



Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
Operado pela ABTLuS para o CNPq / Ministério da Ciência e Tecnologia

Ministério da
Ciência e Tecnologia



Análise de EBSD no SEM-LV JSM 5900

Rotina básica de operação para um novo usuário. Para otimizar análise de suas amostras no EBSD, sinta-se livre para experimentar diferentes ajustes conforme você ganha experiência.

1 - Preparação da Amostra

- Cubra todo material isolante da amostra/embutimento com folha de papel alumínio (Al), fita adesiva de carbono (C) ou pintura condutora de prata (Ag);
- Assegure-se que o contato feito entre a superfície da amostra e o porta-amostras seja condutor. Sugestão para o contato: fita adesiva de carbono (C), pintura condutora de prata (Ag) ou fita adesiva metálica de cobre (Cu);
- Se estiver interessado em orientações cristalográficas absolutas e altamente precisas com respeito às marcas na superfície da amostra com erro de um grau (1°), monte um pedaço de silício (Si) junto da superfície e assegure-se que esteja o mais bem polido possível para servir de referência (procurar saber a direção do corte).

2 - Fazer o alinhamento padrão do SEM-LV

- Para a aquisição de imagens apenas, seja de elétrons secundários (SE) ou retroespalhado (BSE) o ideal é seguir as instruções do Manual de Operação do SEM-LV antes de inclinar a amostra para a realização da análise de EBSD;

3 - Inclinação da Amostra em 70° (setenta graus)

- Não reduzir a distância de trabalho (WD), mantê-la em $WD = 43\text{mm}$ para poder fazer a inclinação da amostra em $T = 70^\circ$ com maior liberdade. Utilizar o controle via software: STAGE $\rightarrow T = 70.00 \rightarrow GO$ (preferível) e deixar mouse em STOP. Ou com o controle manual - botão do painel de controle **T/Z** (joystick para direita \rightarrow sentido positivo de inclinação). **Sempre observar na câmera CCD ao inclinar a amostra;**
- Se a amostra for isolante coloque o SEM no modo Low Vacuum (LV). Acerte a pressão entre 10 e 30 Pa. Não é necessário a deposição de filme condutor (Au ou C) na superfície da amostra;

4 - Focalizando a superfície da Amostra

- Após inclinar a amostra em 70° , cuidadosamente alterar a WD para 23 – 27mm. Para isso, utilizar o comando **T/Z** no teclado do painel de controle do SEM subindo passo a passo o estágio e focando a amostra até atingir a WD desejada. **SEMPRE OBSERVAR A CÂMERA CCD PARA EVITAR QUE A AMOSTRA ATINJA OS DETECTORES;**
- Valores razoáveis para a realização da análise de EBSD são: **WD = 20 - 27mm** **Spot Size = 50** **Abertura da Objetiva = 3** (Mag. > 1000x) e **1** (Mag. < 500x)

5 - Fazer o alinhamento padrão do SEM-LV

- Procure centralizar o campo de visualização da amostra ou a região de interesse para análise. **A PARTIR DESTES PONTOS NÃO MOVA A AMOSTRA NO EIXO Y (RISCO DE ATINGIR ALGUM DETECTOR), MOVA APENAS NO EIXO-X**

6 - Inserir o Detector de EBSD

- Sempre observar o interior da câmara do SEM-LV com a CCD para observar a inserção da janela do detector de EBSD evitando para que não atinja a amostra. Para desbloquear os comandos de inserção do detector apertar o botão STOP.
- Depois apertar o botão IN e segurar o botão pressionado até que o detector se mova. **DEIXAR SEMPRE O DEDO PRÓXIMO DO BOTÃO STOP DE MODO A INTERROMPER A INSERÇÃO DO DETECTOR NO CASO DE EMERGÊNCIA.** Após o detector parar automaticamente (~ 114 mm), pressionar novamente o botão IN até que o detector alcance Pos. = 135,3 mm. Este é o curso final do detector.

