

实验方法

# 电子背散射衍射在材料科学研究中的应用

陈家光 李 忠

(上海宝钢研究院分析测试研究中心 上海 201900)

**摘 要** 电子背散射衍射技术的发展,可使一般扫描电镜或电子探针在安装这一衍射附件后,对块状样品作亚微米级的结晶学分析。以电子束进行逐点扫描可得到一种全新的图象——晶体取向分布图,从而使显微组织、微区成分与结晶学数据分析联系起来,开辟了微观织构这一全新的科学领域。扼要介绍电子背散射衍射原理、装置构造、实验分析方法及其在材料科学研究中的应用。

**主题词** 电子背散射衍射 晶体取向成象 显微织构

## THE ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION APPLICATIONS IN THE MATERIAL'S STUDY

Chen Jiaguang Li Zhong

(Testing Center, Shanghai Baosteel Research Institute)

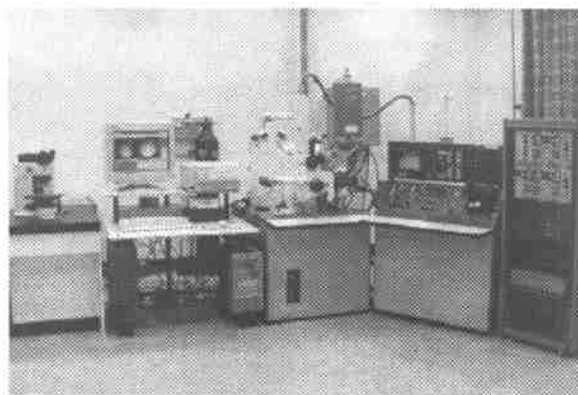
**Abstract** The development of EBSD make it possible that crystallographical analysis of bulk specimens in submicron scale can be performed with the help of the EBSD attachment setting on the SEM or EPMA. By scanning of electronic beam on the specimen point by point, an crystal orientation map can be obtained, which gives a relationship between the microstructure, micro-composition and crystallographical analysis. Thus, it leads to the fomation of a new field microtexture. The principle and device of EBSD and the experimental method as well as its application in material's study are presented in this paper.

**Keywords** Electron backscatter diffraction (EBSD) Crystal orientation mapping (COM) Microtexture

### 1 前言

多晶材料中晶界是影响材料性能的重要因素,它对材料的物理与化学性能都有着重要影响,如沿晶断裂、腐蚀、偏聚等都受晶界晶体学结构的影响<sup>[1,2]</sup>。透视电子显微镜虽然是单个界面结构测定的最佳方法,但当要对晶界特性作统计分析时会遇到很大困难。扫描电镜的通道花样虽可给出完整晶体结构信息,但其对仪器有特殊要求,且激发区域大,限制其广泛的应用。近几年新开发的电子背反射衍射花样探测器、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(见图1),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,当电子束逐点扫描时还可以自动获得晶体取向图(COM)。因此,使扫描电镜上的显微组织、微区成分与结晶学数据分析联系起来,可获得有关晶体取向的空间分布的大量信息,包括晶体连接处的界面,开辟了微观织构这一全新的科学领域<sup>[3]</sup>。

本文将介绍 EBSD 的基本原理、实验方法及使用 LNK OPAL EBSD 所作的应用实例。



JCXA-733WDSL N K EDS OPAL

图1 装有电子背散射衍射附件的电子探针装置

### 2 电子背散射衍射

入射电子束进入样品, 由于非弹性散射, 使之在入射点附近发散, 成为一点源。在表层几十纳米范围内, 非弹性散射引起能量损失一般只有几十电子伏特, 这与几万伏电子能量相比是一个小量。因此, 电子的波长可以认为基本不变。这些被散射的电子, 随后入射到一定的晶面, 当满足布拉格衍射条件时, 便产生布拉格衍射, 出现一些线状花样, 见图 2。1928 年菊池 (S. Kikuchi) 首先对金属薄膜的电子衍射和析出相的电子衍射中出现的线状花样, 从衍射几何上作解释, 所以被命名为菊池线。菊池线是晶体结构的一种重要衍射信息, 在结构分析中有着广泛的应用。入射电子与样品作用产生的菊池衍射, 由于收集装置与样品相对位置不同分为透射电子衍射、电子通道花样及电子背散射衍射。几种衍射技术比较见附表。

