

Análise EBSD - Oxford®

Manual para Treinamento em Operação Básica

HKL Fast Acquisition

Versão 1.1 – 27/03/2013



Para utilizar este recurso é fundamental possuir boa experiência em operar o microscópio FEI® Quanta650 FEG. Em caso de dúvidas: **CHAME UM TÉCNICO.**

AVISO: Este roteiro apresenta o procedimento básico para familiarizar o usuário com a interface do programa e suas principais funções. É importante que se possua conhecimento teórico em análise EBSD para ajustar os parâmetros de operação de acordo com o que se deseja analisar.

RECOMENDAÇÕES IMPORTANTES

- O detector de EBSD é extremamente sensível e **não pode ser tocado** em hipótese alguma. **Nunca** toque o detector com a mão (mesmo de luva) e **nunca** permita que a amostra ou qualquer parte do microscópio encoste no detector.
- Somente realize a inserção do detector com a porta do microscópio aberta.
- Quando o detector de EBSD estiver inserido feche a porta do microscópio somente após certificar-se de que nada irá tocar o detector e sempre observando atentamente a imagem da CCD.
- Com o detector inserido tome bastante cuidado ao movimentar a amostra. Nunca digite valores diretamente na caixa de texto das coordenadas. Movimento sempre através do joystick ou mouse.
- **Sempre** remova o detector de EBSD ao terminar sua sessão.



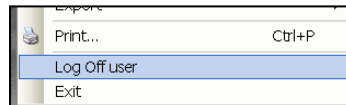
Sempre que você não tiver **absoluta certeza** do que fazer, **CHAME UM TÉCNICO.**

1.0 Preparação da amostra

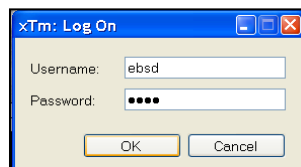
- 1.1 Preparar a amostra seguindo os padrões de polimento necessários para realizar a análise EBSD (superfície precisa estar extremamente polida).
- 1.2 Cobrir toda a região não condutora da amostra ou do embutimento com tinta de prata ou fita de cobre.
- 1.3 Caso a amostra esteja embutida em resina não condutora, realizar o contato elétrico entre a amostra e o porta-amostra utilizando preferencialmente fita de cobre.
- 1.4 Se estiver interessado em orientações cristalográficas absolutas e altamente precisas, colocar um pedaço de silício (com direção de clivagem conhecida) junto à superfície da amostra para servir de referência.

2.0 Preparação do microscópio

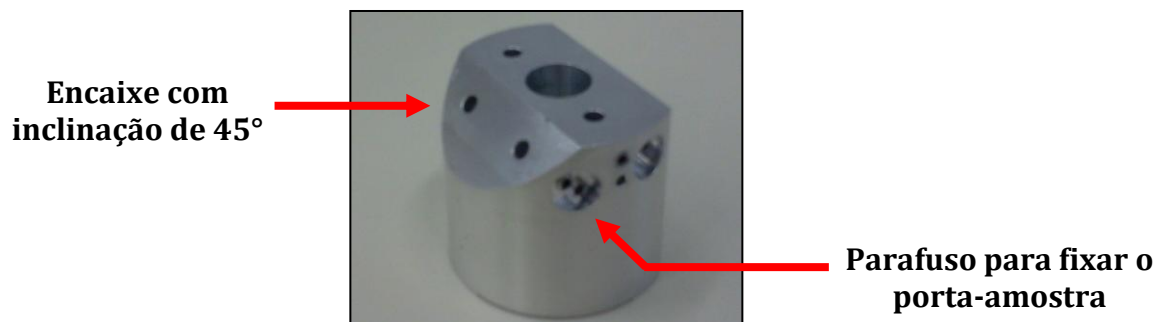
- 2.1 Fazer **Log Off** no programa do microscópio (*Menu > File > Log Off User*).



