

文章编号 :1000-6281 (2005) 06-0547-04

确定断裂表面晶体学取向的电子背散射衍射方法

谢季佳,上官丰收,武晓雷,洪友士

(中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室,北京 100080)

摘 要: 利用扫描电镜中带多自由度的样品台和电子背散射衍射系统 (EBSD) 研究了断口的晶体学定向方法。对于镍拉伸变形后的沿晶断裂表面,利用 EBSD 确定了晶粒与样品坐标之间的晶体学取向关系,通过样品台倾转获得断裂面与样品之间的几何对应关系,从而定出样品沿晶断裂面主要的晶体学位向是 $\{100\}$ 。

关键词: 晶体定向;电子背散射衍射;断裂面

中图分类号: O73;O76;TG15.23 文献标识码: A

脆性材料的断口常为平直的断裂面,其取向与样品载荷条件及材料晶体结构相关,确定断裂面的晶体学位向是研究断裂机制的关键。利用扫描电镜中电子背散射衍射分析方法并配合具有双倾转功能的样品台,可确定样品的晶体学取向^[1-6]。Slavik 等^[1]的方法涉及样品台两个方向的倾转,实际操作中稍显复杂。Randle 等^[3-6]发展的技术为定出断裂面相对于样品坐标系的取向,需精细抛光样品的剖面并测量抛光的厚度,制样和测量过程非常费时。本文工作对上述方法进行了改进,并对镍拉伸样品的沿晶断口进行了分析。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验材料为真空退火的电解沉积镍板,厚约 120 μm ,平均晶粒尺寸为 232 μm 。在退火处理前对样品做表面抛光处理。退火后的样品做了拉伸实验,拉伸应变率控制为 10^{-4} s^{-1} 。

1.2 实验设备

扫描电镜为 FEI Sirion 400 NC 型,带 5 坐标的自动样品台。EBSD 系统为 Oxford INCA300 Crystal。角度测量用的是 Image Pro-Plus 4.5 图像处理软件。

1.3 断裂面晶体定向的方法

在做断裂面晶体学定向之前,先建立样品坐标和断裂面上的局部坐标。如图 1 所示,局部坐标系 $\langle 0 \rangle$ 的 $x_3^{<0>}$ 轴沿断裂面法向, $x_1^{<0>}$ 方向平行于断裂面与样品上表面的交线。局部坐标系 $\langle 1 \rangle$ 的 $x_3^{<1>}$ 轴沿样品上表面法向, $x_1^{<1>}$ 轴平行于断裂面与样品上表面交线。 $x_3^{<1>}$ 轴与 $x_3^{<0>}$ 轴夹角为 α , $x_1^{<1>}$ 轴与 $x_1^{<0>}$ 轴平行。样品坐标系 $\langle S \rangle$ 的 $x_3^{<S>}$

轴沿样品上表面法向,与 $x_3^{<1>}$ 轴平行。 $x_2^{<S>}$ 轴沿样品横向与 $x_2^{<1>}$ 轴夹角为 β 。晶格坐标系 $\langle C \rangle$ 则是以晶体的 $[1, 0, 0]$ 、 $[0, 1, 0]$ 、 $[0, 0, 1]$ 三个方向为基量建立的坐标系,对立方晶系材料是直角坐标系。有关坐标变换方法,可参照李国琛等的工作^[7]。

要定出断裂面的晶体学取向,第一步是将断裂面的法向在样品坐标系中的指数标定出来。这一过程可以分解为两个步骤: 首先对断裂面法向做局部坐标 $\langle 0 \rangle$ 到 $\langle 1 \rangle$ 的坐标变换,即将坐标系 $\langle 0 \rangle$ 以 $x_1^{<0>}$ 轴旋转角度 α 。设断裂面法向为矢量 \vec{v} ,在局部坐标 $\langle 0 \rangle$ 中沿 $[0, 0, 1]$ 方向,则其变换到坐标系 $\langle 1 \rangle$ 的指数由下式确定:

$$\vec{v}^{<1>} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\alpha) & \sin(\alpha) \\ 0 & -\sin(\alpha) & \cos(\alpha) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} \quad (1)$$

