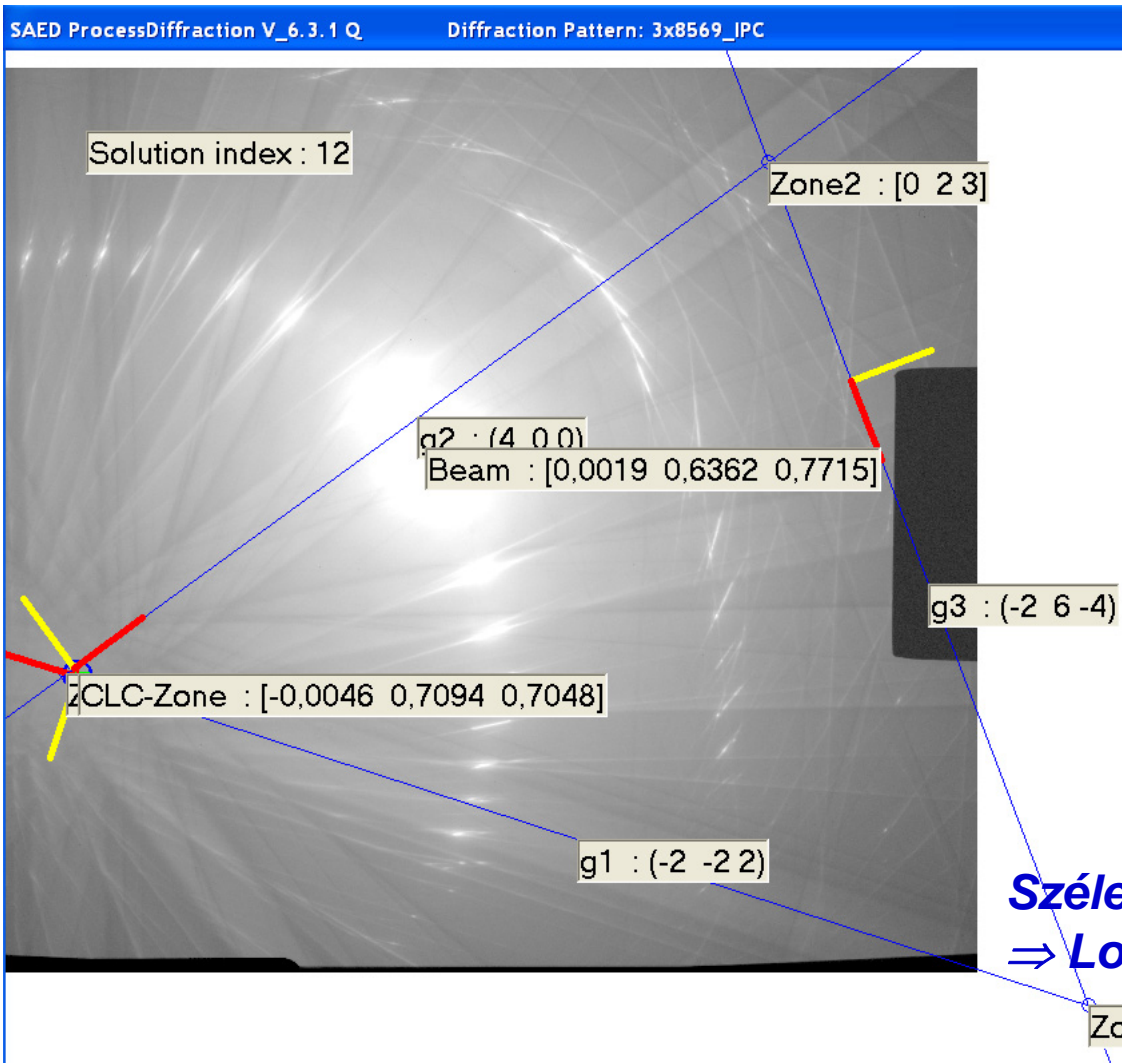
Az orientáció bizonytalansága SAED esetén



- A rácsbotok hossza változik a vastagsággal is
- Az orientáció bizonytalansága több $^\circ$ -ot is elérhet
- Nem pontos zóna irányban felvett ábrák esetén még nagyobb bizonytalanság



Megoldás: Kikuchi ábrák indexelése CBED felvételeken



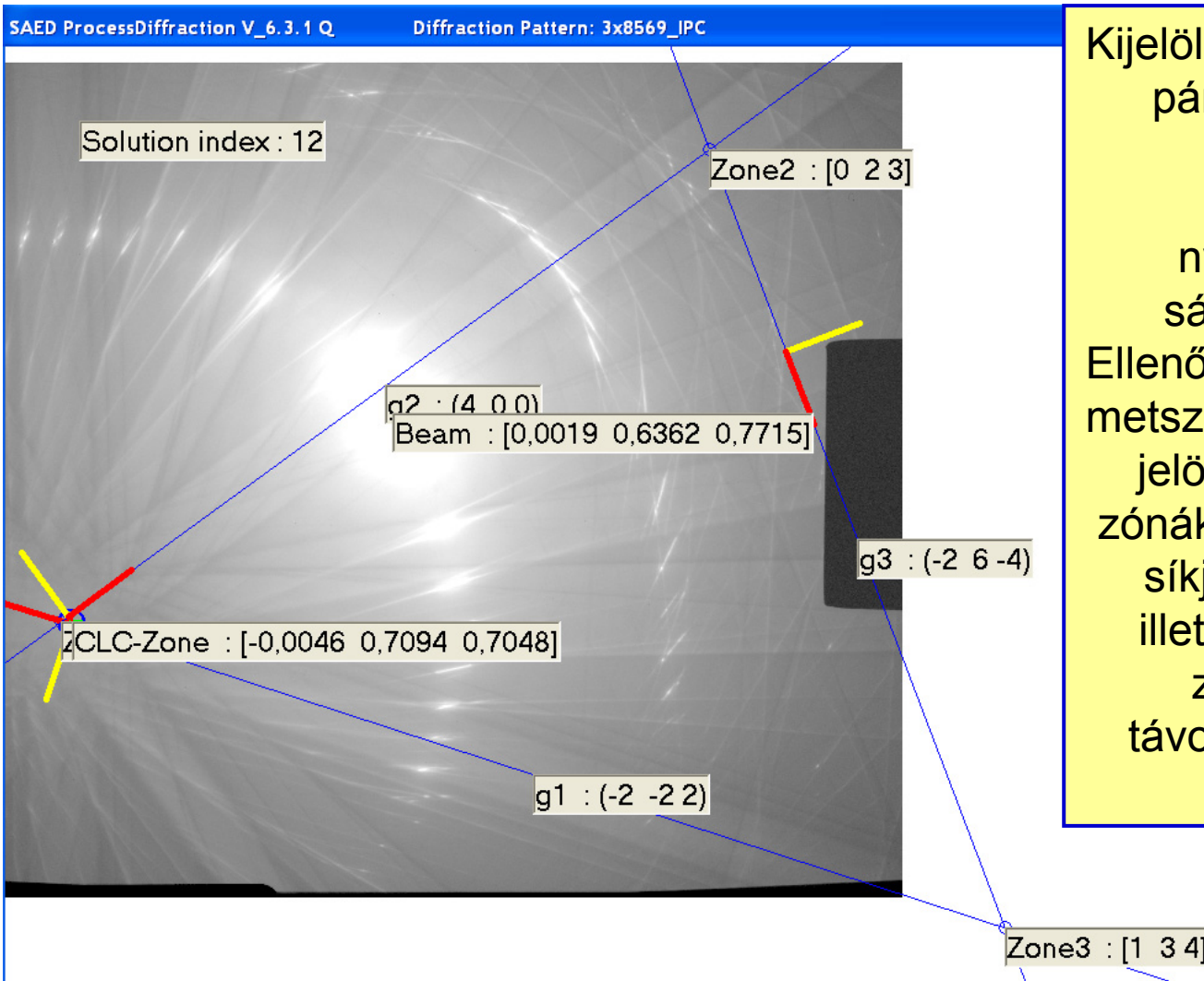
Az ábra Bragg-reflexiókat (rugalmas szórás), valamint Kikuchi-vonalakat (rugalmatlan és rugalmas szórás) és Kikuchi-sávokat (rugalmatlan és rugalmas szórás + abszorpció) tartalmaz.

A Kikuchi-ábrák geometriája a gnomonikus vetítés alapján modellezhető

Széles dinamikus tartomány
⇒ **Logaritmikus intenzitás skála**



Kikuchi ábrák indexelésének lépései



Kijelölünk 3 sávot (vagy vonalpárt) amik háromszöget alkotnak. A sávok középvonala a sík nyomvonalát adja. A sáv szélesség = d -érték. Ellenőrizzük a síkok szögeit. A metszéspontok 3 zónatengelyt jelölnek ki. Ellenőrizzük a zónák szögeit. A megfigyelés síkjára merőleges irányt, illetve a sugár irányát e 3 zónatengelytől mért távolságaiból (=szögeiből) határozzuk meg.



