

文章编号:1000-6281(2008)04-0271-04

# 利用迹线测量晶体材料中特征面取向的 EBSD 方法

谢季佳<sup>1</sup>, 徐 娟<sup>2</sup>, 洪友士<sup>1</sup>

(1. 中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室,北京 100190;

2. 河北工业大学材料学院,天津 300130)

**摘 要:** 本工作研究了从单一投影面测量块体晶体材料内部特征面的 EBSD 方法。首先对样品表面进行 SEM 观察并采集图像,利用图像分析软件测量各迹线在样品台坐标系的取向。然后进行 EBSD 扫描获得迹线两侧各晶粒对应的取向,进一步利用坐标变换关系计算出晶粒内部的特征面迹线在晶格坐标中的方向指数。最后将全部测量的迹线的极点标示到反极图中,并与各低指数晶面的大圆位置进行对比,重合度最高的晶面就是特征面最可能的晶体学取向面。

**关键词:** 迹线;晶体取向;电子背散射衍射;反极图

**中图分类号:** O76;TG15.23 **文献标识码:** A

晶体材料生长过程总是存在一些特定的晶面优先生长,而在疲劳与断裂过程中也容易沿某些特定的晶面开裂,因此测量这些特征面的晶体学取向对研究材料的生长与破坏机制非常重要。对于暴露在外的特征面,通过电子背散射衍射(EBSD)系统配合样品台的倾转可对其进行精确的测量<sup>[1~3]</sup>。但对于块体材料中没有暴露在外的特征面,如孪晶面或微裂纹面,测量过程相对复杂。由于特征面是一个空间的平面,在块体样品表面所观察到的实际是这些面与观察面相交所形成的迹线。要测量这样一个空间的面,Randle<sup>[4,5]</sup>提出两种方法:一种需要通过获得同一个面在两个不同的观察面上的迹线来计算该平面的空间取向,再结合 EBSD 的测量结果给出该平面的晶体学指数;另一种则采用精细定量抛光的方法,通过将样品抛光不同深度来获得特征迹线的位置变化,进而根据 EBSD 结果计算出测量面的空间取向。显然对块体材料而言,要获得两个相交的抛光面从技术上有一定难度,面之间容易形成圆角过渡而导致测量误差。而定量抛光从技术上也有很高的要求。因此发展由单一观察面获得块体材料中特征面的方法具有一定的应用价值。

Bouyne<sup>[6]</sup>利用 EBSD 技术从单一观察面对贝氏体钢中微裂纹进行了测量,将裂纹面迹线与裂纹两侧晶粒的 001 极图进行对比。Bouyne 发现迹线总是和圆心与 001 极点的连线垂直,因此推断裂纹面沿 {001} 面。陈绍楷<sup>[7]</sup>介绍了一种由一个观察面测定

孪晶面的方法,利用乌氏网和极图对两条迹线的垂面求交点可以定出孪晶面法向的极点。但考虑到晶体对称性的影响,在利用乌氏网对极图进行旋转操作时存在多种选择。而且当同时存在多个不同孪晶面时将很难给出准确的结果。

本文对上述方法进行改进,直接将迹线的极点标到反极图中并与特征晶面所在大圆进行对比,可以测出特征的晶面,同时避免 EBSD 给出的数据由于晶体对称性带来的影响。

## 1 实验方法

如图 1 所示,先建立样品坐标系 RD-TD-ND 和各晶粒对应的晶格坐标系。这里的晶格坐标系各轴向分别是沿晶胞的 [100]、[010] 和 [001] 方向建立,各基矢长度就等于晶胞的晶格常数。图中 A、B 为样品中两个晶粒,La 和 Lb 为晶粒中某特征面(孪晶面或解理面)在样品表面的迹线。利用 EBSD 测量可以确定样品坐标系与测量点晶格坐标之间的坐标变换关系,这样就可以分别获得 La 和 Lb 在各自晶格坐标中的方向指数。显然,在晶格坐标中,La 与 Lb 的方向矢量均位于特征晶面内。如果没有对称性的问题,则 La 与 Lb 做矢量叉积就可以获得特征面的取向。但由于晶体对称性的存在,EBSD 分析得到的 La 和 Lb 可能分别位于对称的两个等效面内,此时直接叉积将不能得到正确的结果。注意到在反极图中,La 与 Lb 的方向矢量极点一定位于该特征

收稿日期:2008-04-10;修订日期:2008-05-12

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 10772178)。

Foundation item: National Natural Science Foundation of China(No. 10772178)。

作者简介:谢季佳(1973-),男(汉族),湖南省衡阳市人,助理研究员。E-mail: Xiejijie@nm.imech.ac.cn.