7 - Abrindo o Programa FLAMENCO

- O software Flamenco é o que comanda a aquisição da análise de EBSD. Se o programa Flamenco não estiver na área de trabalho do computador, entrar em PROGRAMAS → CHANNEL5 → FLAMENCO

8 - Coletando e Eliminando o Ruído de Fundo (Background)

Ao observar o sinal das linhas de Kikuchi do EBSD, lembrar de **desligar a câmera CCD** (carrega o detector) A partir deste ponto deve-se cumprir a seqüência de janelas:

IMAGING → SETUP → AUTOMATIC

8.1 – Feito o alinhamento do feixe (Wobbler, Astigmatismo e Foco), em IMAGING ajustar a Magnificação desejada no microscópio na região da amostra a ser analisada.

8.2 – Magnificação suficiente (> 150x) para a visualização de vários grãos cristalinos (orientação cristalográfica) ou da(s) fase(s) de interesse (identificação de fases). Para fazer a aquisição da imagem de MEV clicar na tela com linhas horizontais.

8.3 – Decida o nível de **BINNING** (Velocidade x Exatidão) na janela SETUP

- **2 x 2:** para o trabalho manual de identificação de fases;
- **4 x 4:** bom compromisso e é o valor tipicamente utilizado;
- **8 x 8:** superfast para o mapeamento de alta velocidade ou no caso de estruturas cúbicas fortemente difratadas em metais.

8.4 – Escolher o nível de **GAIN** (Ganho): **Low** (mais lento) para um BINNING de 8 x 8 e **High** (maior velocidade) para BINNINGS de 4 x 4 ou 2 x 2.

8.5 – Ajustar o tempo de exposição da CCD (detector de EBSD)

- Desabilitar: "In-software Image Enhancement" (remoção do ruído de fundo);

- Olhar na imagem “crua” da câmera (sem a redução do background) na janela “EBSP Live” e ajustar o brilho com o controle “Timing per Frame” (tempo de exposição por quadro);
- Encontrar o tempo ideal (ms) no limite onde não há a saturação da câmera (Figura 1.a), representada por uma mancha branca no centro inferior da câmera (Figura 1.b).



Figura 1 – Padrão de EBSD **(a)** com ruído de fundo (“background”) na condição ideal (sem saturação) e **(b)** saturado com uma mancha branca (“timing per frame” alto).

- Habilitar: “In-software Image Enhancement”;
- No modo padrão seleciona-se as opções “Both” e “Divide”;
- Ajustar “Smoothing Radius” em 9 (para 8 x 8), em 18 (para 4 x 4) e 36 (para 2 x 2);
- Ativar o modo “Dynamic Contrast”;
- Clicar na tela “Acquire New Background” com um ponto branco no meio (Fig. 2).

