

文章编号:1000-6281(2002)04-0449-06

# 背散射电子衍射与透射电镜在单晶铝形变组织研究中的应用

黄晓旭<sup>1</sup>, 蔡大勇<sup>1</sup>, 刘 庆<sup>2</sup>, 姚 枚<sup>1</sup>

(1 燕山大学材料科学与工程学院, 河北 秦皇岛 066004; 2 清华大学材料系, 北京 100084)

**摘 要:** 本文采用背散射电子衍射 (EBSD) 及透射电镜 (TEM) 技术对拉伸变形单晶铝 ([110] 方向平行于拉伸轴) 的显微组织进行了表征, 直接对比了两种分析手段所得结果的异同。结果发现, 单晶铝形变显微组织中表现为明显的带状特征, TEM 及 EBSD 技术的表征结果非常吻合, 但 EBSD 不能完全反映出位错界面的分割特征; 相对于 TEM 而言, EBSD 技术所能分析的试样区域较大, 其结果具有较好的统计意义。

**关键词:** 单晶铝; 形变显微组织; 背散射电子衍射; 透射电镜

**中图分类号:** O733.3; TG115.23; O766.1 **文献标识码:** A

塑性变形过程中金属的显微组织会发生明显的变化, 一方面表现为晶粒形状的改变, 同时伴随晶界面积的急剧增加, 其次是晶粒内部微观结构的形成, 胞状结构是冷变形金属组织结构的一个重要特征。当变形量较低时, 金属内的位错组态基本上属于无规则状态; 但当形变量升高时, 随着大量位错的增殖, 金属内会出现一定的胞状结构, 在每个胞的内部位错密度较低, 而胞壁的位错密度非常高, 胞壁的排列尽量平行于低指数晶面, 在面心立方金属中的这些低指数晶面为 {100}、{110} 及 {111} 面<sup>[1]</sup>。进一步的研究发现, 单晶铝的形变显微组织以胞块 (cell blocks) 及位错胞 (cells) 的形成特征, 近似平行的位错墙 (DDWs) 及微带 (MBs) 将晶粒分割成胞块结构, 胞块内部为位错胞, 上述特征既存在于单晶中也存在于多晶中。一般情况下, 随着应变量的增加, 位错胞的尺寸逐渐减小, 同时位错界面两侧晶体的取向差逐渐加大, 但相对于位错胞界面而言, DDWs/MBs 两侧晶体取向差的增加速度较大<sup>[2~4]</sup>。

近年来, 电子背散射衍射技术 (EBSD) 发展很快, 精度水平及自动化程度逐年提高, 在 FEG SEM 上的空间分辨率可达 0.2 μm, EBSD 技术以其快捷、方便在金属塑性变形研究中的应用越来越广泛<sup>[5~7]</sup>。但是, EBSD 的空间分辨率和角度分辨率仍远低于 TEM, 在某些场合 EBSD 的结果远不能充分表征一些显微组织特征。本文以单晶铝为原材料, 同时采用 TEM 及 EBSD 技术对其形变显微组织进行

表征, 并对两者所得结果进行了直接对比分析。

## 1 试验材料及研究方法

试验中采用铝单晶 (拉伸轴方向 [110]), 室温下进行拉伸变形, 形变量 30%。TEM 薄膜为长方形, 沿拉伸轴方向截取。TEM 观察在 JEOL-2000 上进行, 采用一种半自动的 Kikuchi 花样标定技术测定晶体取向<sup>[8]</sup>, 根据晶体取向结果计算位错界面两侧晶体取向差。采用 JEOL-840 型 SEM 对 TEM 表征后的样品进行 EBSD 分析, 分析区域面积 300 μm × 100 μm, 步长 1 μm, 所得到的取向图 (OIM) 如图 1 所示, 其中 TEM 所观察区域以方框标出。

## 2 试验结果

### 2.1 TEM 表征结果

图 2a 为 TEM 的形变显微组织表征结果, 样品的长边方向以点划线表示。可以看出, 在所观察的区域内 (65 μm × 60 μm) 位错组态并非均匀一致, 呈现明显的带状特征, 相邻带间的衍射衬度交替变化, 相邻带间界面凹凸不平。上述带状结构分别记为 A 带 (包括 A1、A2、A3) 和 B 带 (包括 B1、B2) (图 2b)。

