

低碳钢显微结构的 EBSD 表征

陈家光¹, 曹圣泉²

(1. 上海宝钢研究院分析测试研究中心, 上海 201900; 2. 上海交通大学材料科学与工程学院, 上海 200030)

摘 要:近年来,新开发的电子背散射衍射技术将多晶材料的显微组织、微区成分与结晶学数据分析联系起来,能对晶界类型、取向、位向差和结构及其分布进行观察、统计测定和定量分析,从而建立了晶界结构、取向和织构等与多晶材料性能的定量和半定量关系,成为现代材料研究的重要实验技术。笔者结合低碳钢生产中的一些实际问题,扼要介绍了电子背散射衍射技术中的晶体取向图在多晶材料显微结构表征中的应用。

关键词:电子背散射衍射;晶体取向图;显微组织;低碳钢

中图分类号: TG113.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0777(2005)02-0001-06

EBSD of Microstructure in Low Carbon Steel

CHEN Jia-guang¹, CAO Sheng-quan²

(1. Shanghai Baosteel Research Institute, Shanghai 201900, China;

2. Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China)

Abstract: Electron back scattering diffraction (EBSD) is a new technology developed in recent years for material analyses on the microstructure, micro-component and crystal orientation. The quantitative and quasi-quantitative results of the interface structure, orientation and microtexture can be obtained by the observation on the intergranular type, orientation etc. Thereafter, EBSD has become a key experimental technique in modern material research. So the new technology of EBSD-crystal orientation mapping (COM) and its application in the research field of iron and steel production were introduced here.

Key words: electron back scattering diffraction (EBSD); crystal orientation mapping (COM); microtexture; low carbon steel

1 前 言

随着现代材料科学的发展,新材料的开发已经逐渐建立在成分-结构-组织-性能的定量或半定量关系的基础上。对于结构材料可以通过制备、热机械加工和热处理控制其结构和显微组织从而获得所需的性能。对于多晶结构材料,晶界的存在对其性能起决定性的影响。大量研究表明^[1~3],在多晶结构材料中,不但晶界的形态和尺寸,而且晶界的类型、结构以及晶体取向都对其性能有着重要的影响。

近几年,新开发的电子背反射衍射(Electron Backscattered Diffraction,简称 EBSD)探测器、计算机控制与数据处理系统,使得在一般扫描电镜或电子探针上安装这一附件后,就可以对块状样品上亚微米级显微组织逐点作结晶学分析,当电子束或样品台进行逐点扫描,可获得有关晶体取向的空间分布的大量信息,将样品中各点不同晶体学取向分类,

取其中某一些取向作为参考颜色(或灰度),其它各点与参考取向若有不同则取不同颜色(或灰度),可得到一种全新的晶体学取向图(Crystal Orientation Mapping,简称 COM)。晶体取向显微成像术使显微组织、微区成分与结晶学数据分析联系起来,能对晶界类型、取向、位向差和结构及其分布进行观察、统计测定和定量分析,从而建立晶界结构、取向和织构等与多晶材料性能的定量和半定量关系,成为现代材料研究的重要实验技术^[4~9]。

笔者结合低碳钢生产中的一些实际问题,扼要介绍了 EBSD 技术中的晶体取向图在表征多晶材料显微结构中的应用。

2 应 用

2.1 相鉴定

多晶材料中有很多物相的成分相同或接近,如:
-Fe 与 -Fe; FeO、Fe₃O₄ 与 Fe₂O₃; M₃C、M₆C 与

M₂₃C₆ 等物相,它们之间很难用电子探针显微成分分析来区别,但其晶体结构不同,应用 COM 不但可以很简单地作出物相鉴定,而且还能表征出每一物相的分布与取向。图 1 是相变诱导塑性 (TRIP) 钢的 EBSD 表征结果,由相分布图和 COM 图不但可以鉴定 α -Fe (66 %)、 δ -Fe (32 %) 和 ϵ -Fe (2 %),而且能给出某一个相的晶体取向分布情况。