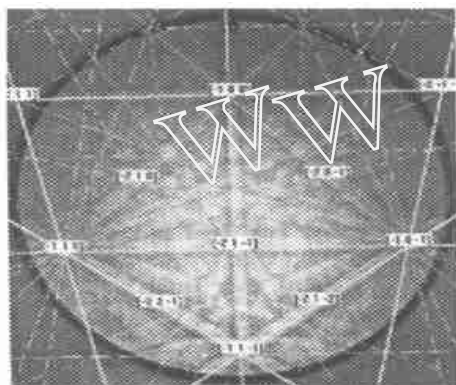


图 2 锆的菊池衍射花样

## 2.1 晶体取向

背散射电子几率随电子入射角减小而增大, 将试样高角度倾斜, 可以使电子背散射衍射强度增大, 图 3 是电子束在一组晶面上衍射并形成一对菊池线的示意图, 发散的电子束在这些平面的三维空间上

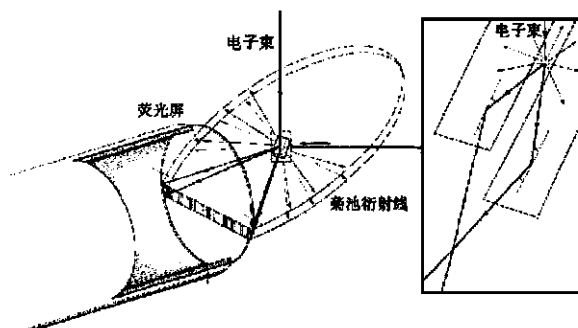


图 3 电子束在一组晶面上背散射衍射示意图

发生布拉格衍射, 产生两个辐射圆锥, 当荧光屏置于圆锥交截处, 截取一对平行线, 每一线对即菊池线, 代表晶体中一组平面, 线对间距反比于晶面间距, 所有不同晶面产生菊池衍射构成一张电子背散射衍射谱 (EBSP), 菊池线交叉处代表一个结晶学方向。由于 EBSD 的探测器接收角宽度很大, 它包含的菊池线对数远远多于透射电子衍射图所包含的菊池线对数, 因此可用三菊池极法测定晶体取向<sup>[4]</sup>。多套的三菊池线对互相校正后, 可更准确地确定所分析区域的晶体学取向。

## 2.2 自动标定

计算机自动标定菊池电子衍射图及测定样品晶体学取向, 提高了测量速度使 EBSP 实用化。目前商品软件中普遍采用了 Hough 变换<sup>[5]</sup>将  $XY$  空间中的一条直线转换成 Hough 空间的正弦曲线, 两个空间的坐标变换关系为:  $X \cos \theta + Y \sin \theta = \rho$ ,  $\rho$  是  $XY$  空间中一直线离原点的距离,  $\theta$  是表示该直线与  $X$  轴夹角。这样在 Hough 空间的一个点相应于  $XY$  空间的一条特定的直线。经 Hough 空间变换使得在  $XY$  空间难以解决的线对测量问题转化为比较容易的 Hough 空间的峰位测量。采用这一空间变换另一优点是, 只要对 EBSP 图作一点预处理, 就能极大地

附表 几种衍射技术比较

衍射种类	仪器	空间分辨率	角分辨率 ( $^{\circ}$ )	衍射花样的角宽/ $(^{\circ})$	备注
电子背散射衍射 (EBSD)	SEM 或 EPMA + 附件	纵深约 5nm, 径向 3 倍束斑直径亚微米级	1~2	60	快速简便, 精度高, 廉价, 织构, 取向统计分布等信息
透射菊池衍射	TEM	0.1 $\mu\text{m}$	0.1	10	慢, 制样复杂, 只有少量晶粒晶面被采集, 价格高
电子通道花样 (ECP)	具有特殊功能的 SEM 或 EPMA	10 $\mu\text{m}$ 或几个毫米	0.5	10	大的激发区域限制其空间分辨率