- 2.2 Fazer **Log On** como usuário EBSD: *Username: ebsd* e *Password: ebsd*.

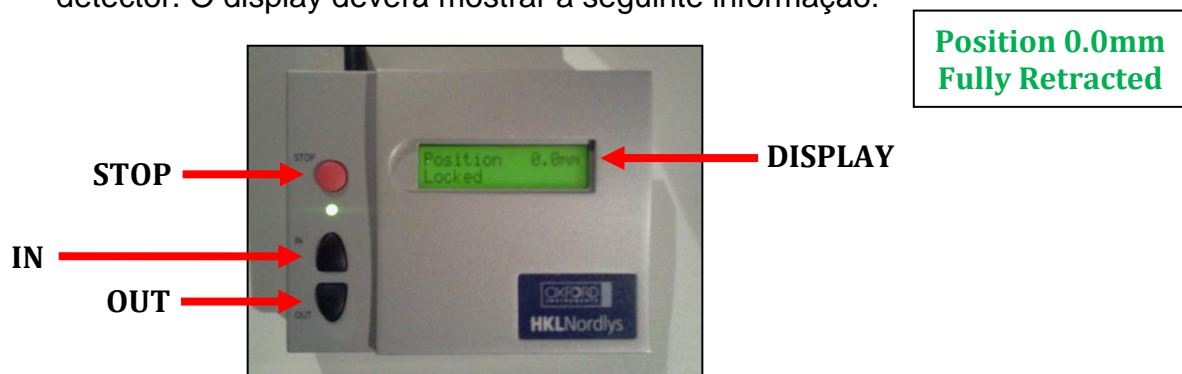


Para colocar a amostra no microscópio utilize **sempre** o suporte apresentado na figura abaixo. É **proibido** utilizar qualquer outro suporte ou porta-amostra sem a prévia autorização do técnico responsável pelo microscópio.



- 2.3 Fixar a amostra em um *stub* de alumínio com tinta de prata ou prender no porta-amostra mais adequado caso a amostra esteja embutida.

- 2.4 Colocar o suporte no microscópio e prender através do parafuso central mantendo a amostra orientada na direção do detector.
- 2.5 Colocar a amostra no suporte utilizando um dos encaixes que possuem inclinação de 45° e apertar o parafuso lateral para fixar a amostra.
- 2.6 Inclinar o estágio em $+25^\circ$ através da coordenada **T** na interface do programa e travar o movimento desse eixo.
- 2.7 No controle “*HKL Nordlys*” pressionar o botão **STOP** para destravar o movimento do detector. O display deverá mostrar a seguinte informação:



- 2.8 Manter o botão **IN** pressionado por cerca de 3 segundos para iniciar a inserção do detector.



Somente insira o detector de EBSD com a porta do microscópio aberta!

- 2.9 Aguardar até que o detector seja completamente inserido. O display deverá mostrar a seguinte informação:

**Position 205.0mm
Reference pos.**

- 2.10 Deslocar o estágio para a posição **+50mm** na coordenada **Y** e **0,0** nas coordenadas **X** e **Z**. Ajustar a coordenada **R** para que a amostra fique perfeitamente orientada na direção do detector de EBSD.
- 2.11 Fechar **cuidadosamente** a porta do microscópio observando com muita atenção a imagem da CCD. Se perceber algo muito próximo do detector de EBSD ou da peça polar interromper esse procedimento e deslocar o estágio no sentido de evitar uma colisão.

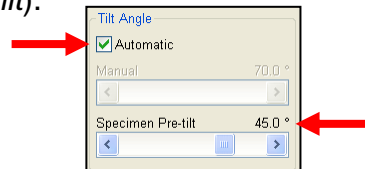


Fechar a porta somente após certificar-se de que nada irá tocar o detector.

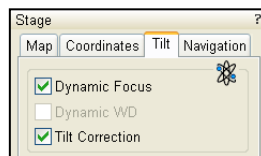
- 3.12 Fazer vácuo normalmente em modo **High Vacuum** ou **Low Vacuum** dependendo do material que deseja analisar..