此处当旋转方向与 $x_1^{<0>}$ 之间符合右手法则时,取正值; 进一步做局部坐标 $\langle 1 \rangle$ 到样品坐标 $\langle S \rangle$ 的坐标变换,即将坐标系 $\langle 1 \rangle$ 以 $x_3^{<1>}$ 轴为旋转轴转过角度 β ,变换后断裂面法向矢量在坐标系 $\langle S \rangle$ 中的指数为:

$$\vec{v}^{<S>} = \begin{bmatrix} \cos(\beta) & \sin(\beta) & 0 \\ -\sin(\beta) & \cos(\beta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \vec{v}^{<1>} \quad (2)$$

此处当旋转方向与 $x_3^{<1>}$ 之间符合右手法则时,取正值。在配备双倾转台的扫描电镜中,可以实验测得 α 和 β 角度值,只需代入公式(2)就可计算得断裂面法向在样品坐标系的指数。

第二步是利用 EBSD 给出的样品法向 (ND) $x_3^{<S>}$ 与轧制方向 (RD) $x_1^{<S>}$ 在晶格坐标 $\langle C \rangle$ 中的指数,给出样品坐标 $\langle S \rangle$ 到晶格坐标 $\langle C \rangle$ 的坐标

收稿日期:2005-05-16;修订日期:2005-08-19

作者简介:谢季佳(1973-),男(汉族),湖南省衡阳市人,助理研究员,博士研究生。

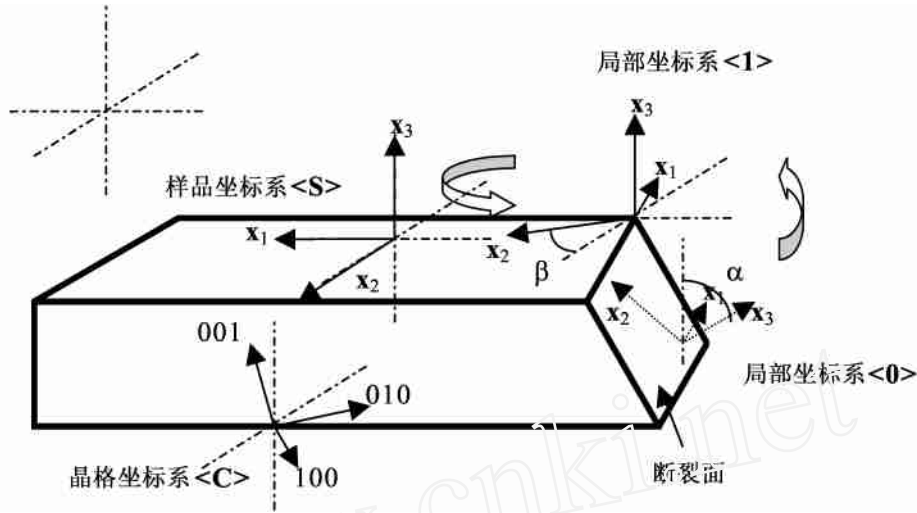


图 1 样品坐标系与断裂面局部坐标系。

Fig. 1 Schematic illustration of the coordinate of sample and the local coordinates of fracture facet.

变换矩阵。首先计算样品横向 (TD) 在晶格坐标中的指数, 显然有 $x_2^{<ss>} = x_3^{<ss>} \times x_1^{<ss>}$ 。设样品坐标 <S> 到晶格坐标 <C> 的变换矩阵为 C, 则有:

$$C = \begin{bmatrix} \frac{x_1^{<ss>}}{|x_1^{<ss>}|} & \frac{x_2^{<ss>}}{|x_2^{<ss>}|} & \frac{x_3^{<ss>}}{|x_3^{<ss>}|} \\ \frac{x_1^{<cs>}}{|x_1^{<cs>}|} & \frac{x_2^{<cs>}}{|x_2^{<cs>}|} & \frac{x_3^{<cs>}}{|x_3^{<cs>}|} \end{bmatrix} \quad (3)$$

