第 33 卷第 3 期　　河 北 科 技 大 学 学 报　　Vol. 33, No. 3
2012 年 6 月　　Journal of Hebei University of Science and Technology　　June 2012

文章编号:1008-1542(2012)03-0220-04

Zeron100 双相不锈钢材料组织结构的 EBSD 分析

王海波

(华东交通大学理工学院,江西南昌　330100)

摘　要:利用电子背散射衍射(EBSD)技术对 Zeron100 双相不锈钢的微观结构进行了研究。在利用 EBSD 对 Zeron100 双相不锈钢热处理进行快速相鉴别和相分布的分析中发现,随着热暴露时间的延长(热暴露温度为 850 ℃),材料的铁素体相含量减少而脆性金属间化合物增多,从而使材料的脆性提高而抗蚀性能降低。在利用 EBSD 对 Zeron100 双相不锈钢的奥氏体和铁素体的取向关系的分析表明两相符合 Kurdjumov-Sachs(K-S)取向关系。偏离理想取向关系的角度分布在 0° ~ 4°,大多数集中在 1° ~ 2°,这个分析结果与理论计算的结果符合较好。

关键词:钢铁;EBSD;织构;相分析;取向关系

中图分类号:TG142.71　　**文献标志码**:A

EBSD analysis of the structure of Zeron100 duplex stainless steel material

WANG Hai-bo

(Institute of Technology, East China Jiaotong University, Nanchang Jiangxi 330100, China)

Abstract: This paper studies the microstructure of Zeron100 duplex stainless steel by using electronic backscatter diffraction (EBSD) technology. When using EBSD to rapidly identify Zeron100 duplex stainless steel and analyze the phase distribution in heat treatment, it is found that as the hot-exposed time goes on (the heating temperature is 850 ℃), the ferrite materials in content decreases and brittleness intermetallic increases, thus improving the brittleness material and reducing corrosion resistance. Moreover, EBSD is used to analyze the orientation relationship between austenite and ferrite of Zeron100 duplex steel. It shows that the two phases accord with Kurdjumov-Sachs (K-S) orientation. Deviation distributes from 0 ~ 4 degrees, with the most concentrates in 1 ~ 2 degrees. The analysis result and the theoretical calculation results are in good conformity.

Key words: steel; EBSD; texture; phase analysis; orientation relationship

电子背散射衍射(EBSD)技术是近 10 年来发展最快的基于扫描电镜的材料表征技术。尤其是近几年来随着 CCD 和计算机技术的发展,高达 400 Hz 的快速 EBSD 系统可以在较短的时间内完成较大面积的分析,使快速微观结构分析成为可能。现在 EBSD 已经广泛应用在材料科学的各项研究领域。

由于 EBSD 技术可以确定分析区域的晶体结构,因此可以利用 EBSD 技术进行快速相鉴别。如果与 X 射线能谱分析相结合,就可以对样品中的未知相进行相鉴别。同时 EBSD 技术能够确定分析区域的晶体取向,这样与晶体取向相关的所有微观结构的信息都可以间接计算得到,如晶粒尺寸分布、晶界角度分布、晶粒内

收稿日期:2011-11-08;责任编辑:王海云

作者简介:王海波(1980-),男,山西运城人,讲师,硕士,主要从事工程材料方面的研究。

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

应变分布、微观织构分析以及不同相之间的取向关系分析等。现在 EBSD 技术与聚焦离子束(FIB) 技术相结合可以对样品进行三维微观结构表征。如果在扫描电镜中使用原位拉伸样品台或原位加热样品台，利用 EBSD 技术就可以对材料在变形或相变过程中的晶粒的长大、晶界迁移及织构的变化等进行原位分析。这些技术对于深入理解材料的微观结构与力学性能的关系有很大帮助。

钢铁材料是目前应用最广泛的结构材料，因此深入研究钢铁材料的微观结构与性能的关系具有非常重要的意义[1]。笔者利用 EBSD 技术对 Zeron100 双相不锈钢材料进行了研究，包括对 Zeron100 双相不锈钢在热暴露过程中的脆性相含量的变化以及 Zeron100 双相不锈钢构件的取向分析。这些研究只是 EBSD 技术应用的一部分，从中可以看到 EBSD 技术在分析微观结构与材料的性能之间的技术优势。

