



国防科技图书出版基金

EBSD Technique for Aeronautical Materials

航空材料EBSD技术

陈忠伟 杨延清 著



国防工业出版社
National Defense Industry Press



国防科技图书出版基金



航空材料EBSD技术

EBSD Technique for Aeronautical Materials

陈忠伟 杨延清 著

国防工业出版社

·北京·

图书在版编目(CIP)数据

航空材料 EBSD 技术 / 陈忠伟, 杨延清著. —北京:
国防工业出版社, 2017. 1
ISBN 978 - 7 - 118 - 10975 - 7

I. ①航… II. ①陈… ②杨… III. ①航空材料
IV. ①V25

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 260925 号

※

国防工业出版社出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路 23 号 邮政编码 100048)

三河市腾飞印务有限公司印刷

新华书店经售

*

开本 710 × 1000 1/16 印张 12 1/4 字数 220 千字

2017 年 1 月第 1 版第 1 次印刷 印数 1—2000 册 定价 98.00 元

(本书如有印装错误, 我社负责调换)

国防书店: (010) 88540777

发行邮购: (010) 88540776

发行传真: (010) 88540755

发行业务: (010) 88540717

致 读 者

本书由国防科技图书出版基金资助出版。

国防科技图书出版工作是国防科技事业的一个重要方面。优秀的国防科技图书既是国防科技成果的一部分,又是国防科技水平的重要标志。为了促进国防科技和武器装备建设事业的发展,加强社会主义物质文明和精神文明建设,培养优秀科技人才,确保国防科技优秀图书的出版,原国防科工委于1988年初决定每年拨出专款,设立国防科技图书出版基金,成立评审委员会,扶持、审定出版国防科技优秀图书。

国防科技图书出版基金资助的对象是:

1. 在国防科学技术领域中,学术水平高,内容有创见,在学科上居领先地位的基础科学理论图书;在工程技术理论方面有突破的应用科学专著。
2. 学术思想新颖,内容具体、实用,对国防科技和武器装备发展具有较大推动作用的专著;密切结合国防现代化和武器装备现代化需要的高新技术内容的专著。
3. 有重要发展前景和有重大开拓使用价值,密切结合国防现代化和武器装备现代化需要的新工艺、新材料内容的专著。
4. 填补目前我国科技领域空白并具有军事应用前景的薄弱学科和边缘学科的科技图书。

国防科技图书出版基金评审委员会在总装备部的领导下开展工作,负责掌握出版基金的使用方向,评审受理的图书选题,决定资助的图书选题和资助金额,以及决定中断或取消资助等。经评审给予资助的图书,由总装备部国防工业出版社列选出版。

国防科技事业已经取得了举世瞩目的成就。国防科技图书承担着记载和弘扬这些成就,积累和传播科技知识的使命。在改革开放的新形势下,原国防科工委率先设立出版基金,扶持出版科技图书,这是一项具有深远意义的创举。此举势必促使国防科技图书的出版随着国防科技事业的发展更加兴旺。

设立出版基金是一件新生事物,是对出版工作的一项改革。因而,评审工作需要不断地摸索、认真地总结和及时地改进,这样,才能使有限的基金发挥出巨大的效能。评审工作更需要国防科技和武器装备建设战线广大科技工作者、专家、教授,以及社会各界朋友的热情支持。

让我们携起手来,为祖国昌盛、科技腾飞、出版繁荣而共同奋斗!

国防科技图书出版基金
评审委员会

国防科技图书出版基金 第七届评审委员会组成人员

主任委员	潘银喜			
副主任委员	吴有生	傅兴男	赵伯桥	
秘书长	赵伯桥			
副秘书长	邢海鹰	谢晓阳		
委员	才鸿年	马伟明	王小谟	王群书
(按姓氏笔画排序)	甘茂治	甘晓华	卢秉恒	巩水利
	刘泽金	孙秀冬	芮筱亭	李言荣
	李德仁	李德毅	杨伟	肖志力
	吴宏鑫	张文栋	张信威	陆军
	陈良惠	房建成	赵万生	赵凤起
	郭云飞	唐志共	陶西平	韩祖南
	傅惠民	魏炳波		