这里 $x_i^{<cs>}$ ($i = 1, 2, 3$) 对应于 RD、TD、ND 各方向在晶格坐标 <C> 中的指数构成的列矢量, C 是一个 3×3 的方阵。要说明的是, 这样构造的 C 矩阵对全部七个晶系都有效。但对非立方晶系, 由于晶格坐标系各坐标轴夹角与轴比变化, $x_2^{<ss>}$ (TD) 方向指数的求解以及 $|x_i^{<cs>}|$ ($i = 1, 2, 3$) 的表达式不仅与方向指数有关, 而且与晶格坐标系的基矢量有关。本文工作不涉及此类材料, 因此不一一列出。对立方晶系可直接代入方向指数按矢量代数方法求解。

确定了坐标变换矩阵 C, 则断裂面的法向最后表达为晶格坐标中的指数为:

$$\vec{v} = C \cdot \vec{v}^{<ss>} \quad (4)$$

同样, 对非立方系材料, 还应进一步将 \vec{v} 转化为晶格坐标的倒易坐标。

通常样品的解理断裂总是沿着某些特殊的低指数晶面, 由于实验角度的测量误差, 用上述方法算得的结果并非与低指数方向完全重合, 但只要二者的夹角不大, 可以认定断裂面就是对应的低指数晶面。

2 结果与讨论

图 2a 为退火处理后样品的光学金相照片, 此时样品中存在大量的台阶状晶界, 在晶内沿平行于台阶面的方向有第二相粒子析出。X 射线能谱 (EDS) 和 EBSD 的研究表明析出的颗粒为 Ni_3S_2 相。图 2b

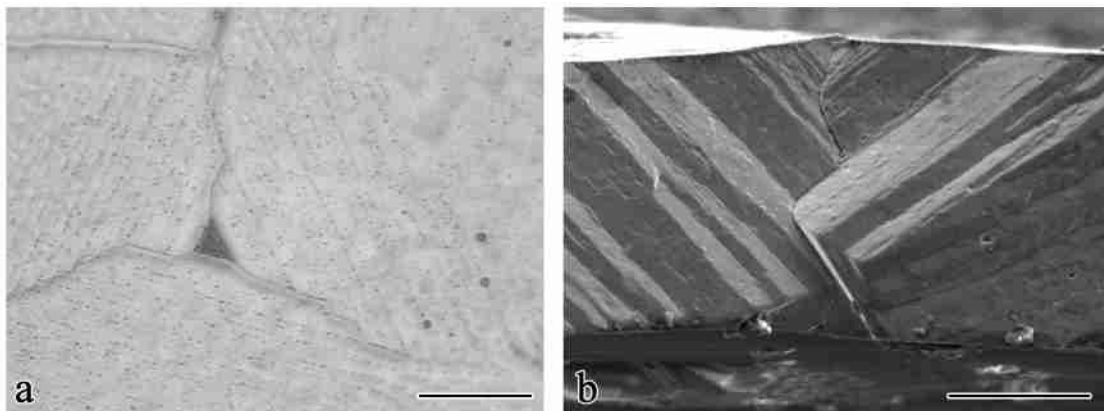


图 2 a: 样品 650 真空退火后的显微组织; b: 样品拉伸后断口的 SEM 形貌像。Bar = 50 μ m

Fig. 2 a: Optical microstructure of Ni annealed at 650 ; b: SEM fracture surface image of Ni sample after tension. Bar = 50 μ m

为拉伸断口的 SEM 照片,表明断口为台阶状沿晶断口。

图 3 是对断口中一个晶界测量的具体操作过程。第一步旋转样品台,将待测断面与样品上表面的交线 AB 旋转至与样品台水平轴平行(图 3a)。第二步以样品台水平轴为倾转轴做样品台的倾转,直到测量面与电子束入射方向垂直(图 3b),记录下此时的倾转角度为 34.3° ,对应的 $\theta = 34.3^\circ - 90^\circ = -55.7^\circ$ 。图 3c 为 EBSD 系统在样品台倾转 70° 时采集的二次电子像(图像为倾斜校正后采集),图像分析表明待测断面与样品上表面的交线 AB 线与竖直线夹角为 40.0° ,即 $\theta = 40.0^\circ$ 。在该断面附近紧邻 AB 线的区域(图 3c 白色箭头所示的拉伸样品抛光表面处)做 EBSD 分析,图 3d 为分析区域的 EBSD 花