Kristály-rendszerben mért mennyiségek

Solution index : 11

Zone2 : [1 1 3]

g2 : (2 -2 0)

g3 : (-2 8 -2)

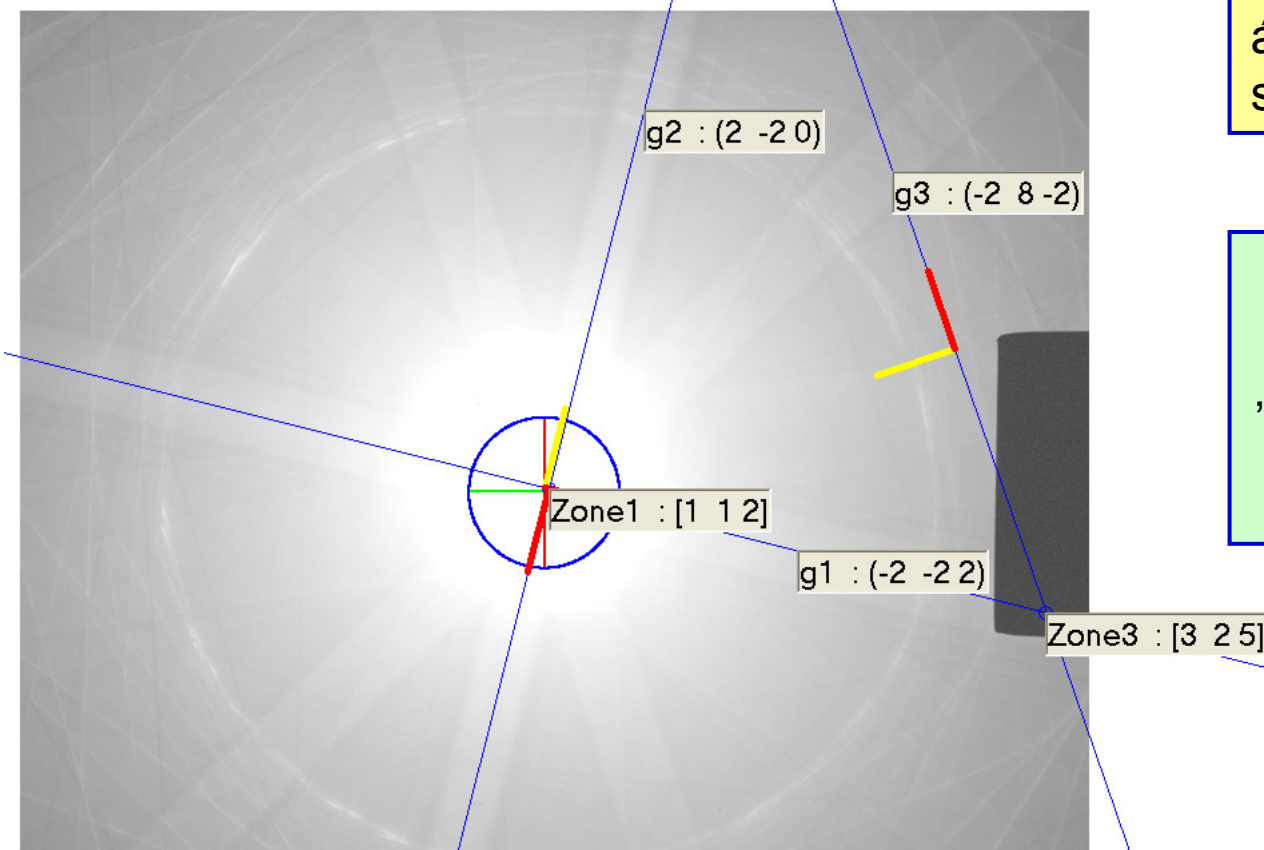
Zone1 : [1 1 2]

g1 : (-2 -2 2)

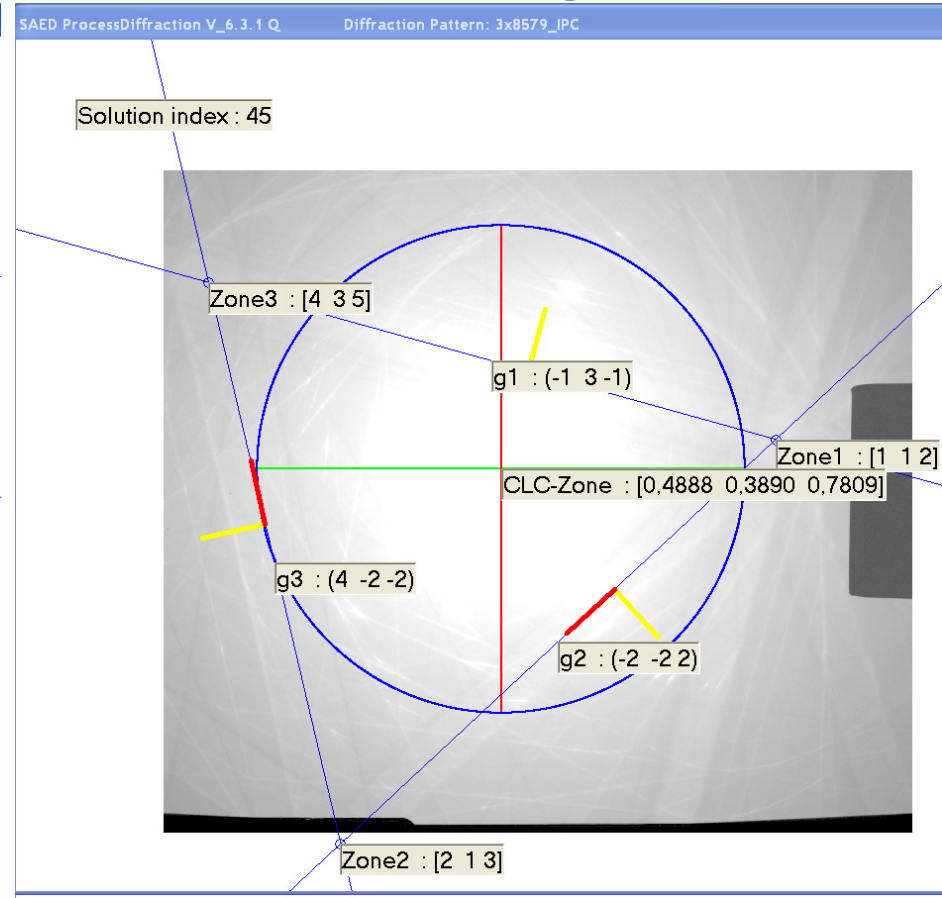
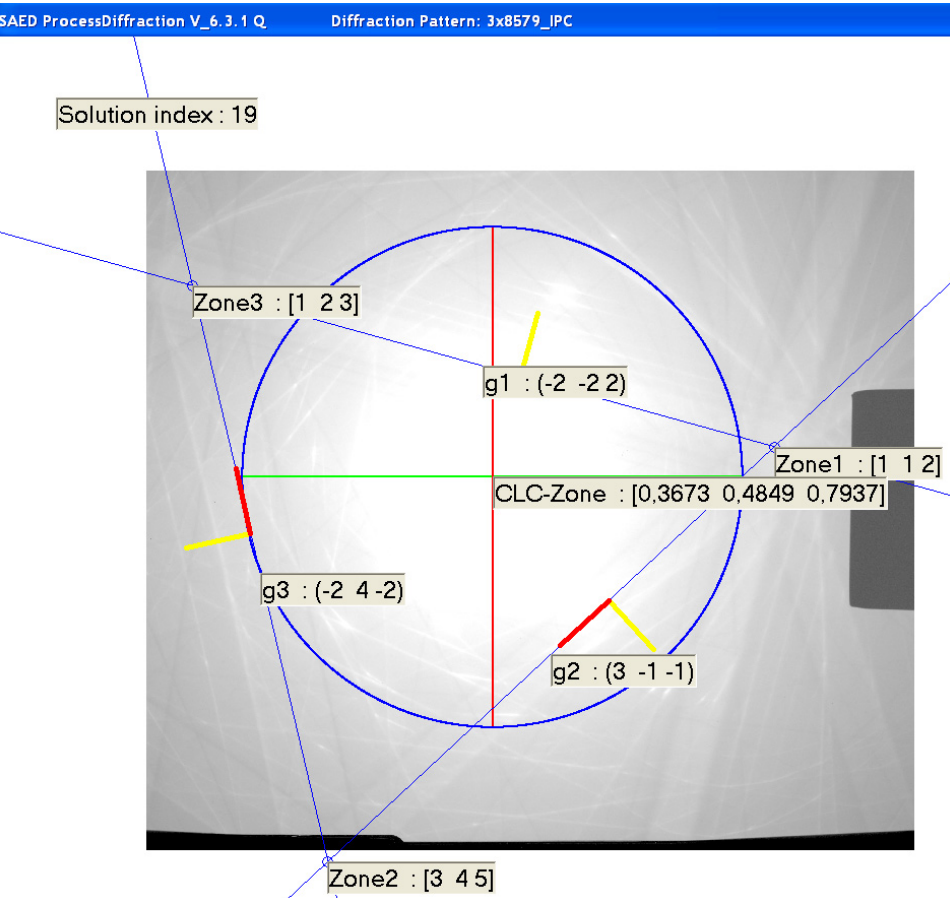
Zone3 : [3 2 5]

- Sugár irány, ábra síkja
- Síkok nyomvonalai
- Síkok hajlásszöge az ábra síkjához (illetve a sugár irányához) képest

Pontosan zóna irányban felvett ábrán nehéz „háromszögelni”, de a fenti mennyiségek szintén származtathatók.



