

Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе

© С.Ю. Миронов, В.Н. Даниленко, М.М. Мышляев*, А.В. Корнева

Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук,
450001 Уфа, Россия

* Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

(Поступила в Редакцию 31 августа 2004 г.)

Проведен анализ достоинств и недостатков метода автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) по сравнению с просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ) при изучении пространственного распределения ориентировок. Осуществлено сравнительное экспериментальное исследование спектра разориентировок с помощью ПЭМ- и EBSD-анализа модельного материала (сплав нихром H20X80) с повышенным содержанием двойников отжига.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проекты 04-02-16129, 04-02-97261, 04-02-17627).

1. Введение

До недавнего времени можно было условно выделить два принципиально различных материаловедческих способа описания микроструктуры поликристаллов. Один из них заключается в описании морфологии кристаллитов, измерении их характерных размеров и т.п.; эти методы исследования условно можно назвать „металлографическими“ [1]. Подобные эксперименты, как правило, осуществляются с помощью оптической, растровой и реже просвечивающей электронной микроскопии. Цель другого способа — изучение кристаллической решетки: ее преимущественной ориентировки (текстуры), внутренних напряжений и т.д.; исследования, как правило, проводятся с помощью рентгеновской дифрактометрии и используемые методы условно можно назвать „рентгенографическими“ [2]. Эти два способа интегрального описания микроструктуры сравнительно долгое время существовали параллельно и с их помощью были достигнуты значительные успехи в изучении эволюции структуры при термическом или механическом воздействии.

Однако для совершенствования представлений о некоторых процессах, происходящих в твердых телах (например, мартенситных превращений, двойникования, фрагментации и многих других) потребовалась качественно новая информация, которую нельзя было получить с помощью двух описанных выше способов в явном виде. Необходима методика, являющаяся симбиозом этих двух способов, позволяющая определять локальные ориентировки кристаллитов. До недавнего времени подобные задачи решались практически одним единственным методом — с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Принципиально новый способ исследования микроструктуры — изучения пространственного распределения ориентировок — позволил измерять ее качественно новую характеристику — разориенти-

ровки соседних кристаллитов. Это среди прочего дало толчок бурному развитию представлений о пластическом течении металлов на стадии больших (развитых) деформаций [3].

Целью разработанного в последние годы метода автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализа) также является изучение пространственного распределения ориентировок. В этом смысле он является конкурентом ПЭМ. Метод EBSD все активнее применяется в последнее время для изучения микроструктуры кристаллических материалов. В то же самое время, по мнению авторов, в отечественной литературе ощущается недостаток работ, посвященных анализу специфических особенностей, а также достоинств и недостатков этого нового метода исследования по сравнению более традиционным ПЭМ. Данное обстоятельство затрудняет интерпретацию данных, полученных с помощью EBSD, и их сравнение с результатами ПЭМ.

В связи с этим целью настоящей работы являлось сопоставление методов EBSD-сканирования и ПЭМ при исследовании пространственного распределения ориентировок. Авторы надеются, что эта информация будет полезна читателям при их работе с EBSD приставкой, а также при трактовке экспериментальных данных, полученных посредством ее использования.

2. Материал и методика эксперимента

В качестве материалов исследования выбраны монокристалл германия, сплав нихром Х20Н80 (20% хрома, 80% никеля), а также технически чистый титан марки Grade2.

Монокристалл германия был выбран с целью определения погрешности измерения угла разориентировки посредством EBSD-сканирования. Титан вместе с нихро-

Таблица 1. Условия EBSD-сканирования

Параметры EBSD-сканирования	Материал		
	X20H80	Монокристалл германия	Титан Grade2
Тип микроскопа	Philips XL-30 JSM-840A	JSM-840A	JSM-840A
Программное обеспечение для EBSD-сканирования	TexSEM Lab.(TSL) INCA Crystal 300	INCA Crystal 300	INCA Crystal 300
Ускоряющее напряжение, kV	20 20	20	20
Сетка сканирования	гексагональная квадратная	квадратная	квадратная
Количество отсканированных участков	1 1	4	1
Площадь сканирования, μm^2	100 × 100 131 × 61.5	72 × 47	260 × 80
Шаг сканирования, μm	0.2 1	1	2
Общее число точек сканирования	288711 7620	3220	4953

мом использовались в эксперименте, целью которого являлось выявление предельно допустимой ошибки в определении ориентировки посредством EBSD. Предпочтение титана и никрома в качестве объектов исследования в данном случае мотивировалось значительным различием в симметрии решеток. Выбор сплава X20H80 обосновывался тем, что в нем после определенной термомеханической обработки формировалась высокая плотность двойников отжига (и соответственно специальных границ $\Sigma 3$ $60^\circ \langle 111 \rangle$). Это делало его исключительно удобным для проведения сравнительных экспериментов по определению спектра разориентировок различными методами – ПЭМ и EBSD.

Исследуемое состояние сплава X20H80 было получено посредством прокатки исходной горячекатаной полосы при комнатной температуре со степенью обжатия 70% и последующего отжига в соляной ванне при 993 K в течение 2 часов. В результате в сплаве прошла первичная рекристаллизация и образовалась однородная структура со средним размером зерен $6 \mu\text{m}$ с характерной для первичной рекристаллизации низкой плотностью дислокаций. Технически чистый титан был в виде горячекатаного прутка; структура была представлена равноосными зёрнами со средним размером около $20 \mu\text{m}$.

