

01

Выявление рекристаллизованной структуры посредством автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов

© Т.Н. Конькова¹, С.Ю. Миронов^{1,2}, А.В. Корзников¹, М.М. Мышляев^{3,4}

¹ Учреждение Российской академии наук Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия

² Department of Materials Processing, Graduate School of Engineering, Tohoku University, Sendai, Japan

³ Учреждение Российской академии наук Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия

⁴ Учреждение Российской академии наук Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: konkova_05@mail.ru

(Поступила в Редакцию 19 июля 2011 г.)

В окончательной редакции 6 сентября 2011 г.)

Обсуждается возможность применения метода автоматического анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD) для выявления рекристаллизованной структуры в частично рекристаллизованном материале. Выполненный анализ был проведен на основе новых экспериментальных результатов. Показано, что метод EBSD может быть успешно использован для исследования процесса рекристаллизации.

1. Введение

Рекристаллизация представляет собой один из наиболее фундаментальных процессов, изучаемых в материаловедении. Выявление и анализ рекристаллизованной структуры обычно осуществляются посредством оптической и просвечивающей электронной микроскопии. К косвенным методам можно также отнести рентгеноструктурный анализ, измерение свойств (например, микротвердости) и калориметрию. Именно благодаря этим методам были установлены основные закономерности рекристаллизации.

В настоящее время для исследования рекристаллизации начинает активно использоваться метод автоматического анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD). Данный способ сочетает в себе возможность получения самой разнообразной информации о структуре и текстуре исследуемого материала с большой статистической выборкой измерений [1]. Это позволяет ожидать, что EBSD будет способствовать прогрессу исследований в этой области.

При анализе частично рекристаллизованной структуры одной из основных задач, стоящих перед EBSD, является определение надежного критерия, позволяющего объективно разделить деформированную и рекристаллизованную фазы. В EBSD выделяются два подхода к этой задаче. В одном из них в качестве искомого критерия предлагается считать четкость и резкость индигируемых Кикучи-картин [2], которые, как известно, очень чувствительны к микродеформации кристаллической решетки. Второй подход основан на оценке постоянства кристаллографической ориентировки внутри кристаллитов [3–5]. Наличие развитой субструктуры и внутренних

напряжений в деформированных зернах обычно ведет к появлению значительных градиентов ориентации, что и отличает эти кристаллиты от рекристаллизованной структуры.

Оба подхода характеризуются существенными недостатками. С одной стороны, четкость Кикучи-картин может зависеть от многих факторов, включая химический состав материала, кристаллографическую ориентировку зерна и даже настройку микроскопа. С другой стороны, экспериментальная погрешность EBSD при определении разориентировки ($\sim 2^\circ$) может быть весьма существенной при оценке варьирования ориентировки внутри зерен.

В настоящей работе проанализирована практическая применимость этих двух подходов для выявления рекристаллизованной структуры на примере меди марки М1.

2. Материал и методика эксперимента

В качестве материала исследования использовалась медь марки М1. Исходный горячекатаный пруткок был подвергнут предварительной интенсивной „*abc* деформации“ в интервале температур 500–300°C, а затем прокатан при криогенной температуре до степени обжатия 93%.¹ Подробности эксперимента изложены в работе [6]. Как известно, медь, подвергнутая деформации при криогенной температуре, склонна к рекристаллизации при длительном пребывании при комнатной температуре [7,8]. В случае нашего эксперимента микрострук-

¹ Данная работа была выполнена в рамках исследовательского проекта по оценке целесообразности использования криогенных деформаций для формирования нанокристаллической структуры в меди.

турные исследования осуществлялись после ~ 1.5 лет хранения деформированного материала на воздухе.