3.0 Ajustes do Microscópio

- 3.1 Colocar o **Tilt Angle** em **automático** e o **Pre-tilt** da amostra em **45°** (Página *Navigation*, Módulo *Stage*, *Tab Tilt*).



- 3.2 Ativar o **Dynamic Focus** e o **Tilt Correction** (Página *Navigation*, Módulo *Stage*, *Tab Tilt*).



- 3.3 Colocar a **abertura** desejada na lente objetiva. Recomenda-se a abertura **3** (50µm).
- 3.4 Escolher a **Alta tensão** (depende da calibração que será utilizada) e **Spot size** mais adequados para o tipo de análise e material em que deseja fazer o EBSD. Recomenda-se spot size: **5**.
- 3.5 Ajustar **manualmente** o valor do eixo **Z** de maneira que a amostra fique próxima à região central do detector de EBSD.



Preste muita atenção ao movimentar a amostra e procurar a região de trabalho. Sempre observe atentamente a imagem da CCD para evitar colidir no detector!

É **expressamente proibido** digitar valores diretamente na caixa de texto das coordenadas. Movimento **sempre** através do joystick ou mouse.

ATENÇÃO: Não utilizar o click duplo do mouse para movimentar a amostra.

- 3.6 Selecionar a região desejada da amostra e realizar os ajustes de **foco**, **astigmatismo** e **alinhamento da abertura** da lente objetiva.
- 3.7 Definir a distância de trabalho desejada e travar o movimento do eixo **Z** (lembre-se que existem calibrações para apenas algumas distâncias específicas, portanto escolha uma delas).

3.8 Colocar a magnificação no valor desejado para realizar a análise EBSD.

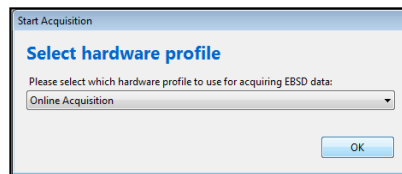
3.9 Desativar o **Tilt Correction** (Página *Navigation*, Módulo *Stage*, *Tab Tilt*).

4.0 Análise EBSD

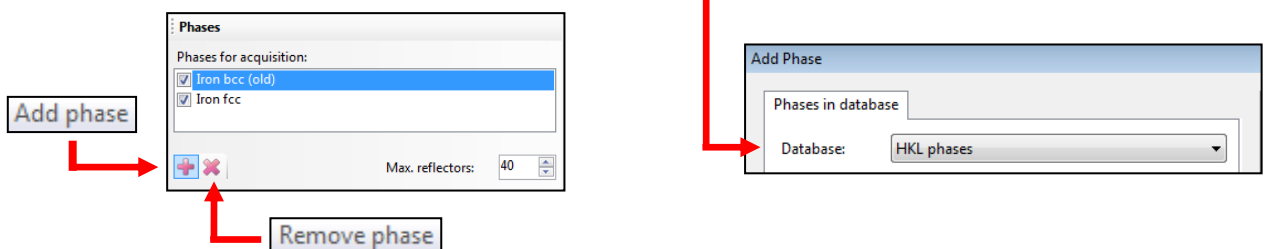
4.1 No computador de suporte (monitor da esquerda) iniciar o software **HKL Fast Acquisition**.



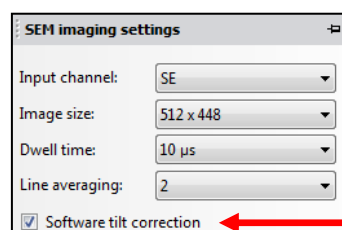
4.2 Na janela “*Start Acquisition*” selecionar a opção **Online Acquisition** e pressionar o botão **OK**.