面所在大圆上。如果作者测量足够多的特征面迹线, 将它们在晶格坐标系中的方向矢量极点标到反极图中, 与各种不同晶面的大圆位置进行对比, 那么重合度越高的晶面就是最为可能的特征面。

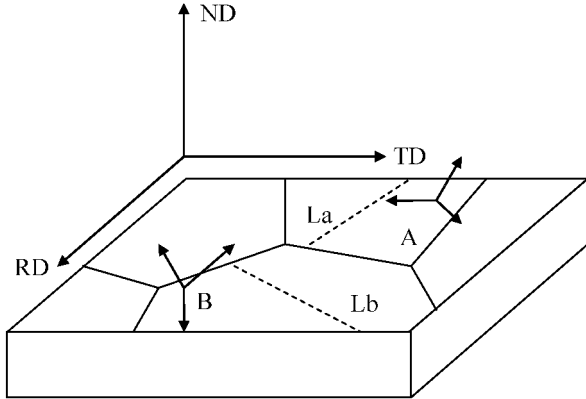


图 1 样品坐标系 (RD-TD-ND) 与各晶粒晶格坐标系示意图。虚线表示各晶粒内部特征面在样品表面的迹线。

Fig.1 Schematic drawing of the stage coordinates (RD-TD-ND) and crystalline coordinates of two grains. The dash lines are the traces of inner special planes in grains.

为验证方法的准确性, 本工作选择不锈钢做为实验材料。通过退火获得了具有大量孪晶界的样品。进一步利用该方法对 Fe-B 合金样品中  $Fe_2B$  晶粒的特征生长面进行了测量。EBSD 采用 OXFORD 的 INCA Crystal300 型系统, 扫描电镜应用 FEI Sirion400NC 型。

## 2 EBSD 测试与结果分析

### 2.1 测量方法的检验

1Cr18Ni9Ti 材料经高温退火处理后的样品显微照片如图 2 所示, 晶粒尺寸在  $100\ \mu\text{m}$  量级, 晶粒中存在大量的退火孪晶界。对于面心立方结构的奥氏

体不锈钢, 其孪晶面是  $\{111\}$  面, 因此这一材料是验证方法的理想材料。样品为薄片状, 如图 1 所示, 这样保证待测的孪晶面迹线位于 RD-TD 平面内。利用图像分析软件, 先对孪晶界与 RD 方向的夹角进行测量。得到了在 RD-TD-ND 坐标系中各孪晶界迹线的方向矢量, 部分结果如表 1 所示。

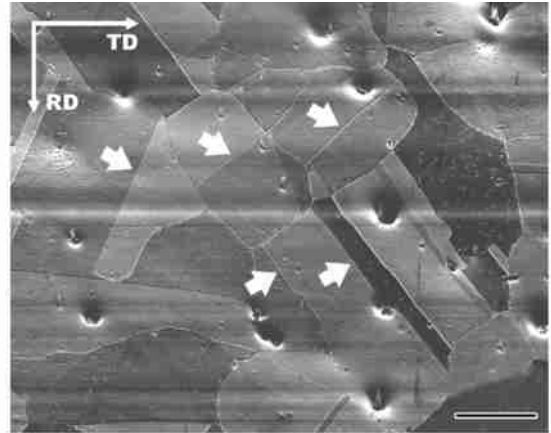


图 2 退火处理后 1Cr18Ni9Ti 样品的扫描电镜照片, 白色箭头指向孪晶界。Bar =  $50\ \mu\text{m}$

Fig.2 SEM micrograph of 1Cr18Ni9Ti stainless steel sample after annealing. The twin boundaries are indicated by white arrows. Bar =  $50\ \mu\text{m}$

利用 EBSD 系统对图 1 中各孪晶界两侧的晶粒进行取向测量。进一步通过坐标变换将各孪晶界迹线在 RD-TD-ND 坐标系中的方向矢量转换到两侧晶粒的晶格坐标系中, 结果如表 1 所示。