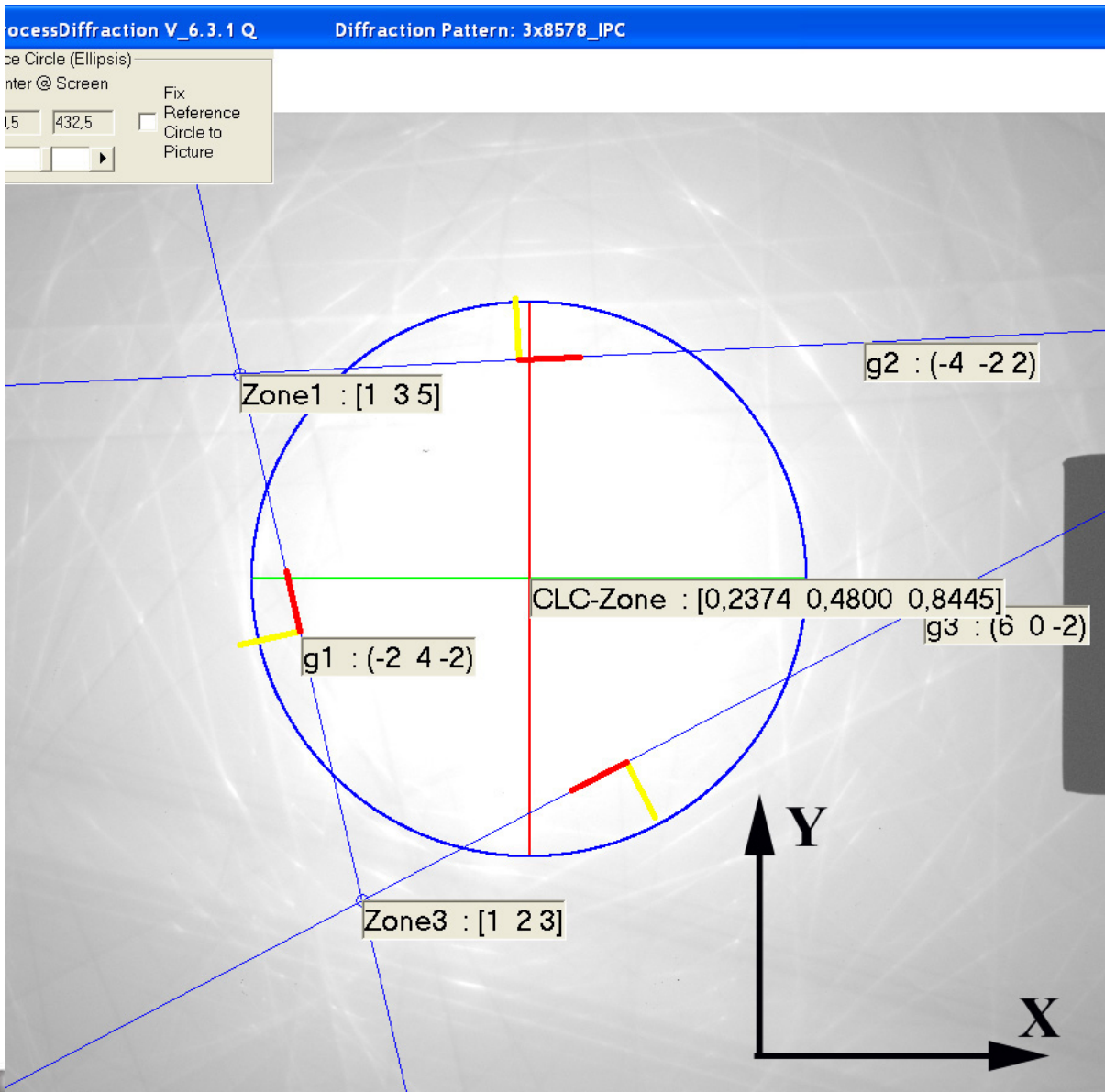
Indexelési hibák lehetősége



A téves azonosítás oka: $\{222\}$ és $\{311\}$ d-értékei 4,5%-on belül megegyeznek, a kísérleti adatokhoz szabott tolerancián belül vannak, miközben a mért mennyiségek alapján a körüljárás iránya nem változott.



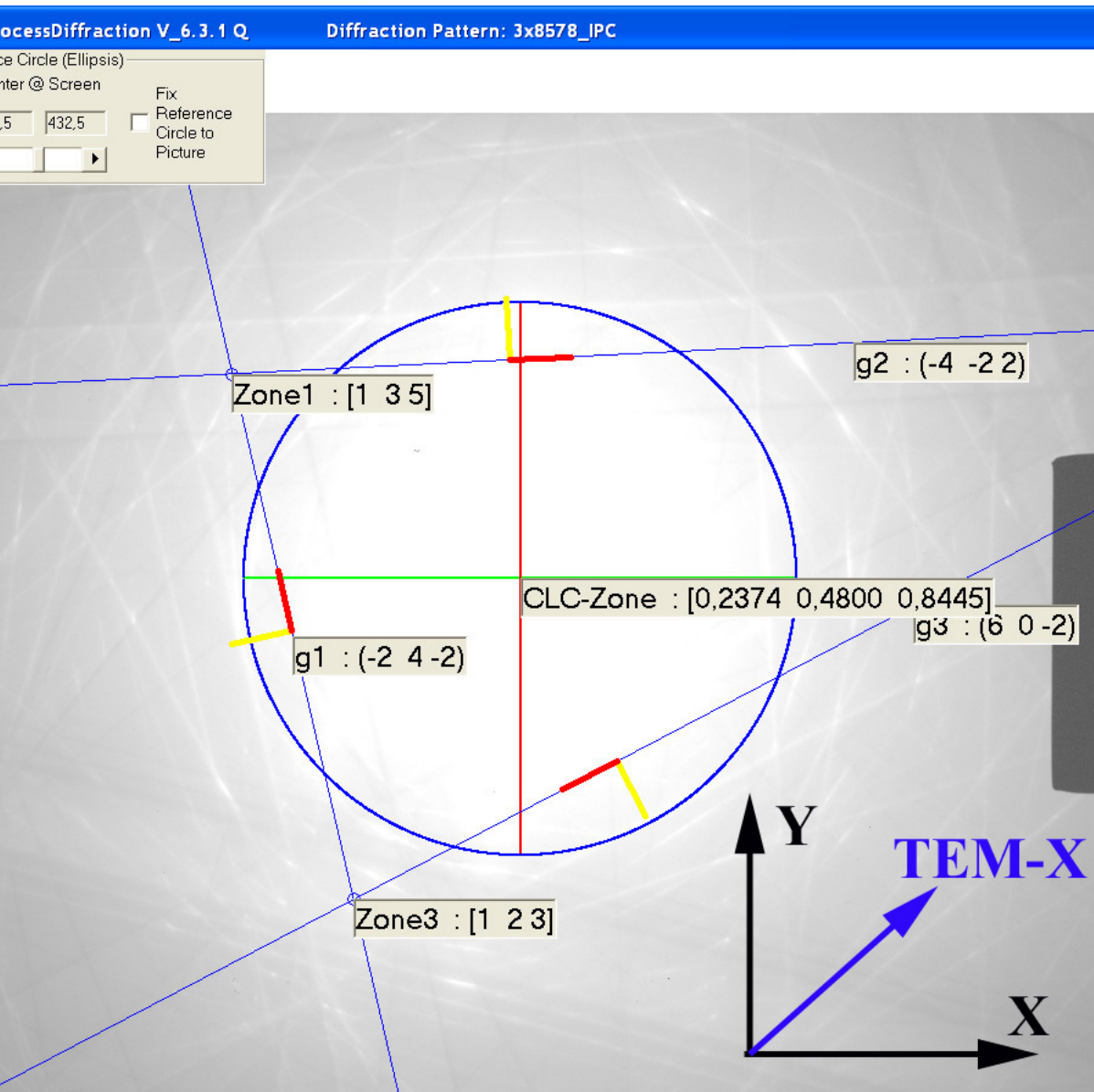
Transzformálás a diffrakciós ábra rendszerébe



Az ábrán mérjük az egyes nyomvonalaknak az ábra X-, és Y-irányával bezárt szögét

A nyomvonalak kristályrendszerbeli koordinátáihoz megkeressük, az adott szöget bezáró irányokat.

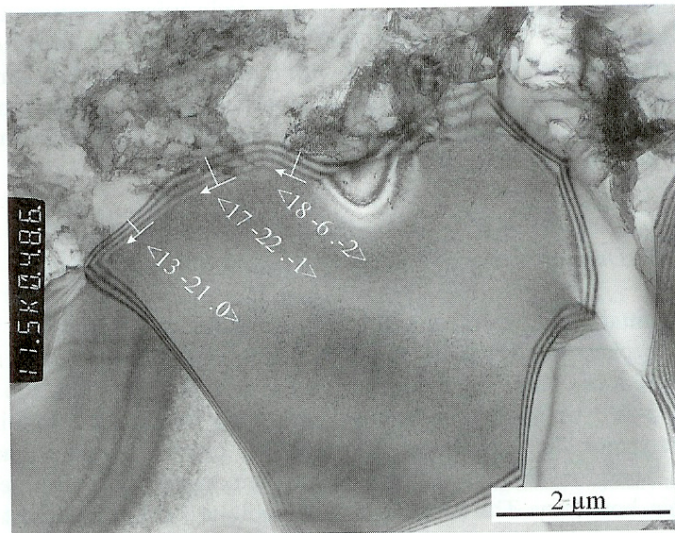
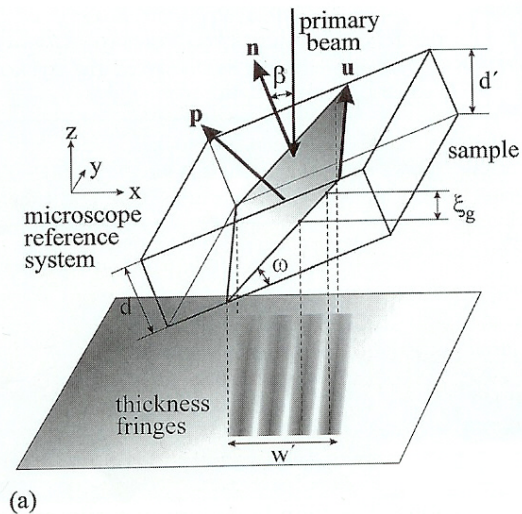
Transzformálás a mintatartó és a minta rendszerébe



A nagyítás függvényében **kalibrált elforgatás** adja a mintatartó síkjában érvényes TEM-X és TEM-Y irányokat. Ennek alapján kapjuk a **GB sík nyomvonalának** irányát is.

A goniométer feljegyzett döntéseiből kapjuk az alaphelyzetben álló mintatartóban érvényes irányok, illetve a kristálybeli irányok kapcsolatát.

A minta pontos preparálása, illetve behelyezése biztosíthatja a minta fizikai rendszerébe transzformálást (RD, TD, ND)



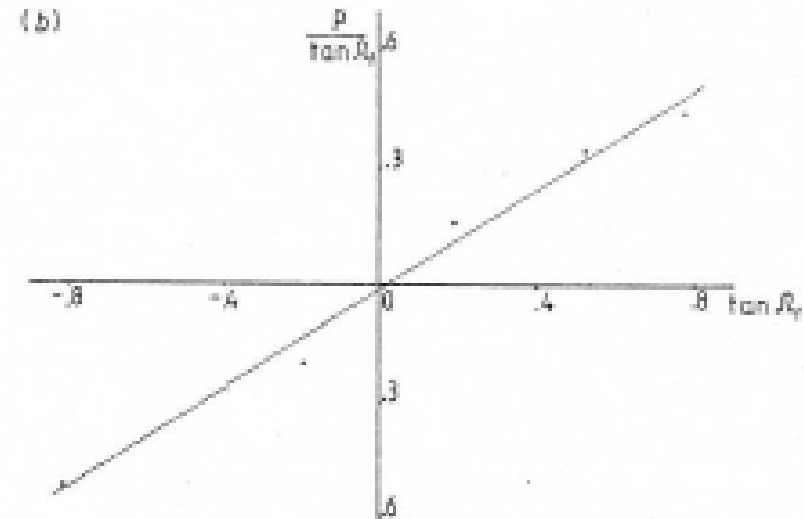
(b)

FIGURE 15. Determination of specimen thickness and crystallographic grain boundary plane.