Микроструктура изучалась в продольном сечении прокатанных образцов. Последние подвергались предварительному шлифованию на абразивной бумаге и алмазной пасте и окончательной электрополировке в 70%-ном растворе ортофосфорной кислоты H_3PO_4 в дистиллированной воде при комнатной температуре и напряжении 5 V. EBSD-анализ осуществлялся при помощи программного обеспечения TSL OIMTM, установленного на сканирующем электронном микроскопе с полевым катодом. С использованием шага сканирования $0.25 \mu m$ была отснята EBSD-карта, включающая в себя $\sim 350\,000$ пикселей. С целью избавления от сомнительных результатов полученные EBSD-данные были подвергнуты автоматической корректировке: все мелкие зерна, включающие в себя три и менее пикселей, были удалены с EBSD-карты как не внушающие доверия. Ввиду экспериментальной погрешности EBSD-метода, все малоугловые границы с разориентировкой менее 2° были исключены из рассмотрения. В качестве критерия для различия мало- и большеугловых границ (МУГ и БУГ соответственно) использовалась разориентировка 15° .

3. Результаты и обсуждение

3.1. Метод основанный на четкости Кикучи-картин. В программном обеспечении EBSD, ис-

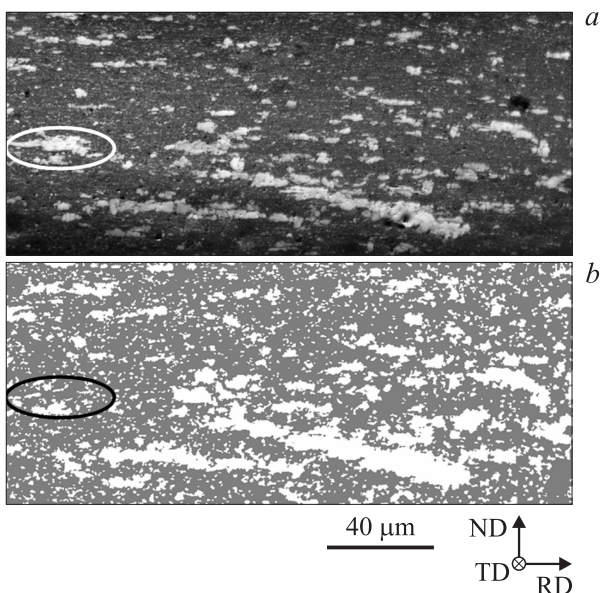


Рис. 1. Различные формы представления одних и тех же EBSD-данных: *a* — EBSD-карта, иллюстрирующая варьирование четкости Кикучи-картин в различных участках микроструктуры, *b* — EBSD-карта, показывающая зерна с постоянной (белый цвет) и непостоянной (серый цвет) кристаллографической ориентировкой. RD — направление прокатки, TD — поперечное направление, ND — направление нормали к плоскости прокатки.

пользованном в данном исследовании, четкость Кикучи-картин характеризовалась при помощи параметра Image quality (IQ). Это безразмерная величина, представляющая собой сумму пиков, образующихся при оцифровании Кикучи-картины [9]; более высокий коэффициент IQ соответствует более четким Кикучи-полосам. EBSD-карта, иллюстрирующая варьирование параметра IQ на различных участках микроструктуры, представлена на рис. 1, *a*. На этой карте переход от темного цвета к светлому отвечает увеличению коэффициента IQ.

Как следует из рисунка, структуре свойственно наличие отдельных (светлых) зерен, характеризующихся очень четкими Кикучи-картинами. Учитывая их специфическую морфологию, можно предположить, что они соответствуют рекристаллизованной структуре. Следует отметить, что анализируемая EBSD-карта в значительной мере подобна изображению структуры в случае оптической микроскопии, где о принадлежности того или иного зерна к рекристаллизованной фазе также обычно судят по связанному с ним контрасту. В этой связи можно заключить, что метод EBSD пригоден для выявления рекристаллизованной структуры, по крайней мере, в той же степени, в какой пригодна для этой цели оптическая микроскопия.

Следует отметить при этом, что хотя крупные светлые зерна отчетливо видны на карте, многие мелкие кристаллиты характеризуются промежуточными оттенками цвета и, таким образом, представляется затруднительным однозначно судить об их принадлежности к рекристаллизованной или деформированной структуре. Иными словами, рассмотренный выше подход представляется вполне пригодным для качественной оценки процесса рекристаллизации, но он излишне субъективен для количественной характеристики рекристаллизованной структуры.