4.3 No quadro “**Phases**” escolher as fases que deseja que sejam indexadas. Para remover uma fase indesejada selecioná-la na lista e pressionar o botão **Remove phase**. Para adicionar uma fase pressionar o botão **Add phase** e na janela “**Add Phase**” escolher a base de dados em **Database**. Selecionar a fase desejada em “**Phases in Database**” e pressionar **select**.



4.4 No quadro “**SEM**” definir os parâmetros para aquisição da imagem em “**SEM Imaging Settings**” e marcar a opção **Software tilt correction**. Para a maioria das amostras recomendam-se os parâmetros apresentados abaixo.



4.5 Na parte inferior do quadro “**SEM**” pressionar o botão **Configure SEM and stage parameters**.



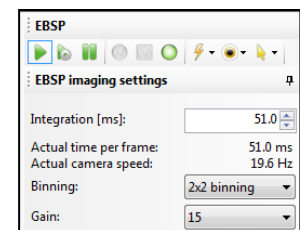
4.6 Na janela “**SEM/Stage Parameters**” ajustar o **Pretilt** para **45°** e fechar a janela.



4.7 Fazer a aquisição da imagem do microscópio pressionando o botão **Start full scan** no quadro “**SEM**”. Após completar a aquisição pressionar o botão **Stop at frame end**.



4.8 No quadro “**EBSP**” definir os parâmetros para aquisição do EBSD em “**EBSP Imaging Settings**”.



BINNING:

- **No binning:** Para o trabalho manual de identificação de fases.
- **2 x 2:** Mapeamento com ótima resolução porém bastante lenta.
- **4 x 4:** Bom compromisso entre resolução e velocidade (**valor recomendado**).
- **6 x 6:** Mapeamento mais rápido porém com menor resolução.
- **8 x 8:** Para mapeamento de alta velocidade ou estruturas cúbicas fortemente difratadas em metais.

GAIN:

Valores **baixos (mais lento)** para BINNING maiores (**8 x 8**).

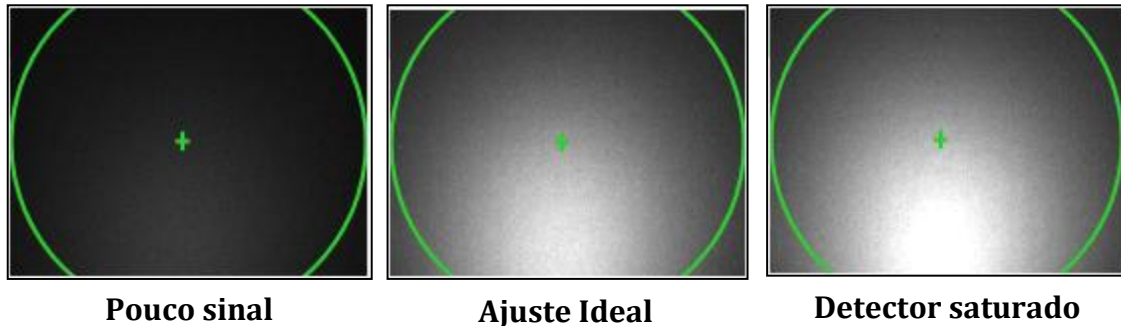
Valores **altos (mais rápido)** para BINNING menores (**2 x 2 ou 4 x 4**).

Valor recomendado (para binning 2 x 2 ou 4 x 4): **15**.

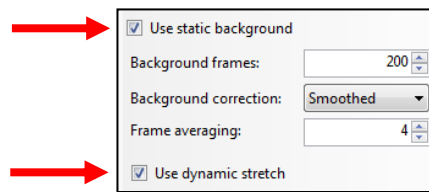
4.9 Pressionar o botão “**View EBSP live, unprocessed**”.



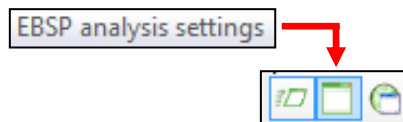
4.10 Ajustar o valor de **Integration [MS]** (tempo de integração) para o maior valor possível sem que ocorra a saturação do sinal no detector.