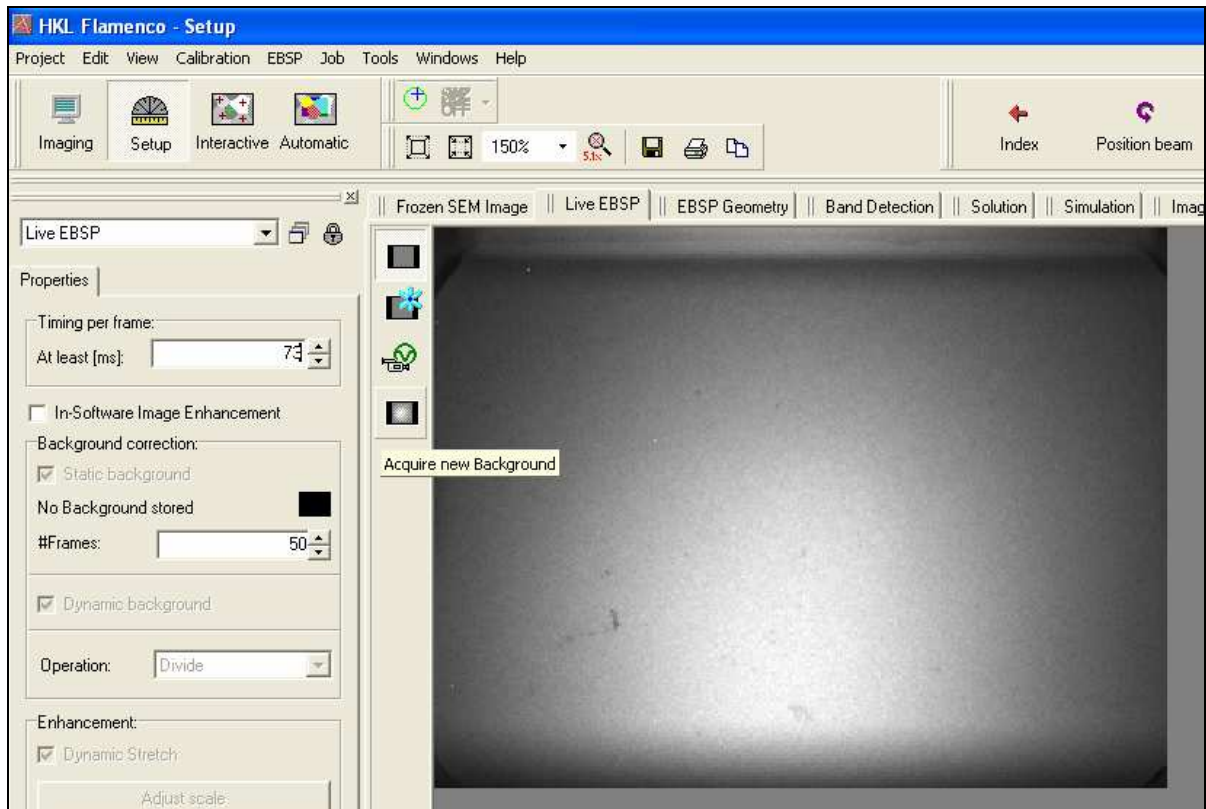


Figura 2 – Tela para “setup” das condições de aquisição dos padrões de EBSD e remoção do ruído de fundo (“background”).

9 - Verificando a Qualidade do Padrão de EBSD

9.1 – Adquirir uma imagem da amostra na região de interesse para a análise. Deixar no MEV no modo de varredura rápida (Scan 2);

- Entrar em VIEW → MATCH UNITS e escolher as fases cristalinas pela busca através dos elementos que compõem a fase (Fe, Fe₃C) ou nome (ferrite, cementite). Adicionar apenas as fases que já foram identificadas no material (ex: DRX).
- Máximo número de refletores: 35 – 40;

9.2 – Ativar o modo ponto da sonda (“Spot Mode”), clicar em torno do centro da imagem da amostra enquanto se vê a imagem da câmera em “Live EBSP”;

- Se a qualidade da imagem for pobre, as causas prováveis são: qualidade da superfície da amostra ruim, estrutura muito deformada ou amorfa, recobrimento muito grosso, ou corrente insuficiente para superar o espalhamento no modo LV;
- Pode-se verificar a qualidade da superfície no modo imagem quanto à presença de riscos ou deformações inerentes à preparação de amostras).