改善漫散的菊池线测量的精度。

### 2.3 EBSD 的数据表示

EBSD 的数据表示可分成两大类:

2.3.1 从传统的宏观织构测量中衍生出来的方法  
理想取向, 极图, 反极图, 欧拉空间。

2.3.2 由显微织构得出的晶体取向及相互之间的关系测量方法  
晶粒取向与公共轴, 重位点阵晶界 (CSL), ODF 图, RF 空间 (Rodrigues- Frank)<sup>[5]</sup>, 重构的晶粒尺寸。

EBSP 所包含的结晶学参数特征信息可用于作未知相的鉴定。对于已知相, 花样的取向与晶体的取向直接对应。因此, 获得每一个晶体取向后, 可得到晶体间的取向关系, 用于研究相界、界面开裂或界面反应等。此外, 晶格内存在塑性应变会造成衍射花样中菊池线模糊, 从衍射花样质量可定性评估应变。

## 3 实验分析方法

### 3.1 EBSD 装置

典型的 EBSD 系统构成见图 4, 相对于入射电子束样品被高角度倾斜 (71.5°), 荧光屏与一个低温摄像装置相连接, 信号经放大送计算机处理, 电子束有计算机控制, 实现同步扫描, 获取一系列衍射信息图象, 给出晶体取向图 (COM)。

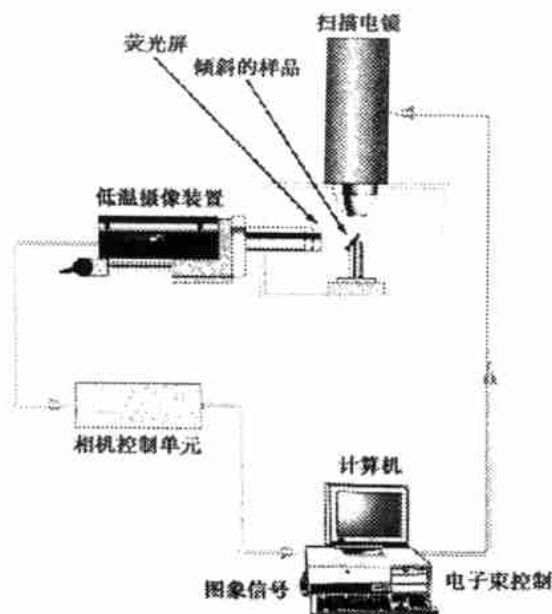


图 4 典型的 EBSD 系统构成示意图

### 3.2 分析步骤

在 EBSD 分析中, 只需很少的输入操作, 即可得

到一张计算机自动标定的 EBSP, 其分析步骤是:

(1) 将样品与标样 (Ge 单晶) 装在同一个高角度倾斜平面上。

(2) 调整好电子光学系统, 完成标准样品的校正, 由此确定荧光屏到电子束聚点的工作距离, 并始终保持不变。

(3) 选取样品区域, 使样品待分析区域位置与标样上校正点处于同一聚焦位置。

(4) 条件设定, 收集 EBSP, 计算机数据自动处理, 存储和输出。

### 3.3 试样制备

由于 EBSP 取自样品表面 5nm 深度范围内, 要获得一张清晰的衍射谱, 制样很关键, 首先必须消除样品表面在研磨抛光中形成的加工形变层, 金属材料可采用化学或电解抛光去除形变层。一般碳钢用硝酸酒精 (4+96) 侵蚀即可得到很好结果。对于非导电样品, 不能用喷镀导电膜方法来防止电荷积累, 但可将样品加工成小块, 并降低入射电子加速电压以减少电荷积累。脆性材料可直接利用其平整断面, 无需研磨抛光。离子溅射减薄可以去除金属或非金属材料研磨抛光中形成的加工形变层。断口表面 EBSD 定量分析一直是该领域尚未解决的难题, 对于脆性材料解理断面取向定量统计分析可以采用光学显微镜事先调整、确定待分析平面<sup>[6]</sup>。