前 言

电子背散射衍射(Electron Backscatter Diffraction, EBSD) 技术是装配在扫描电镜中进行晶体结构取向及相关信息的研究分析方法。它对研究材料的微观结构及其性能控制具有极其重要的作用。

尽管 EBSD 技术的商业化已有 20 年,但目前还算是比较新的物理分析手段,与其他电子显微分析方法相比,我们对它的理解与应用相对较少。然而,晶体材料制备及使用过程时常伴随着微观取向效应,研究其微观过程中取向的演变规律是合理制备及使用材料的关键。EBSD 技术在分析研究这些过程中起到重要的作用。晶体材料的微观组织形貌、结构与取向分布、成分分布是表征和决定材料各类性能的关键,缺少一类信息就有可能使我们难以解决某一材料问题。基于 EBSD 技术的取向成像分析使我们获得更加丰富的材料内部微观结构信息,能揭示出很多直接观察难以得到的特征,它对我们全面认识材料制备和加工过程的机理和本质至关重要。

近年来国内外关于 EBSD 基本理论的书籍虽有一些,但较多地集中在数学处理上,特别是以往的有关织构书籍中多以 X 射线测出的宏观织构的计算为主,与微观组织对应不上,使人觉得比较抽象、难懂。有关 EBSD 技术应用方面与综述性的文献却很少涉及相关的基本理论。材料研究分析方法的相关教材中也很少详细地介绍 EBSD 技术。所以,本书主要是针对我国科研人员使用 EBSD 技术时可能遇到的相关基础问题与分析研究方法而撰写的。

本书共分 8 章。第 1 章阐述了取向分析技术,简介了 EBSD 技术及其特点,给出了 EBSD 技术的发展过程与最新进展。第 2 章介绍了与 EBSD 技术相关的晶体学基本知识。第 3 章介绍了 EBSD 基础与数据采集过程。第 4 章总结了 EBSD 样品制备中的问题及其解决经验。第 5~8 章分别总结了 EBSD 技术在航空航天材料加工、焊接、凝固及航空复合材料研究中的应用成果。

本书内容侧重于基础性、实用性和技术可操作性三者的结合,除较系统论述了 EBSD 技术的基本理论和具体应用方法外,重点反映了作者及其所在“陕西省材料分析研究中心”EBSD 技术方面的多年航空材料研究成果。“陕西省材料分析研究中心”主要围绕材料微观组织结构方面来揭示材料研究中的科学问题,目前拥有两台(套)安装有 EBSD 的场发射扫描电镜,并有场发射透射电镜与 X 射线衍射仪

等大型仪器设备。

本书可供从事航空航天材料、地质、矿物研究等方面的科研、教学和工程技术人员及电镜工作者阅读,也可作为研究生和高年级本科大学生的教学参考书。

本书的第1~7章由陈忠伟(西北工业大学)撰写,第8章由杨延清(西北工业大学)撰写,全书由杨延清统稿。

因作者水平有限,时间仓促,书中会存在不少概念上的问题及其他不妥之处,敬请各位读者批评指正。需要说明的一点是,因作者没有条件充分地使用各个EBSD商家的产品,也没有大量时间区分各商家产品的特点,仅是因为作者主要使用的是HKL的EBSD产品,所以较多地介绍了用该设备获取的数据信息和结果。

本书在撰写过程中得到多方面的帮助。感谢作者所在单位同事们的大力支持,也感谢作者课题组的研究生,他们完成了EBSD实验及相关的计算工作,以及大量的文献检索和图形文字处理工作。感谢牛津仪器公司的焦汇胜先生、陆先慧先生、康伟先生与标乐公司提供的多方面支持与交流。最后感谢国防科技图书出版基金、国家自然科学基金、航天科技创新基金、航天支撑技术基金、航空科学基金、西北工业大学专著出版基金、凝固技术国家重点实验室自主研究基金及西北工业大学基础研究基金等的资助。