样和 (001) 极图。EBSD 系统分析给出样品法向 (ND) $x_3^{<ss>}$ 的指数为 $[15, -11, -3]$,轧制方向 (RD) $x_1^{<ss>}$ 的指数为 $[4, 9, -13]$ 。根据前面所述的方法计算得该面法向的晶向指数为 $[-0.032, -0.999, -0.035]$,与 $[0, -1, 0]$ 方向夹角为 2.7° 。表 1 列出了实验测试的几个断裂面结果,大量的断裂面沿 $\{1, 0, 0\}$ 晶面,这表明 Ni_3S_2 在 $\{1, 0, 0\}$ 面的析出导致了材料的沿晶脆断。

与 Slavik^[1]的方法相比,本方法的效率要稍高一些。而与 Randle^[2-6]的方法相比,本方法省却了样品的定量抛光过程,因此更快捷。本方法的不足之处是只能对曝露的断裂面做定向分析,而 Randle^[2-6]的方法还可分析晶界等内部界面。

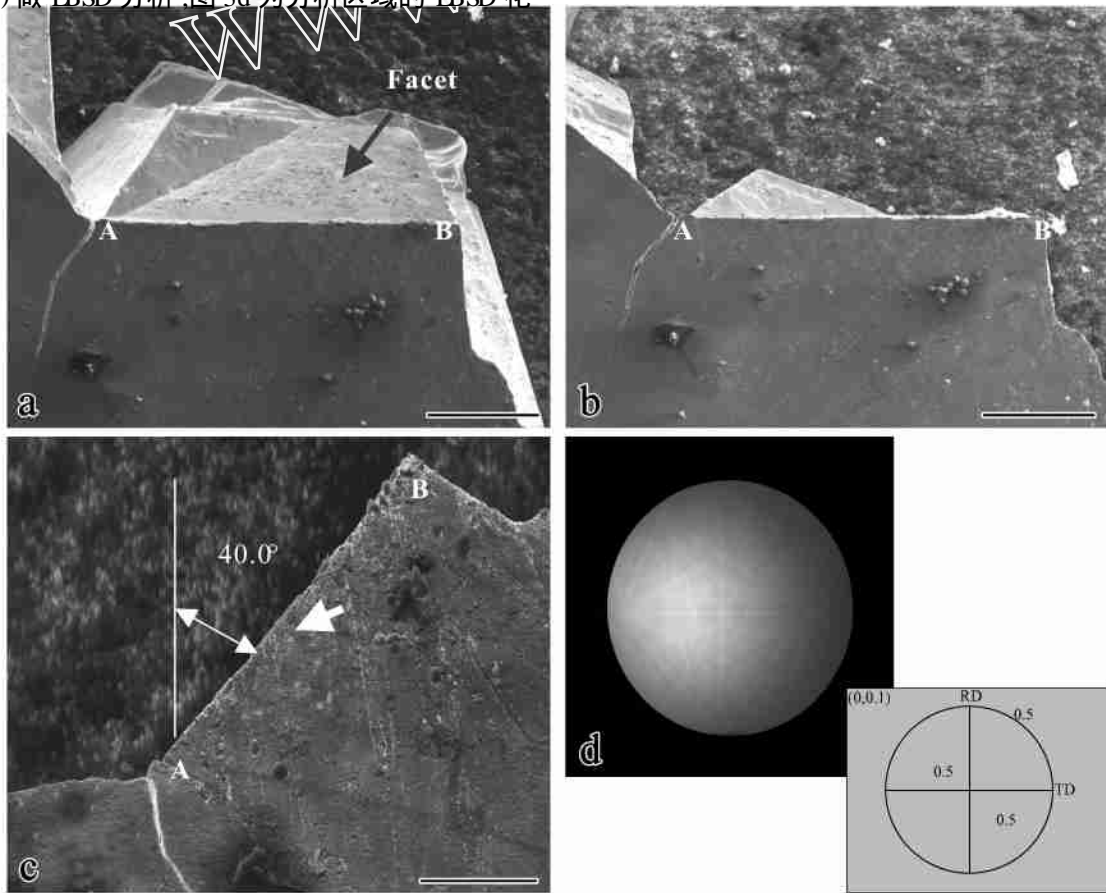


图 3 断裂面晶体学定向过程操作(Bar = 50 μm)。a:旋转样品台使断裂面与样品上表面的交线 AB 平行于样品台的倾转轴(图中水平方向); b:倾转样品台使断裂面法向与电子束入射方向垂直,记录倾转角度; c: EBSD 系统采集的二次电子像,测量得到交线 AB 与 RD 方向的夹角;d:分析点的 EBSD 花样和对应的 (0,0,1) 极图。