Измерение пространственного распределения ориентировок методами ПЭМ осуществлялось на микроскопе Tesla BS-540 в сплаве X20H80. Ускоряющее напряжение составляло 120 kV. Подробности проведения эксперимента приведены в работе [4]. Для определения разориентировок использовался метод одиночных рефлексов. Подробное описание этой методики изложено в [3], а в

работе [4] ее модификация к микроскопу Tesla Bs-540. Суть метода одиночных рефлексов заключается в измерении лабораторных координат нескольких (как минимум двух) векторов обратной решетки и вычисления на основе этой информации ориентационной матрицы каждого кристаллита. Были определены ориентировки 54 зерен и на их основе вычислены разориентировки на 134 границах.

Подробное описание метода EBSD-анализа изложено в [5]. В общих чертах данный способ заключается в следующем. Образец, наклоненный на угол 70° , помещается в растровый электронный микроскоп (РЭМ). Микроскоп переводится в режим работы с минимальным размером пучка электронов и исследуемая поверхность подвергается автоматическому пошаговому сканированию „от точки к точке“. Дифрагированные электроны, обратно рассеянные от каждой точки сканирования, формируют дифракционную Кикучи-картину на флуоресцентном экране, установленном внутри камеры микроскопа, с которого в свою очередь изображение передается на цифровую видеокамеру. Дифракционные картины с каждой из точек сканирования усредняются, оцифровываются и автоматически индуцируются. После этого вычисляются и вносятся в память компьютера, как правило, следующие данные: три эйлеровских угла, характеризующих ориентировку кристалла, координаты (x, y) , определяющие местоположение точки на поверхности образца, коэффициент, характеризующий резкость и четкость Кикучи-полос, коэффициент, определяющий вероятность корректного определения ориентировки, а также фаза материала. Процесс повторяется до тех пор, пока не будет отсканирована заданная площадь

поверхности образца. Таким образом воспроизводится пространственное распределение ориентировок кристаллитов на исследуемой поверхности шлифа. Условия EBSD-сканирования исследуемых материалов приведены в табл. 1.

Во всех случаях при описании разориентировки из всех кристаллографически эквивалентных использовалось описание с минимальным углом разориентировки. Принадлежность разориентировки к специальной определялась при помощи критерия Брендона.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Анализ достоинств и недостатков EBSD-сканирования по сравнению с ПЭМ. При изучении пространственного распределения ориентировок EBSD-анализ обладает целым рядом достоинств, которые, по мнению авторов, делают его не только конкурентоспособным по сравнению с ПЭМ, но и в ряде случаев более предпочтительным. Наиболее существенные преимущества (выделены курсивом), а также комментарии к ним приведены далее.

1) *Меньшая трудоемкость при приготовлении образцов для исследования.* Во многих случаях требования, предъявляемые к образцам для EBSD-анализа, не являются намного более жесткими, чем для обычного металлографического исследования. Основное внимание обычно уделяется трем факторам. Во-первых, отсутствию окисной пленки на поверхности — ее наличие может значительно затруднить, или даже фальсифицировать результаты сканирования. Во-вторых, требования к шероховатости поверхности являются более высокими ввиду того, что образец при EBSD съемке наклонен на значительный угол, даже относительно небольшой рельеф может значительно затруднить исследование. В-третьих, необходимо чтобы исследуемая поверхность не была повреждена при подготовке образца к эксперименту. Последнее особенно актуально для материалов, легко подвергающихся двойникованию, например, для титана — высокое содержание двойников, образующихся при шлифовании, может существенно исказить спектр разориентировок. Однако даже с учетом этих ограничений во многих случаях образец для EBSD-исследования приготовить гораздо легче, чем тонкую фольгу. Также к числу преимуществ EBSD-анализа можно отнести возможность исследования массивных образцов — значительно большая площадь поверхности исследования обеспечивает возможность получения более статистически репрезентативных результатов. Кроме того, можно отметить более широкую номенклатуру образцов, пригодных для исследования — от тонких фольг до массивных образцов.

2) *Большая простота и доступность.* Практически полная автоматизация как процесса получения информации, так и ее обработки позволила значительно „упростить“ проведение исследования. Снижение доли участия человека позволило существенно понизить порог

квалификации оператора. Еще недавно ввиду высоких требований к уровню исследователя как на этапе получения результатов, так и при их обработке исследования разориентировок были относительно редким явлением, а сам процесс можно было квалифицировать, скорее, как искусство. Резко возросшее в последние годы число работ, в которых так или иначе фигурирует измерение разориентировок (в подавляющем большинстве случаев с помощью EBSD), позволяет считать, что исследования подобного рода постепенно становятся рядовым явлением и превращаются в повседневную работу.

3) *Большая объективность* при получении первичной информации — анализе электронограмм. Данное преимущество обуславливается, во-первых, исключением субъективного фактора — ошибки человека. Во-вторых — более скрупулезным анализом электронограмм. Так, во многих случаях на электронограмме присутствует относительно большое количество Кикучи-полос и Кикучи-полосов. Хотя для определения ориентировки кристаллита достаточно идентификации двух Кикучи-полосов, программное обеспечение анализирует все их возможные сочетания (с учетом „до-страивания“ Кикучи-полос, пересекающихся за пределами электронограммы). В связи с этим, как правило, получается несколько решений, которые ранжируются в соответствии с их вероятностью. В качестве окончательного выбирается решение, имеющее наибольшую вероятность. Данное обстоятельство обеспечивает также относительно большую объективность при последующей обработке информации, например, отбраковке относительно маловероятных результатов. Специально проведенное исследование, в котором ориентировка определялась как несколькими независимыми операторами, так и с помощью программного обеспечения [5], показало предпочтительность „машинного“ определения ориентировки с точки зрения ее точности.