## 4 应用

EBSD 在材料科学、地质学、冶金学、考古学等领域有广泛的应用, 主要有三方面: 晶体取向、相鉴定和应变。

### 4.1 织构

材料的力学、电学、磁学等物理性能各向异性, 与其内部显微组织中晶体择优取向有关, EBSD 不仅能测量各种取向晶粒在样品中所占比例, 还能知道这些取向在显微组织中的分布情况。应用 EBSD 研究结果表明, 取向的分布是集中地还是均匀地分布, 对材料的性能有显著的影响。

超深冲 IF 钢成形性与其高比例的 {111} 晶面平行于钢板表面密切相关。对 Ti IF 钢显微织构研究<sup>[7]</sup>表明, 汽车板深冲成形时, 在钢板表面出现的“桔子皮”缺陷, 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。遗传到冷轧板上, 深冲时 {100} 取向的大晶粒沿 111 方向滑移引起鼓包, 形成“桔子皮”缺陷, 见图 5 (见目录前彩色图)。应用 EBSD 还能对 IF 钢再结晶织构形成机

理进行研究<sup>[8]</sup>。

## 4.2 取向分析

应用 EBSD 可以测量晶粒的晶面“理想”取向, 这里“理想”取向是指与试样的主平面以及该平面上所制定的参考方向平行的平面的最近密勒指数。因此, 不平面试样晶面取向 EBSD 分析成为难题。对于  $\text{Al}_3\text{Ti}$  基金属间化合物由于其密度低、比强度高、抗氧化性好, 是潜在的高温结构材料, 但其室温脆性成为应用主要障碍。应用经验电子论计算合金不同晶面解理能得出  $\{110\}$ ,  $\{100\}$ ,  $\{111\}$  及  $\{112\}$  面分别为 3.10, 4.14, 4.83 及 7.29 J/m<sup>2</sup><sup>[9]</sup>。然而实验验证成为难题。为此, 作者提出多晶体断口解理刻面取向的 EBSD 分析方法<sup>[6]</sup>。应用这一方法对解理刻面测量统计结果,  $\{110\}$ ,  $\{100\}$  及  $\{111\}$  分别占 62.5%, 25% 及 12.5%, 这一结果与理论计算相吻合。相邻两个界面两边的取向关系确定的话, 就可以研究晶界或相界。

在界面研究中 EBSD 有一系列的应用: 腐蚀、裂纹、断裂<sup>[12]</sup>; 迁移<sup>[13]</sup>; 高温形变显微组织特征<sup>[10]</sup>; 形变热处理研究<sup>[11]</sup>; 偏析和沉淀<sup>[14]</sup>; 孪晶<sup>[15]</sup>; 镀层<sup>[16]</sup>; 研究疲劳机理<sup>[17]</sup>。

## 4.3 相鉴定

在电子探针分析中, 某些氧化物、碳化物很难从成分上加以区分, 但 EBSD 有时却很容易从相的结晶学关系上毫无疑问地分开。如  $\text{M}_7\text{C}_3$  和  $\text{M}_3\text{C}$ , 它们分别属于六方晶系和四方晶系, 赤铁矿、磁铁矿和方铁矿也很容易从结构上予以区分。EBSD 相鉴定的最简单实例是直接区别铁的体心立方与面心立方。图 6 是 00Cr25Ni7Mo4N 双向钢中  $\alpha$  与  $\gamma$  相的鉴定结果。

其它例子还有: 区分属于立方晶系和三角晶系的  $\text{NiS}_2$ <sup>[18]</sup>; 确认 Laves 相  $\text{NbFe}_2$  的存在<sup>[19]</sup>。