图 2a 中 A 带内的位错组态非常清晰, DDWs/MBs 将形变组织分割成典型的胞块结构, DDWs/MBs 之间的距离约为 2.8 μm。由于 B 带的衍射条件与强衍射条件相差较大, 所以该带内的位错组态比较模糊, 但将试样倾斜到适当的位置后, B 带内的位错组

收稿日期: 2002-11-12; 修订日期: 2001-12-18

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 59701011)。

Foundation item: National Natural Science Foundation of China (No. 59701011)。

作者简介: 黄晓旭 (1962 - ), 男, 汉族, 河南许昌, 副教授。

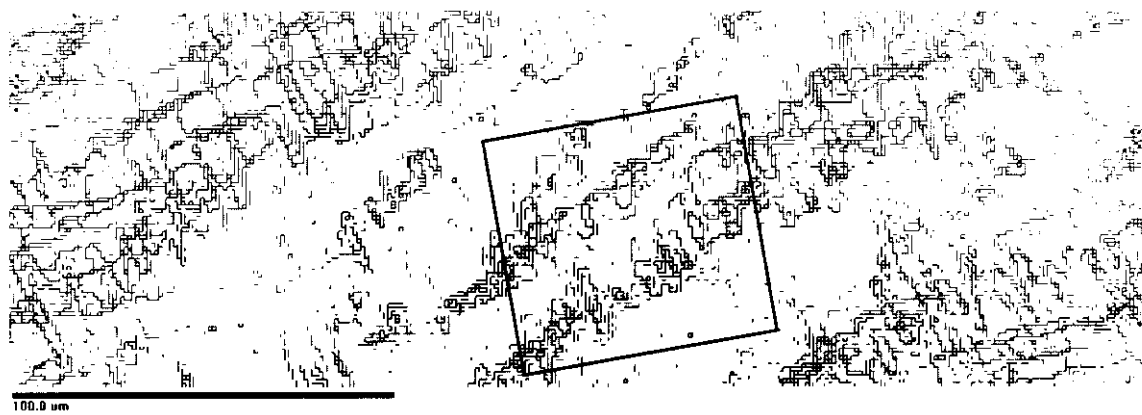


图 1 EBSD 测得的取向图(OIM 图,方框表示 TEM 观察区域)。Bar = 100μm  
Fig. 1 OIM testing by EBSD (The frame marks the area testing by TEM). Bar = 100μm

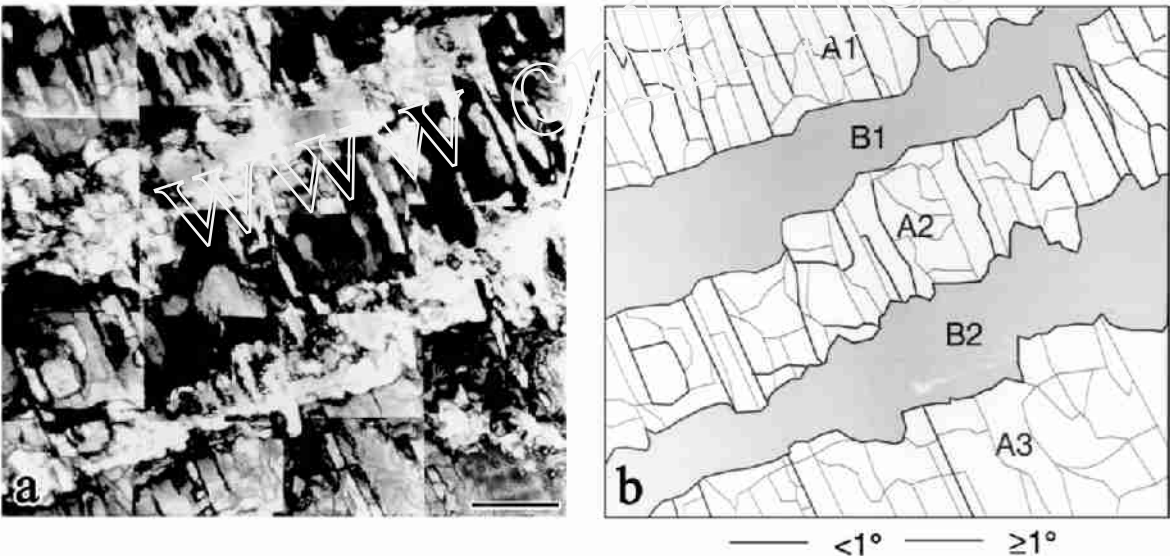


图 2 形变显微组织的 TEM 表征结果。a 形变组织的带状特征 (Bar = 10μm) ; b 带状特征示意图。  
Fig. 2 TEM micrographs showing the deformation microstructure.  
a Band like characterization in deformation microstructure(Bar = 10μm). b Schematic of (a).