1　实验材料及方法

本文中所分析的 Zeron100 双相不锈钢材料为商用材料，合金元素中 Cr，Ni，Mo，N 的质量分数分别为 25%，7%，3.5%，0.2%。EBSD 技术分析需要样品表面非常平整。不同的材料需要采用不同的样品制备方法，对于金属材料常用的方法有机械抛光、电解抛光、化学抛光及离子束抛光等。如果条件选择得当，电解抛光的效果将最佳，表面光洁且无变形及损伤。但是电解抛光的最佳参数条件较难获得，很多都是凭经验得到的。本文中所有的样品都是采用机械抛光方法制备的。样品先经过砂纸磨平后，然后在抛光机上分别用 6，3，1 μm 的金刚石抛光液逐级抛光，并且采用硅溶胶进行最终抛光。

EBSD 技术测试在 JEOL-JSM-6480 型扫描电镜配以英国 OXFORD 公司研发的 INCACRYSTAL 背散射电子衍射仪上进行。在进行正式的 EBSD 实验前需进行系统的标定工作。应用标准试样如单晶硅对扫描电镜和 EBSD 系统的电子光学系统进行几何校准，需进行的主要工作包括：确定 SEM 的工作距离，即扫描电镜的极靴到电子束聚焦点的距离以及电子束聚焦点到荧光屏的距离，采用过焦或欠焦的方法对背底扣除，提高 EBSD 识别和标定的准确度。实验参数一般设定如下：加速电压为 25 kV，工作距离为 10 ～ 20 mm，光斑 spot 为 5.6。

2　实验分析

2.1　Zeron100 双相不锈钢的相分析

包含铁素体和奥氏体的双相不锈钢有着优异的抗腐蚀性能和机械性能，广泛应用在远洋采油平台和石油加工等行业[2]。但是，双相不锈钢经过高温过程或在焊接部位往往会出现晶间腐蚀的特征。同时双相不锈钢经过高温过程后脆性提高，这种脆性随着 Cr 和 Mo 含量的增加而提高。由于 Cr 和 Mo 在 650 ～ 1 000 ℃ 形成 Sigma 相和 Chi 相金属间化合物，这 2 种化合物会严重影响材料的抗蚀性和抗冲击性[3-4]。图 1 表示的是 Zeron100 双相不锈钢在 850 ℃ 热处理过程中维氏硬度随时间的变化，可以看出材料的硬度随热处理时间的延长而增加。硬度的增加是由于材料中脆性金属间化合物含量增加的结果。

金属间化合物往往在铁素体与奥氏体的界面处形核并长大。铁素体富含 Cr，能够加速金属间化合物的长大。Mo 元素的存在则进一步加快了金属间化合物的形核和长大。因此，确定 Sigma 相和 Chi 相的分布及含量对双相不锈钢是至关重要的。图 2 给出了 Zeron100 双相不锈钢热处理 1 h 后的 EBSD 的相分析结果。图 3 示出了 Sigma 相和 Chi 相的 EBSD 花样，图 4 示出了各相含量在 850 ℃ 热处理过程中 EBSD 的分析结果。

对图 2 作进一步的研究，EBSD 的相分布和 Mo 的面分布如图 2 中插入的放大部分所示。从图中可以看出 Sigma 相和 Chi 相分布在奥氏体和铁素体的界面，Mo 元素在两相中都有富集。从图 4 可以看出随着时间的延长，铁素体含量显著减少，而 Sigma 相的含量则有显著增加。

由于 Zeron100 双相不锈钢中各相的晶体结构的不同，利用 EBSD 可以快速得到材料的微观结构以及各相的面分布和各面含量。分析结果显示，在受热过程中，由于铁素体的减少和金属间化合物含量的增多，导致材料的脆性增加和抗腐蚀性能的降低。因此应当尽量减少材料的热暴露时间来减少脆性相的生成和长大。