最后将各迹线方向矢量的极点标示到反极图中, 并与特征低指数晶面 ( $\{111\}$  面与  $\{110\}$  面) 的投影大圆进行对比。全部测量结果共 37 个极点如图 3 所示。可以看出, 各孪晶界迹线方向矢量的极点均位于  $\{111\}$  面的大圆两侧, 并且基本落在与标准  $\{111\}$  方向  $\pm 5^\circ$  度偏差的范围之内。因此, 本方法具有较高的可靠性。

表 1 1Cr18Ni9Ti 孪晶面迹线在晶格坐标中的指数测量结果

Table 1 Results of traces vector in crystalline coordinates of 1Cr18Ni9Ti stainless steel

迹线与 RD 方向夹角	迹线在样品坐标中指数	RD-TD 面在晶格坐标中的晶面指数	RD 方向在晶格坐标中的晶向指数	迹线在晶格坐标中指数
$35.1^\circ$	0.818, 0.575, 0	- 9, - 7, 11	- 17, - 8, - 19	- 0.22, - 0.731, - 0.646
$- 23.2^\circ$	0.919, - 0.394, 0	- 2, - 2, 3	- 5, - 4, - 6	- 0.785, - 0.125, - 0.607
$- 52.5^\circ$	0.609, - 0.793, 0	- 6, 19, 3	- 3, - 3, 13	- 0.871, - 0.332, 0.363
$22.1^\circ$	0.927, 0.376, 0	1, - 4, 2	10, - 8, - 21	0.71, - 0.165, - 0.684
$- 47^\circ$	0.682, - 0.731, 0	5, 8, - 13	- 5, 21, 11	- 0.819, 0.572, 0.037
$37.1^\circ$	0.798, 0.603, 0	13, 2, - 2	- 2, 14, 1	- 0.017, 0.759, 0.651

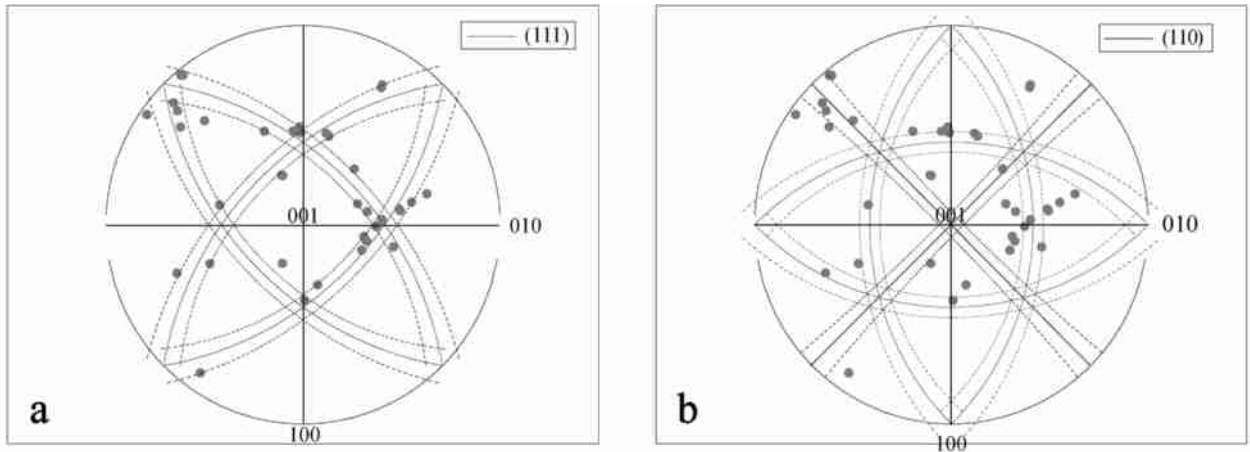


图 3 各迹线取向矢量标到反极图中与各晶面族大圆位置的对比。a: {111} 晶面; b: {110} 晶面。实线为晶面大圆的精确位置, 虚线为 5 度偏差的大圆位置。

Fig. 3 The project points of trace vectors in the inverse pole figure. a: Comparing with the big circles of {111} planes; b: Comparing with the big circles of {110} planes. The continue lines are the accurate project position of the big circles. The dash lines are the project position of the big circles with 5 degree errors.