3.2. Метод, основанный на постоянстве ориентировки внутри зерен. EBSD-метод, основанный на оценке постоянства ориентировки внутри зерен, представляется более объективным. В качестве критического значения, разграничивающего рекристаллизованную и деформированную фазы, в данном случае обычно используется разориентировка в 2° , соответствующая экспериментальной погрешности EBSD.

Данный метод требует четкого определения понятия зерна, внутри которого должны производиться измерения ориентировки. В представленном исследовании под зерном понимался кристаллит, окаймленный границами с углом разориентировки 15° и выше (т.е. БУГ). Для оценки постоянства ориентировки внутри зерен была использована следующая процедура. На основе результатов многократного измерения ориентировки внутри зерен в ходе EBSD-сканирования для каждого зерна вычислялась его средняя ориентация. Затем определялись разориентировки между ней и каждой точкой, входящей в состав данного зерна. Если средняя разориентировка не превышала 2° (т.е. находилась в пределах экспериментальной погрешности EBSD), то данное зерно

рассматривалось как имеющее постоянную внутреннюю ориентировку. Если же средняя разориентация была выше этого значения, то принималось, что зерно имеет непостоянную внутреннюю ориентировку. Вычисленная EBSD-карта представлена на рис. 1, *b*, где зерна с постоянной и непостоянной внутренней ориентировкой окрашены белым и серым цветом соответственно.

Хотя EBSD-карты на рис. 1, *a* и рис. 1, *b* не являются абсолютно идентичными, наличие соответствия между ними представляется достаточно очевидным. Различия в основном связаны с размерами светлых участков, которые являются несколько более крупными на рис. 1, *b*. Данный эффект обусловлен деградацией Кикучи-полос в приграничных районах, вызванный перекрытием дифракционных картин со смежных зерен, и, как следствие, уменьшением коэффициента IQ на рис. 1, *a*.

Следует подчеркнуть, что вычисление колебания ориентировки внутри зерен позволяет оценить только плотность геометрически-необходимых дислокаций, но не предоставляет непосредственной информации о дислокациях, не порождающих ориентационных градиентов. Однако удовлетворительное соответствие между рис. 1, *a* и рис. 1, *b* позволяет предположить, что зерна с постоянной внутренней ориентировкой также характеризуются и пониженным содержанием дефектов кристаллической решетки. Иными словами, они содержат как тензорную, так и скалярную низкую плотность дислокаций и, таким образом, представляют собой рекристаллизованную структуру.

Интересно отметить, что в некоторых зернах с высоким коэффициентом IQ варьирование кристаллографической ориентировки превышает экспериментальную погрешность EBSD (пример выделен на рис. 1). Это может означать, что в некоторых рекристаллизованных зернах может сохраняться некоторый отличный от нуля градиент ориентаций. Этот любопытный эффект отмечен в литературе [10,11], но, тем не менее, он все еще является весьма нетривиальным. Таким образом, проведение разделительной черты между рекристаллизованной и деформированной структурой в некоторых случаях представляется затруднительным.

3.3. Спектр разориентировок. Анализ характера субграниц, сформировавшихся внутри зерен, также может быть очень полезен при выявлении рекристаллизованной структуры. В связи с этим уместно рассмотреть спектры разориентировок, характерные для зерен с постоянной и непостоянной внутренней ориентировкой.

Соответствующие распределения границ по углам разориентировки приведены на рис. 2, *a*. Следует отметить, что на оси ординат графиков отложена удельная поверхность границ, которая вычислялась путем деления суммарной длины границ с той или иной разориентировкой на EBSD-карте на площадь карты. Использование данной метрики позволило дополнительно судить о степени разветвленности сети границ в деформированной и рекристаллизованной фазах.