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

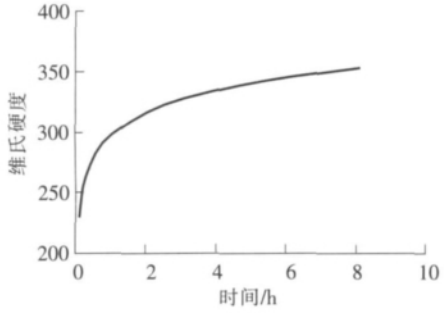


图1 Zeron100双相不锈钢在850 ℃热处理过程中维氏硬度随时间的变化

Fig. 1 Vickers hardness of Zeron100 stainless steel heated at 850 ℃

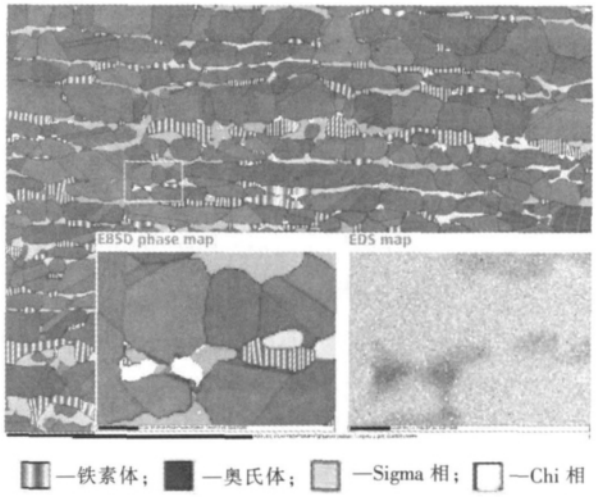


图2 Zeron100双相不锈钢样品在850 ℃保温1 h后的相分布

Fig. 2 Phase distribution of Zeron100 stainless steel after heated at 850 ℃ for 1 hour

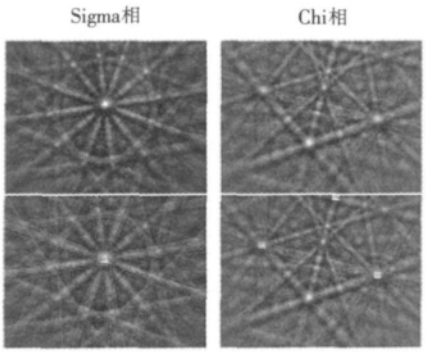


图3 典型的EBSD花样

Fig. 3 Typical EBSD patterns

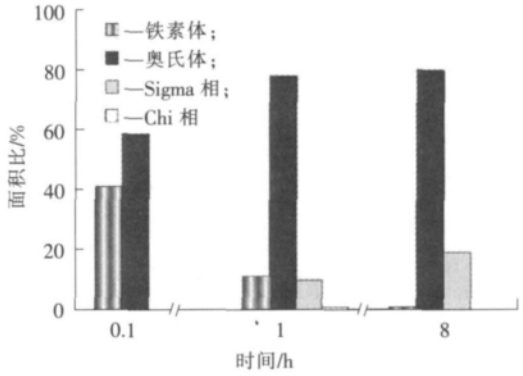


图4 各相含量在850 ℃热处理过程中随时间变化的EBSD分析结果

Fig. 4 Area fraction of phases measured by EBSD in the samples heated at 850 ℃ with time

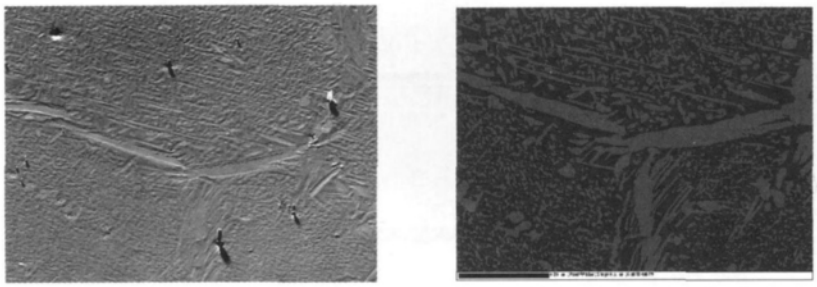
2.2 Zeron100双相不锈钢中取向关系分析

由于体心立方和面心立方晶体材料(如钢铁,铜等)的重要性,人们对体心立方和面心立方晶体的取向关系已经进行了大量研究。研究大多利用透射电镜(TEM)进行观察确定两相的取向关系。由于TEM微区观察的局限性,得到的结果往往不具备较好的统计性。在这里笔者利用EBSD对Zeron100双相不锈钢中铁素体和奥氏体的取向关系进行了研究。图5所示为Zeron100双相不锈钢的扫描电镜图像(见图5a))和相分布(见图5b))。奥氏体析出的相颗粒均匀分散在铁素体晶粒中,针状奥氏体颗粒的空间取向显示一定的择优性,这意味着两相有着确定的取向关系。

