

文章编号: 1007 - 1482(2005)04 - 0211 - 04

· 综述 ·

## EBSD技术在微织构分析中的应用

杨 平

(北京科技大学材料学系, 北京 100083)

**摘 要:** 简介了 EBSD 技术在我国的应用状况和发展趋势, 提出了主要存在的问题及推广该技术的建议, 并列举了 EBSD 技术在微织构分析中应用的三个例子: 1) 铝合金中第二相粒子对基体亚晶转动及再结晶新晶粒取向的影响; 2) 铝、镁合金中孪晶的取向特点及与基体取向的关系; 3) 形变晶粒中的取向差分布及对析出的影响。

**关键词:** 背散射电子衍射; 取向成像; 织构; 组织

**中图分类号:** TG115.23; O722<sup>+</sup>7

**文献标识码:** A

### Application of EBSD technique to the microtexture analyses

YANG Ping

(Department of Mater Science, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

**Abstract:** A review is given of the current status of domestic EBSD applications and of the trends in its development. The main problems concerning its application and suggestions for spreading the use of the technique are discussed. Three examples of applying the EBSD technique to the analyses of microtexture are given: 1) the influence of large particles on subgrain rotations and orientations of new grains in an Al alloy; 2) twin orientations and their dependence on the matrix orientation in Al and Mg alloys; and 3) the influence of misorientations within deformed grains on precipitation.

**Key words:** EBSD; orientation mapping; textures; microstructures

#### 1 EBSD应用状况和发展趋势

电子背散射衍射技术 (EBSD-Electron Back-Scatter Diffraction) 的发展大致经历了四个阶段: 一是 Venables 在扫描电镜下发现电子背散射衍射菊池线<sup>[1,2]</sup>; 二是经 Dingley 及 Hjelen 等人在上世纪九十年代初成功地将 EBSD 技术商品化<sup>[3,4]</sup>; 三是自动逐点扫描技术的成功 (包括 Hough 变换和 OM 商业化, ACOM)<sup>[5,6]</sup>; 四是原位分析技术 (指 SEM 中的原位加热、原位加力、FB 原位切割从而进一步实现 3D-OM)<sup>[7,8]</sup>。宝钢于 1995 年最先从牛津仪器引入该设备, 随后武钢、本钢、太钢等都购置该设备, 因而钢铁行业最先从该技术中获益<sup>[9]</sup>。我国的 EBSD 技

术应用从时间上可分为只有极少数的应用者和初期的推广阶段到目前已有 64 套 EBSD 设备、各家厂商及用户可相互比较、交流的局面。从相关知识来源上可分为一批国内自学用户和在国外学习和工作过、从国外学到该技术的人员。目前 EBSD 测试技术已有国家标准, 并向 ISO 迈进。主要的 EBSD 设备销售商除 HKL, TSL, Oxford Instruments 外, 还有美国热电 Noran 公司。

图 1 为牛津仪器、TSL 和 HKL 三家公司在中国大陆的 EBSD 设备销售情况。可见, 在 2000 年销售有较大的发展, 2005 年数字下降是因只有半年的数据。值得注意的是, 牛津仪器在钢铁行业有较大的市场, 其在中国销售总台数的 65% 在高校以外的企

收稿日期: 2005 - 10 - 06

基金项目: 国家自然科学基金 (50571009)