作者

2016年8月1日

目 录

第1章 概论	1
1.1 取向分析技术	1
1.1.1 侵蚀法	1
1.1.2 X射线衍射技术	2
1.1.3 中子衍射织构分析技术	4
1.1.4 SEM下的单个取向分析技术	5
1.1.5 TEM下的取向测定技术	6
1.2 EBSD技术简介	7
1.3 EBSD技术的发展	9
1.3.1 EBSD技术的发展阶段	9
1.3.2 EBSD技术在我国的应用现状	11
1.4 EBSD技术最新进展	11
1.4.1 3D EBSD分析技术	12
1.4.2 EBSD原位分析技术	12
1.4.3 旋进电子衍射技术	13
参考文献	14
第2章 晶体学基础	17
2.1 晶体结构	17
2.1.1 晶体	17
2.1.2 晶体结构	17
2.2 晶面、晶向和晶带轴	21
2.2.1 立方晶系的表示方法	21
2.2.2 六方晶系的表示方法	22

2.3	点群和空间群	23
2.3.1	对称元素	23
2.3.2	点群和空间群	23
2.3.3	晶体学数据	26
2.4	织构与极图	27
2.4.1	织构定义	27
2.4.2	织构类型	27
2.4.3	织构的表示方法	28
2.5	晶界晶体学	35
2.5.1	晶界	35
2.5.2	特殊晶界	35
	参考文献	36

第3章 EBSD 基础及数据采集

3.1	EBSD 的产生及取向关系的表征	38
3.1.1	EBSD 花样的形成	38
3.1.2	菊池花样与晶体取向	39
3.1.3	晶体取向的表征	41
3.2	EBSD 花样的采集与标定	43
3.2.1	EBSD 系统的硬件组成	43
3.2.2	EBSD 花样的标定原理	47
3.2.3	EBSD 数据采集的一般原则	51
3.3	HKL Channel 5 EBSD 软件介绍	58

第4章 EBSD 样品制备

4.1	机械抛光	60
4.2	化学腐蚀	64
4.3	电解抛光	65
4.4	离子束技术	66
4.5	镀膜	68
4.6	样品的保存	69

第5章 EBSD 在铝合金及不锈钢加工中的应用 70

- 5.1 TRC A8006 铝合金板材的微观织构演变 70
 - 5.1.1 实验方法 70
 - 5.1.2 晶粒度和晶界分析 71
 - 5.1.3 微观织构分析 74
 - 5.1.4 微观织构组分计算 77
- 5.2 2A97 铝锂合金的晶体学织构 79
 - 5.2.1 合金的各向异性 80
 - 5.2.2 合金的织构类型分析 81
- 5.3 准原位拉伸 1420Al - Li 合金的织构变化 87
 - 5.3.1 EBSD 实验结果 87
 - 5.3.2 EBSD 结果分析 88
- 5.4 304 不锈钢点腐蚀的 EBSD 分析 91
 - 5.4.1 实验方法 92
 - 5.4.2 应变与内部晶粒取向差的关系 92
 - 5.4.3 弯曲板点腐蚀的 EBSD 分析 93
- 参考文献 96

第6章 EBSD 在铝合金搅拌摩擦焊接及其加工中的应用 99

- 6.1 引言 99
- 6.2 2A97 铝锂合金搅拌摩擦焊接头的微观组织 99
 - 6.2.1 搅拌摩擦焊头微观组织的变化 100
 - 6.2.2 搅拌摩擦焊头微观织构的变化 102
- 6.3 铸造 AlSi 合金搅拌摩擦加工的微观组织 104
 - 6.3.1 搅拌摩擦加工微观组织的变化 104
 - 6.3.2 搅拌摩擦加工微观织构分析 107
 - 6.3.3 搅拌摩擦加工区微观硬度分布 109
- 6.4 7075 高强铝合金搅拌摩擦加工的微观组织 110
 - 6.4.1 搅拌摩擦加工对晶粒形态的影响 111
 - 6.4.2 搅拌摩擦焊接加工对微观织构的影响 113
 - 6.4.3 搅拌摩擦加工区的硬度分布 114