态同样清晰可见 (图 3a), 该带同样以 DDWs/MBs 所分割的胞块结构为特征, 而且 DDWs/MBs 与 A 带内的 DDWs/MBs 近似同一方向排列, DDWs/MBs 之间的距离约为 2.0μm。不同带间衍射衬度的变化反映了晶体取向的变化, 为了定量描述上述晶体取向及界面取向差的变化规律, 测定了 A、B 带内所有位错胞的取向并计算了界面取向差, 结果如图 2b、3b 所示。图 2b 中给出了所有 A 带内的位错界面特征, 线的粗细表示了界面取向差的大小, 可以看出 A 带内晶体取向变化较小, 位错界面的取向差一般在 1° 以内。在衍射条件较好的情况下对图 3a 中 B2 带的位错界面取向差进行了测定 (图 3b), 其中多数界面的取向差大于 1°, B1 带与 B2 带的结果相似。

为了进一步了解不同带内取向的变化情况, 沿

带的走向采用点扫描的方法测定了带内位错界面的取向差, 扫描距离大于图 2 中所示的区域, 结果如图 4 所示。图 4a、4b 中分别给出了 A、B 带中 62、49 个位错界面的取向差分布结果。可以看出, A 带内多数界面的取向差在 1° 以内, 取向差最大值为 3.4°。B 带内位错界面取向差的分布较分散, 多数在 1°~4° 之间, 最大取向差达到 9.8°。同样道理, 垂直于 A、B 带走向逐点测定了各点的取向, 各点相对于第一点的取向差结果如图 5 所示。结果发现, 同一 A 带内或不同 A 带之间取向差变化较小, 一般在 2° 以内, 但在 A、B 带之间界面处取向差变化幅度较大。从取向差的变化结果可以看出, B 带内晶体的转动比较复杂, B 带内的晶体首先转离参考点, 即与参考点间取向差逐渐增大, 当达到某一极大值以后, 又逐