作者简介: 杨平 (1959 - ), 男, 北京科技大学材料学系教授, 博士生导师

研究方向: 晶体材料的各向异性行为; 形变、再结晶机制; EBSD 技术的应用, E-mail: yangp@mater.ustb.edu.cn

业或研究院, 35%在钢铁企业。

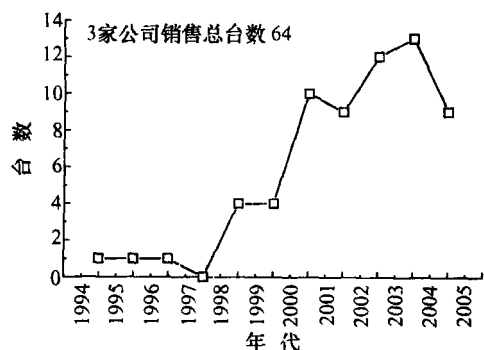
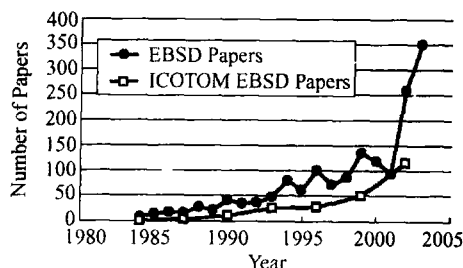
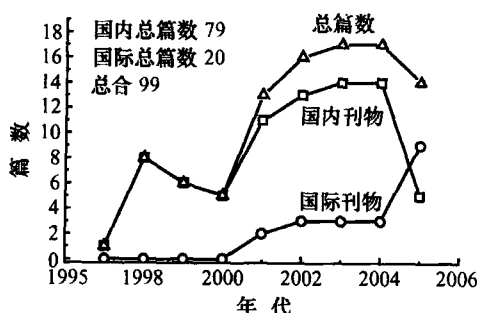


图1 牛津仪器、TSL和HKL三家公司在中国大陆的EBSD设备销售情况



(a) 国际上发表的涉及EBSD应用的文章数<sup>[8]</sup>



(b) 国内作者发表的涉及EBSD应用的文章数

图2 国内外发表的涉及EBSD应用的文章数统计

## 2 主要问题及建议

与能谱相比, EBSD相关的基础知识要深一些, 即使不是搞织构分析的研究人员, 也要了解取向和晶体学的概念。多数高校工科材料专业基础课《材料科学基础》中, 晶体取向数据的几何表达是最难的概念之一。研究生是应用该技术的主体, 研究生课程中应增加相应选修课; 在目前设备不多、应用者有限的情况下, 制作一门网上课程及出版一本普及型教材是一个好的思路。研究生, 不但要了解这种设备, 还要学习相关基础, 要多做练习。要多与别人交流。学会应起重要的作用, 暑期办培训班, 虽然, 一个单位显不出需求, 但一个国家加起来总有相当数量。以前, 各EBSD公司每年有用户会, 国外没有条件, 国内规模太小, 不成气候。设备出现问题不能及时解决。4~5年后设备已过时, 单位会觉得纯是一种摆设, 没有实际用途。现在已是开始思考换代产品问题了, 这也是厂家要考虑的问题。样品制备上遇到的困难, 应多加思考并多与别人交流。

EBSD设备需要与扫描电镜配合使用, 按说在电镜会议上相关的文章应最多, 但实际上在国际织构会议(ICOTOM)上相关的文章最多, 见图2(a)。1996年10月在我国西安召开第十一届国际织构分议时, 会上有20篇EBSD文章, 我国还没有一篇在国内使用EBSD设备完成的文章。到2005年国际第十四届材料中的织构会议时, 论文集共有260篇文章, 涉及EBSD技术的文章已有94篇, 占34.8%。这个比例应是各类国际大型会议中比例最高的。图2(b)为国内作者代表国内单位各年发表的涉及EBSD技术的文章数。从1997年到2005年上半年, 大约99篇; 平均每年11篇。从本次首届EBSD会议投稿情况看(共28篇), 高校占多数。

## 3 EBSD技术在微织构分析中的应用

因篇幅限制, 本文仅介绍三个方面的应用。

### 3.1 大的第二相硬粒子对周围亚晶转动及新晶粒取向的影响

图3(a)的X射线织构测定表明, 第二相粒子的存在加速了粒子周围基体亚晶的转动, 且转动是有规律的。B取向{110} 112内转动到另一对称B取向, 两者是孪晶关系, 绕TD/111转动。图3(b)和图3(c)的EBSD单点取向测定直接证实了这点。