(a) Sketch of the geometric setup. (b) Crystal in titanium excited under two-beam conditions with $g = (01-10)$ showing strong grain boundary fringes. Sample tilt: 4° (x -axis) 1.6° (y -axis). Number of thickness fringes: 3. Extinction distance $\xi_{(01-10)} = 94$ nm. Therefore, a thickness of about 330 nm and a grain boundary inclination of $\pm 55^\circ$ is determined. From the inclination angle and the crystal direction along the arrow a boundary plane of either $(hki) = (10-11)$ or $(-10-12)$ for the most left position marked in the image is calculated. The distinction between both has to be made with a further tilt experiment.

Szemcsehatár sík orientációjának meghatározása

- Vastagságmérés 2-sugaras CBED-ből
- Látszólagos (vetített) szélesség mérése a döntési szög függvényében
- Felületi normális meghatározása
- Sík nyomvonalának (felülettel metszésvonalának) meghatározása



Előzmények, saját programunk pillanatnyi állapota

SEM, EBSED: jól kidolgozott / szűk dinamikus tartomány, egyenletes háttér, széles szögtartomány / Hough-transzformáció

TEM: széles dinamikus tartomány, meredeken változó háttér, szűk szögtartomány

TEM Kikuchi modellezésre pl.:

- Young, Lytton (1972)
- Morawiec, ..., (1999), (2003)


TEM Kikuchi feldolgozás:

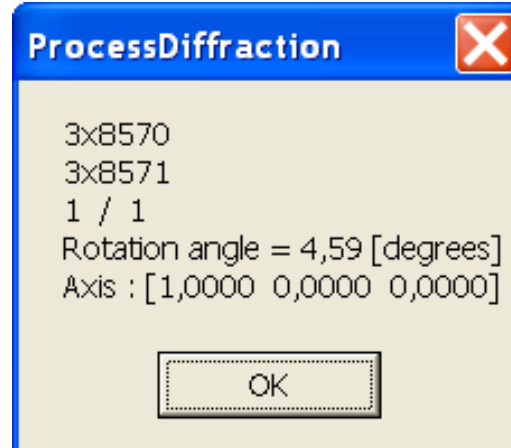
- Zaefferer (2002)

Összefoglaló:

- Randle könyvei

Saját program (*ProcessDiffraction*)

- Kézi vonal kijelölés 
- A diffrakciós ábra rendszerében adja meg az orientációs adatokat (\Rightarrow azonos kamera hosszú felvételek hasonlíthatók össze)
- Az eltárolt orientációs mátrixokból számolja a „disorientációt”, azaz a legkisebb forgatási szöget, a hozzá tartozó forgástengellyel.
- Vonal irányát meghatározza a kristály rendszerében



Valódi döntés:

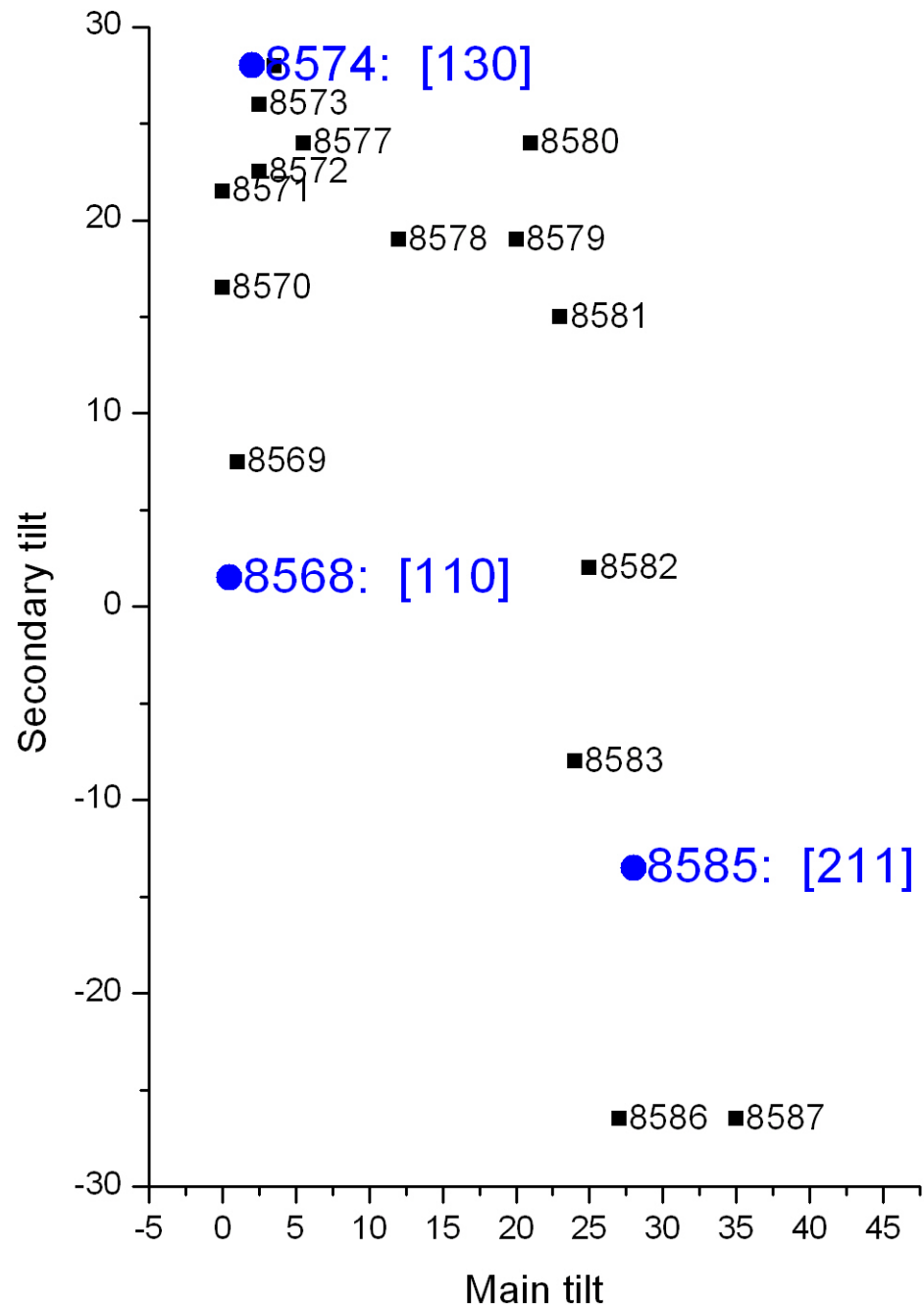
5,0° az
[1 0 0] körül



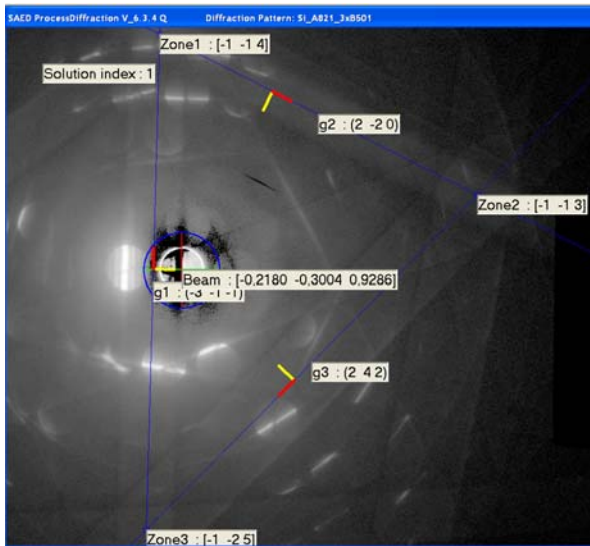
Teszt mérések

- Egykristály mintát döntöttünk különböző irányokba
- A kapott CBED ábrák orientációját meghatároztuk a Kikuchi-sávokból
- Páronként kiértékeltek, mintha két szemcsén vettük volna fel
- A meghatározott szögeltérést összehasonlítottuk a goniométer állásokból számolt szög különbségekkel.

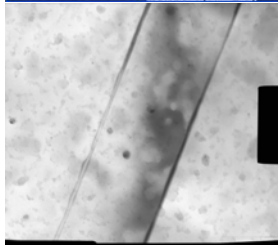
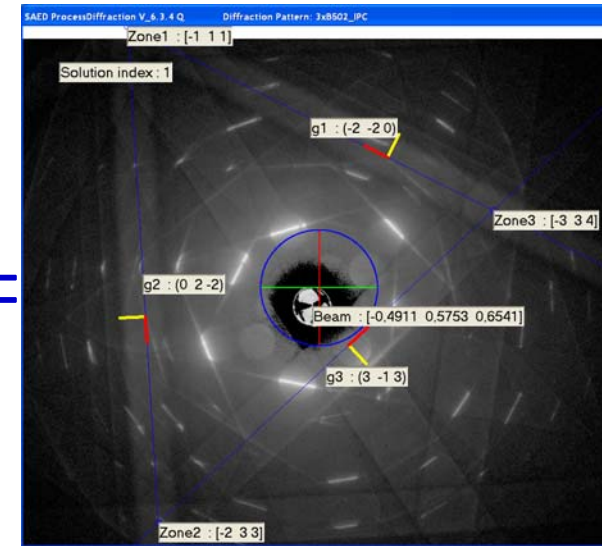
Jó egyezés \Rightarrow
Alkalmazások +
tovább fejlesztés



Példa: Si – Orientáció különbség



Rotation Axis	Rotation angle
<110>	70.4
<110>	109.3
<111>	60
<111>	180
<210>	180
<311>	145.6



Rotation Axis	Rotation angle	Sigma	Ref. [page#]
<110>	70.53	3	142
<110>	109.47	3	142
<111>	60.00	3	142
<111>	180.00	3	142
<210>	131.81	3	142
<211>	180.00	3	142
<311>	146.44	3	142