4) *Высокая производительность.* Полная автоматизация процесса, использование быстродействующих процессоров плюс современные способы обработки изображения (вычитание фона из электронограммы, специальное преобразование Кикучи-картины (Hough transforms) [6] и ряд других) позволяют добиваться скорости обработки от 1 до 25 точек (электронограмм) в секунду. Наряду с этим также следует отметить возможность длительной работы без перерыва. В принципе время сканирования физически ограничено лишь сроком жизни катода (это особенно актуально для термоэмиссионных катодов) и интенсивностью загрязнения поверхности образца в процессе съемки. Как показано в [7], использование микроскопов с полевыми катодами позволяет осуществлять сканирование в течение нескольких дней без перерыва.

5) Как следствие преимуществ, указанных в пунктах 1 и 4, можно выделить, как правило, значительно большую статистическую выборку экспериментальных результатов. На взгляд авторов, данное преимущество является одним из ключевых, поскольку многие характеристики

структуры имеют статистическую природу; большая выборка означает большую адекватность полученных результатов истинному положению вещей. Данное утверждение справедливо не столько при вычислении средних величин подобных характеристик, сколько при скрупулезном исследовании характера их распределения. Как отмечено в [8], для наиболее адекватного описания распределения связь между числом интервалов в гистограмме n и экспериментальной выборкой N должна описываться как $n \sim N^{1/3}$. Иными словами, при выборке в 1000 измерений наиболее корректная гистограмма должна содержать 10 интервалов. Таким образом, увеличение выборки ведет к уменьшению величины интервала гистограммы (при увеличении их количества) и как следствие к возможности более точного описания распределения. Например, максимальный угол разориентировки в α -титане (при описании с помощью минимального угла) составляет примерно 93.8° . Выборка в 30–40 тыс. границ (пока совершенно недостижимая с помощью ПЭМ) позволяет построить распределение с интервалом до 3° , что позволяет описать его относительно точно. Следует добавить, что при EBSD-сканировании приводится описание разориентировок по длине границ, а не по их количеству, что в ряде случаев является более физически обоснованным.

б) Как следствие относительно большой статистической выборки и стандартного программного обеспечения, прилагаемого к EBSD-приставке, имеется возможность получения большого массива разнообразной информации в результате всего одного сканирования, которая при работе с ПЭМ либо использовалась в единичных случаях, либо не использовалась совсем. Прежде всего, следует отметить возможность получения данных не только о микротекстуре, но и серьезного сопоставления результатов измерения ориентировок, полученных посредством EBSD и рентгеновской дифрактометрии. Выделим попутно ряд преимуществ EBSD-анализа по сравнению со стандартным рентгеноструктурным анализом (РСА). Во-первых, поскольку в ходе него фиксируется полная информация об ориентировке кристаллитов в области сканирования, возможно построение полных прямых полюсных фигур (ППФ) для любой из интересующих плоскостей. Напомним, что при РСА (метод наклона) ППФ являются, как правило, неполными (до 65° – 75°) и для построения ППФ для каждой плоскости необходимо проведение отдельного эксперимента. Во-вторых, возможность построения обратных полюсных фигур (ОПФ) для нескольких внешних направлений. Как правило, программное обеспечение позволяет сделать это как минимум для трех направлений — нормали к поверхности образца и двух выделенных направлений в его плоскости. Однако, поскольку имеется полная информация об ориентировке, есть принципиальная возможность пересчитать эту информацию для любого внешнего направления. Отметим, что при стандартном РСА для построения ОПФ относительно каждого нового направления требуется проведение дополнительного эксперимента; более

того, это не всегда возможно, например, при построении ОПФ относительно направления прокатки образца, раскатанного в фольгу. В-третьих, поскольку в ходе EBSD-анализа ориентировка в каждой точке сканирования определяется экспериментально, функция распределения ориентировок (ФРО), построенная на основе этих данных, является более корректной, чем в случае РСА (когда ФРС не столько измеряется прямо, сколько вычисляется) [5].

Из известного пространственного распределения ориентировок может быть получена информация о степени дисперсности структуры — определение среднего размера зерен, построения распределения зерен по размерам, а также по удельным площадям на поверхности сканирования. Как правило, можно варьировать понятие „зерно“ — величину минимального угла разориентировки на границе, целиком окаймляющей кристаллит. Во многих случаях под „размером“ зерен понимается не привычная из металлографии длина случайной секущей, а диаметр круга, площадь которого эквивалентна площади сечения зерна (так называемый „equal circle diameter“ — ECD). Использование подобной величины особенно удобно в тех случаях, когда в ходе эволюции структуры происходит изменение не только размера, но и формы зерен (например, их вытягивание); применение ECD вместо длины случайной секущей позволяет более надежно зафиксировать факт именно измельчения структуры.

7) К преимуществам EBSD-анализа можно также отнести меньшую трудоемкость при разделении фаз в ходе исследования многофазных материалов (одновременный анализ до шести различных фаз — Inca Crystal 300). С учетом большой статистической выборки EBSD-анализ можно использовать также и для определения процентного соотношения фаз.

Необходимо отметить, что принципиальная возможность проведения подобных исследований имеется и при работе с ПЭМ; более того, как показано в [9], в некоторых случаях возможна даже идентификация неизвестных ранее фаз.