图6所示的是从一个铁素体晶粒得到的两相极图分布。图6a)是单个铁素体晶粒的极图,图6b)是在一个铁素体晶粒中大量奥氏体颗粒的极图。图中的颜色代表晶体学取向,可以清楚地看出,在原铁素体晶粒内有多个奥氏体领域。取向关系是指两相各有一个晶面和一个晶向彼此平行,取向关系符合Kurdjumov-Sachs(K-S)取向关系,可表示为$\{111\}_F//\{110\}_A$,$<110>_F//<111>_A$。通过图6可知,Zeron100双相不锈钢中铁素体和奥氏体的取向关系可以确定为K-S取向关系。

图7是两相的取向关系对理想的K-S取向关系的偏离角度分布。偏离角分布在0°～4°,大多数集中在1°～2°,这个分析结果与理论计算的结果符合较好[5]。

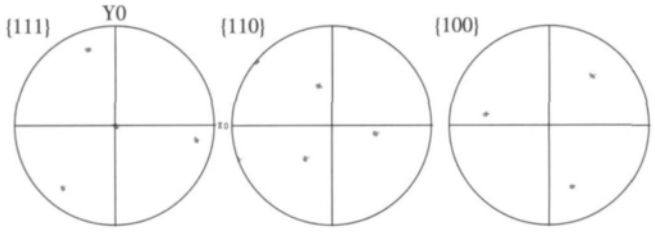
© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net



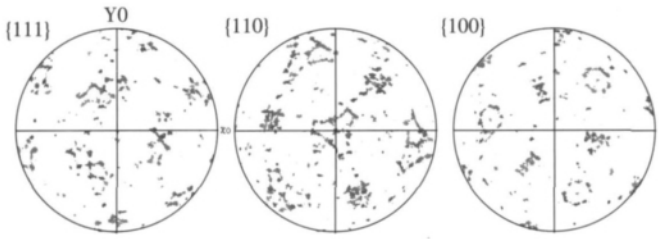
a)　　b)

图 5　Zeron100 双相不锈钢的扫描电镜图像和相分布

Fig. 5　Sem image and phase distribution of Zeron100 duplex stainless steel



a) 单个铁素体晶粒的极图



b) 在一个铁素体晶粒中大量奥氏体颗粒的极图

图 6　铁素体晶粒的两相极图分布

Fig. 6　Pole figures from ferrite grain of two phase

3　结　论

作为晶体取向的微观表征技术，EBSD 技术在材料科学研究中有着广泛的应用前景。EBSD 技术可以实现快速相鉴定从而给出相分布和各相含量，对选择和评价合适的材料热处理过程有较高的指导价值。由于 EBSD 分析了材料表面每一点的取向，因此可以得到样品的应变或应力场分布以及各种织构的组成和分布。EBSD 技术是基于扫描电镜的分析技术，在晶体取向分析上它能够提供比透射电镜更高的具有统计性的实验数据[6]。

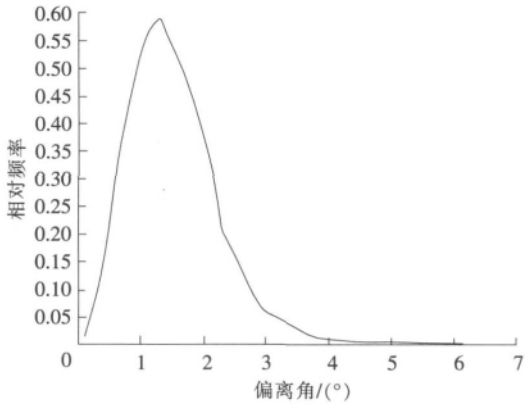


图 7　奥氏体相与铁素体基体取向关系偏离理想 K-S 关系的偏离角分布曲线

Fig. 7　Distribution of the deviation angle of orientation relationship in austenitic and ferritic matrix from K-S orientation relationship

在利用 EBSD 技术对 Zeron100 双相不锈钢热分析中发现：随着热暴露时间的延长，材料的铁素体相含量减少，而脆性金属间化合物增多，从而使材料的脆性提高而抗蚀性能降低。通过利用