Irodalomból ismert [Chadwick]:

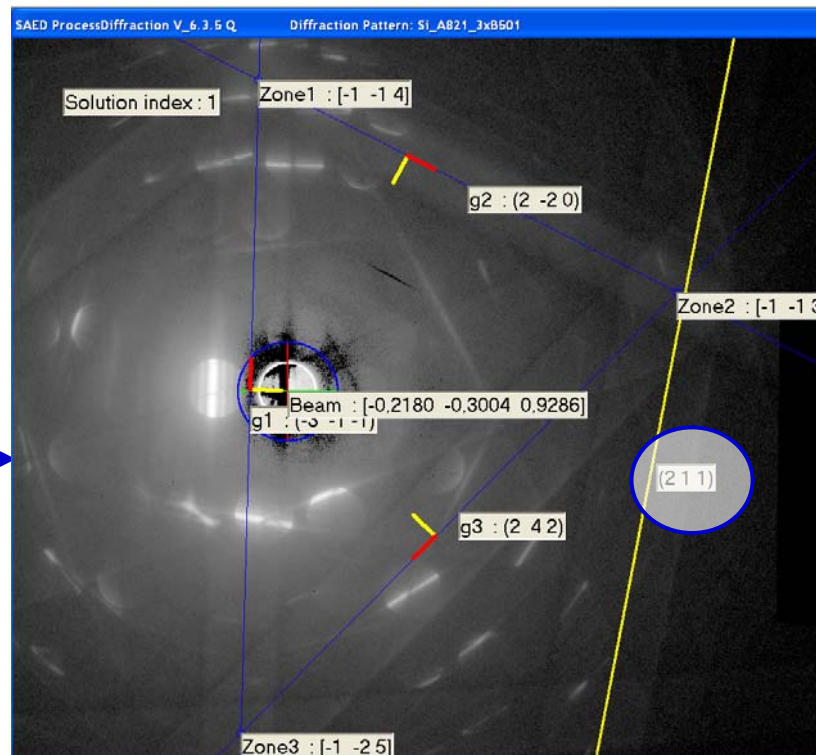
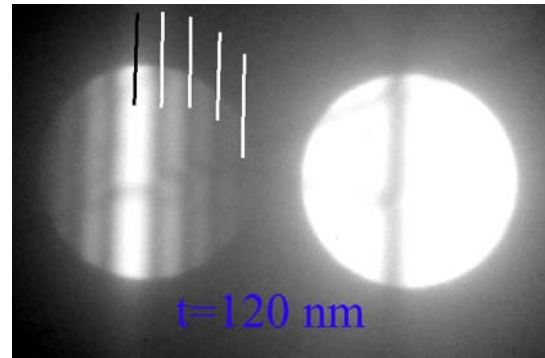
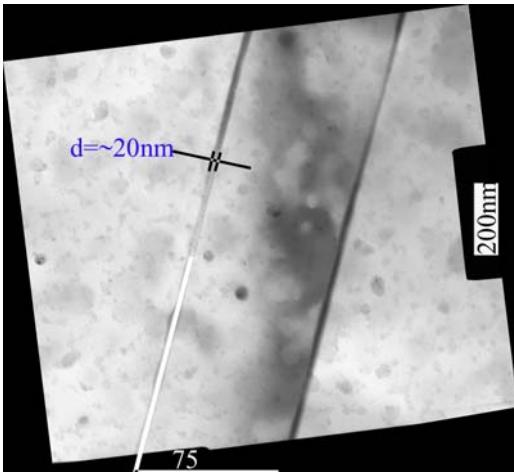
Az összes megoldás helyes, ekvivalens



Példa: Si – Szemcsehatár sík

A keresett sík a sugártól $\cong 9^\circ$ dőléssel található

\Rightarrow A diffrakción a keresett sík nyomvonala ilyen távol halad a sugár képétől



A szemcsehatár képe a diffrakció forgatásával korigált irányban

\Rightarrow A diffrakción ilyen irányú lesz a keresett sík nyomvonala

A szemcsehatár sík indexe: $N_1 = (2\ 1\ 1)$



Köszönöm a figyelmet



Határsík normálisa (és a körüli elforgatás) a két szomszédos szemcsében

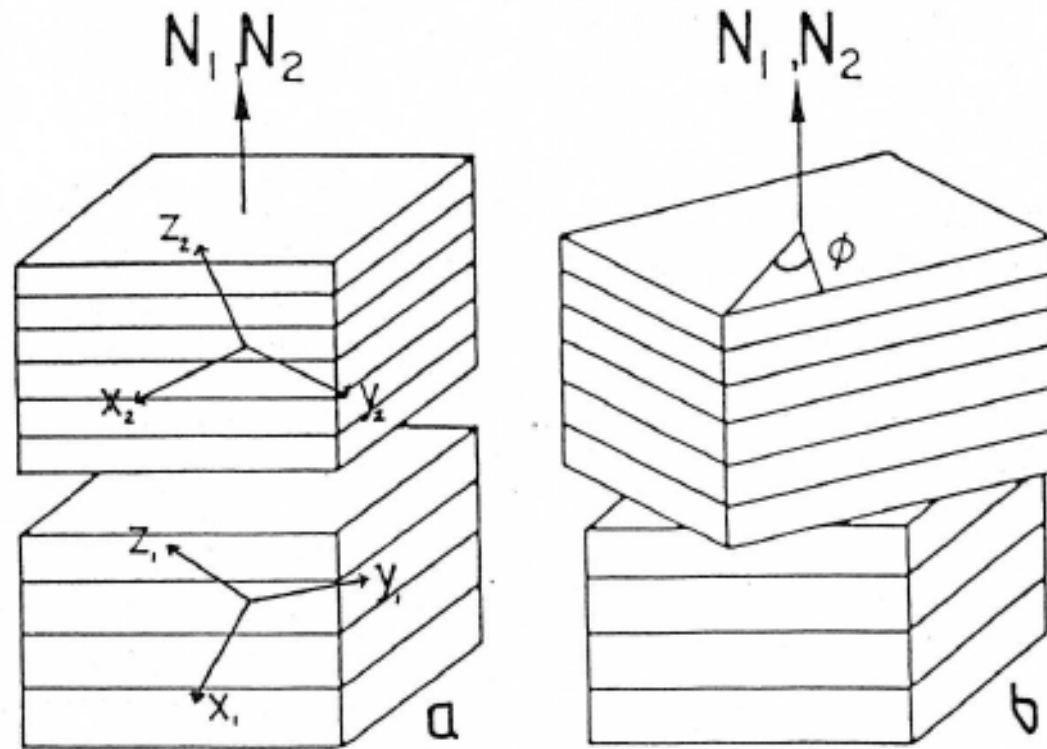
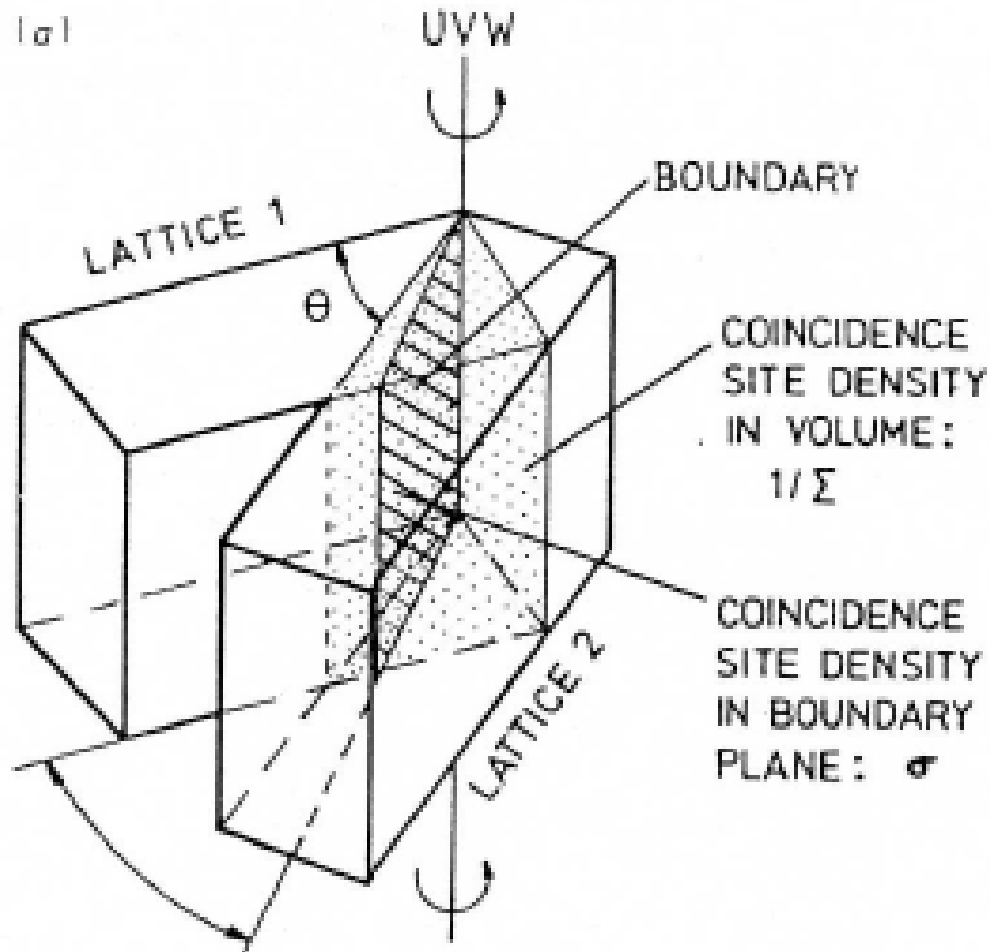


Figure 2.1 Schematic illustration of the lattice planes, with normals N_1 and N_2 , either side of a GB between grains 1 and 2. In (b) the planes are related by a twist angle ϕ , and in (a) $\phi = 0$. (Wolf and Lutsko, 1989).