2.2 “桔子皮”缺陷分析

St14 冲压用钢深冲成形时,有时钢板表面出现“桔子皮”一样的缺陷^[4]。金相观察发现在“桔子皮”缺陷处,钢板次表面晶粒粗大并形成鼓包[见图 2 (a)];在没有“桔子皮”缺陷处,钢板晶粒细小均匀分布[见图 2(c)];但也有一些粗大晶粒未形成“桔子皮”[见图 2(b)]。

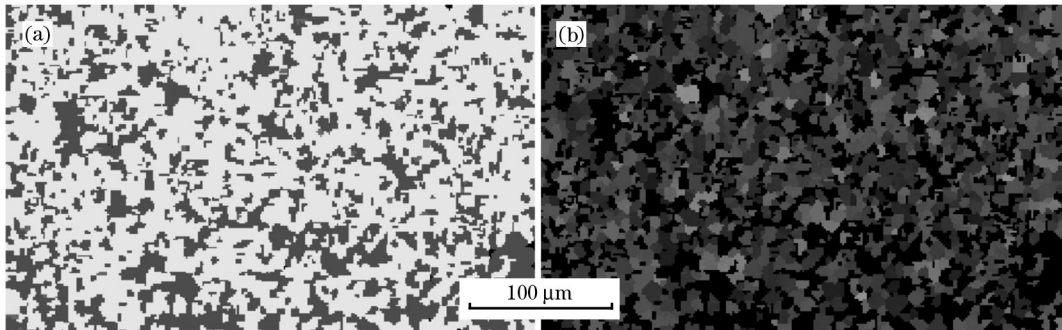


图 1 TRIP 钢的相分布图(a)及 α -Fe 的 COM(b)

Fig. 1 Distribution of phase(a) and COM of α -Fe in TRIP steel(b)

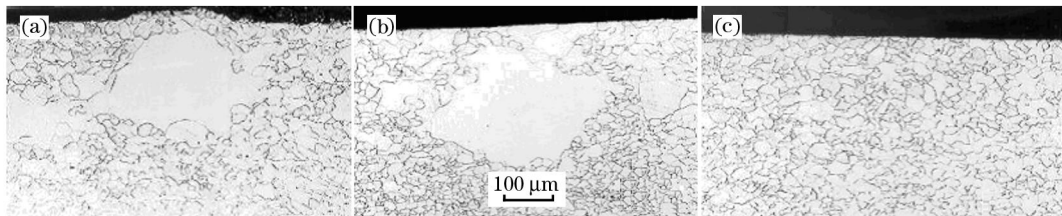


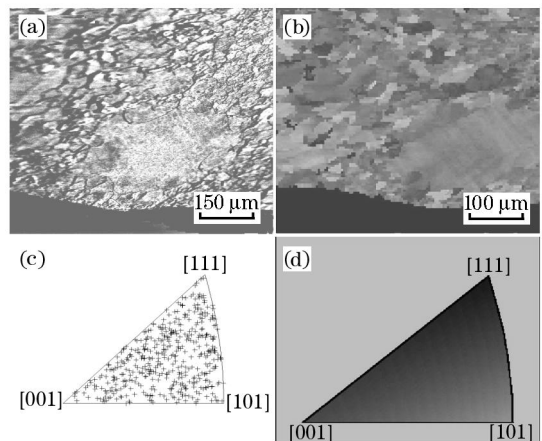
图 2 “桔子皮”缺陷的金相组织

Fig. 2 Metallograph of “orange”defect

因而单从金相观察很难解释。运用 EBSD 的 COM 对 St14 冲压用钢深冲成形时形成“桔子皮”缺陷进行研究,结果表明:深冲时 $\{100\}$ 取向平行于钢板表面的大晶粒沿 $\langle 111 \rangle$ 方向滑移引起鼓包,形成“桔子皮”缺陷,见图 3。对粗大晶粒进行统计分析得知粗大晶粒属于热轧织构,该热轧织构是由于热轧板在两相区受到临界加工变形引起钢板次表面局部晶粒粗大,而后遗传到冷轧板上。当 $\{100\}$ 取向大晶粒平行于钢板表面时容易形成“桔子皮”缺陷, $\{111\}$ 取向大晶粒平行于钢板表面时不形成“桔子皮”缺陷。