### 3.2 铝合金及镁合金中孪晶取向特点及与基体取向关系

因多晶中晶粒取向不同, 在特定外力作用下, 不同晶粒内孪晶系的分切应力也不同, 所以, 有利取向晶粒内先孪生。高层错能铝合金中出现退火孪晶已不少见, 但常见的三种形变取向C, S, B晶粒中哪种基体内最易出现孪晶尚不清楚。图4是用EBSD技术测出的再结晶孪晶取向和孪晶出现时周围形变基

体的取向。可见,与低层错能 FCC 金属的特点相同,孪晶都是从 B 取向或  取向线 ( $\{110\} \parallel$  轧面) 上的形变晶粒内形成。

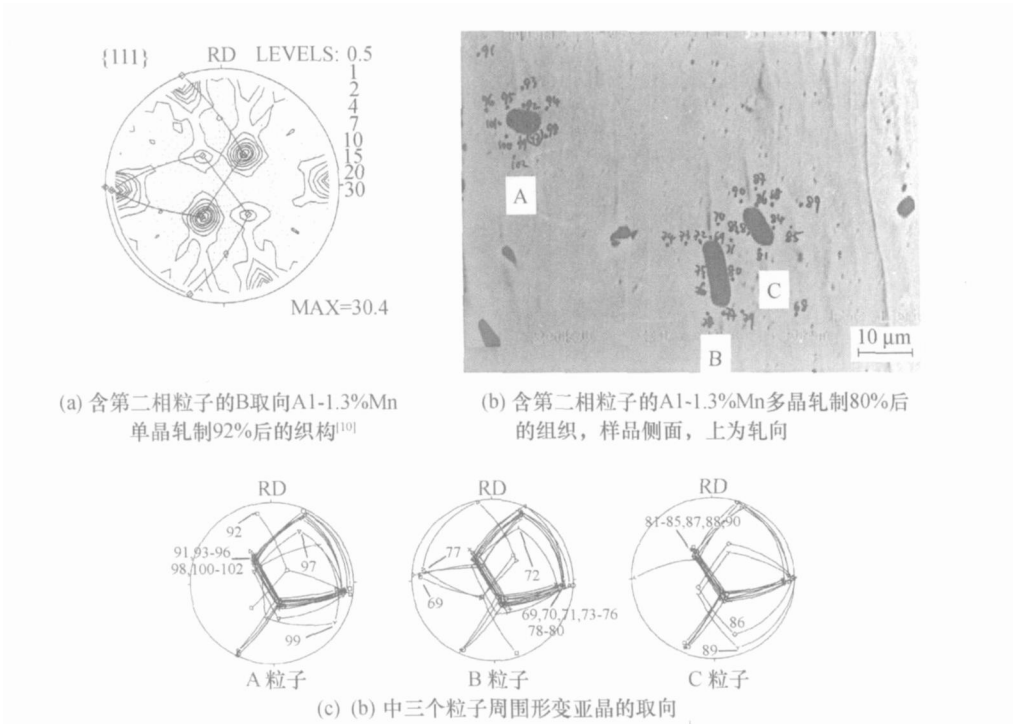


图 3 第二相粒子对 B 取向晶粒周围亚晶转动及新晶粒取向的影响

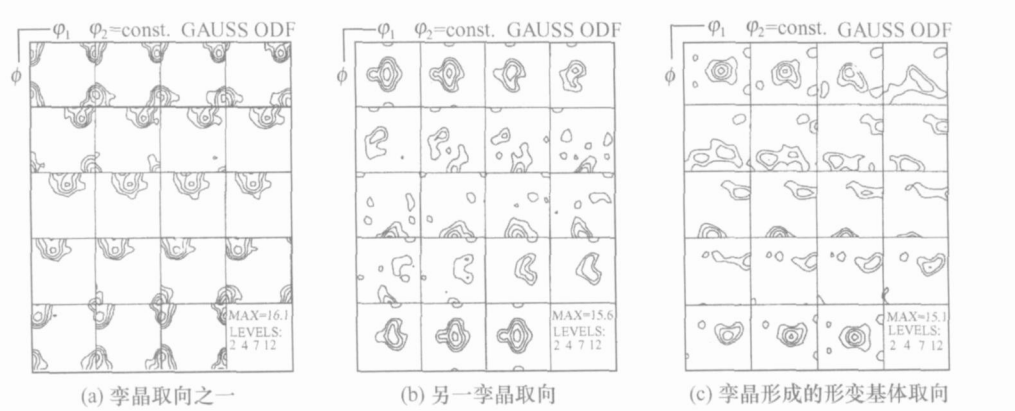


图 4 铝合金中再结晶孪晶的取向特点<sup>[11]</sup>