## 4.4 应变测定

材料微观区域的残余应力使局部的晶面变得歪扭、弯曲, 因而造成 EBSP 的菊池线模糊, 从衍射花样的质量可定性评价应变大小。IF 钢再结晶组织研究中观察到  $\{111\}$  晶面平行于钢板表面的晶核 EBSP 图象清晰, 而在形变带附近  $\{100\}$  晶面 EBSP 图象模糊, 如图 7 (见目录前彩色图)。因此证实了再结晶组织形成中的定向形核生长机制。

用 EBSD 进行应变测量的一些例子: 陨石中的固溶诱导应变<sup>[2]</sup>; 超耐热合金和铝合金中的应变<sup>[20]</sup>; 测定锆离子束注入硅中产生的损伤<sup>[21]</sup>。

## 4.5 真实的晶粒尺寸测量

传统的晶粒尺寸测量依赖于显微组织的观察, 某些“特殊”的晶界, 如孪晶和小角度晶界, 不能用常规的侵蚀方法显示, EBSD 是晶粒尺寸测量的理想工具, 最简单的方法是进行横穿样品线扫描, 同时观察花样的变化。晶体取向图 (COM) 可测量真实晶粒尺寸<sup>[22]</sup>。图 8 (见目录前彩色图) 是经两种不同热处理工艺处理的 IF 钢, 经 EBSD 分析后获得真实的晶粒尺寸统计分布直方图, 从图中可见罩式退火炉由于退火温度低, 再结晶显微组织是以择优长大为主, 保留了热轧原始组织。

电子背散射衍射装置、系统分析软件及分析方法也在不断发展与完善之中。EBSD + EDS 的结合可给分析带来很大方便。最新的电子背散射衍射附件已与能谱集成在一起, 不但能同时分析样品上一点的成分与晶体结构参数, 且能对样品表面进行逐点扫描分析, 获取显微区域的形貌、成分及结构的分布的定量分析结果, 进而给出晶体结构空间分布。

## 参 考 文 献

- 1 Tadao Watanabe, Grain boundary design and control for high temperature materials, Materials Science and Engineering, 1993, A166: 11-28

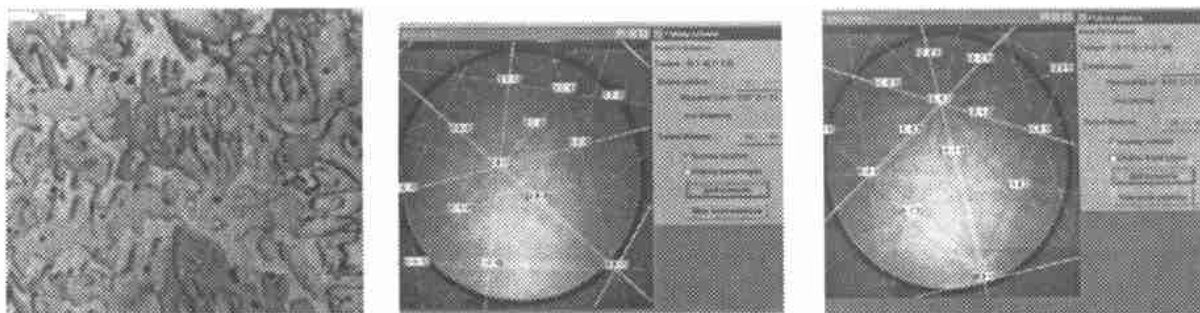


图 6 00Cr25Ni7Mo4N 双向钢中  $\alpha$  与  $\gamma$  相的鉴定

(下转第 77 页)

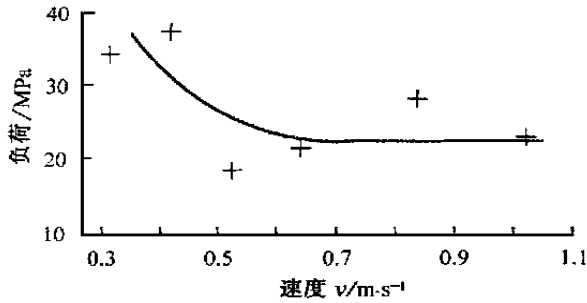


图4 极限  $p-v$  曲线

## 5 结语

据以上的实验结果, 利用MM-200型磨损试验机可测出高铝锌基合金的  $p_v$  特性。锌基合金是一种低速重载滑动轴承材料, 而MM-200型磨损试验机的转速较低, 在其上测定分析  $p_v$  特性是可行的, 但是否适合诸如高锡铝合金等类型的滑动轴承材料尚需进行探讨。由于影响摩擦磨损的因素较多 (诸如