Наряду с несомненными достоинствами метод EBSD-анализа не лишен недостатков. Наиболее существенные из них (выделены курсивом), а также комментарии к ним приведены далее.

1) *Меньшая точность определения ориентировки.* Как обычно отмечается в литературе, эта величина составляет 1° . Погрешность в определении угла разориентировки, таким образом, составляет порядка 2° (для сравнения погрешность в определении угла разориентировки методом одиночных рефлексов (ПЭМ) составляет около 0.5° [4]). Основная проблема, которая возникает вследствие этого, заключается в том, что прибор не может надежно фиксировать границы с углом разориентировки до 2° ; распределения границ по углам разориентировки, как правило, строятся от 2° и выше. В связи с этим аттестация малоугловых границ, а также соотношение между мало- и высокоугловыми границами, определяемые с помощью EBSD, носят довольно условный характер. Исходя из этого, на взгляд

авторов, с помощью EBSD-анализа более целесообразно исследовать не сами эти параметры структуры, а их изменение при воздействии на материал (например, при увеличении степени деформации).

В некоторых EBSD-приставках (например, INCA Crystal 300) данную проблему можно решить, понизив величину допускаемой ошибки в определении ориентировки (или соответственно повысить доверительную вероятность в ее определении) при проведении сканирования. Точки, в которых ориентировка определяется с недостаточной вероятностью, отбраковываются (исключаются из дальнейшего рассмотрения, так называемые, black points). Для выявления погрешности в определении угла разориентировки было проведено EBSD-сканирование монокристалла германия с различным допуском на ошибку в определении ориентировки. Детали эксперимента приведены в табл. 2.

Таблица 2. Определение погрешности при измерении угла разориентировки методом EBSD-сканирования

Максимальная допустимая ошибка в определении ориентировки, deg	Количество разориентировок свыше 0°	Максимальная разориентировка, deg
1	5954	0.79
2	3049	1.41
3	3789	1.06
4	1529	1.65

Результаты сканирования представлены на рис. 1. Видно, что при минимальной величине ошибки в определении ориентировки¹ наиболее вероятная ошибка для угла разориентировки составляла 0.05°, а максимальная не превышала 0.75°. Рост величины допуска не привел к изменению наиболее вероятной ошибки в определении ориентировки, а максимальная ошибка постепенно смещалась примерно до 1.5°. Итак, проведенный эксперимент показывает, что в ходе EBSD-сканирования имеется принципиальная возможность определять разориентировку с точностью, сопоставимой с ПЭМ. Однако уменьшение допуска на определение ориентировки чревато отбраковкой большого числа точек и таким образом потерей значительного объема потенциально полезной информации. Следовательно, в каждом конкретном случае исследователь либо должен найти компромисс между точностью измерения и объемом получаемой информации, либо провести несколько сканирований с различной величиной допуска.

2) *Меньшее пространственное разрешение.* При ПЭМ исследовании структуры возможно прямое разрешение решетки; определение ориентировки возможно в

¹ При величине максимально допустимой ошибки в определении ориентировки, меньшей 1, программное обеспечение не было способно определить ориентировку; при ошибке свыше 4 появлялись высокоугловые разориентировки.

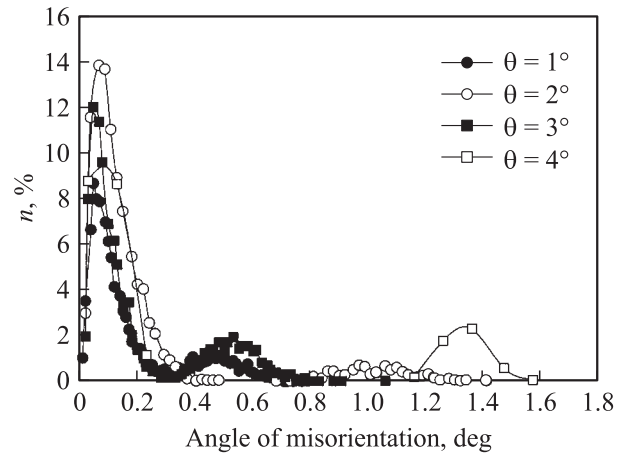


Рис. 1. Влияние величины максимально допустимой ошибки в определении ориентировки θ на распределение углов разориентировки, выявленное при EBSD-сканировании монокристалла германия.

кристаллитах, способных давать одиночные рефлексы — десятки нанометров [4,9]. При EBSD-анализе разрешение будет определяться объемом материала, который обратно рассеивает электроны с энергией, достаточной для достижения детектора. Этот объем в свою очередь будет зависеть как от параметров микроскопа (ускоряющего напряжения, тока накала катода, тока образца), так и от материала (чем выше порядковый номер элемента в таблице Менделеева, тем он меньше). Пространственное разрешение грубо можно оценить следующим образом. Если структура, выявляемая в ходе EBSD-сканирования, подобна (по морфологическим признакам и размерам) структуре, выявляемой иными способами (например, ПЭМ), то пространственное разрешение удовлетворительное. В противном случае, скорее всего, нет. Анализ приводимых в литературе данных [7,10] показывает, что при использовании термоэмиссионных катодов пространственное разрешение варьируется от 0.5 до 0.1 микрона, а в случае полевой микроскопии составляет десятки нанометров. Таким образом, в ходе EBSD-сканирования в большинстве случаев возможно исследование структур с характерными размерами вплоть до долей микрона. Так, например, в работах [7,10] успешно изучались субмикроструктурные материалы.