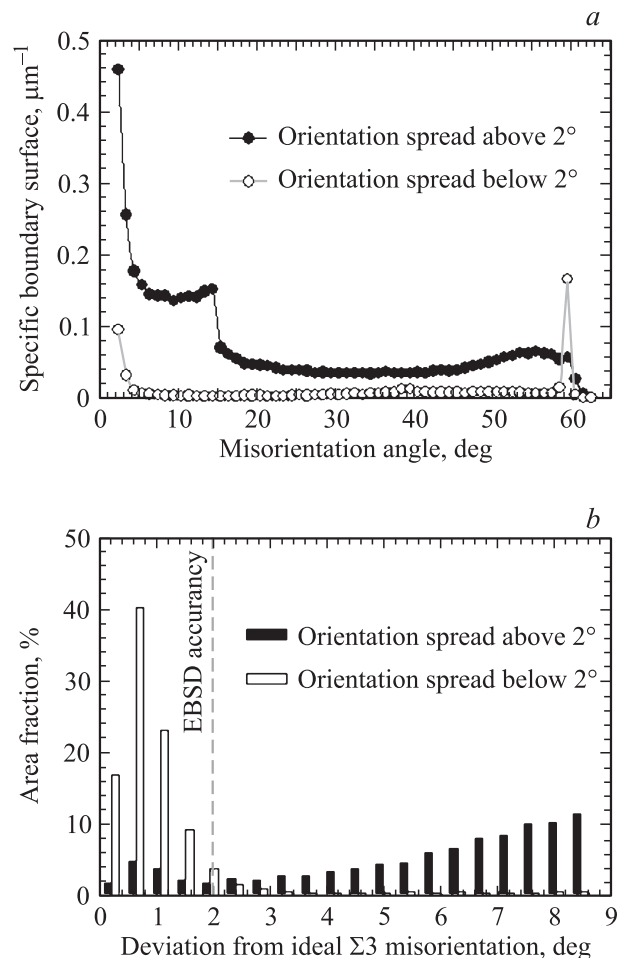


Рис. 2. Распределение границ по углам разориентировки (*a*) и распределение двойниковых границ по отклонениям от идеальной разориентировки $\Sigma 3$ (*b*) для зерен с постоянной и непостоянной внутренней ориентировкой.

С одной стороны, как следует из рисунка, подавляющее большинство МУГ сосредоточено в зернах с непостоянной внутренней ориентировкой. Это свидетельствует в пользу их принадлежности к деформированной фазе. С другой стороны, спектр разориентировок границ зерен с постоянной внутренней ориентировкой характеризуется острым пиком в районе 60° , обусловленным повышенным содержанием двойниковых границ $\Sigma 3$. Отклонения экспериментально измеренной разориентировки на этих двойниковых границах от идеальной $\Sigma 3$ в основном находятся в пределах экспериментальной погрешности EBSD (рис. 2, *b*). Иными словами, границы двойников не искажены деформацией. Таким образом, это — двойники отжига, а не механические двойники. Известно, что рекристаллизация в меди обычно сопровождается формированием двойников отжига. В связи с этим, повышенное содержание этих двойников в зернах с постоянной кристаллографической ориентацией свидетельствует об их принадлежности к рекристаллизованной структуре.