2.3 耐指纹钢板“丝状斑迹”缺陷分析

耐指纹钢板是镀锌钢板表面磷化后再涂一层薄薄的有机涂层,其表面电阻很低、耐蚀性好,手指摸过后不会留下痕迹,因此在电子行业得到广泛应用。该产品对表面质量要求很高,在大批量生产中曾出现表面存在隐约可见的条纹(见图 4),谓之“丝状斑迹”缺陷^[8]。仔细观察这种缺陷可以发现,“丝



(a) 背反射电子形貌; (b) 晶体取向分布图;
(c) 反极图; (d) 晶体取向颜色注释图

图 3 “桔子皮”横截面形貌、晶体取向及反极图

Fig. 3 BEI,COM and IPF at cross section of “orange”defect

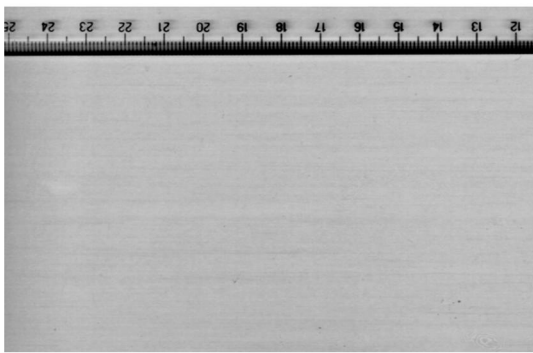
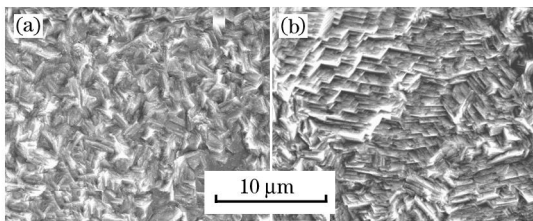


图 4 耐指纹钢板表面的“丝状斑迹”缺陷
Fig. 4 Silk-like defect in steel sheet surface

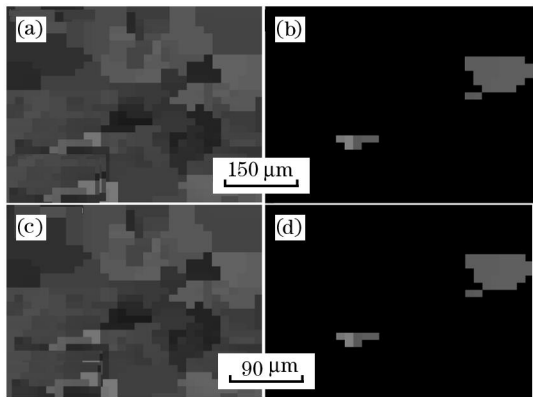
状斑迹”的颜色随入射光的方向改变而明显变化,当入射光转动到某一方向时,即使有很明显的“丝状斑迹”缺陷也可以完全消失。扫描观察电镀锌钢板“丝状斑迹”缺陷形貌发现,镀锌板正常部位与缺陷部位表面形貌差别很大,缺陷部位锌层呈片状生长(见图 5)。

去除镀锌层后 EBSD 分析装置定性分析电镀锌钢板基板表面的显微结构,结果表明正常部位与缺陷部位所对应的电镀锌基板表面的显微结构明显不同:缺陷部位的 $(110) \langle 001 \rangle$ 取向晶粒沿轧向分布



(a) 正常部位; (b) 缺陷部位
图 5 镀锌板表面的晶粒形貌

Fig. 5 Morphology of Zn grains in sheet surface



(a) 正常部位; (b) 缺陷部位

图 6 晶体取向及 $\{110\} \langle 001 \rangle \pm 20^\circ$ 取向分布图
Fig. 6 COM of steel sheet