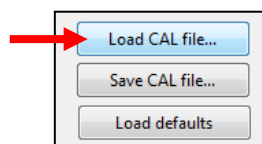
4.11 Ajustar os parâmetros para aquisição de **background** e marcar as caixas “**Use static background**” e “**Use dynamic stretch**”. Para a maioria das amostras recomendam-se os parâmetros apresentados abaixo.



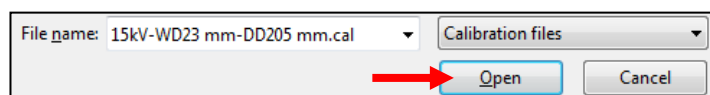
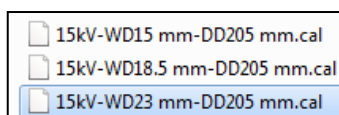
4.12 Na parte inferior do quadro “**EBSP**” pressionar o botão **EBSP analysis settings**.



4.13 Na janela “**EBSP analysis settings**” pressionar o botão **Load CAL File...** para carregar o arquivo de calibração desejado.

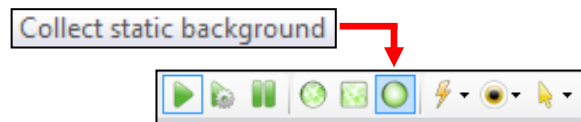


4.14 Abrir a pasta **Calibration** no caminho: “**LME15/System(C:)/CHANNEL5/Calibration**” e selecionar o arquivo de calibração que deseja utilizar de acordo com a tensão do feixe, a inserção do detector e a distância de trabalho que estiver utilizando (**sempre utilize inserção de 205mm**).

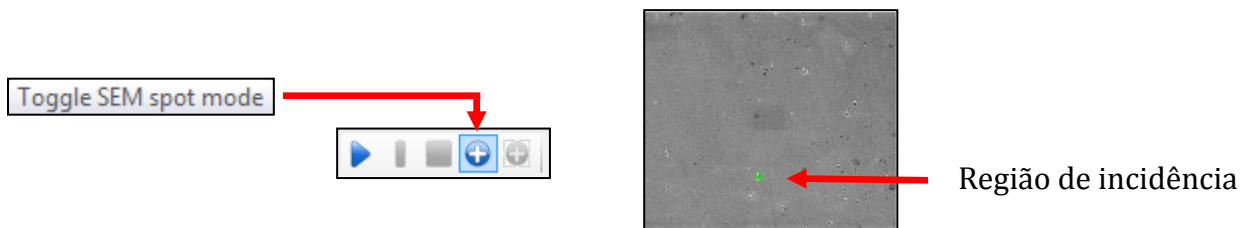


4.15 Fechar a janela "**EBSP analysis settings**".

4.16 Pressionar o botão "**Collect static background**" (para fazer a correção do *background*) e aguardar até que o processo termine (os ícones voltam a ficar coloridos).

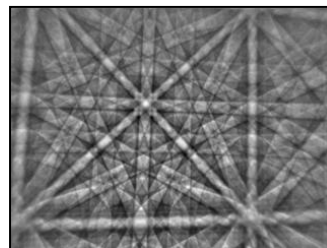


4.17 Pressionar o botão **Toggle SEM spot mode** para desligar a varredura do feixe e poder incidir-lo nos pontos desejados.



4.18 Incidir o feixe em diferentes pontos na região de trabalho (evitar sujeiras ou precipitados/contaminações) e verificar a qualidade do padrão de **EBS**D e das **linhas de Kikuchi**.

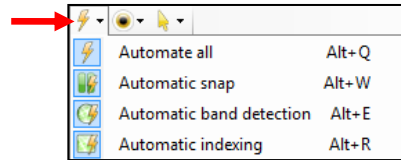
Padrão de EBSD com linhas de *Kikuchi* bem definidas.