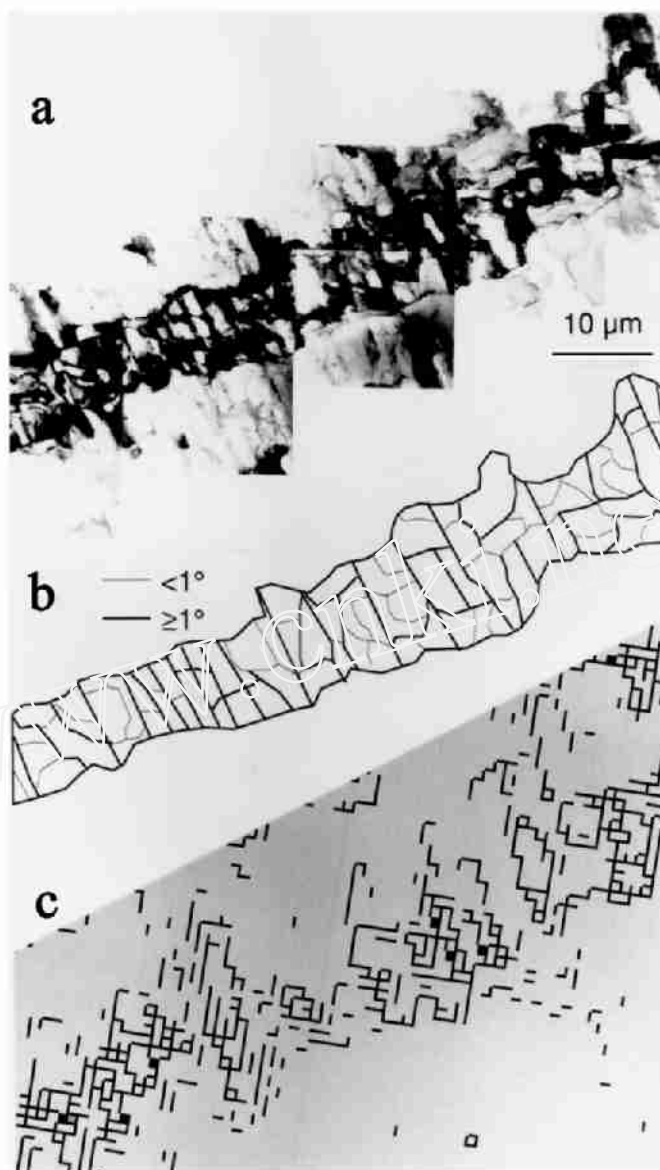


图 3 B2 带的形变显微组织 (Bar = 10 $\mu$ m)。a 位错组态 (TEM) ;b 位错组态示意图;c EBSD 得到的 B2 带的 OIM。

Fig.3 Deformation microstructure of B2 band. Bar = 10 $\mu$ m

a TEM viewing the dislocation structure ;b Schematics of dislocation structure ; c OIM of B2 band obtained by EBSD.

渐转回参考点方向。另外,所有 B 带内取向差的极大值均位于带的中间部位,且近似相等(9 ~ 10 $^{\circ}$ )。对晶体转动轴的分析发现,所有 B 带相对于 A 带的转动轴几乎相同,这与 B 带中取向差的极大值近似相等的结果相一致。

由以上 TEM 的表征结果可知,形变显微组织以两类取向差性质不同的带状组织为特征,一类带(A)内取向差变化较小,而另一类带(B)中取向差变化较大。

## 2.2 EBSD 表征结果

采用 EBSD 技术对样品的形变显微组织进行了表征,虽然所观察的区域较大,但为了与 TEM 的结

果进行对比研究,本文仅就对应于 TEM 观察的相同区域进行分析。

根据 EBSD 所测定的取向结果,当相邻两点间取向差大于某一临界值时,其取向差用实线表示,结果如图 6,其中图 6a、6b、6c 中的取向差临界值分别为 0.5 $^{\circ}$ 、1 $^{\circ}$ 、2 $^{\circ}$ 。图 6a 中虽然部分实线有相对集中的趋势,但带状特征并不明显;图 6b 中则可以看出交替变化的带状特征。为了分析方便将线条较少一类带称为清晰带,而另一类线条较多的带称为混乱带,采用截线法测定了相邻实线之间的距离,清晰带、混乱带内分别为 9 $\mu$ m 及 2.6 $\mu$ m;6c 中的带状特征更加明显,清晰带内线条更少,说明此带内多数位错界面

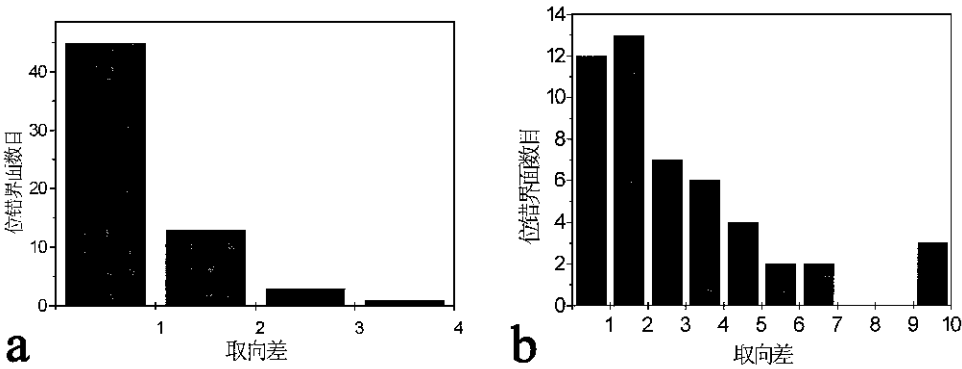


图 4 A、B 带内位错界面的取向差分布, (a) A 带; (b) B 带。  
Fig. 4 Misorientation distribution of dislocation boundaries in (a) band A and (b) band B.