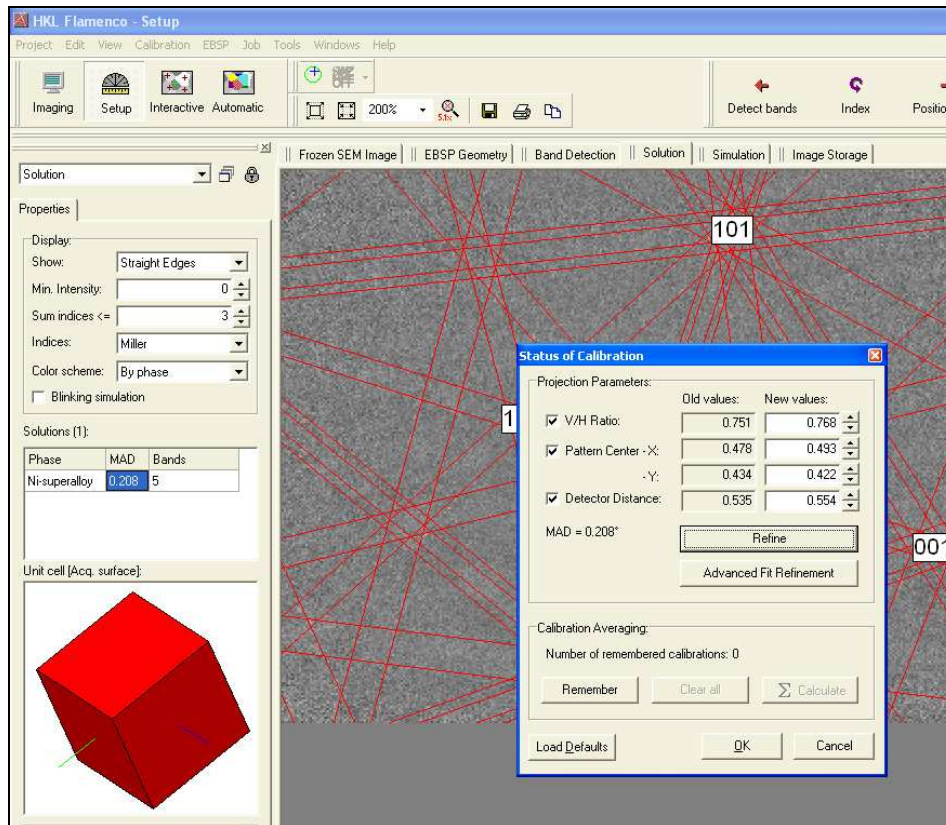


Figura 2 – Tela para “setup” das condições de aquisição dos padrões de EBSD e remoção do ruído de fundo (“background”).

10 - Verificando a Calibração do EBSD

- 10.1 – Carregar o arquivo de calibração mais próximo possível da WD que está sendo utilizada (posição do detector). Entrar em EDIT → CALIBRATION;
- 10.2 – Mova o feixe perto do centro da imagem até obter um padrão de EBSD com boa qualidade (linhas de Kikuchi bem definidas);
- 10.3 – Utilizar o parâmetro “Frame Averaging” = 5 ou 6;
- 10.4 – Abrir o quadro “Cycle Control” e ir clicando em ⇌ . Em “EBSP Geometry” selecionar a área com a definição das linhas de Kikuchi otimizadas (melhor definidas).
- 10.5 – Utilizar no máximo 5 ou 6 bandas, mínimo de 4 ou 5 para estruturas cúbicas, máximo de 8 ou 7 para fases (estruturas) de baixa simetria.
- 10.6 – Em “Hough Space” selecionar uma “Resolution” de 60 (boa definição) ou 50 (valor razoável).
- 10.7 – No quadro “Solutions” verificar se o valor de MAD (relacionado à probabilidade da fase identificada) está entre 0,3 – 0,5 (quanto menor o valor, melhor). Se estiver > 0,5 a indexação não está sendo boa.
- 10.8 – Na opção “Noise Reduction” utilizar um valor de ~ 10 frames.

11 - Refinando a Calibração do EBSD

- 11.1 – Na barra de ferramentas vá até o item “Calibration” e em “Projection Parameters” clicar algumas vezes até o valor de MAD estabilizar (não diminui mais);
- 11.2 – Somente aceitar o refinamento (OK) se o padrão visualmente simulado combinar perfeitamente (o mais próximo possível) com o padrão real do EBSD e o MAD for $< 0,5$
- 11.3 – Verifique a calibração (diversos padrões) em todo o campo de vista da imagem (grãos ou fases diferentes). Para isso, use a posição do feixe para indexação dentro do círculo de controle. Salvar em CALIBRATION → SAVE AS (o nome pode ser “today”);
- 11.4 – Atentar para o ponto (Spot) não esteja incidindo em um contorno de grãos (CG) ou em alguma interface, pois nesses pontos é natural que o MAD ~ 1 .