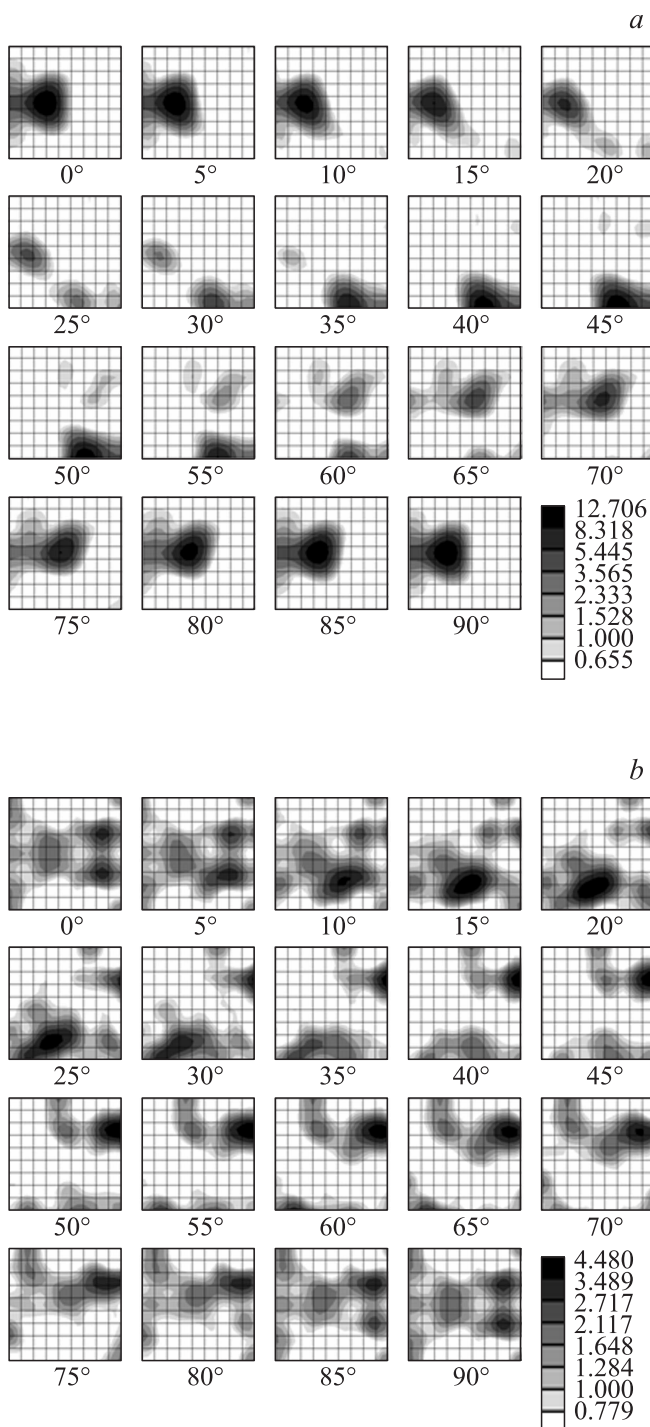


Рис. 3. Функции распределения разориентировок (ФРО) для зерен с постоянной (а) и непостоянной (б) внутренней ориентировкой. Трехмерное изображение ФРО представлено в виде набора плоских сечений, где горизонтальная ось соответствует углу Эйлера φ_1 , вертикальная ось — углу Φ , а ось, нормальная плоскости рисунка — углу φ_2 . Цифровые обозначения внизу сечений указывают величину угла φ_2 . С учетом симметрии решетки ГЦК и симметрии процесса прокатки показан только первый квадрант ориентационного пространства, заданный углами Эйлера $\varphi_1 = 0-90^\circ$, $\Phi = 0-90^\circ$, $\varphi_2 = 0-90^\circ$.

Таким образом, анализ спектров разориентировок в целом подтверждает пригодность использованного EBSD-метода для выявления рекристаллизованной структуры. В связи с этим интересно отметить наличие небольшого количества МУГ в некоторых рекристаллизованных зернах (рис. 2, а). Этот любопытный эффект описан в литературе [10,12] и показывает, что однозначное разделение рекристаллизованной и деформированной фаз иногда представляется затруднительным.

3.4. Текстура. Рекристаллизация в ГЦК-металлах часто ведет к формированию весьма специфических текстур. Поэтому анализ формирующейся текстуры может быть также полезен для тестирования EBSD как метода выявления рекристаллизованной структуры.

Для исчерпывающего описания текстуры, образованной зернами с постоянной и непостоянной внутренней ориентировкой, были вычислены функции распределения ориентировок (ФРО). Учитывая симметрию решетки ГЦК и симметрию процесса прокатки, ФРО были определены только для первого квадранта ориентационного пространства, заданного интервалами углов Эйлера $\varphi_1 = 0-90^\circ$, $\Phi = 0-90^\circ$, $\varphi_2 = 0-90^\circ$. Полученные текстуры приведены на рис. 3. На этом рисунке трехмерное изображение ФРО представлено в виде набора плоских сечений, где горизонтальная ось соответствует углу φ_1 , вертикальная ось — углу Φ , а ось, нормальная плоскости рисунка — углу φ_2 . Цифровые обозначения внизу сечений соответствуют величине угла φ_2 .