↕ 参考文献	115
--------------	-----

第7章 EBSD 在铝合金凝固过程中的应用	117
------------------------------------	------------

↕ 7.1 引言	117
↕ 7.2 A356 铸造铝合金的共晶变质	118
7.2.1 共晶变质组织的 EBSD 表征	118
7.2.2 共晶变质组织的微观织构	122
↕ 7.3 铝合金真空吸铸过程研究	125
7.3.1 晶粒度和晶界分析	125
7.3.2 微观织构分析	127
↕ 7.4 定向凝固铝锌合金的枝晶生长	129
7.4.1 定向凝固组织的枝晶生长方向	129
7.4.2 定向凝固组织中的海藻状组织	132
7.4.3 定向凝固组织中的孪生枝晶表征	134
↕ 参考文献	140

第8章 EBSD 在钛合金及钛基复合材料加工中的应用	142
---	------------

↕ 8.1 引言	142
↕ 8.2 热压缩变形 Ti-6Al-4V 合金的微观组织及织构	143
8.2.1 热压缩变形的材料和试验条件	143
8.2.2 Ti-6Al-4V 热压缩变形组织的 EBSD 分析	144
8.2.3 Ti-6Al-4V 合金中温变形的绝热剪切带	150
↕ 8.3 SiC _r /Ti 基复合材料的微观组织及织构	158
8.3.1 SiC _r /Ti 基复合材料及其 EBSD 试样的制备	158
8.3.2 制备工艺对 SiC _r /Ti 复合材料基体织构的影响	160
8.3.3 热暴露对 SiC _r /Ti 基复合材料基体织构的影响	164
↕ 8.4 SiC 纤维的微观组织与织构分析	168
↕ 参考文献	174

Contents

Chapter 1 Introduction 1

✦ 1.1	Crystal orientation determination techniques 1
1.1.1	Etching method 1
1.1.2	X – ray diffraction 2
1.1.3	Neutron diffraction 4
1.1.4	Single crystal orientation for SEM determination 5
1.1.5	Crystal orientation for TEM determination 6
✦ 1.2	Introduction of EBSD technique 7
✦ 1.3	Development of EBSD technique 9
1.3.1	Developmental stage of EBSD technique 9
1.3.2	Application status of EBSD technique in china 11
✦ 1.4	Latest progress of EBSD technique 11
1.4.1	3D EBSD analysis technique 12
1.4.2	In – situ EBSD analysis technique 12
1.4.3	Precession electron diffraction technique 13
✦	References 14

Chapter 2 Fundamentals of Crystallography 17

✦ 2.1	Crystal structure 17
2.1.1	Crystal 17
2.1.2	Crystal structure 17
✦ 2.2	Lattice plane, crystal orientation and zone axis 21
2.2.1	Representation of cubic system 21
2.2.2	Representation of hexagonal system 22

↙ 2.3	Point group and space groups	23
2.3.1	Symmetry element	23
2.3.2	Point group and space groups	23
2.3.3	Crystallographic data	26
↙ 2.4	Texture and Pole Figure	27
2.4.1	Definition of texture	27
2.4.2	Type of texture	27
2.4.3	Representation method of texture	28
↙ 2.5	Grain boundary crystallography	35
2.5.1	Grain boundary	35
2.5.2	Special grain boundary	35
↙	References	36

Chapter 3 Fundamental of EBSD and Data Acquisition

↙ 3.1	Generating of EBSD and representation of crystallography	
Orientation relationship		38
3.1.1	Generating of EBSD patterns	38
3.1.2	Kikuchi patterns and crystal orientation	39
3.1.3	Representation of crystal orientation	41
↙ 3.2	Acquisition and demarcation of EBSD pattern	43
3.2.1	Hardware structure of EBSD system	43
3.2.2	Demarcation principle of EBSD patterns	47
3.2.3	General principle of EBSD data acquisition	51
↙ 3.3	Introduction of HKL channel 5	58