3) *Дискретность определения ориентировки.* Как отмечалось выше, в ходе EBSD-сканирования ориентировка кристаллитов измеряется в определенных точках исследуемой поверхности, задаваемых сеткой и шагом сканирования. Вследствие того, что, как правило, сканируется гладко полированная поверхность и детали структуры (особенно мелкие) не видны, существует проблема выбора корректного шага сканирования. При относительно большой величине шага сканирования существует опасность „пропуска“ некоторых границ. Как правило, это относится к малоугловым границам, расстояние между которыми невелико. При относитель-

но малом шаге сканирования (например, $0.05-0.1 \mu\text{m}$) весьма велика вероятность того, что прибор регистрирует все границы (с углом разориентировки свыше 2°) на исследуемом участке. Однако с уменьшением шага сканирования сокращается исследуемая площадь (при том же времени съемки). В случае когда исследуется относительно крупнозернистая структура, весьма вероятно, что вся площадь сканирования будет либо внутри одного зерна, либо внутри одной границы зерна. В связи с этим велика опасность, что доля высокоугловых границ будет завышена (или соответственно занижена). Кроме того, в данном случае результаты сканирования вряд ли будут статистически представительными вследствие того, что будут в значительной мере определяться ориентировкой данного конкретного зерна и смежных с ним зерен. Исследования же площадей с минимальным шагом сканирования требует значительных временных затрат и не всегда возможно (например, вследствие ограниченного времени жизни катода).

В связи с указанным выше в подобных случаях представляется целесообразным проведение нескольких сканирований одной и той же структуры, но с различным шагом; анализ структуры необходимо осуществлять на основе общей информации со всех съемок. В частности, для изучения соотношения между фракциями мало- и высокоугловых границ, а также при исследовании массива малоугловых границ рекомендуется использовать данные, полученные при минимальном шаге сканирования. При анализе же массива высокоугловых границ, а также специальных и близких к ним границ (являющихся, как правило, высокоугловыми) лучше использовать результаты сканирования с таким шагом, когда количество высокоугловых границ является статистически представительным.

4) *Значительное ухудшение качества сканирования с увеличением микродеформации решетки* (вследствие размытия Кикучи-полос). Это ведет к уменьшению вероятности корректного определения ориентировки (и даже к его невозможности) и соответственно значительно увеличению удельной доли так называемых wrong points и black points. Это значительно затрудняет адекватную трактовку экспериментальных данных.

Однако это вовсе не означает, что подобные материалы невозможно исследовать с помощью EBSD. Как показывает опыт авторов, а также данные [7,10], очень часто анализ подобных структур вполне осуществим. Различные приемы получения информации можно условно разделить на три группы.

Во-первых, как показывает практика, довольно часто имеется существенный потенциал для повышения качества получаемой информации на этапе EBSD-съемки:

а) сканирование „свежей“ поверхности, тщательно отполированной непосредственно перед сканированием;

б) подбор компромиссного сочетания ускоряющего напряжения, тока накала катода и тока образца для получения минимального размера пучка, в то же самое время обеспечивающего достаточную интенсивность обратно

рассеянных электронов. Весьма желательно использование в подобных случаях полевой эмиссионной микроскопии;

в) усреднение изображения нескольких Кикучи-картин, полученных с одной и той же точки сканирования;

г) увеличение лимита времени, отпущенного на определение ориентировки в каждой точке сканирования;

д) использование современных достижений в обработке изображения (вычитание фона электронограммы, Hough-transform и некоторые другие), позволяющих компьютеру зафиксировать даже довольно слабые и размытые Кикучи-картины, незаметные человеческому глазу.

Во-вторых, имеется возможность повышения коэффициента полезного действия результатов сканирования даже в условиях относительно высокого содержания black points и wrong points.

В работе [10] предложен способ извлечения информации о среднем размере зерен в условиях относительно высокого содержания black points. В ней предлагается построение распределения по углам разориентировки как функции от расстояния между точками. Иными словами, измерение спектра разориентировок не только между соседними точками, но также между точками, разделенными 1 соседом, 2, 3... и так далее. Установлено, что с увеличением дистанции между точками содержание малоугловых границ постепенно уменьшается и при определенной ее величине практически исчезает совсем. Данное расстояние предлагается считать эквивалентным среднему размеру зерен. В работе подчеркивается, что подобный способ обработки данных позволяет полнее использовать имеющуюся информацию. Можно добавить, что в подобных случаях целесообразно также определить спектр разориентировок, полученный при вычислении разориентировки всех возможных перестановок точек (так называемое некоррелированное распределение). Сопоставление его с реальным спектром (разориентировки только между соседними точками) позволяет установить, насколько он обусловлен текстурой.

Wrong points, в отличие от black points, означают не отсутствие, но искажение информации о структуре. Это делает их гораздо более опасными с точки зрения трактовки результатов и поэтому от них желательно избавиться. Однако это не так просто — в отличие от black points, которые четко видны на картах EBSD-сканирования, wrong points можно идентифицировать лишь по косвенным признакам. В качестве критерия их определения, наверное, наиболее уместно выбрать определенную величину ошибки в определении ориентировки при расшифровке Кикучи-картины. Для выявления этой величины был проведен следующий эксперимент: программное обеспечение было запрограммировано на съемку титана (решетка ГПУ), а фактически сканирование подвергался никром (решетка ГЦК). Также был проведен обратный эксперимент — фактическое сканирование титана при программировании машины на никром. Таким образом, была смоделирована ситуация,