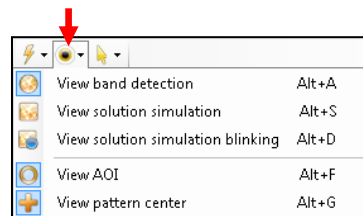
Se a qualidade do padrão EBSD estiver ruim (linhas de *Kikuchi* mal definidas) as causas prováveis são:

- Qualidade da superfície da amostra ruim (melhorar polimento/preparação).
- Estrutura muito deformada ou amorfa.
- Recobrimento muito espesso (caso a amostra esteja recoberta).
- Corrente do feixe insuficiente para gerar padrão de difração.

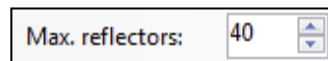
- 4.19** No quadro “**EBSP**” ativar as automações desejadas através do ícone “**Automation**”. Recomenda-se ativar todas as automações disponíveis.



- 4.20** No quadro “**EBSP**” definir o que deseja visualizar na imagem do padrão de EBSD através do ícone “**View**”. Recomenda-se ativar as visualizações de “*Band detection*”, “*AOI*” e “*Pattern center*”.



- 4.21** No quadro “**Phases**” definir o número máximo de refletores utilizados na identificação das fases. **Padrão: 40.**



- 4.22** No quadro “**EBSP**” definir o número de bandas que deseja utilizar para a indexação.

Mínimo: 4 ou 5 para estruturas cúbicas.

Máximo: 7 ou 8 para estruturas de baixa simetria.

Padrão: De 4 a 7 bandas.



- 4.23** Definir a **resolução de Hough** que deseja utilizar. Recomenda-se um valor entre 50 (valor razoável) e 60 (boa definição) para a maioria das análises.



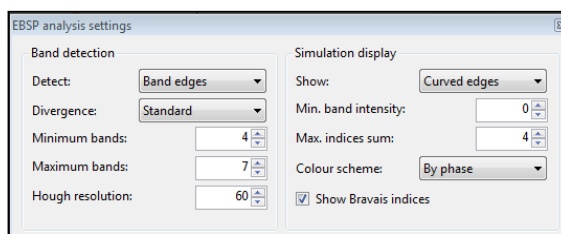
A tabela a seguir apresenta os valores tipicamente utilizados para a maioria dos materiais ficando, no entanto a cargo do operador definir os parâmetros que permitam uma melhor indexação das fases presentes no seu material.

Tabela Resumo - Parâmetros de indexação recomendados

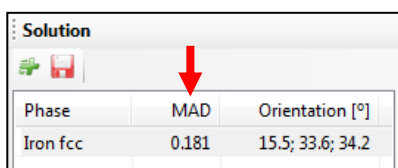
Estrutura Cristalina	Refletores	Bandas	Hough
Cúbica	30 - 50	Mín: 4 - 5 , Máx: 5 - 6	50 - 60
Não-Cúbica	>70	Mín: 5 - 7 , Máx: 6 - 8	>60

Para materiais com mistura de fases com diferentes simetrias (Ex: CCC e HCP) sempre utilizar os ajustes para a fase de menor simetria (Ex: HCP).

- 4.24** Se desejar alterar a estratégia para detecção das bandas pressionar o botão **EBSP analysis settings** e na janela “**EBSP analysis settings**” fazer as alterações desejadas em “*Band detection*” e “*Simulation display*”. A figura abaixo apresenta a configuração padrão que funcionará bem para a maioria das amostras.

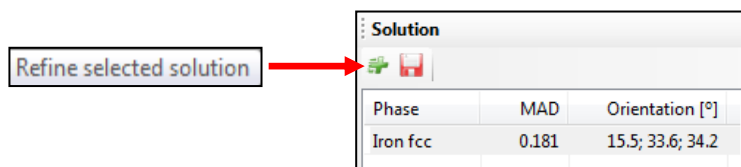


- 4.25** No quadro “**Solution**” verificar o valor de **MAD** (relacionado à probabilidade da fase ter sido identificada corretamente). O valor de MAD deve ficar sempre abaixo de 1,0 e quanto menor for este valor melhor foi a identificação da fase. Se o MAD estiver maior que 0,5 a indexação não está sendo muito boa.