温度、试件精度、材质均匀性、润滑程度等), 而这些因素的变化对测定的摩擦磨损特性参数又有较大的影响, 因此, 实验用试样尺寸、形状等的确定也有待进一步系统地研究。MM-200型磨损试验机测定  $p_v$  特性的试验方法也需作大量的实验研究, 以制定出适合MM-200型磨损试验机的较规范的测定分析方法。这对滑动轴承材料的研究应用具有更广泛的意义。

## 参 考 文 献

- 1 R J 威尔逊 滑动轴承设计手册 上海: 上海科学技术出版社, 1989 23
- 2 机械工程手册编委会 机械工程手册 北京: 机械工业出版社, 1982 22-23
- 3 GB 12444 1- 1990
- 4 GB 3960- 1983

收稿日期: 1999-10-12

(上接第 74 页)

- 2 Randle V. Acta Metall, 1997, 46: 1459
- 3 Randle V. Microtexture Detemination and its Applications, Inst Materials, London, 1992
- 4 郭可信, 叶恒强, 吴玉琨 电子衍射图在晶体学中的应用 北京: 科学出版社, 1983
- 5 英国牛津显微分析仪器公司资料
- 6 文九巴, 陈家光, 等 Link OPAL 系统中断口解理面位向电子背散射衍射测定方法 电子显微学报, 1998, 17(6): 763
- 7 陈家光, 李忠, 范朝晖 等 Ti IF 钢显微组织研究, 宝钢-中钢第四次科技交流文集 台湾中钢, 1998, 85-89
- 8 陈家光, 李忠, 宓小川 Nb-Ti IF 钢再结晶显微组织研究, 宝钢-中钢第三次科技交流文集 上海宝钢, 1997, 82-87
- 9 文九巴 博士论文, 上海交通大学, 1999
- 10 谷月峰, 林栋梁, 陈家光, 等 定向凝固 Ni3Al 合金高温变形后的显微组织特征 金属学报, 1998, 34(4): 351-355
- 11 孙丽虹, 陈家光, 等 Cu-Zn-Al 形状记忆合金热处理与显微组织结构的关系, 稀有金属, 1998, 22(6): 460-465
- 12 Randle V. The Measurement of Grain Boundary Geometry, Inst Phys Pub, Bristol, 1993
- 13 Dorner B, W ilbrandt P J and Haasen P. Mat Sci For, 1994, 927, 157-162
- 14 Ortner S R and Randle V, Scripta Met, 1989, 23(11): 1903-1908
- 15 W right S L and Heidelbach F, Mat Sci For, 1994, 1313: 157-162
- 16 Nakano H, Araga K, Iwai M. Effect of Crystal Orientation of Steel Substrate on the Morphology of Zinc Electrodeposit, 铁と钢, 1997, 83(19): 31-36
- 17 Engler O and Gottstein G A new approach in texture research: local orientation detemination with EBSD, Steel Research, 1992, 63(9): 413-418
- 18 Baba-kishi K Z and Dingley D J. Application of Backscatter Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope, 1989, J. Appl Cryst, 22: 189-200
- 19 Michael J R and Goehner R P. Proc Annual Meeting MSA, Ed G W. Bailey and A. J. Garratt- Read 1994: 596
- 20 Quested P N, Henderson P J and Mclean M. Observations of deformation and fracture heterogeneities in a Nickel-base Superalloy using Electron Backscattering Patterns, Acta Met, 1988, 36(10): 2743-2752
- 21 Troost K Z Appl Phys Lett, 1993, 63: 958
- 22 Geier S, Schreck M, et al Appl Phys Lett 1994, 65: 1781

收稿日期: 1999-11-29