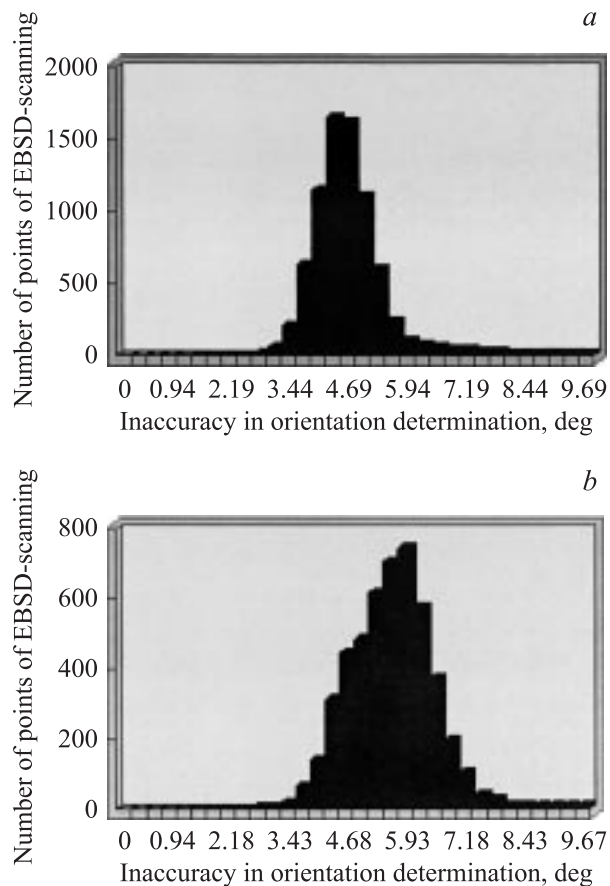


Рис. 2. Распределения ошибок определения ориентировки по частоте их появления: *a* — нихром, EBSD-сканированный как „титан“, *b* — титан, EBSD-сканированный как „нихром“.

когда решение машины было заведомо ошибочным. Программное обеспечение определяло ориентировку, однако ошибка в решении была, разумеется, относительно высока. Распределение ошибок представлено на рис. 2. Видно, что начиная с величины ошибки свыше $3.5\text{--}4^\circ$ результаты, получаемые в ходе EBSD-сканирования, являлись крайне сомнительными. Отметим, что подобный результат коррелирует с данными, приведенными на рис. 1 — при величине допуска на ошибку свыше 4 в ходе сканирования монокристалла выявлялись высокоугловые разориентировки (т.е. результат получался заведомо ошибочным). Таким образом, точки сканирования с подобной ошибкой в определении ориентировки квалифицировались как *wrong points* и исключались из рассмотрения (отбраковывались).

Вместо отбраковки с помощью программного обеспечения возможно также автоматическое изменение ориентировки сомнительных точек. Как правило, в ходе этой операции сомнительной точке присваивается ориентировка одной из смежных точек, чья ориентировка была определена с минимальной ошибкой; подобным образом можно избавляться и от *black points*. Однако следует помнить, что подобное действие фактически означает фальсификацию экспериментальных данных. В связи с

этим его по возможности следует избегать, просто отбраковывая сомнительные точки.

В-третьих, в крайних случаях, когда невозможно получить информацию иным путем, целесообразно подвергнуть материал низкотемпературному отжигу для снятия внутренних напряжений. В некоторых случаях это дает отличные результаты [7]. Однако при этом необходимо тщательно подобрать режим термообработки, чтобы исключить изменение пространственного изменения ориентировок (например, вследствие рекристаллизации).

5) *Условность компьютерного отображения реальной структуры.*

а) В зависимости от используемой сетки сканирования каждой точке сканирования присваивается определенная форма (например, квадрат или шестиугольник). Таким образом, реальная структура „реконструируется“ с помощью этих геометрических фигур. Если шаг сканирования мал по отношению к размеру кристаллитов, это практически незаметно; однако, если их величины сопоставимы, представления о форме кристаллитов очень искажаются.

б) Вполне возможно, что получаемый спектр разориентировок будет в определенной мере зависеть от выбранной сетки сканирования (числа соседей у каждой точки) — например, квадратная или гексагональная. Если имеется возможность выбора, с точки зрения получения максимальной информации целесообразно использовать такую сетку сканирования, которая обеспечивает максимальное число соседей каждой точки.

EBSD-сканирование является пока не совсем обычным способом исследования структуры. Его специфика и связанные с ней недостатки обуславливают необходимость проведения экспериментальной проверки на реальной поликристаллической структуре. В следующем разделе представлен сравнительный анализ спектров разориентировок сплава H20X80, выполненный с помощью ПЭМ и EBSD. Кроме особо оговоренных случаев, приведены данные о разориентировках, отнесенных к суммарной протяженности границ.

