

# Phương pháp chuẩn bị mẫu phân tích EBSD chất lượng cao với kỹ thuật ăn mòn bằng chùm tia ion kích thước lớn

**EBSD 2015**

Laurie Palasse<sup>1</sup> and Wolfgang Grünewald<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Bruker Nano GmbH, 12489 Berlin, Germany; <sup>2</sup>Leica Microsystems GmbH

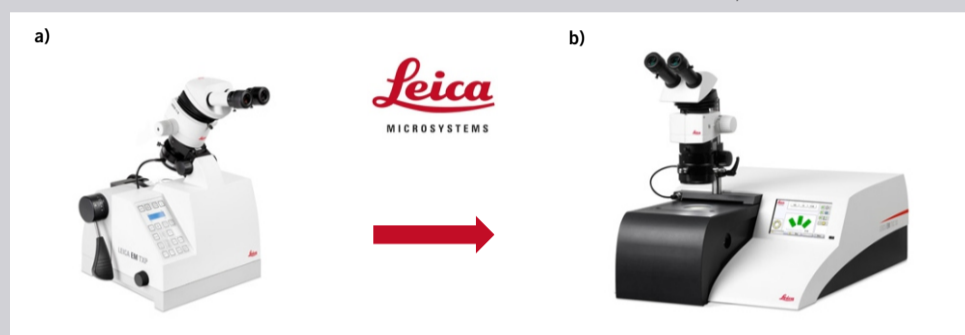
## Giới thiệu

Kỹ thuật tán xạ ngược điện tử (EBSD) được biết đến như là kỹ thuật “bề mặt” do quá trình tán xạ điện tử xảy ra trong phạm vi vài chục nano mét trên bề mặt mẫu. Do đó, bề mặt mẫu cần được đảm bảo không bị ảnh hưởng bởi các yếu tố ngoại lai nào để có thể tạo ra những cấu trúc EBSD hoàn hảo. Dưới đây, xin được giới thiệu kỹ thuật đánh bóng mẫu để phân tích EBSD hiệu quả đối với hai loại mẫu rất khó bằng phương pháp ăn mòn bằng chùm tia ion kích thước lớn.