Как следует из рис. 3, ФРО для двух рассматриваемых типов зерен существенно отличаются друг от друга. В случае зерен с непостоянной внутренней ориентировкой текстура является довольно сильной (максимальный пик примерно в 13 раз выше уровня фона), и в ней преобладают компоненты текстуры прокатки: $\{011\}\langle 211\rangle$, $\{011\}\langle 100\rangle$ и $\{123\}\langle 634\rangle$. Текстура, образованная зернами с относительно постоянной ориентировкой, примерно втрое слабее. Кроме компонент текстуры прокатки ($\{011\}\langle 211\rangle$ и $\{123\}\langle 634\rangle$) для нее также характерно наличие рекристаллизационной текстуры $\{001\}\langle 100\rangle$. Таким образом, анализ текстуры также свидетельствует о том, что метод EBSD вполне может быть использован для выявления рекристаллизованной структуры.

4. Заключение

В данной работе анализировалась применимость метода EBSD для выявления рекристаллизованной фазы в частично рекристаллизованной структуре на примере меди марки М1. На основе работы сформулированы следующие выводы.

1). Метод EBSD может быть успешно использован для разделения и последующего анализа рекристаллизованной и деформированной фаз в частично рекристаллизованной структуре.

2). Метод EBSD, основанный на четкости Кикучи-картин, эффективен для качественного (предварительного) анализа микроструктуры. Для ее количественной характеристики более предпочтительно использование метода, основанного на оценке постоянства кристаллографической ориентировки внутри зерен.

3). В некоторых случаях однозначное разделение рекристаллизованной и деформированной микроструктуры представляется затруднительным. Однако данная проблема связана не столько со спецификой метода EBSD, сколько с несовершенством современных представлений о рекристаллизации.

Авторы признательны Г.А. Салищеву за идею проекта по исследованию криогенных деформаций меди, в рамках которого была выполнена данная работа, и к.т.н. М.А. Мурзиновой, вдохновившей их на описанное в статье исследование. Авторы также хотели бы выразить свою благодарность к.т.н. Р.М. Галееву и к.т.н. О.Р. Валиахметову за предоставление исходного материала для криогенной деформации, а также к.ф.-м.н. Р.Р. Даминову за помощь в проведении экспериментов.

Список литературы

- [1] F.J. Humphreys. *J. Microscopy*. **195**, 170 (1999).
- [2] J. Tarasiuk, Ph. Gerber, B. Vacroix. *Acta Mater.* **50**, 1467 (2002).
- [3] D.P. Field, L.T. Bradford, M.M. Nowell, T.M. Lillo. *Acta Mater.* **55**, 4233 (2007).
- [4] G. Wu, D.J. Jensen. *Mater. Character.* **59**, 794 (2008).
- [5] S. Dzaszyk, E.J. Payton, F. Friedel, V. Marx, G. Eggeler. *Mater. Sci. Eng. A* **527**, 7854 (2010).
- [6] T. Konkova, S. Mironov, A. Korznikov, S.L. Semiatin. *Acta Materialia* **58**, 5262 (2010).
- [7] H.D. Meingelberg, M. Meixner, K. Lucke. *Acta Metal.* **13**, 835 (1965).
- [8] И.А. Гиндин, Б.Г. Лазарев, Я.Д. Стародубов, М.Б. Лазарева. *ДАН СССР* **171**, 552 (1966).
- [9] J.C. Russ, D.S. Bright, T.M. Hare. *J. Comp. Assist. Micros.* **1**, 3 (1989).
- [10] T.J. Sabin, G. Winther, D.J. Jensen. *Acta Mater.* **51**, 3999 (2003).
- [11] D.T. McDonald, F.J. Humphreys, P.S. Bate. *Mater. Sci. Forum* **550**, 393 (2007).
- [12] D. Dingley. *J. Microscopy* **213**, 214 (2004).