镁是在  $c$  轴受拉力时形成  $\{10\bar{2}1\}$  孪晶;原始织构不同,形变时孪晶转变量就不同。虽然孪生只是一种形变机制,不是相变也不是再结晶时的组织转变,但其也由形核和长大过程组成。有些研究用类似于 JMA 方程的式子  $f = 1 - \exp(-k^n)$  描述孪晶量与形变量的关系,是应变量。若是恒应变速率,则与 JMA 方程相同。形变孪晶与退火孪晶不同,不能用孪晶界的多少描述其相对量,因孪生后期,转变量很大,但孪晶界并不增多,反而会减少。此外,光学镜下不容易区分孪晶与基体。图 5 是利用取向相对量确定的孪晶量与形变量的关系。镁的拉伸孪晶

取向差达  $86.3^\circ$ ;且压缩时孪晶取向总是基面平行于压缩面,因此,可较容易地将孪晶与基体区分。

3.3 多晶形变后晶粒内的取向差

由于多晶内各晶粒取向不同,形变时滑移出现的早晚及数目都不同,位错间交互作用强弱不同,晶内的取向差分布一定不同。用 EBSD 方法可测出这种差异。图 6 是铝锰合金中取向差的不同对过饱和和固溶体脱溶时析出先后的影响。C、S 取向内取向差大,粒子提前析出;而 B 取向晶粒内取向差小,粒子析出晚。同样,BCC 结构金属也有此特征。