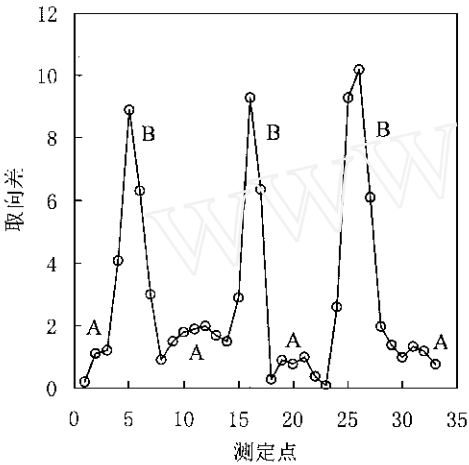


图 5 垂直于 A、B 带的走向逐点测定的各点与 A 带内某一参考点之间的取向差, 扫描距离 101μm。  
Fig. 5 Misorientation between a fixed point in an A band and all remaining points measured in a linear scan perpendicular to the band direction over a distance of 101μm.

的取向差在 2°以下, 而混乱带内取向差大于 2°的线条则较多, 通过逐渐增加临界取向差的方法发现, 两类带内的最大取向差分别约为 3°及 10°。

3 分析与讨论

3.1 形变组织中带状特征

通过 TEM 对形变显微组织观察及取向测定发现, 形变组织中形成了明显的胞块及位错胞结构, 表现为交替变化且近似平行的带状结构 (图 2、图 3)。根据带内取向特征的不同, 上述带状结构可进一步分为 A 带及 B 带, 其中 A 带内取向变化较小, 取向差通常小于 1°, 而 B 带内取向变化则比较明显, 最大取向差达到 10°。EBSD 的表征结果同样反应了带状结构的存在 (图 3c、图 6), 很明显, 清晰带与混乱

带分别对应于 TEM 形貌中的 A 带与 B 带, 带宽及最大取向差结果也与 TEM 的结果相吻合。

3.2 形变显微组织中的胞块结构

在 TEM 的表征结果中, A、B 带中均以明显的胞块结构为特征, 胞块间界面为 DDWs/MBs (图 2a, 3a), DDWs/MBs 间近似平行排列。在 EBSD 的表征结果中, 当实线表示的取向差临界值大于 1°时, 相应的 A 带内几乎没有线条 (图 6b、6c), 这与 TEM 结果中 A 带内大多数界面取向差小于 1°相一致, 当实线表示的取向差临界值大于 0.5°时 (图 6a), 则发现 A 带内出现一些线条, 但 EBSD 与 TEM 的结果并不完全相同。其一, TEM 中能明显看出 DDWs/MBs 的排列特征, 而采用 EBSD 则看不到类似结果; 其二, EBSD 结果中相当大的区域内没有发现位错界面分割特征 (图 6a), 而 TEM 对 A 带的表征结果中位错界面的分割特征则非常明显; 其三, 由 TEM 得到的胞尺寸约为 2.8μm, 而 EBSD 测定的位错界面之间的平均距离约为 9μm, 两者相差较大, 这主要是由于 EBSD 的角度分辨率只有 1°, 而 A 带内多数界面的取向差要小于这一分辨率极限。由 EBSD 得到的 B 带的内部结构特征比较清晰 (如图 6b、6c), 与相应的 TEM 结果一致。类似于 A 带表征中两者的差异, 位错界面之间距离的测定结果并不相同, 这主要由于 EBSD 空间分辨率及角度分辨率的限制。另外, 大量取向差小于 1°的界面在 EBSD 的结果中并没有体现出来。

EBSD 空间分辨率还可以进一步提高, 如 SEM 中采用场发射枪, 但角度分辨率的提高则比较困难, 这将严重影响该技术在包含大量小角度晶界材料表征中的应用, 例如对于低应变组织, 此时只能选择 TEM 技术。