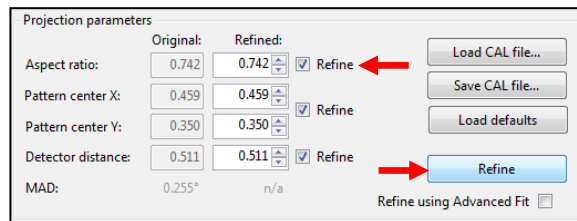


Phase	MAD	Orientation [°]
Iron fcc	0.181	15.5; 33.6; 34.2

- 4.26** Se no ponto de incidência do feixe o padrão gerado tiver boa qualidade com linhas de *Kikuchi* bem definidas e o valor de **MAD** estiver **abaixo de 0,6** pressionar o botão **Refine selected solution** para refinar a indexação das linhas. Repetir esse passo para diversos pontos de incidência no intuito de melhorar a indexação.

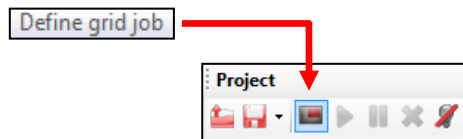


- 4.27** Se o refinamento não estiver ficando suficientemente bom é possível fazer um refinamento utilizando também a razão de aspecto do padrão de EBSD. Para isso pressionar o botão **EBSP analysis settings** e na janela “**EBSP analysis settings**” marcar a caixa **Refine** indicada e pressionar o botão **Refine**. Após fazer isso para diferentes pontos de incidência fechar a janela “**EBSP analysis settings**”.

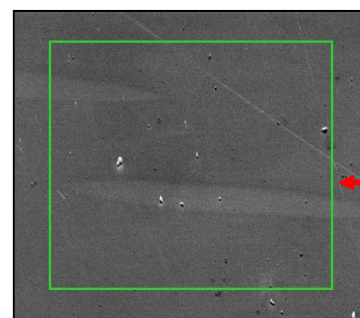
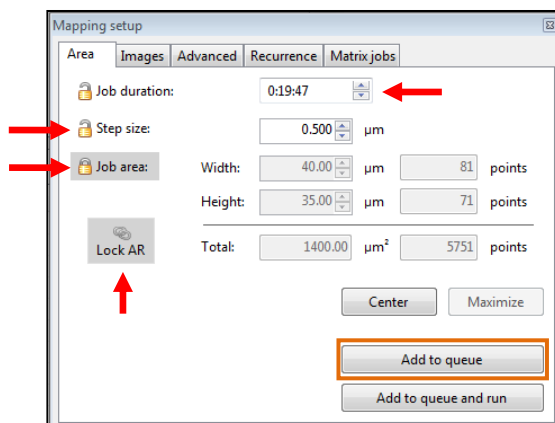


Se após o refinamento ainda não estiver conseguindo um valor de MAD suficientemente baixo pode ser necessário melhorar a preparação da amostra.

- 4.28** Com os parâmetros ajustados e obtendo bons valores de **MAD** para a maioria dos pontos, pressionar o botão **Define grid job** no quadro “**Project**”.



- 4.29** Na janela “**Mapping setup**” definir a área do mapa (**Job area**) e o **Step size** desejados no *tab* “**Area**”. Em **Job duration** é possível verificar quanto tempo o mapa levará para ficar pronto. O botão **Lock AR** permite travar a relação de aspecto (largura x altura). Também é possível alterar o tamanho do mapa diretamente na imagem capturada do microscópio.