### Phương pháp: Cắt mẫu với phương pháp ăn mòn bằng chùm tia ion

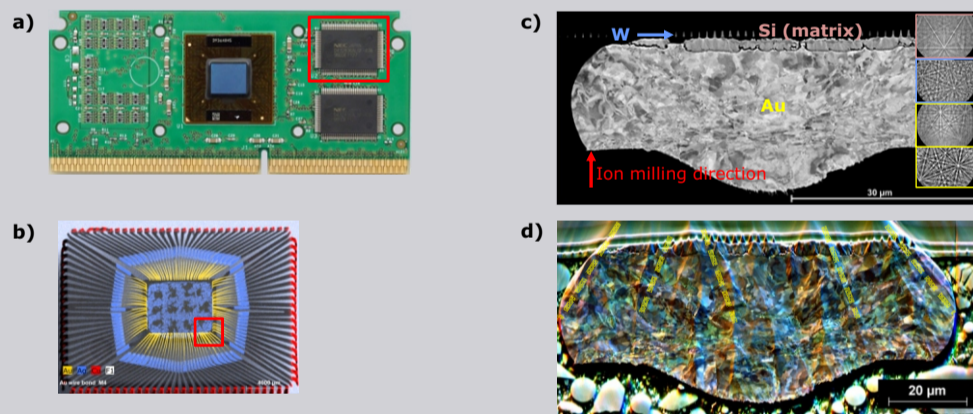
TXP  
20 min

TIC 3X  
3h – Au, 6h – Al/C

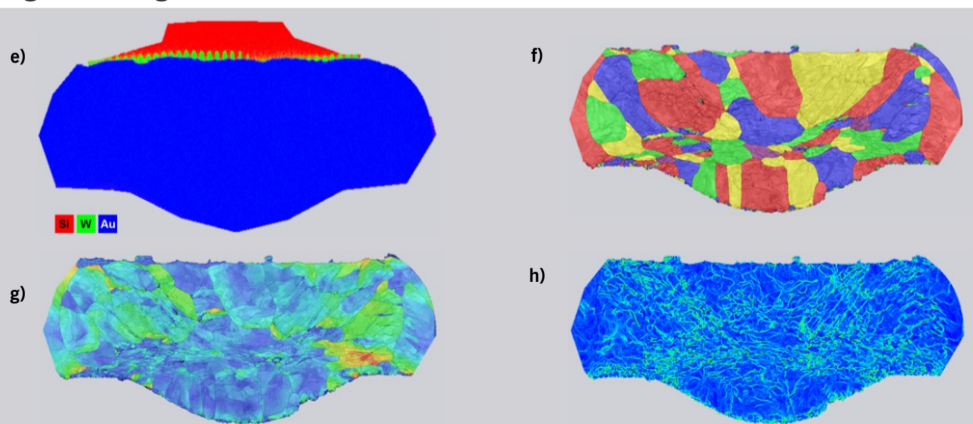


Hình 1: a) Đầu tiên cắt mẫu cơ học bằng thiết bị TPX (cắt nhỏ mẫu) để chọn được vùng muốn phân tích. b) Sau đó, tiến hành ăn mòn và đánh bóng bề mặt bằng thiết bị TIC 3X để phân tích EBSD

## Results on a Semiconductor

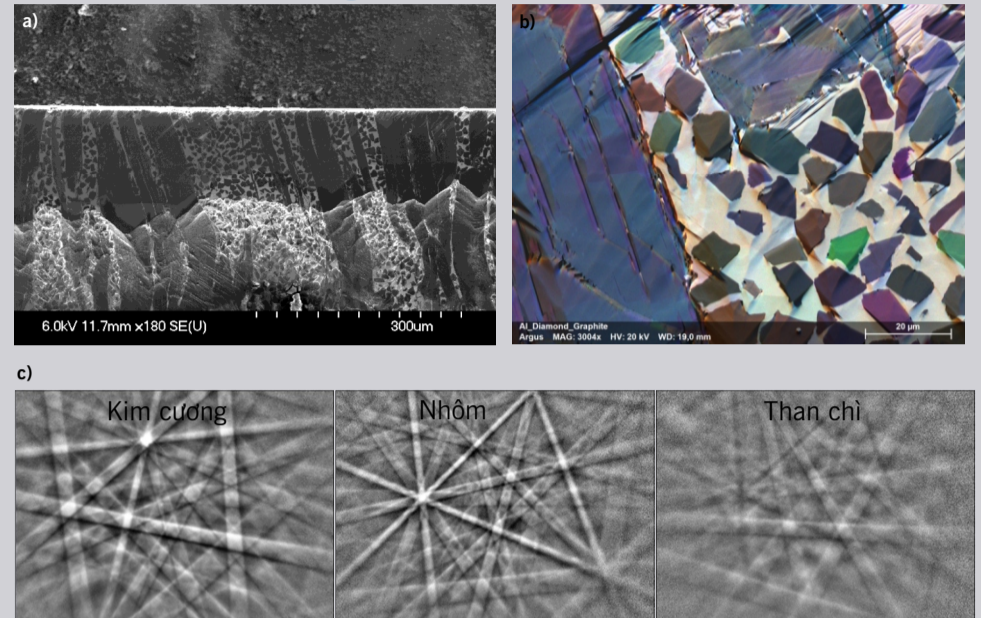


Hình 2a: Chip vi xử lý máy tính được phân tích bằng ứng dụng này. Hình 2b: Phân tích XRF với chip vi xử lý. Vùng phân tích được khoanh vùng bằng khung màu đỏ. Phân tích EBSD chỉ thực hiện trên các sợi vàng bị biến dạng. Hình 2c: Hình ảnh BSE của vùng phân tích cho thấy bề mặt được đánh bóng rất tốt bằng thiết bị TXP và TIC 3X; các hình thái EBSD ở các vị trí khác nhau; từ trên xuống: Si, W, Au biến dạng và Au ít bị biến dạng hơn. Hình 2d: Hình ảnh mẫu FSE mã hóa màu ARGUS cho thấy một số hiệu ứng màng được làm nổi bật bằng màu vàng.