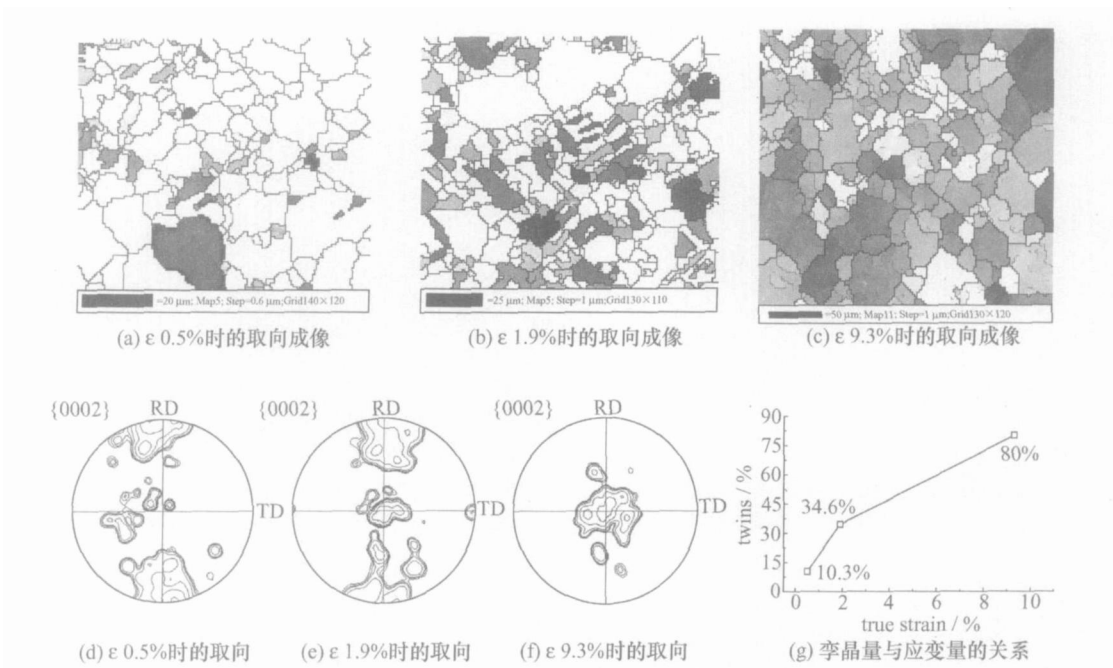


图 5 通过取向确定孪晶量与应变量的关系<sup>[12]</sup>

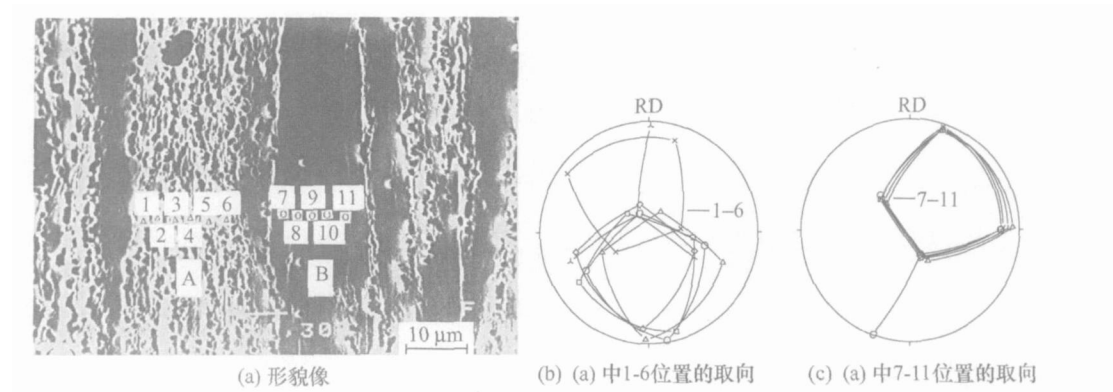


图 6 过饱和 Al-1.3%Mn合金轧制形变后退火时析出动力学与基体取向的关系

4 总结

EBSD技术能揭示出很多直接观察难以得到的信息,它对我们全面认识材料制备过程机理和本质至关重要。EBSD技术与能谱仪相似,是扫描电镜上的两个附件,提供了微区成分和取向结构的信息,但EBSD的应用要较多的晶体学基础,这点是制约推广的一个重要原因。目前我国现有的设备平均来讲处在利用率较低的水平,有些面临尚未真正使用就过时的局面。研究生是应用该技术的主体,研究生课程中应增加相应选修课;在目前设备不多、应用者有限的情况下,制作一门网上课程及出版一本普及型教材是一个需求。各厂家用户间的交流和学会有着大的作用。我国仍是一个巨大的商业市场,EBSD的应用还会以较高的速度发展。

致谢:感谢 HKL 公司中国销售部康伟经理、EDAX/TSL公司中国销售部雷运涛经理、牛津仪器中国销售部孟均经理提供的销售数据。

参考文献:

[1] Venables J A, Harland C J. Electron back-scattering patterns—a new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope [J]. PhilMag, 1973, 27: 1193 - 1200

[2] Venables J A, Bin-Jaya R. Accurate microcrystallography using electron back-scattering patterns [J]. Phil Mag, 1977, 35: 1317 - 1332

[3] Dingley D J, Randle V. Microtexture determination by electron backscatter diffraction [J]. J mater Sci, 1992, 27: 4545 - 4566