Tengely és szög az orientáció (-eltérés) megadására



Rácsok (atomok) relatív eltolása

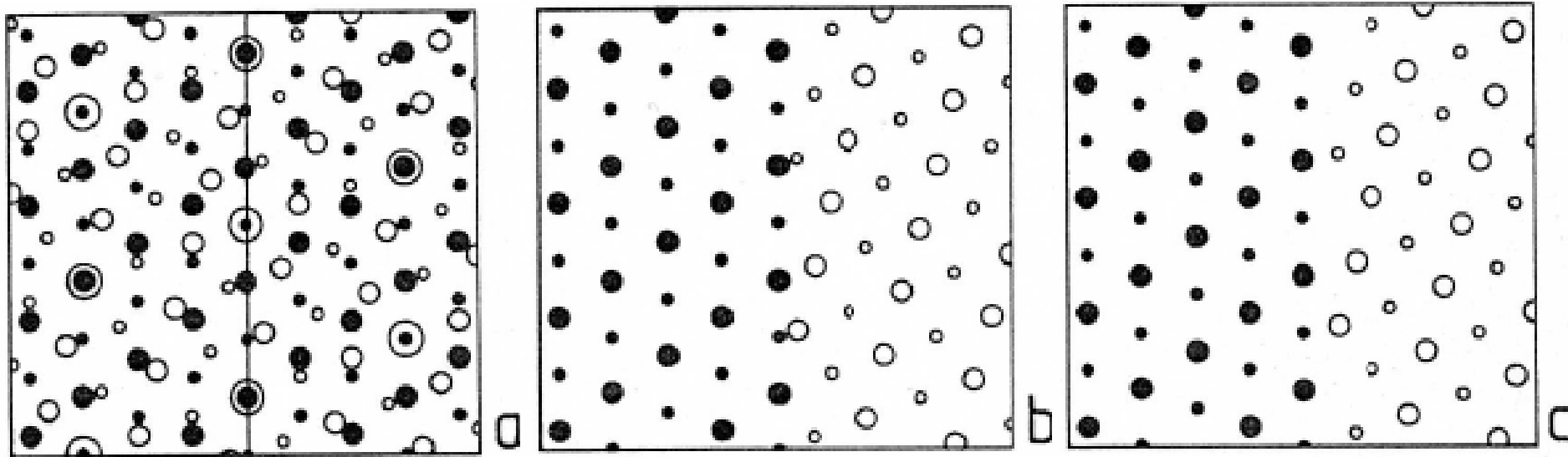


Figure 2.4 (a) Two interpenetrating lattices viewed along the axis of misorientation, 011 . Atoms from the left- and right-hand grains are denoted by black and white symbols respectively, and two atomic layers are distinguished by different sized symbols. (b) black and white atoms have been removed on opposite sides of the GB. (c) rigid body translation at the GB. Courtesy of K. L. Merkle (Merkle, 1989).



Euler-szögek

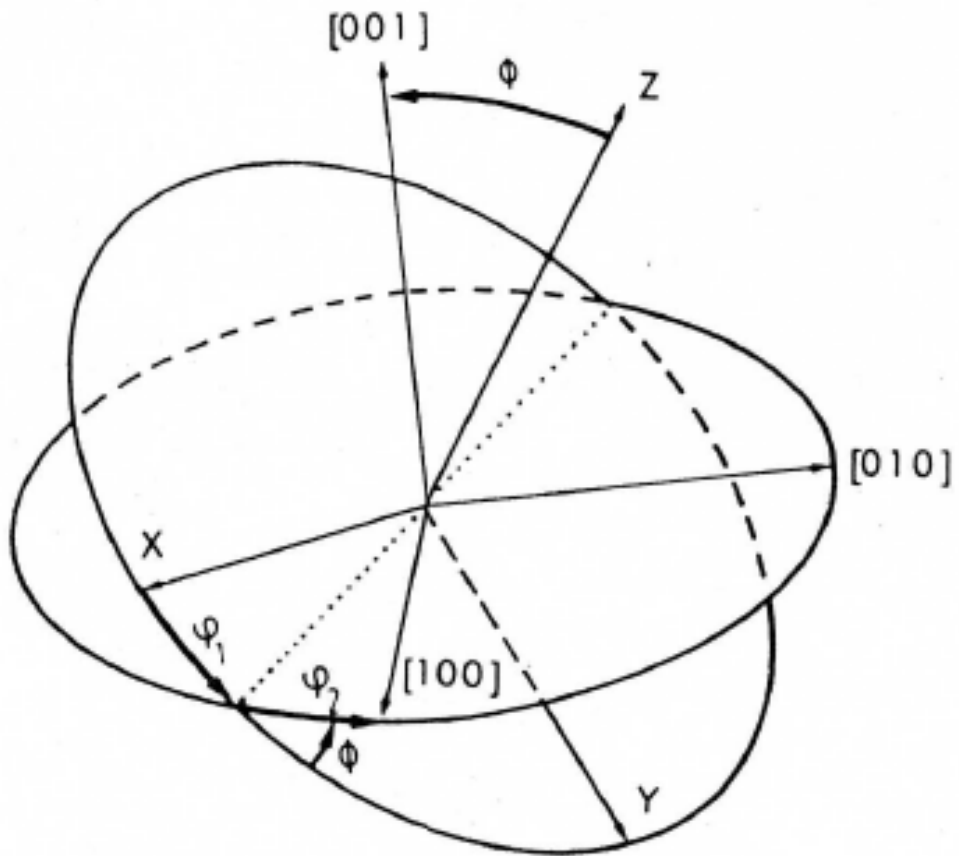


Figure 2.7 Definition of the Euler angles, $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$, which describe the rotation between two sets of axes, here denoted as XYZ and $001, 010, 100$. (Adams *et al*, 1987)



Szemcsehatár síkja: N_1 , N_2

A szemcsehatár síkját felületi normálisával (rendre N_1 , illetve N_2 a két szomszédos kristályban) adjuk meg.

A második kristályt az elsőből egy (M mátrixszal leírt) $[U, V, W]$ tengely körüli τ forgatással kapjuk.

$$\Rightarrow N_2 = M \cdot N_1$$

Példa: $\Sigma 39$, ami leírható az $[123]$ tengely körüli $50,13^\circ$ forgatással.

\Rightarrow Ha $N_1 = [1 \ -5 \ -1]$, akkor $N_2 = [1 \ -1 \ -1]$.

\Rightarrow A két vektort egy koordináta rendszerben ábrázoljuk.



Tilt / twist komponensre bontás

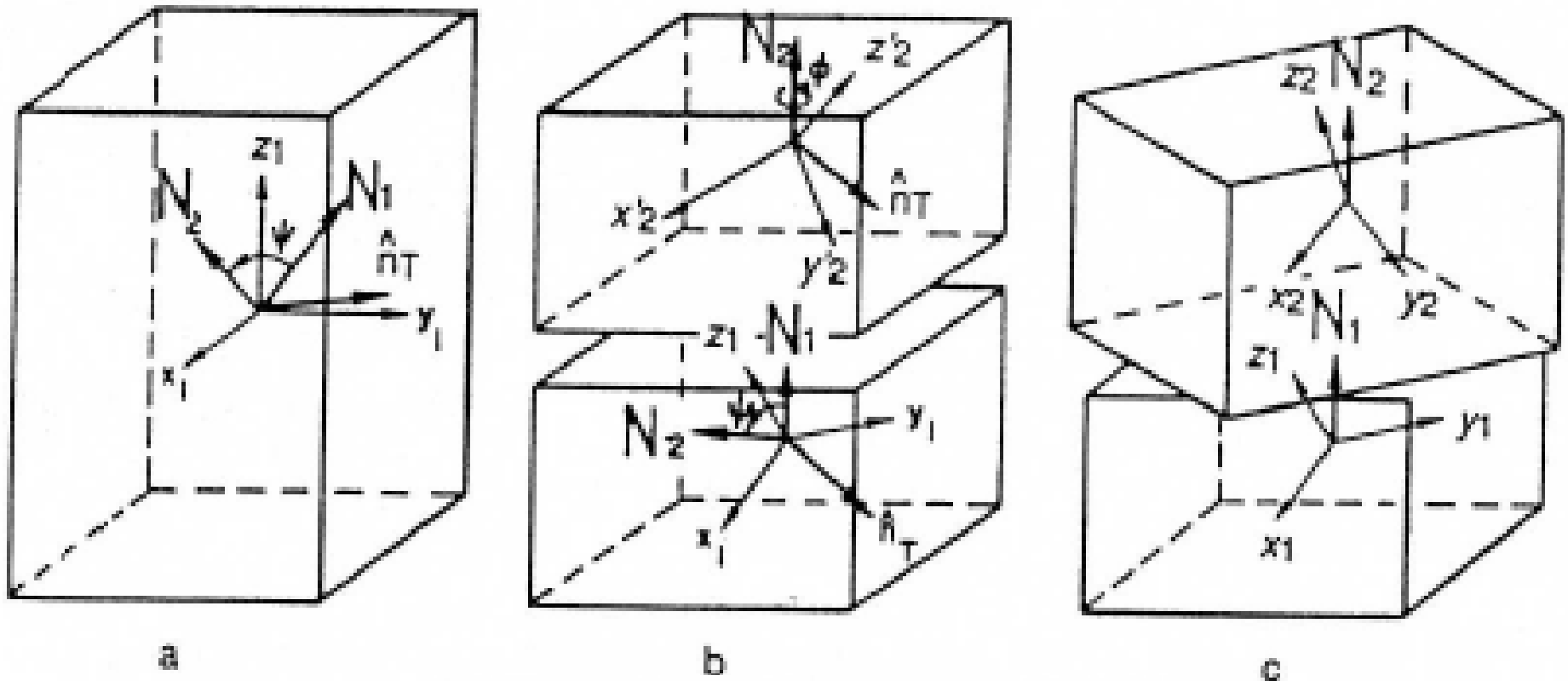


Figure 2.9 Sequence showing the specification of a general GB as a tilt rotation followed by a twist rotation. (a) shows a block of material with axes x_1, y_1, z_1 containing a GB with plane normals N_1 and N_2 in each of the grains. A rotation through ψ about the tilt axis n_T aligns N_1 and N_2 parallel, as shown in which is shown in (c). (Wolf and Lutsko, 1989).