[图中绿色为 (110) 晶粒],与“丝状斑迹”缺陷分布一致[见图 6(b)],而正常部位铁的 $(110) \langle 001 \rangle$ 取向晶粒分布无规则[见图 6(a)]。这一结果表明,“丝状斑迹”缺陷与冷轧板表面的高斯织构沿轧向排列有对应关系。EBSD 定量分析得出,钢板表面对应“丝状斑迹”缺陷与正常部位晶体取向为 $(110) \langle 001 \rangle \pm 20^\circ$ 的晶粒所占面积百分数分别为 15.5%、4.6%。也就是说,对应于缺陷处基板表面高斯织构(偏离在 $\pm 20^\circ$ 以内)所占的比例较正常表面高 3 倍,且聚集成丝状分布。

对电镀锌钢板表面缺陷部位的锌层晶粒的取向逐点进行统计分析,分析结果所得的反极图见图 7。对“丝状斑迹”对应的锌层锌的晶粒及铁的晶粒取向分析得到,当铁锌相互之间的位相关系为 $(110)_{Fe} // (0001)_{Zn}$ 时,电镀锌时锌容易呈片状定向生长,而且这种锌晶粒在钢板表面局部定向生长导致钢板不同部位对光的折射能力不同,从而表现为“丝状斑迹”缺陷。

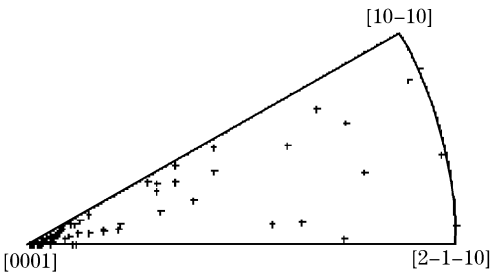


图 7 电镀锌层锌反极图

Fig. 7 Inverse pole diagram of Zn grains in sheet surface

通过工艺试验研究,找到热轧时钢板表面局部温度偏低在两相区轧制时形成的高斯织构遗传到冷轧板,由此导致电镀锌钢板表面“丝状斑迹”缺陷的产生。

2.4 含磷高强 IF 钢二次冷加工脆性分析

IF 钢二次冷加工脆性是 IF 钢在经过一次深拉后,再经历后续加工或服役时所受冲击而发生的一种沿晶脆性断裂现象。A、B 两种 IF 钢试样成分与机械加工完全相同,仅热处理工艺不同,热处理工艺曲线见图 8。

A、B 试样的力学性能、宏观织构差别不大,但二次冷加工脆化敏感性差异很大,试样 A 为 -5° ,试样 B 为 -50° ,图 9 是塑脆转变温度(DBTT)试验开裂试样,可见全部沿晶脆性断裂,断口 SEM 形貌见图 10。