(下转 224页)

## 参考文献:

- [1] Nekkanti R M, Seetharaman V, Brunke L, et al Development of nickel alloy substrates for YBCO coated conductor applications [J]. IEEE Trans Appl Supercond, 2001, 11: 3321 - 3324.
- [2] Doherty R D, Juul Jensen D, et al Current issues in recrystallization: A review [J]. Mater Sci Eng, 1997, A238: 219 - 274.
- [3] Zaefferer S, Baudin T, Penelle R. A study on the formation mechanisms of the cube recrystallization texture in cold rolled Fe-36% Ni alloys [J]. Acta Mater, 2001, 49: 1105 - 1122.
- [4] Liu Q, Hansen N. Macroscopic and microscopic subdivision of a cold-rolled aluminium single crystal of cubic orientation [J]. Proc R Soc Lond A, 1998, 454: 2555 - 2591.
- [4] Hjelen J, Qvale A H, Gomo O. Electron microdiffraction (EBSD) in the scanning electron microscope (SEM): Further hardware development to improve pattern quality [J]. Materials Science Forum, 1994, 157 - 166 (pt 1): 137 - 142.
- [5] Kunze K, Wright S I, Adams B L, et al Advances in automatic EBSD single orientation measurements [J]. Textures and Microstructures, 1993, 20: 41 - 54.
- [6] Adams B L, Dingley D L, Kunze K, et al Orientation Image Microscopy: new possibilities for microstructural investigations using automated BKD analysis [J]. Mater Sci Forum, 1994, 157 - 162: 31 - 42.
- [7] Mulders J J L, Day A P. Three-dimensional texture analysis [J]. Mater Sci Forum, 2005, 495 - 497: 237 - 242.
- [8] Wright S I, Field D P, Nowell M M. Impact of local texture on recrystallization and grain growth via in-situ EBSD [J]. Mater Sci Forum, 2005, 495 - 497: 1121 - 1130.
- [9] 陈家光, 李忠. 电子背散射衍射在材料科学研究中的应用 [J]. 理化检验—物理分册, 2000, 36: 71 - 74, 77.
- [10] Kong X. Einfluss von Ausscheidungen auf die Walz- und rekristallisationstextur in einkristallen aus Al-Cu und Al-Mn [J]. Dissertation RWTH Aachen, 1992.
- [11] Yang P, Engler O. The formation of twins in recrystallized binary Al-1.3% Mn [J]. Materials Characterization, 1998, 41: 165 - 181.
- [12] 胡铁嵩, 杨平, 赵祖德, 等. 利用取向成像研究镁合金的孪生过程 [J]. 中国有色金属学报, 2004, 14: 105 - 111.

## · 动态与信息 ·

## 全国性学会 2005年 12月份重点学术活动通报

- 会议名称: 中国农业工程学会 2005年学术年会 (2005 CSAE Annual Meeting)  
主办单位: 中国农业工程学会  
全体会议内容: 农业工程科技创新与建设现代农业; 农业机械化与现代农业装备; 农业信息化与“数字农业”; 农产品贮藏、加工与生物质资源利用; 农业生物环境与设施; 农业工程农业水土工程与节水农业
- 会议名称: 2005年新材料发展趋势研讨会  
主办单位: 中国材料研究学会  
会议内容: 会议交流我国和国际上新材料研究的动向和发展趋势, 组织参加过新材料国际学术活动和出国访问的材料专家进行学术报告, 把握材料发展的最新动态, 追踪材料研究前沿, 推动新材料科学和产业的自主创新和技术进步。
- 会议名称: 高新工业表面活性剂应用培训班  
主办单位: 中国化工学会  
会议内容: 组织全国表面活性剂行业对高新工业表面活性剂应用技术进行培训
- 会议名称: (国际)光气生产企业安全研讨会  
主办单位: 中国化工学会  
会议内容: 安全管理、医疗、救护、事故预防等