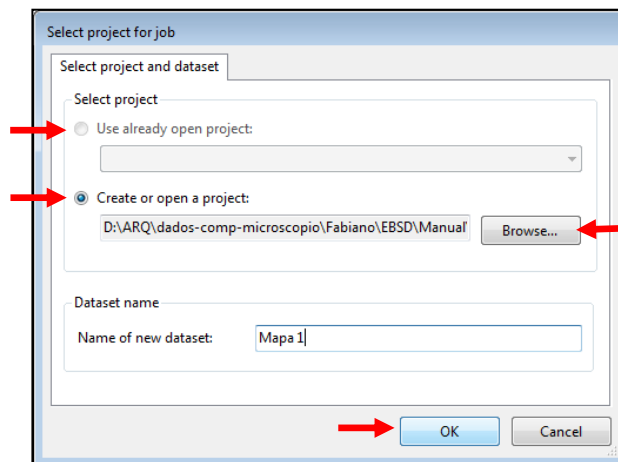


Área do mapa

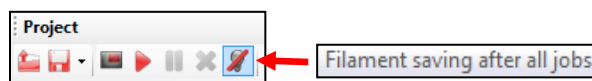
Quanto menor o *step size* maior será a resolução espacial, porém levará mais tempo para terminar o mapa.

4.30 Pressionar o botão **Add to queue** para adicionar o **Job** atual à lista de tarefas. É possível adicionar diversas tarefas se desejado e ao final do processo fechar a janela “**Mapping setup**”.

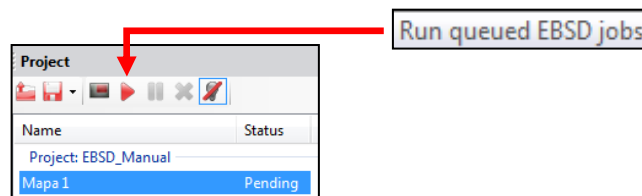
4.31 Na janela “**Select Project for job**” selecionar o projeto à qual deseja associar seu mapa ou criar um novo projeto através do botão **Browse**. Em **Dataset name** dar um nome ao projeto e pressionar o botão **OK**.



4.32 No quadro “**Project**” marcar o botão **Filament saving after all Jobs** para que o feixe seja desligado após concluir todas as tarefas.



4.33 Selecionar os mapas que deseja realizar (**Jobs**) e pressionar o botão **Run queued EBSD Jobs** para iniciar o mapeamento EBSD.



Aguardar até que o mapeamento termine. Se tudo tiver sido feito corretamente o feixe do microscópio irá desligar automaticamente.

5.0 Encerrando a operação do EBSD

- 5.1 Ao terminar o mapeamento pressionar o botão “**Export the dataset as a CHANNEL5 project**” e exportar o mapa gerado para ser aberto com o programa CHANNEL5.



- 5.2 No controle “*HKL Nordlys*” pressionar o botão **STOP** para destravar o movimento do detector. O display deverá mostrar a seguinte informação:

**Position 205.0mm
Reference pos.**

- 5.3 Manter o botão **OUT** pressionado por cerca de 3 segundos para iniciar a remoção do detector.
- 5.4 Aguardar até que o detector seja completamente removido. O display deverá mostrar a seguinte informação:

**Position 0.0mm
Fully Retracted**

- 5.5 Arejar o microscópio e abrir a porta da câmara para retirar a amostra e o suporte utilizado. **Cuidado:** Preste bastante atenção na imagem da CCD.
- 5.6 Colocar o valor **0** para as coordenadas **X, Y, Z, T** e **R** no estágio do microscópio.
- 5.7 Fechar a porta do microscópio e fazer vácuo em modo “*High Vacuum*”.
- 5.8 Fazer **Log Off** no programa do microscópio (*Menu > File > Log Off User*).
- 5.9 Fazer **Log On** como USUÁRIO: *Username: user* e *Password: user*.
- 5.10 Fechar o software “*HKL Fast Acquisition*”.



IMPORTANTE: Somente deixe a sala após certificar-se de que o vácuo na câmara foi atingido e o microscópio esteja com o feixe desligado.