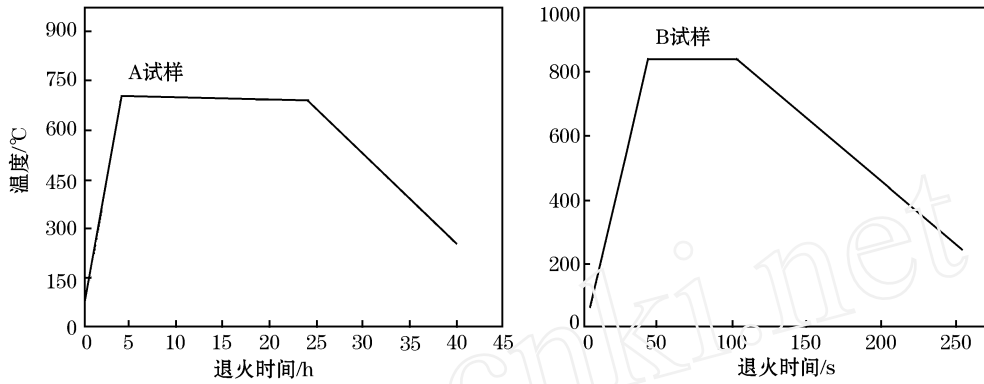


图 8 热处理工艺曲线
Fig. 8 Curve of heat treatment



图 9 DBTT 试验开裂试样
Fig. 9 DBTT test sample

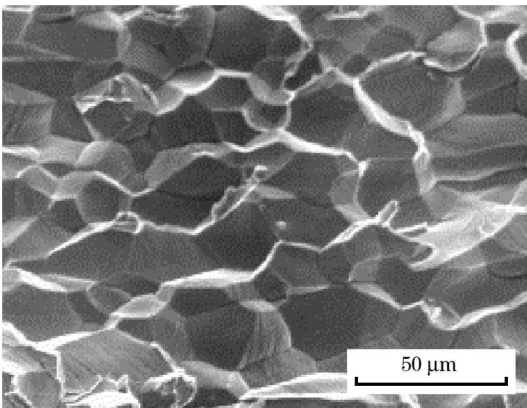


图 10 IF 钢沿晶脆性断口
Fig. 10 Intergranular fracture of IF steel

一般常规试验分析很难解释 A、B 两种 IF 钢试样的二次冷加工脆性差异。为了找出两者差异的真正原因,应用 EBSD 对两种退火工艺 IF 钢的晶界特征分布进行了研究。图 11 为低能晶界(低 CSL 晶界和 1 晶界)与高能随机晶界在两种不同退火工艺

的 IF 钢板中的特征分布图(图中深色为高能随机晶界,浅色为低能晶界)。B 工艺退火的 IF 钢板中高能随机晶界与低能晶界均匀分布,相互分割。而 A 工艺退火的 IF 钢板中低能晶界成团集中分布,高能随机晶界分布在团簇周围并构成粗大的网状。由于有害元素 P 极易在这些构成粗大网状的随机晶界上发生偏聚,使晶界结合力降低;IF 钢板进行二次冲压成形时,位错在成团低能晶界处运动不受阻挡,而快速移动到高能随机晶界处时受到阻碍,位错大量在此塞积而产生应力集中,从而在随机晶界处产生微裂纹。而构成连续网状结构的高能随机晶界又为微裂纹的扩展提供了通道(见图 12),这样裂纹沿着高能随机晶界迅速扩展最终导致 IF 钢板产生二次加工脆性现象。对于含 P 高强 IF 钢,由于 P 含量的增加从而使晶界偏聚量成倍增长,晶界结合强度大幅度下降,因而二次加工脆性现象更易在含 P 高强度 IF 钢中产生。

2.5 真实的晶粒度测量

金相显微镜观察材料的组织是依靠化学试剂腐蚀、着色方法区分不同的组织,在试验过程中经常遇到某些组织很难显示。如观察 IF 钢的晶粒度时,用一般的化学试剂无法显示所有的晶界,出现部分呈团组织,见图 13。由于晶界无法全部通过化学试剂腐蚀出来,因而二次电子像也同样无法清晰显示出其完整形貌[图 14(a)],而用 COM 不但能很方便地显示不同的晶粒取向及分布,而且能对晶粒度重新进行定义[图 14(b),(c)]。