Coincidence Site Lattice (CSL)

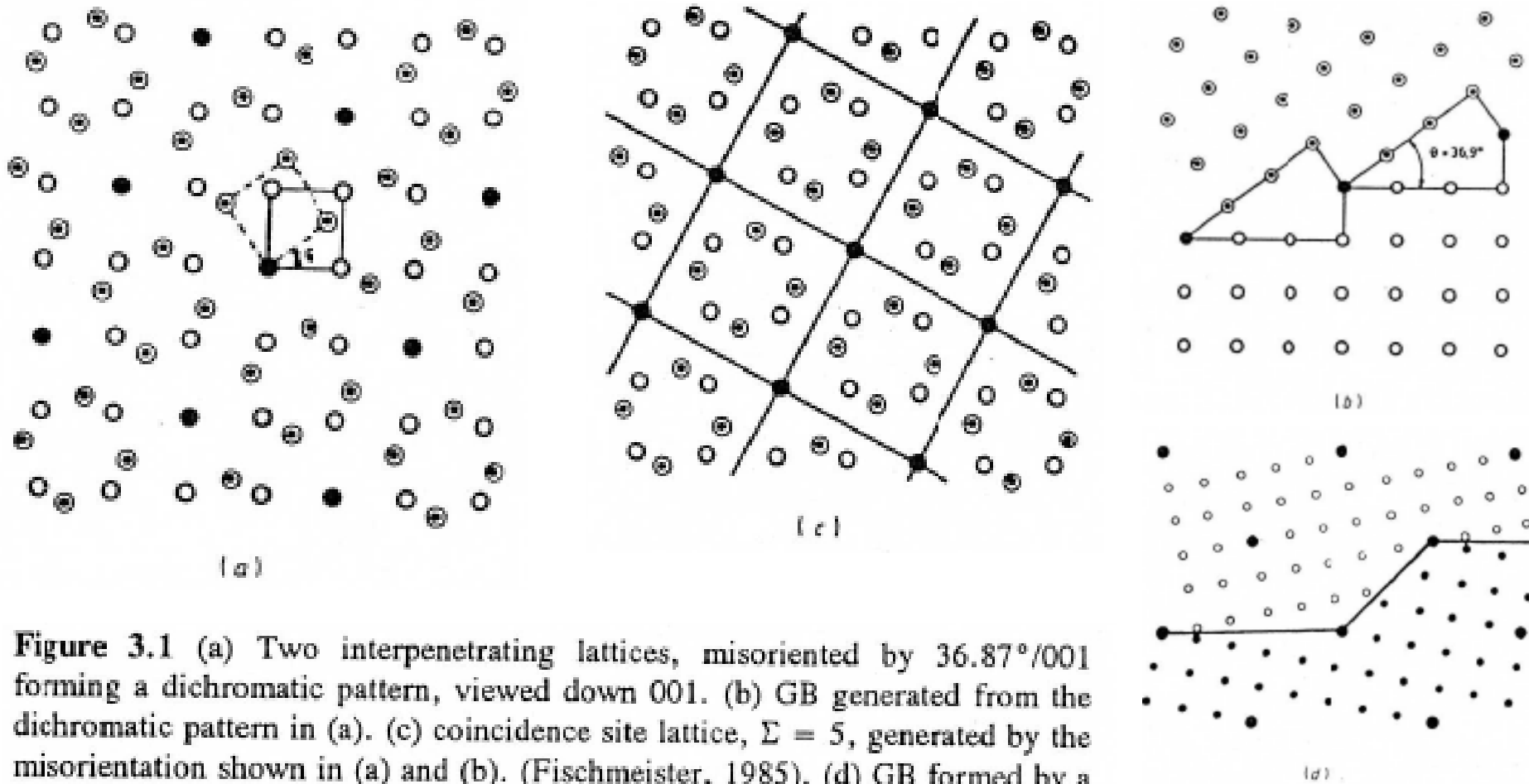


Figure 3.1 (a) Two interpenetrating lattices, misoriented by $36.87^\circ/001$ forming a dichromatic pattern, viewed down 001. (b) GB generated from the dichromatic pattern in (a). (c) coincidence site lattice, $\Sigma = 5$, generated by the misorientation shown in (a) and (b). (Fischmeister, 1985). (d) GB formed by a misorientation of $22.62^\circ/001$, which gives a CSL of $\Sigma = 13$. The coincidence sites are denoted by solid symbols throughout.



Határsík orientációja és PCSD

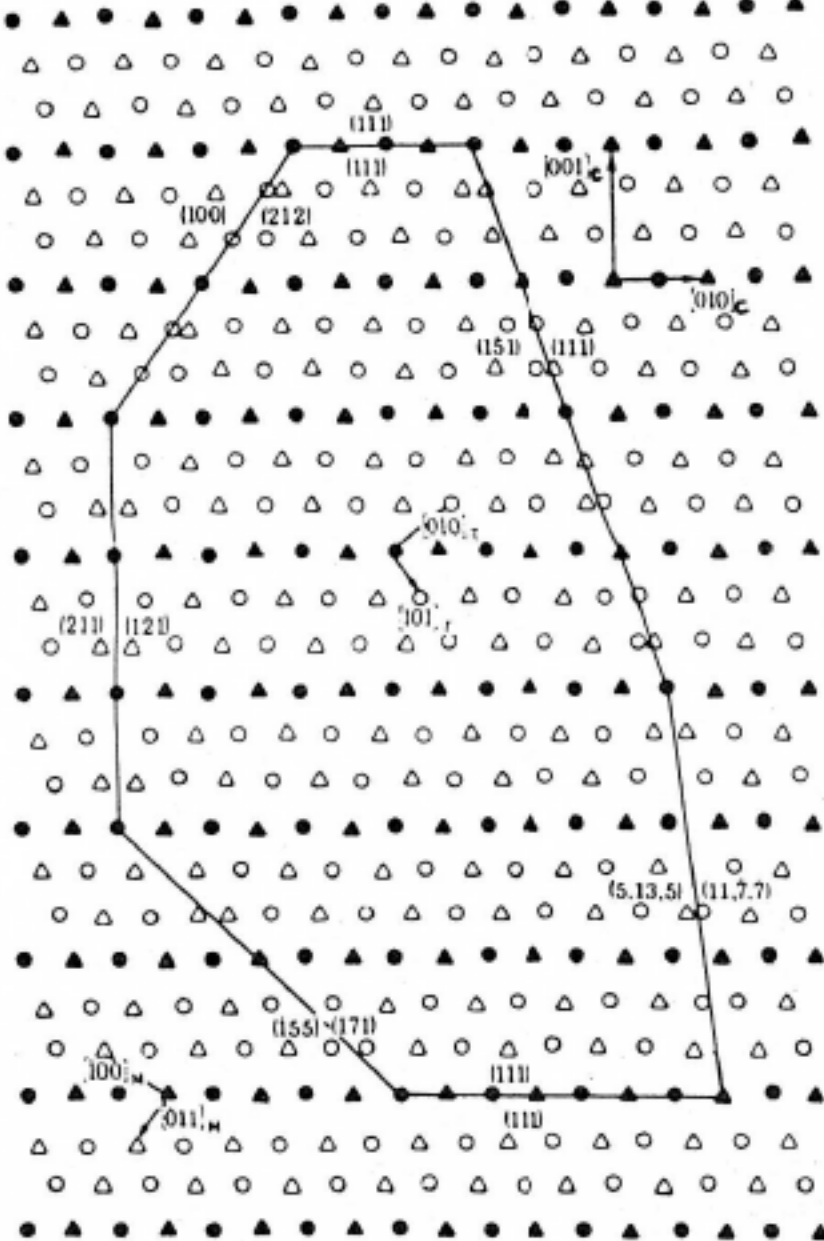


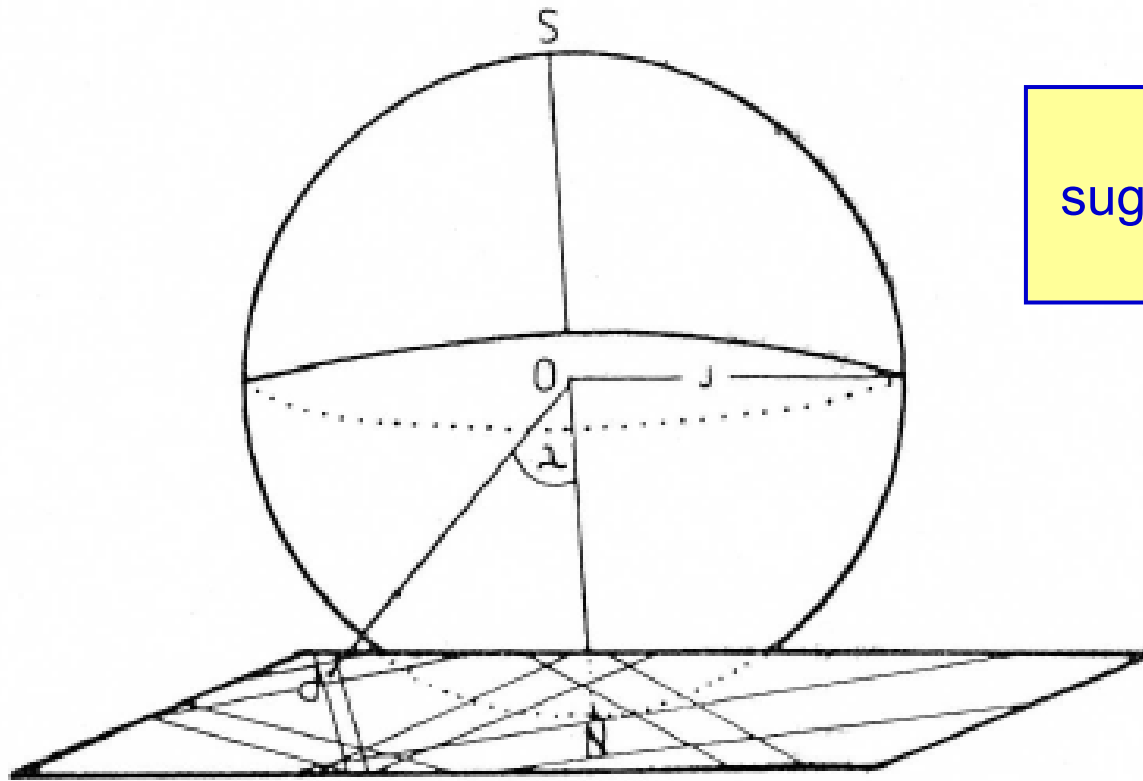
Figure 3.6 GBs in the $\Sigma = 3$ viewed along $01\bar{1}$. Triangles and circles represent different lattice layers and filled symbols represent coincidence sites. In two of the GBs every site is a coincidence site: these are the symmetrical twin GBs on 111 and 211 (Pond and Vitek, 1977).