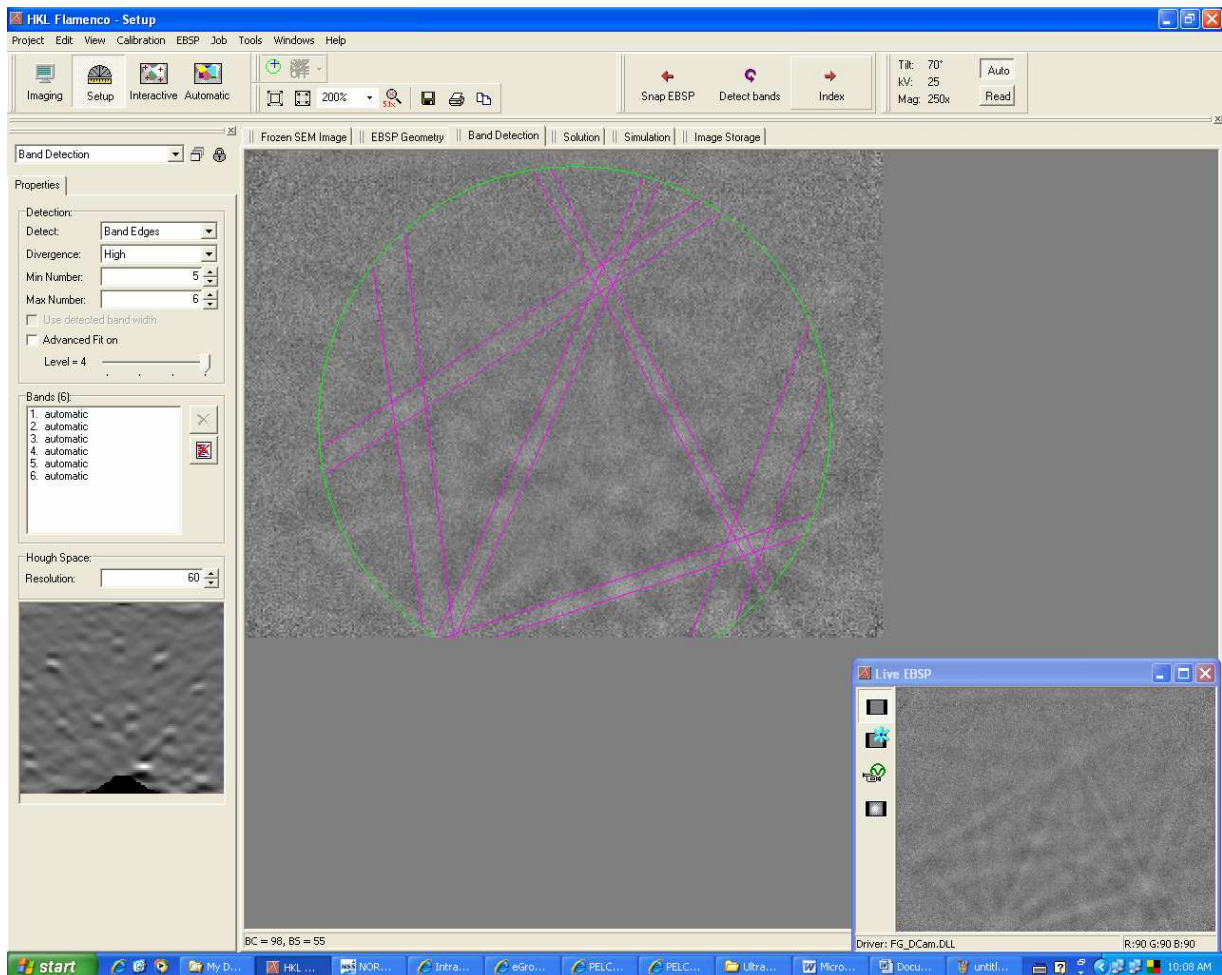


Figura 2 – Tela para “setup” das condições de aquisição dos padrões de EBSD e remoção do ruído de fundo (“background”).