3 结 语

传统的研究材料结构的方法是透射电镜中的选区衍射、菊池衍射和 X 射线衍射。但与 EBSD 技术相比,透射电镜制样复杂,且无法完成晶界特性的统

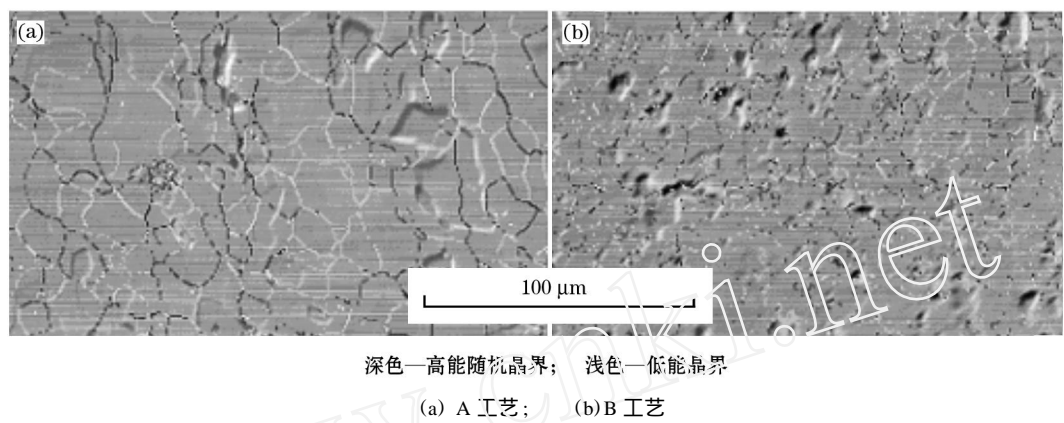


图 11 IF 钢板在不同退火工艺下的晶界特征分布

Fig. 11 Grain boundary characteristics of IF steel sheets under different annealing

计工作;X 射线衍射虽能方便地测出整块试样的宏观结构及织构,但却无法给出多晶材料中的局部取向信息。因而,将显微组织、微区成分与结晶学数据分析联系在一起的 EBSD 技术无论在解决生产中的

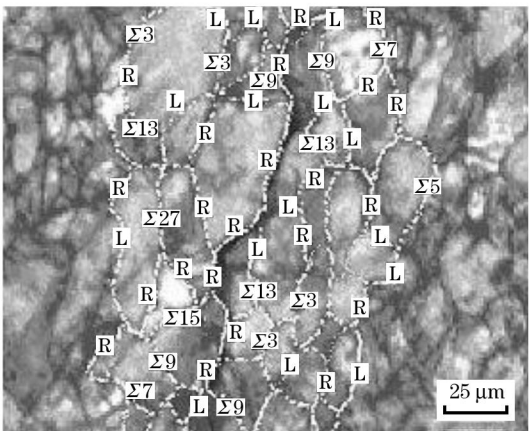


图 12 IF 钢二次加工脆性裂纹周边的晶界特征分布
Fig. 12 Grain boundary characteristics around brittle crack in IF steel after secondary processing

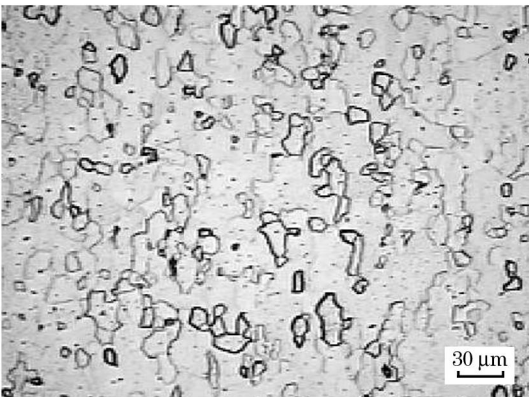


图 13 IF 钢的金相组织
Fig. 13 Metallograph of IF steel

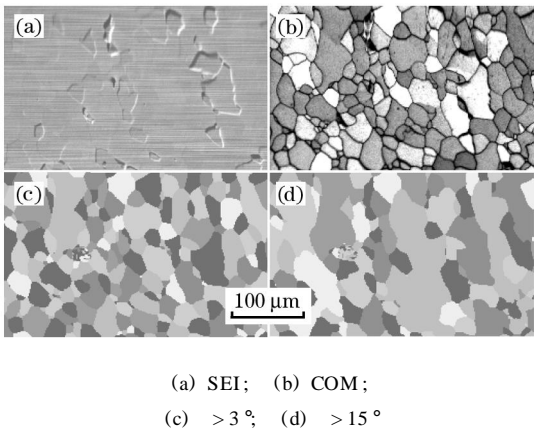


图 14 IF 钢显微组织的 COM 表征及其晶粒度的重新定义
Fig. 14 SEI, COM and orientation analysis of IF steel grain sizes

实际问题,还是在材料科学研究中都有着不可替代的重要作用。

参考文献:

[1] Matsumoto K, Shibayanagi T, Umakoshi Y. Effect of Grain Size on Grain Orientations and Grain Boundary Character Distribution in Recrystallized Al-0.3mass % Mg Alloy[J]. Scripta Metall,1995,33(8): 1321-1326.