Látható, hogy a két (virtuálisan) „egymásba hatoló” rácsot tetszőleges irányban álló sík-darabokkal (GB) különíthetjük el. A CSL sűrűség más és más lesz az egyes síkokon.

A sík CS sűrűsége (PCSD). Speciális síkok, iker síkok.



Gnomonikus vetítés



A megfigyelés síkját a sugár irányára merőleges sík adja.

Szűk szögtartományban a vonalak egyenesnek tűnnek. A kis szögek miatt az ábrán mért távolság szögnek felel meg. A középponttól távolodva torzítás.

Figure 4.3 Schematic illustration of the gnomonic projection. The point N represents the pattern centre and P is a pole in the diffraction pattern. The distance between P and the pattern centre is given by $r \tan \tau$.



Szimmetria-ekvivalens megoldások

Szimmetria-ekvivalens megoldások száma: $n = 1 + n_2 + 2n_3 + 3n_4 + 5n_6$

⇒ Köbös rendszerben **n=24**

Az ekvivalens orientációs mátrixok generálása:

$$\underline{\underline{O'}} = \underline{\underline{T}}_i * \underline{\underline{O}}$$

Mind a 24 orientációs mátrixhoz más tengely és szög tartozik.

Megállapodás szerint a legkisebb elforgatási szöget adó megoldással adjuk meg az orientáció eltérést („*Disorientation*”).

A köbös rendszer 24 T_i mátrixa:

1 0 0	$\bar{1}$ 0 0	0 0 $\bar{1}$	$\bar{1}$ 0 0	0 0 1	1 0 0
0 1 0	0 $\bar{1}$ 0	0 1 0	0 1 0	0 1 0	0 0 $\bar{1}$
0 0 1	0 0 $\bar{1}$	1 0 0	0 0 $\bar{1}$	$\bar{1}$ 0 0	0 1 0
1 0 0	1 0 0	0 $\bar{1}$ 0	$\bar{1}$ 0 0	0 1 0	0 0 1
0 1 0	0 0 1	1 0 0	0 $\bar{1}$ 0	$\bar{1}$ 0 0	1 0 0
0 0 1	0 1 0	0 0 1	0 0 1	0 0 1	0 1 0
0 1 0	0 0 $\bar{1}$	0 $\bar{1}$ 0	0 1 0	0 0 $\bar{1}$	0 0 1
0 0 1	$\bar{1}$ 0 0	0 0 1	0 0 $\bar{1}$	1 0 0	$\bar{1}$ 0 0
1 0 0	0 1 0	$\bar{1}$ 0 0	1 0 0	0 1 0	0 1 0
0 $\bar{1}$ 0	0 1 0	$\bar{1}$ 0 0	0 0 1	0 $\bar{1}$ 0	$\bar{1}$ 0 0
0 0 $\bar{1}$	1 0 0	0 0 1	0 1 0	1 0 0	0 0 $\bar{1}$
1 0 0	0 0 1	0 1 0	1 0 0	0 0 $\bar{1}$	0 1 0



Eltérés a pontos CSL szögtől

$$\delta = b/d \text{ (low angle)}$$

$$v_m = b/d \text{ (CSL)}$$

Ahol

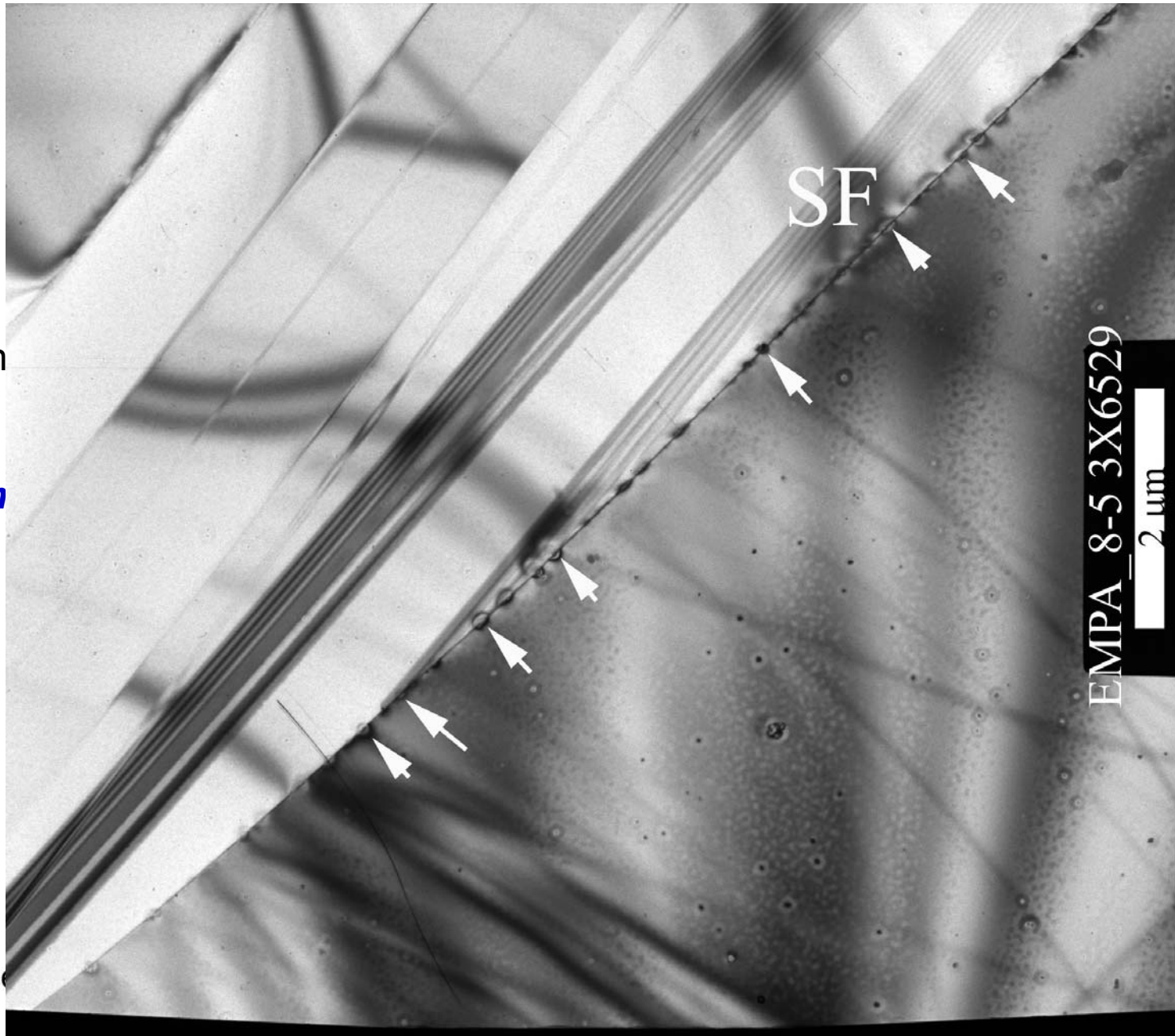
b: Burgers-vektor,
d: diszlokációk
távolsága a határon

Brandon-kritérium

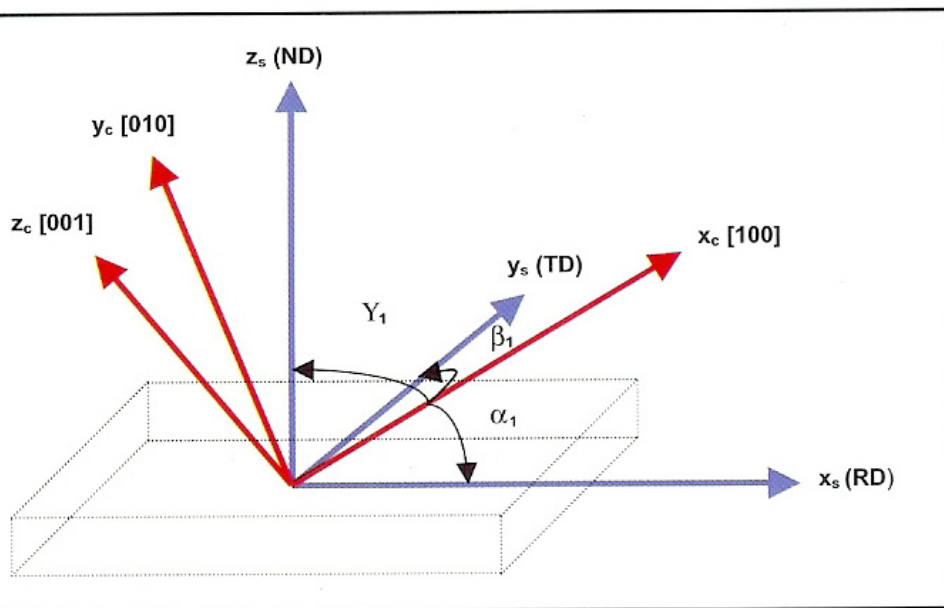
$$v_m = v_0 \cdot \sum^{-1/2}$$



Reso



Az orientációs (forgatási) mátrix definíciója



$$\mathbf{G} = \begin{pmatrix} \cos \alpha_1 & \cos \beta_1 & \cos \gamma_1 \\ \cos \alpha_2 & \cos \beta_2 & \cos \gamma_2 \\ \cos \alpha_3 & \cos \beta_3 & \cos \gamma_3 \end{pmatrix}$$

$$\mathbf{r}_c = \mathbf{G}\mathbf{r}_s$$

Figure 36: Relationship between crystal and sample coordinate systems. α_1 , β_1 and γ_1 are the angles between the crystal direction [100] and RD, TD and ND respectively.



Kézi vonal kijelölés

SAED ProcessDiffraction V_6.3.2 Q

Diffraction Pattern: Si_3x8577