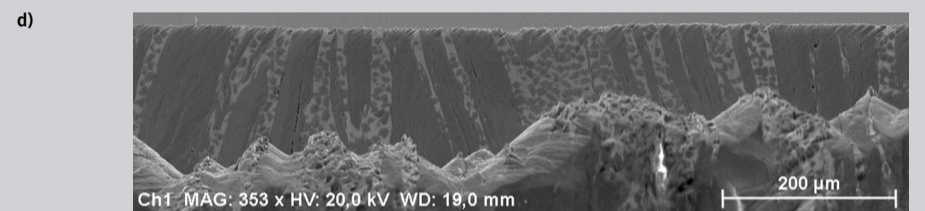


Hình 2e: Bản đồ EDS HyperMap thể hiện phép phân tích EBSD/EDS đồng thời. Hình 2f: Bản đồ phân bố cỡ hạt EBSD bằng màu ngẫu nhiên (tỷ lệ chỉ số hóa trên Au). Hình 2g: Bản đồ lệch hướng bình quân thể hiện vùng sức căng. Hình 2h: Bản đồ hạt nhân lệch hướng. Không có vùng bản đồ nào thể hiện hiệu ứng màng (không có cấu trúc theo hiệu ứng màng): điều đó khẳng định rằng kỹ thuật ăn mòn và đánh bóng bằng chùm ion phạm vi rộng không ảnh hưởng đến các lớp vật liệu nhìn thấy được.

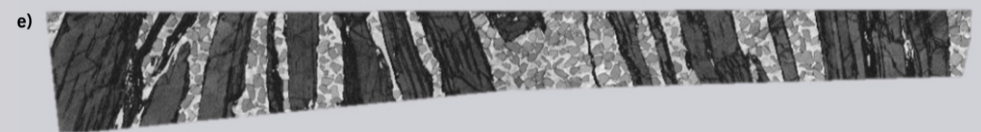
### Các kết quả ứng dụng với mẫu hợp chất than, nhôm và kim cương



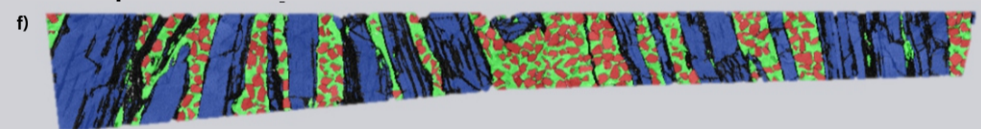
### Hình ảnh điện tử thứ cấp (SE)



### Bản đồ cấu trúc rõ nét



### Bản đồ pha EBSD



### Bản đồ IPF X



Hình 3a: Hình ảnh tin hiệu SE – tổng quan. Hình 3b: Hình ảnh ARGUS FSE/BSE sau khi được xử lý bằng thiết bị TXP và TIC 3X: cho thấy kết quả xử lý bề mặt mẫu hoàn hảo đối với cả vảy than (bên trái), ma trận nhôm và lớp hạt kim cương. Hình 3c: Các hình thái EBSD của các pha khác nhau. Hình 3d: Hình ảnh tổng quan bề mặt sau khi đã được xử lý (tổng cộng phạm vi 3mm được đánh bóng). Hình 3e: Bản đồ chất lượng hình thái khi phân tích kết hợp hai phương pháp EBSD/EDS cùng lúc. Hình 3f: Bản đồ pha EBSD cho thấy tỷ lệ chỉ số hóa cao, thậm chí đối với cả vảy than chì. Than chì được hiển thị bằng màu xanh, kim cương được hiển thị bằng màu đỏ còn nhôm được hiển thị bằng màu xanh. Hình 3g: Bản đồ điều hướng EBSD tương ứng dọc theo trục X.

### Tài liệu tham chiếu

[1] Gang Ji, et al.: Đặc tính vận liệu 89: 132-37 (2014)

## Kết luận

Trong khi kỹ thuật chùm tia ion hội tụ (focused ion beam) thường được sử dụng để chuẩn bị mẫu, kỹ thuật này gây biến dạng các lớp vật liệu và đặc biệt tạo ra màng đối với vật liệu đa pha, do đó ngăn cản kết quả phân tích EBSD được chính xác. Trong ví dụ này, chúng tôi đã trình bày kỹ thuật ăn mòn và đánh bóng bằng chùm tia ion kích thước lớn cho phép đánh bóng được cả vật liệu cứng lẫn vật liệu mềm.

Sự kết hợp thiết bị Leica EM TXP và Leica EM TIC 3X là giải pháp hoàn hảo để xử lý phạm vi mẫu phân tích lớn trong thời gian rất ngắn.