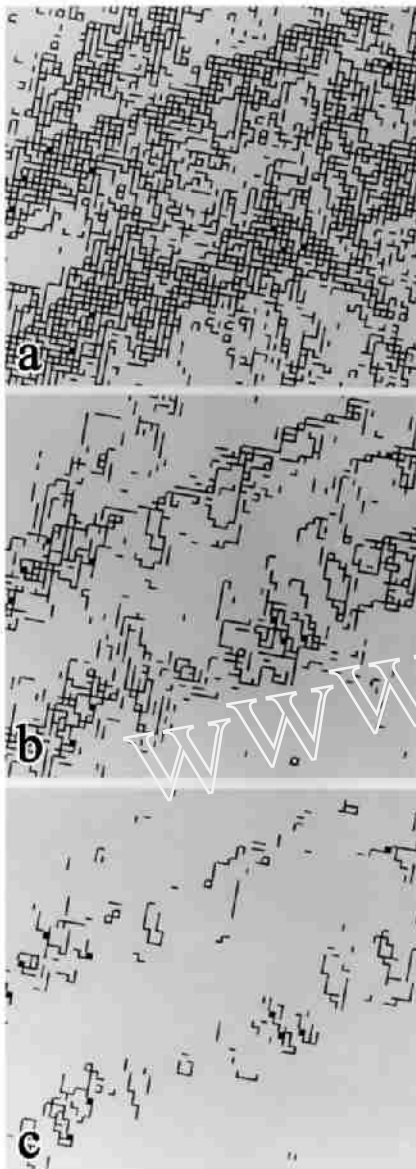


图 6 形变显微组织的 EBSD 表征结果,a、b、c 中实线表示的取向差分别大于  $0.5^{\circ}$ 、 $1^{\circ}$ 、 $2^{\circ}$ 。

Fig. 6 OIM obtained through EBSD showing the deformation microstructure, the misorientation indicated by lines are larger than  $0.5^{\circ}$  (Fig. 6 a),  $1^{\circ}$  (Fig. 6 b) and  $2^{\circ}$  (Fig. 6 c), respectively.

## 4 结论

采用 TEM 及 EBSD 技术对中等应变单晶形变显

微组织的同一区域进行了表征,并对两者的表征结果进行了对比分析,结果如下:

1、单晶铝形变显微组织中表现为明显的带状特征,TEM 及 EBSD 技术的表征结果非常吻合,但由于空间分辨率及角度分辨率的限制,EBSD 不能完全反映出位错界面的分割特征。

2、EBSD 所能观察的样品区域较大,其结果的统计意义较好,能够准确地反映取向差大于  $1^{\circ}$  的位错界面分割特征;TEM 结果的统计意义较差,但能反映显微组织中不同取向差界面的微观特征。

### 参考文献:

- [1] 毛为民,赵新兵. 金属的再结晶与晶粒长大[M]. 北京:冶金工业出版社,1995. 3.
- [2] Juul Jensen D. Effects of orientation correlation on misorientation distributions in cold-deformed aluminum [J]. Materials Science and Engineering, 1997, A234-236: 762-765.
- [3] Driver J H, Theyssier M C. Electron backscattered diffraction microtexture studies on hot deformed aluminum crystals [J]. Materials Science and Technology, 1996, 12: 851-862.
- [4] Huang X, Hansen N. Grain orientation dependence of microstructure in aluminum deformed in tension [J]. Scripta Mat, 1997, 37: 1-7.
- [5] Ubhi H S, Bowen A W. Analysis and representation of electron backscattered diffraction texture data-examples from heat treated Al-Li alloy sheet [J]. Materials Science and Technology, 1996, 12: 880-885.
- [6] Doherty R D, Hughes D A, Juul Jensen D. Current issues in recrystallization: a review [J]. Materials Science and Engineering, 1997, A238: 219-274.
- [7] Garbustani H, Harris K. Orientation determination by EBSD in an environmental scanning electron microscope [J]. Scripta Material, 1999, 41(1): 47-53.
- [8] Liu Q. A simple and rapid method for determining orientations and disorientations of crystalline specimen in TEM [J]. Ultramicroscopy, 1995, 60: 81-86.

## Application of EBSD and TEM techniques in characterization of deformation microstructure of single crystal aluminum

HUANG Xiao-xu<sup>1</sup>, CAI Da-yong<sup>1</sup>, LIU Qing<sup>2</sup>, YAO Mei<sup>1</sup>

(1 College of materials science and engineering, Yanshan University, Qinhuangdao Hebei 066004, China;

2 Department of materials science, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

**Abstract:** Tensile deformation microstructure of aluminum single crystal was characterized by TEM and EBSD techniques. The obtained results showed that band like deformation microstructure can be revealed by both of them. TEM is suitable for characterization of the dislocation boundary subdivision. EBSD technique can give preferable statistical results due to its large examination area as compared with TEM.

**Key words:** single crystal aluminum; deformation microstructure; EBSD; TEM

www.cnki.net