### 2.2 Fe<sub>2</sub>B 晶粒生长面的测量

Fe<sub>2</sub>B 是一种金属间化合物,通常对钢件表面进行渗硼处理获得含 Fe<sub>2</sub>B 的硼化物层以提高零件表面硬度和耐磨性能。此外,由于 Fe<sub>2</sub>B 具有优良的耐熔锌腐蚀的能力,所以用于热镀锌工艺中以减少锌液对材料的腐蚀<sup>[8,9]</sup>。本工作涉及的铸态 Fe<sub>2</sub>B 显微组织如图 4 所示,大块的灰色相为初生 Fe<sub>2</sub>B 相,剩余为铁素体 + Fe<sub>2</sub>B 共晶组织。从图中可见,初生 Fe<sub>2</sub>B 晶体生长形态中存在一些界面是平界面生长的。对多幅图像中多个晶粒进行了平界面特征迹线

的角度测量,并配合 EBSD 分析了各晶粒的晶粒取向。根据文献 [2] 所描述的方法,对四方晶系的 Fe<sub>2</sub>B 构造各晶粒晶格坐标与样品坐标之间的坐标变换矩阵。利用坐标变换关系将各迹线转换到晶格坐标后,进一步把各迹线矢量极点标示到晶体反极图中。结果如图 5 所示,图中相同符号的极点来自于同一晶粒。由图 5a 可见,全部的极点都分布在低指数晶面的大圆附近,但显然并非位于同一晶面族内。将来自同一晶粒的两条相邻界面迹线分别与 {011} 晶面族大圆、{111} 晶面族大圆进行对比发现,大部分的晶界是由这两个晶面构成。Fe<sub>2</sub>B 晶粒的平界面生长主要沿 {111} 晶面族和 {011} 晶面族进行,二者成对出现在同一晶粒中。

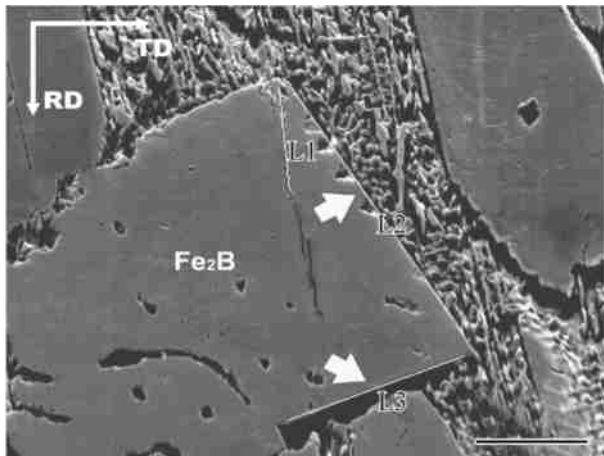


图 4 具有平界面生长特征的 Fe<sub>2</sub>B 晶粒的扫描电镜照片(白色箭头指向晶界)。Bar = 50 μm

Fig. 4 SEM micrograph of cast Fe<sub>2</sub>B grain with planar growth interface (arrowed). Bar = 50 μm

### 3 结论

通过对观察面中特征面迹线的 EBSD 取向分析,在反极图中可将这些特征面确定下来。在单一观察面上,只要测量足够多的迹线,这些迹线的方向矢量在反极图中的极点会分布在特征面的大圆上。因此,通过对比极点与反极图中各晶面大圆的重合度可以确定该特征面的晶体学取向。本方法通过 1Cr18Ni9Ti 退火孪晶面的测量证实了其可靠性。进一步对 Fe<sub>2</sub>B 铸态组织的测量表明 Fe<sub>2</sub>B 晶粒发生平界面生长主要沿 {011} 和 {111} 晶面进行,通常这两种平界面会同时出现在一个晶粒中。