Fig. 3 Determination for crystal orientation of fracture surface(Bar = 50 μm) . a :Rotating the stage to make the trace(line AB)of fracture facet parallel to tilt axis of the stage(horizontal axis in this figure) ; b :Tilting the stage to make the normal direction of fracture facet perpendicular to electron beam direction , and recording the tilt angle ; c : Measuring the angle between the trace of fracture facet(line AB) and longitudinal direction in the image acquired by EBSD system ;d :EBSD pattern and (0,0,1) pole figure of grain adjacent to the fracture facet .

表 1 实验测量的几个断裂面参数及标定结果

Table 1 Measurements and the calculated orientations of fracture facets

顺序号		ND 指数	RD 指数	断裂面指数	标定指数	
1	- 53°	70.2°	- 7, - 10, 11	- 5, - 2, - 5	0.094, 0.04, 0.995	0, 0, 1
2	- 55.7°	40.0°	15, - 11, - 3	4, 9, - 13	- 0.032, - 0.999, - 0.035	0, - 1, 0
3	- 79°	43.2°	7, - 10, 1	1, 0, - 7	- 0.564, - 0.569, 0.598	- 1, - 1, 1
4	- 85.2°	96.7°	7, - 10, 1	1, 0, - 7	0.002, - 0.001, 1	0, 0, 1
5	- 92°	55.4°	1, - 6, 9	9, - 6, - 5	- 0.993, 0.056, 0.106	- 1, 0, 0
6	- 93.3°	8.4°	- 9, 4, 1	- 3, - 7, 1	- 0.034, 0.032, - 0.999	0, 0, - 1

3 结论

对于与样品表面相交的断裂面,利用 EBSD 和双倾转的样品台,可以在 SEM 中实现晶体学定向。对含 S 元素偏聚的镍样品拉伸沿晶断口的定向分析表明,主要断裂面沿 {1, 0, 0} 晶面,表明 NiS₂ 的析出对样品的晶界生长与断裂行为有决定性作用。

参考文献:

- [1] Slavik D C, Wert J A, Gangloff R P. J Mater Res, 1993, 8 (10) : 2482 - 2491.
- [2] Semprimoschnig C O A, Stampfl J, Pippan R, Kolednik O. Fatigue Fract Engng Mater Struct, 1997, 20 (11) : 1541 - 1550.
- [3] Randle V, Hoile C. Materials Science Forum, 1998, 273 - 275 : 183 - 190.
- [4] Randle V. Journal of Microscopy, 1999, 195 : 226 - 232.
- [5] Davies P A, Randle V. Journal of Microscopy, 2001, 204 : 29 - 38.
- [6] Davies P A, Novovic M, Randle V, Bowen P. Journal of Microscopy, 2002, 205 : 278 - 284.
- [7] 李国琛,等. 塑性大应变微结构力学[M]. 第二版. 北京:科学出版社, 1998. 9 - 10, 86.

Method for determining crystal orientation of fracture facet using electron back-scattering diffraction

XIE Ji-jia, SHANGGUAN Feng-shou, WU Xiao-lei, HONG You-shi

(State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

Abstract: A method was proposed to characterize the crystallographic orientation of fracture surface facets in a scanning electron microscope. Firstly, the orientation of grain abutted on the facet was measured relative to the reference axes in Ni sample after tensile testing using electron back-scattering diffraction analysis. Secondly, the inclination of the facet with respect to the same reference axes was determined by using double-tilting stage. Finally, the direction of fracture facet of Ni tension sample was obtained to be {100}.

Keywords: crystal orientation; electron back scatter diffraction (EBSD); fracture facet