12 - Aquisição Automática de Mapa de Orientações ou Identificação de Fases.

➤ Ajustes Típicos de Parâmetros de Indexação

Estrutura Crist.	Refletores	Bandas	Cúbicas Hough
Cúbica	30 - 50	5 - 6 (máx), 5 - 4 (mín)	50
Não-Cúbica	> 75	6 - 8 (máx), 5 - 7 (mín)	> 60

➤ Para materiais com misturas de fases com diferentes simetrias (ex: CCC e HCP) usar os ajustes otimizados sempre para a fase de menor simetria (ex: HCP).

12.1 – Em AUTOMATIC, usando o tempo de ciclo, calcule o número de pontos possíveis a serem usados em uma sessão completa de trabalho;

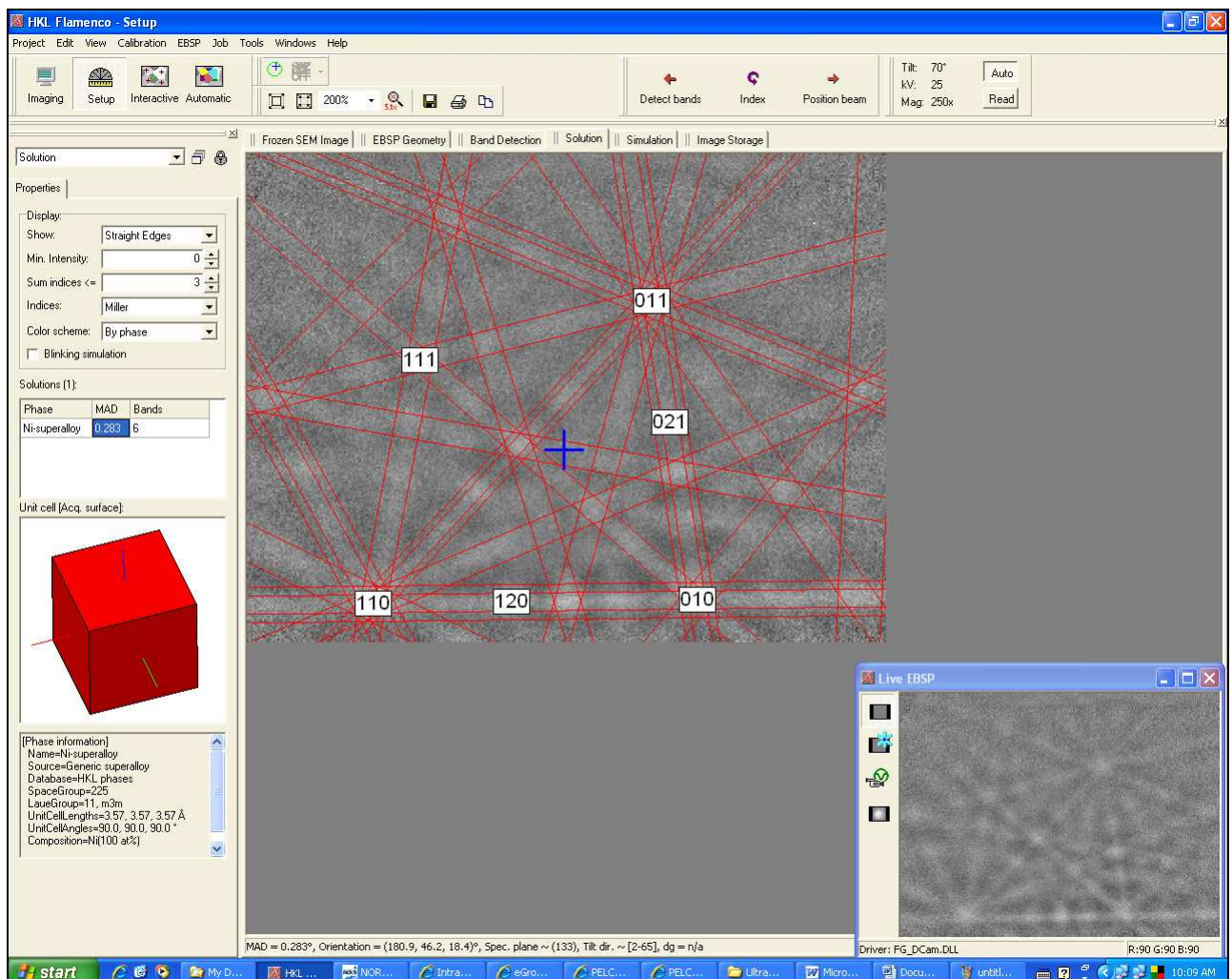


Figura 2 – Tela para “setup” das condições de aquisição dos padrões de EBSD e remoção do ruído de fundo (“background”).