Chapter 4 Sample Preparation of EBSD Experiments

↙ 4.1	Mechanical polishing	60
↙ 4.2	Chemical etching	64
↙ 4.3	Electrochemical polishing	65
↙ 4.4	Ion beam technique	66
↙ 4.5	Coating	68

↕ 4.6 Preserving for EBSD samples	69
---	----

**Chapter 5 Application of EBSD Technique on Processing of
Al Alloys and Stainless Steel** 70

↕ 5.1 Microtexture evolution of TRC A8006 Al alloy	70
5.1.1 Experiment	70
5.1.2 Grain size and grain boundary analysis	71
5.1.3 Microtexture analysis	74
5.1.4 Component analysis of microtexture	77
↕ 5.2 Crystal texture of 2A97 Al – Li alloy	79
5.2.1 Alloy anisotropy	80
5.2.2 Analysis of texture type	81
↕ 5.3 Texture evolution of 1420 Al – Li Alloy in quasi – in – situ tensile	87
5.3.1 Results of EBSD experiment	87
5.3.2 Analysis of EBSD results	88
↕ 5.4 EBSD analysis of pitting corrosion sample of 304 stainless steel ...	91
5.4.1 Experiment method	92
5.4.2 Relationship of strain and grain misorientation	92
5.4.3 EBSD analysis of pitting corrosion sample of curved plates	93
↕ References	96

**Chapter 6 Application of EBSD Technique on Friction Stir Welding
(FSW) Process** 99

↕ 6.1 Introduction	99
↕ 6.2 Microstructure of FSW joint of 2A97 Al – Li alloy	99
6.2.1 Microstructure evolution of FSW joint	100
6.2.2 Microtexture evolution of FSW joint	102
↕ 6.3 FSW Microstructure of casting Al – Si alloy	104
6.3.1 Microstructure evolution of FSW zone	104

6.3.2	Microtexture analysis of FSW zone	107
6.3.3	Microhardness distribution of FSW zone	109
♣ 6.4	FSW Microstructure of 7075 high strength Al alloy	110
6.4.1	Effect of FSW process on grain morphology	111
6.4.2	Effect of FSW process on microtexture	113
6.4.3	Microhardness distribution of FSW zone	114
♣	References	115

Chapter 7 Application of EBSD Technique on Solidification of Al Alloys 117

♣ 7.1	Introduction	117
♣ 7.2	Eutectic modification of A356 casting Al alloy	118
7.2.1	Characterization of eutectic modification microstructure using EBSD	118
7.2.2	Microtexture of eutectic modification microstructure	122
♣ 7.3	Research on suction casting of Al alloy	125
7.3.1	Grain size and grain boundary analysis	125
7.3.2	Microtexture analysis	127
♣ 7.4	Dendrites growth of Al – Zn directional solidification	129
7.4.1	Dendrites growth direction of directional solidification	129
7.4.2	Seaweed microstructure in directional solidification	132
7.4.3	Characterization of twined dendrites in directional solidification	134
♣	References	140

Chapter 8 Application of EBSD Technique on Ti Alloy and Ti – matrix Composite Process 142

♣ 8.1	Introduction	142
♣ 8.2	Microstructure and micro – texture of Ti – 6Al – 4V alloy under hot compression deformation	143
8.2.1	Materials and test parameter of hot compression deformation	

experiment	143
8.2.2 EBSD analysis of Ti - 6Al - 4V hot compression deformation microstructure	144
8.2.3 Adiabatic shear band on Ti - 6Al - 4V moderate - temperature deformation	150
♣ 8.3 Microstructure and microtexture of SiC _f /Ti matrix composite	158
8.3.1 Preparation of SiC _f /Ti matrix composite and its EBSD samples	158
8.3.2 Effect of preparation technology on microtexture of SiC _f /Ti matrix composite	160
8.3.3 Effect of thermal exposure on microtexture of SiC _f /Ti matrix composite	164
♣ 8.4 Microstructure and microtexture analysis of SiC fiber	168
♣ References	174