3.2. Экспериментальное исследование спектра разориентировок модельного материала с помощью EBSD-сканирования и ПЭМ. Микроструктура сплава H20X80, наблюдаемая в просвечивающий электронный микроскоп, а также карта ее EBSD-сканирования представлены на рис. 3. Видно, что изображения структур, полученных посредством использования этих двух методов, очень похожи. В обоих случаях микроструктура представлена наличием приблизительно равноосных зерен (металлографическая текстура отсутствует) с четкими, относительно прямыми границами. Также следует отметить, что характерной особенностью микроструктуры является наличие значительного числа кристаллитов приблизительно прямоугольной формы, находящихся внутри более крупных равноосных зерен — двойников отжига. Как видно из табл. 3, спектр разориентировок в обоих состояниях характеризуется безусловным доминированием высоко-

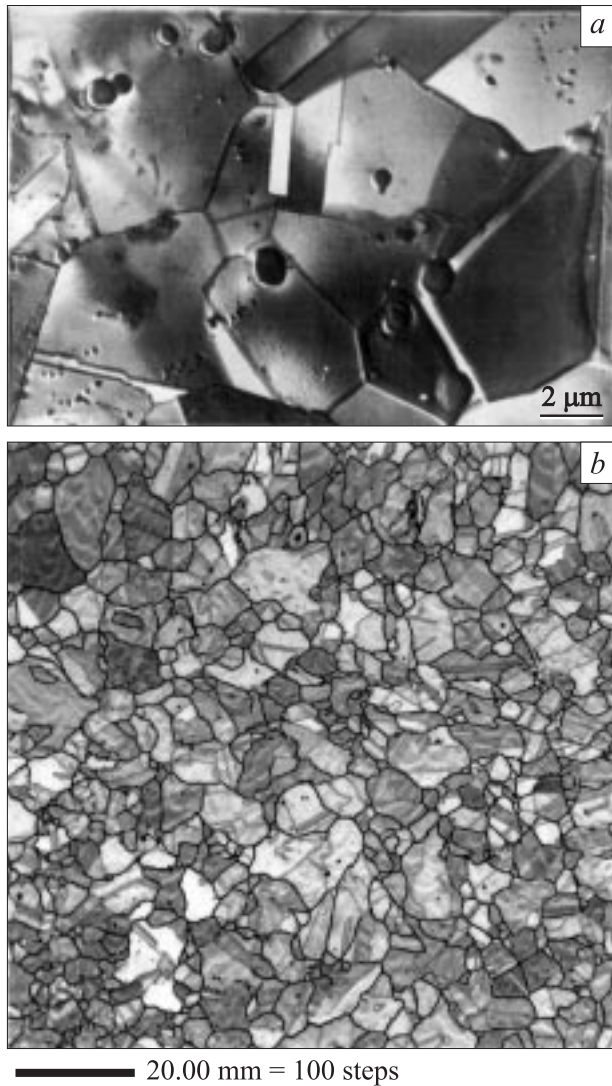


Рис. 3. Микроструктура сплава H20X80: *a* — ПЭМ, *b* — EBSD-карта.

угловых границ, чье содержание превышает 95%. Следует отметить, что общая протяженность малоугловых границ, выявленная с помощью ПЭМ, несколько ниже, чем посредством EBSD (соответственно порядка 1 и 5%).

Из рис. 4 следует, что распределения границ по углам разориентировки, измеренные посредством двух различных методов, очень похожи в качественном отношении. Все четыре гистограммы характеризуются наличием острого пика в районе угла разориентировки около 60° ; также угадывается более слабый максимум около 40° , который более четко выявлялся методом ПЭМ. Наряду с этим необходимо отметить небольшие количественные различия — пик в районе 60° был более ярко выражен в спектре, полученном посредством EBSD, а в районе 40° — посредством ПЭМ.

Содержание и номенклатура специальных и близких к ним границ, выявленных в обоих структурных состояниях, приведены в табл. 4. Видно, что результа-

ты, полученные обоими экспериментальными методами, очень близки как качественно, так и количественно. Действительно, общее содержание специальных границ практически совпадает; во всех случаях доминирует разориентировка $\Sigma 3$; отмечено повышенное содержание $\Sigma 9$ и $\Sigma 27$. Вместе с тем можно указать на наличие небольших количественных расхождений — содержание $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ и $\Sigma 27$, выявляемых ПЭМ несколько выше; концентрация остальных, наоборот, ниже (большинство из них не выявляются вообще).

Таким образом, результаты исследования спектров разориентировок посредством ПЭМ и EBSD являются качественно подобными. Об этом свидетельствуют: безусловное преобладание высокоугловых границ, общий вид распределений по углам разориентировки, а также повышенное содержание специальных границ вообще и $\Sigma 3$ в частности, выявленные обоими методами. Кроме того, количественные характеристики спектров, получаемых обоими методами, также довольно близки. Небольшие расхождения (соотношение между мало- и высокоугловыми границами, а также концентрация специальных границ), вероятно, связаны с гораздо большей статистической выборкой при EBSD-методе или с принципом,

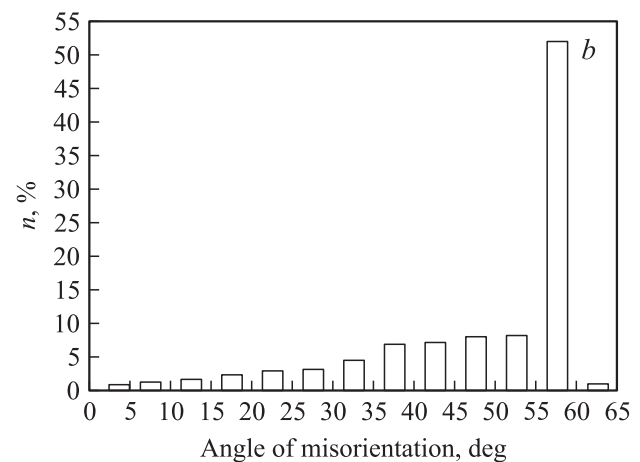
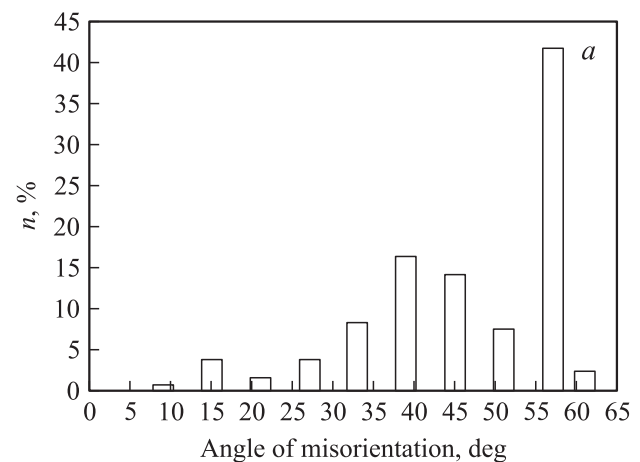