12.2 – Se o intuito principal no trabalho é a análise de uma **ÁREA** específica, calcule o tamanho do passo (μm) resultante: $(\text{Área}) / (\text{Total de Pontos}) = \text{Tamanho do Passo } (\mu\text{m})$;

12.3 – Se o mais importante é a **RESOLUÇÃO** do mapa (Tamanho do Passo), calcule a área possível de ser analisada: $(\text{Total de Pontos}) / (\text{Tamanho do Passo}) = \text{Área Quadrada}$

12.4 – Entre com a lista do trabalho, verifique o tempo estimado e dê **INÍCIO** a análise.

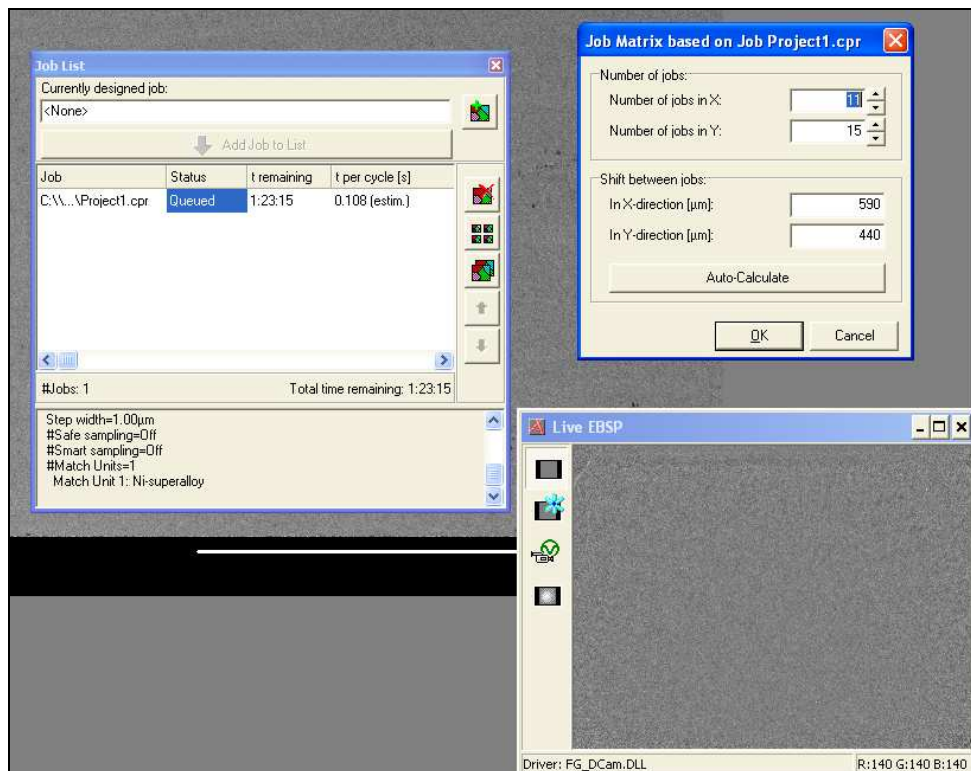


Figura 2 – Tela para “setup” das condições de aquisição dos padrões de EBSD e remoção do ruído de fundo (“background”).