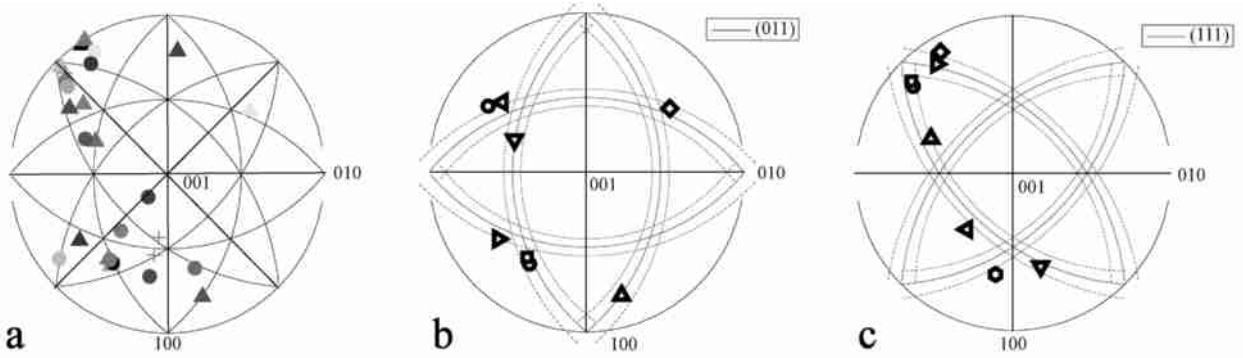


图 5 a:  $\text{Fe}_2\text{B}$  反极图中全部平界面迹线的极点; b: 部分极点与  $\{011\}$  大圆; c: 部分极点与  $\{111\}$  大圆。同一符号的极点来自于同一晶粒的两个相邻生长面迹线。

Fig. 5 a: All traces of planar growth interface of  $\text{Fe}_2\text{B}$  grains in inverse pole figure; b: Parts of pole points with the big circles of  $\{011\}$  planes; c: Parts of pole points with the big circles of  $\{111\}$  planes. The pole points in (b) and (c) with the same symbol are adjacent traces from a same grain. The dash lines in (b) and (c) are project of the big circles of crystalline planes with 5 degree errors.

#### 参考文献:

- [ 1 ] 谢季佳,上官丰收,武晓雷,洪友士. 确定断裂表面晶体学取向的电子背散射衍射方法[J]. 电子显微学报, 2005, 24(6): 547 - 550.
- [ 2 ] 谢季佳,何发泉,洪友士. 确定  $\text{ZnO}$  颗粒生长方向的电子背散射衍射方法[J]. 电子显微学报, 2007, 26(1): 14 - 18.
- [ 3 ] Slavik D C, Wert J A, Gangloff R. P. Determining fracture facet crystallography using electron backscatter patterns and quantitative tilt fractography [J]. Journal of Materials Research, 1993, 8 (10): 2482 - 2491.
- [ 4 ] Randle V, Hoile Ch. Crystallographic analysis of facets using electron back-scatter diffraction[J]. Materials Science Forum, 1998, 273 - 275: 183 - 190.
- [ 5 ] Randle V. Crystallographic analysis of facets using electron backscatter diffraction [J]. Journal of Microscopy, 1999, 195: 226 - 232.
- [ 6 ] Bouyne E, Flower H M, Lindley T C, Pineau A. Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel [J]. Scripta Materialia, 1998, 39 (3): 295 - 300.
- [ 7 ] 陈绍楷,李晴宇,苗壮,许飞. 李晶面和李晶位向关系的 EBSD 测定[J]. 电子显微学报, 2005, 24(4): 385 - 385.
- [ 8 ] 孙忠波,杜安,曹晓明,温鸣. Cr 元素对熔炼 Fe-B 合金中  $\text{Fe}_2\text{B}$  相性能的影响[J]. 热加工工艺, 2007, 36(9): 21 - 23.
- [ 9 ] 马瑞娜,曹晓明,温鸣,廖波. Si 对合金在锌液中腐蚀机制的影响[J]. 材料科学与工程学报, 2006, 24(4): 592 - 596.

## EBSD method for identifying the crystalline orientation of special planes by measurement of traces on surface

XIE Ji-jia<sup>1</sup>, XU Juan<sup>2</sup>, HONG You-shi<sup>1</sup>

(1. State key laboratory of nonlinear mechanics, institute of mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190;

2. School of Material Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

**Abstract:** This paper investigated the EBSD method for identifying the crystalline orientation of inner special planes in bulk sample from only one projection of the sample. Firstly, the sample surface with traces of special planes was observed. The orientations of the traces in the stage coordinates were acquired by using image measurement. Then, the EBSD analysis was carried out on sample surface to identify the orientations of grains with traces. According the coordinates transformation between the stage coordinates and crystalline coordinates, the orientations of traces in crystalline coordinates were calculated. Finally, all the pole points of traces in crystalline coordinates were drawn in the inverse-pole figure and compared with the big circles of special crystalline planes with low index. If the big circles of one plane coincide with all the pole points, that plane must be the most possible orientation of the special planes.

**Keywords:** trace; crystalline orientation; EBSD; inverse pole figure