Рис. 4. Распределение границ по углам разориентировки в нихроне: *a* — ПЭМ, *b* — EBSD. В случае ПЭМ распределение приведено по числу границ, а в случае EBSD — по их длине.

Таблица 3. Соотношение между мало- и высокоугловыми границами в никроме, измеренные посредством ПЭМ и EBSD

Тип границ	ПЭМ	EBSD
Малоугловые (угол разориентировки до 15° включительно)	0.50	3.55
Высокоугловые (угол разориентировки свыше 15°)	99.5	96.45
Суммарная протяженность границ, μm	240	23813.8

Таблица 4. Процентное содержание специальных границ в двух структурных состояниях никрома, измеренное с помощью ПЭМ и EBSD

Обозначение специальной границы	ПЭМ	EBSD
$\Sigma 3$	50.7	49.55
$\Sigma 5$	0.30	0.36
$\Sigma 7$	0.00	0.39
$\Sigma 9$	4.9	2.85
$\Sigma 11$	0.00	1.00
$\Sigma 13$	0.00	0.75
$\Sigma 15$	0.00	0.21
$\Sigma 17$	0.00	0.32
$\Sigma 19$	0.00	0.46
$\Sigma 21$	0.00	0.35
$\Sigma 23$	0.00	0.11
$\Sigma 25$	0.00	0.29
$\Sigma 27$	3.2	1.38
$\Sigma 29$	0.00	0.56
Общее содержание границ	59.6	62.56

Жирным шрифтом выделены границы, чье содержание превышает 1%.

используемым при построении распределения по углам разориентировки²: по количеству границ (ПЭМ) или их суммарной протяженности (EBSD). Однако эти различия вряд ли можно считать принципиальными, в связи с чем, можно сделать вывод, что оба метода исследования микроструктуры показали воспроизводимые результаты. Это, с одной стороны, позволяет надеяться, что результат эксперимента отражает истинное положение вещей, а с другой — дает возможность сделать вывод, что EBSD-анализ вполне может быть использован при изучении реальной микроструктуры поликристаллов.

Таким образом, проведен сравнительный анализ достоинств и недостатков метода EBSD-сканирования по сравнению с ПЭМ при исследовании пространственного распределения ориентировок. Выявлены преимущества EBSD-анализа: возможность исследования массивных

² При исследовании морфологически анизотропных структур (например, волокнистых) результаты, получаемые посредством использования этих двух принципов, вероятно, будут различаться гораздо сильнее.

образцов, меньшая трудоемкость при их подготовке, а также широкая их номенклатура; большая простота и доступность метода для пользователей; большая объективность при анализе электронограмм; высокая производительность, возможность длительной работы без перерыва; как правило, значительно большая статистическая выборка результатов, возможность исследования распределения разориентировок по длине границ; возможность получения большого массива разнообразной информации в результате всего одного сканирования; меньшая трудоемкость при разделении фаз в ходе исследования многофазных материалов. Указаны недостатки EBSD-анализа: меньшая точность определения ориентировки, меньшее пространственное разрешение, дискретность определения ориентировок, значительное ухудшение качества сканирования с увеличением микродеформации решетки, условность компьютерного отображения реальной структуры. Осуществлено сравнительное исследование спектра разориентировок модельного сплава H20X80 методами ПЭМ и EBSD. Выявленная воспроизводимость результатов, получаемых посредством использования обоих методик, позволяет считать EBSD-анализ вполне пригодным для исследования реальной поликристаллической структуры материалов.

Список литературы

- [1] С.А. Салтыков. Стереометрическая металлография. Металлургия, М. (1976). 271 с.
- [2] С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. МИСИС, М. (1994). 328 с.
- [3] В.В. Рыбин. Большие пластические деформации и разрушение металлов. Металлургия, М. (1986). 224 с.
- [4] В.Ю. Герцман, В.Н. Даниленко, Р.З. Валиев. ФММ **68**, 2, 348 (1989).
- [5] V.L. Adams, S.I. Wright, K. Kunze. Met. Trans. **24A**, 819 (1993).
- [6] N.C.K. Lassen, K. Conradsen, D. Juul-Jensen. Scanning Microscopy **6**, 115 (1992).
- [7] A. Gholinia, P.B. Prangnell, M.V. Markushev. Acta Mat. **48**, 1115 (2000).
- [8] М.А. Штремель. Прочность сплавов. Часть I. Дефекты решетки. МИСИС, М. (1999). С. 326.
- [9] И.И. Крюков, Е.В. Нестерова, В.В. Рыбин, А.И. Рыбников. ФММ **52**, 4, 880 (1981).
- [10] A. Vorhauer, T. Hebesberger, R. Pippan. Acta Mat. **51**, 677 (2003).