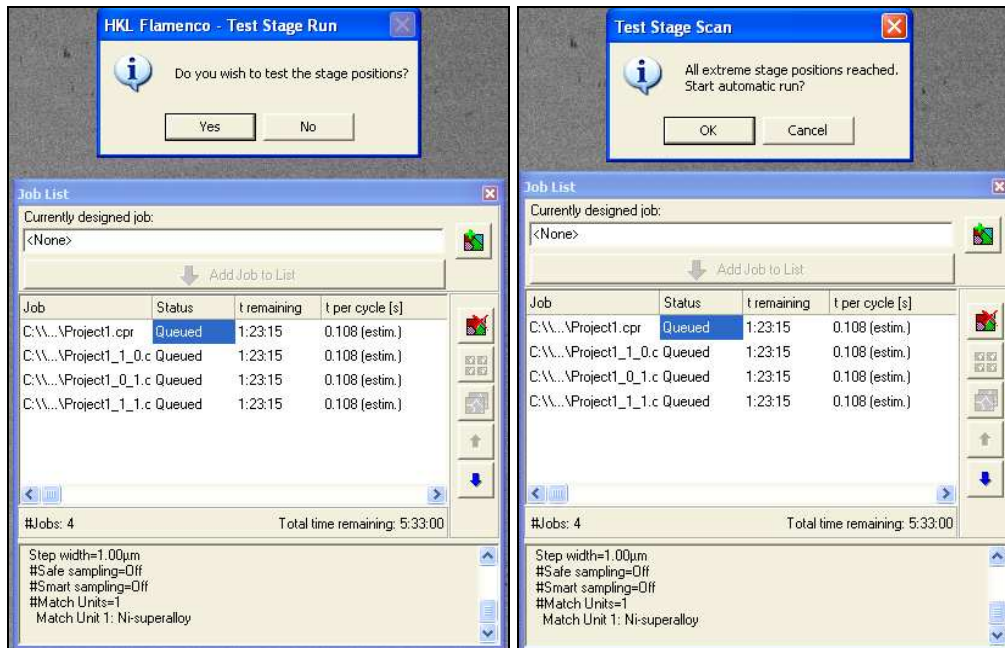


Figura 2 – Tela para “setup” das condições de aquisição dos padrões de EBSD e remoção do ruído de fundo (“background”).

13 - Ao alterar o Spot Size, Magnificação, Foco, Binning (Câmera Control), há a necessidade de extração do Background novamente.

14 - Após a execução da análise, salvar os resultados e/ou as imagens de MEV feitas através do FLAMENCO clicando com o botão direito → SAVE AS

15 – Terminando a Análise de EBSD

- Ao fim do mapeamento ou identificação de fases através do EBSD, salvar os arquivos e desbloquear os comandos para a retração do detector de EBSD. Pressionar STOP para desbloquear os comandos e depois OUT até que o detector comece a retrair-se (SEMPRE OBERVANDO NA CCD) e chegue no final do curso = 0 mm.
- Voltar o estágio do SEM-LV para a posição inicial abaixando o porta-amostras até a distância de trabalho máxima $W = 47\text{mm}$;
- Voltar o estágio do SEM-LV para a posição inicial de inclinação $T = 0^\circ$;
- Colocar de Volta na Abertura da Objetiva nº 3;
- Retomar o procedimento normal para a retirada da amostra segundo o Manual do SEM