（下转第 230 页）

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

$$\frac{v^*}{v_{Z_i}}=\tan\psi, \tag{14}$$

且 ψ 为常数，显然此时的刃口曲线只能满足

$$\mathrm{d}v=g'(u)\tan\psi\,\mathrm{d}u/f(u)。 \tag{15}$$

这样便可很方便地加工出这类特种回转铣刀。

3 砂轮截型计算问题

当根据文献[3](一般文献这方面与文献[3]虽有差异，但遇到的问题却相同)的沟槽设计得到螺旋沟槽，用盘状法求砂轮截型时，往往在前刀面与沟槽的交线处出现无解问题，主要原因是由于一阶导数不连续，在交线处出现分母近似于 0 的情况，为此在这部分计算中，数值计算时切忌把前刀面与弧形沟槽交线上的点作为计算砂轮的分点，而取近旁的点作为计算节点，用连续性便可得到砂轮截型曲线。

其实在研制任何一种特种回转铣刀时，都会遇到不同的难题，也正因为如此，这方面的文献也就特别多，如文献[3]－文献[5]中在实得沟槽仿真及后处理中就都处理过过切等问题，因这些普遍性问题已有解决方案，故本文不再涉及。

4 结 语

针对特种回转铣刀刃口设计、加工中不易实现及磨沟砂轮截型计算难题分别给出了数学上的分析，同时给出了解决方案，还就其他可能遇到的难题给出了相关文献，因而可供从事特种回转铣刀研制工作的同行参考。

参考文献：

[1] WANG Yun-tao, BAO Qing-shan, TANG Yu-yong. A manufacturing model of S-shaped ball-nosed milling cutter and error analysis in realization in industry[J]. Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2002, 20(2): 92-98.

[2] HAN Cheng-shun, DONG Shen, TANG Yu-yong. Geometric models of the ultra-precision grinding for large non-axisymmetric optical aspheric surfaces[J]. Engineering Materials, 2004, 257/258: 57-62.

[3] REN Bing-yin, TANG Yu-yong, CHEN Chao-kuang. The general geometrical models of the design and 2-axis NC machining of a helical end-mill with constant pitch[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2001, 115(3): 265-270.

[4] BAO Qing-shan, WANG Yun-tao, TANG Yu-yong, et al. A study on a virtual manufacturing model of a revolving milling cutter in 2-axis numerical control processing[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2002, 120(1): 68-75.

[5] 唐余勇，汪云涛，鲍青山. 非数控加工球头铣刀的主干数学模型[J]. 工具技术(Tool Engineering), 2002, 36(3): 19-21.

[6] 唐余勇，任秉银. 带角圆的回转铣刀研究中的两个问题及其处理[J]. 哈尔滨工业大学学报(Journal of Harbin Institute of Technology), 2002, 34(2): 191-193.

(上接第 223 页)

EBSD 对 Zeron100 双相不锈钢的奥氏体和铁素体的取向关系的分析表明，两相符合 K-S 取向关系。偏离理想取向关系的角度分布在 0°～4°，大多数集中在 1°～2°，这个分析结果与理论计算的结果符合较好。

参考文献：

[1] 李鹤林，吉玲康，谢丽华. 中国石油钢管的发展现状分析[J]. 河北科技大学学报(Journal of Hebei University of Science and Technology), 2006, 27(1): 1-5.

[2] 李鹤林，吉玲康，谢丽华. 中国石油钢管的发展前景展望[J]. 河北科技大学学报(Journal of Hebei University of Science and Technology), 2006, 27(2): 97-102.

[3] HONEYCOMBE R W K, BHADESHIA H K D H. Steels Microstructure and Properties[M]. Oxford: Butterworth-heinemann, 2003.

[4] GUNN R N. Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications[M]. Cambridge: Woodhead Publishing, 1997.

[5] JIAO H, AINDOW M, POND R C. Precipitate orientation relationships and interfacial structures in duplex stainless steel Zeron-100[J]. Philosophical Magazine, 2003, 83: 1 867-1 887.

[6] 焦汇胜，LIBHI H S, GORAN D，等. 不锈钢部件失效分析中的 EBSD 应用[J]. 电子显微学报(Journal of Chinese Electron Microscopy Society), 2009, 28(1): 29-33.

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net