[2] Shimada M, Kokawa H, Wang Z J, et al. Optimization of Grain Boundary Character Distribution for Intergranular Corrosion Resistant 304 Stainless Steel by Win-Induced Grain Boundary Engineering[J]. Acta Mater,2002, 50(2): 2331-2341.

[3] Lehockey E M, Palumbo G, Lin P. Grain Boundary Structure Effects on Cold Work Embrittlement of Microalloyed Steels [J]. Scripta Materialia, 1998, 39(3): 353-358.

[4] 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(2): 71-74.

(下转第 11 页)

O-C 键断裂,甚至阻燃元素磷的不断丧失,炭化体物质的可燃性增加,氧化放热反应开始,不仅自身加速了热向被保护基材的传递,还降低了炭化体的密实度,从根本上降低了膨胀炭化体的隔热效率,特别是当防火后期时间持续越长,这种可能性越大,所以在接近试验终点阶段,升温速率有进一步增加的趋势。该阶段物理隔热所占比率提高,化学隔热性能下降。

3 结 论

(1) 在裸露条件下,高性能耐火耐候建筑用钢 WGI510C2 的耐火极限明显优于普通建筑结构用钢 Q235,耐火极限的提高幅度高达 39.1%。

(2) 同一种防火涂料在一定厚度范围内,随着涂料厚度的增加,耐火钢的优势也增加;对于不同的防火涂料,防火性能好的涂料可以大大提高耐火钢的优势;隔热性能好的涂料也可增加耐火钢的优势,即防火涂料的隔热效果对耐火钢优势的体现起到了很大的作用。

(3) 被保护基材——钢梁受膨胀型钢结构防火涂料的保护在火场中的防火过程都要经过 3 个阶

段:防火前期(室温~190)、防火中期(190~380)、防火后期(温度超过 380)。防火前期,涂层基本上不膨胀;防火中期是涂层整体完成膨胀炭化全过程阶段,该阶段发生大量复杂的热物理化学反应,产生大量的热效应,是主要阶段,化学隔热占较大比例;防火后期是膨胀炭化体形成后的火场高温阶段,炭化体不再像防火中期那样提供大量的吸热物理化学反应,此时物理隔热比率升高,化学隔热比率下降,由于阻燃剂的流失还会诱发氧化放热反应。控制该反应的速率,提高该阶段的隔热效率将对整体防火性能的提高起决定性作用。

参考文献:

- [1] 李 风,覃文清. 钢结构防火保护——钢结构防火涂料[A]. 2001 年上海钢结构防火技术国际研讨会论文集[C]. 2001. 60.
- [2] 殷李革. 性能设计方法在钢结构建筑防火设计中的应用[A]. 2001 年上海钢结构防火技术国际研讨会论文集[C]. 2001. 94.
- [3] 刘继雄,王青峰,李平和,等. 高性能耐火耐候建筑用钢焊接性能研究[J]. 钢铁,2002,37(12):40.
- [4] 郑卫东,师 华,熊家锦,等. 中型卧式耐火极限炉设计原理及应用探讨[J]. 消防技术与产品信息,2002,10.

(上接第 5 页)

- [5] 陈家光,李 忠. 晶体取向显微成象的应用[J]. 中国机械工程,2001,12(3):334-336.
- [6] Brochu M, Yokota T, Satoh S. Analysis of Grain Colonies in Type 430 Ferritic Stainless Steels by Electron Back Scattering Diffraction (EBSD)[J]. ISIJ International,1997,37(9):872-877.
- [7] Adachi Y, Seki A. Diffusion Induced Recrystallization in Fe

(Zn) System Characterized by EBSD[J]. Journal of the Japan Institute of Metals, 1998, 62(8):754-760.

- [8] 陈家光,田青超,季思凯,等. “丝状斑迹”缺陷的成因[J]. 理化检验(物理分册),2002,38(11):514-517.
- [9] Seung-Hyun H, Dong-Nyung L. Recrystallization Textures in Cold-Rolled Ti Bearing IF Steel Sheets[J]. ISIJ International, 2002,42(11):872-877.