

# 单晶材料断口结晶学小面的取向测定方法

北京航空材料研究所 王建平

本文论述了用X射线衍射仪和扫描电子显微镜对单晶材料断口结晶学小面的取向进行测定的方法,即图象测量标定法。

## Determination of Crystallographic Facet Orientation on Fracture of Single Crystal Materials

Wang Jianping

(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

This article describes the determination of crystallographic facet orientation on fracture of single crystal materials using X-ray diffractometer and scanning electron microscope. That is the method of photogrammetric technique determination.

### 一、前言

单晶材料的性能有严重的各向异性,故在断裂时,其断裂机制因承载条件的变化和取向的变化而有所不同,因此形成的断口结晶学小面也各不相同。人们通常借助对断口结晶学小面的分析了解材料的断裂机制,所以断口结晶学小面测定技术在材料断裂机制研究中具有重要的作用。近年来,国内对断口的观察及分析工作,多限于断口表面的形貌观察及其定性分析,本文则对断口表面提出一种定量分析的方法。

一般情况下,对断口表面所做的结晶学分析,可以使用传统的背反射劳厄法<sup>(1)</sup>、细聚焦X射线背反射劳厄法<sup>(1)</sup>及电子通道法<sup>(1)</sup>,但因断口表面上的结晶学小面尺寸有限(在毫米数量级,甚至更小),表面又存在氧化物和过量的塑性变形,便使上述诸法在实际应用中存在许多问题及困难。若用透射电子显微镜对断口小面进行分析,可能在制样和保留断口原有形貌上存在一定的困难。

一些作者已经提出了对断口的结晶学特征进行定量分析的方法,如G.Piazzesi<sup>(2)</sup>提出了在扫描电子显微镜中存在平行投影假设条件时的样品断口表面上某一点的空间坐标计算公式。J.A.Wart等人<sup>(3)</sup>则提出通过旋转样品台上的样品断口,使断口上两相交平面在扫描电子显微镜荧光屏上成两相交直线,测量其

夹角即为两平面的夹角,通过实际测量来建立起结晶学小面取向的相互关系。但这些方法对于有较大塑性变形的断口也是难于准确分析的。为克服已有方法的不足,作者认为:在不损失断口原有形貌的条件下,较为理想的分析工具是选用X射线衍射仪和扫描电子显微镜分别获得的测试结果,借助图象测量标定法便可准确地测定断口结晶学小面的取向。

### 二、图象测量标定法原理

在扫描电子显微镜样品台上建立一个样品坐标系(O-xyz三维坐标系,见图1a),使样品台的倾斜轴平行Ox轴;电子束轴为Oz轴;而垂直于Ox轴、Oz轴的定为Oy轴。在荧光屏或拍摄的照片上建立一个图象坐标系(O-XY二维坐标系),使X轴和Y轴分别与x轴和y轴平行。

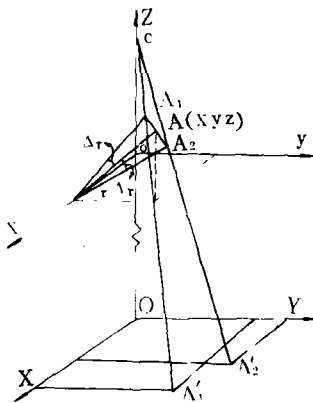
通过扫描电子显微镜在断口上找一点A,其坐标为(x, y, z)。将该断口做两次倾斜,倾角分别为 $\tau_1$ 和 $\tau_2$ ,则点A在荧光屏或照片上的投影点分别为 $A'_1(X_1, Y_1)$ 和 $A'_2(X_2, Y_2)$ ,见图1a。

Piazzesi指出<sup>(2)</sup>:为使平行投影的假设条件成立,放大倍率最好取100倍左右,这样既能使分析简化又能使实验结果有足够高的精确度。此时A点的坐标(x, y, z)由下式给出:

$$\begin{cases} X \approx \frac{1}{M} X_1 \approx \frac{1}{M} X_2 \\ y = \frac{1}{M} \frac{Y_1 + Y_2}{2 \cos \Delta \tau} \\ z = \frac{1}{M} \frac{Y_1 - Y_2}{2 \sin \Delta \tau} \end{cases} \quad (1)$$

式中,  $M$  是放大倍率,  $\Delta \tau$  是两次倾斜角之差的绝对值之半即  $|\tau_2 - \tau_1|/2$ 。

由空间解析几何知, 不在一条直线上的三个点可代表空间的一个平面。故在断口照片中同一断裂平面上找出三个点  $A$ 、 $B$ 、 $C$ , 由 (1) 式可分别求出这三个点的空间坐标, 并由这三点的坐标可求出该三点所确定的小平面的方程, 该方程可写为:



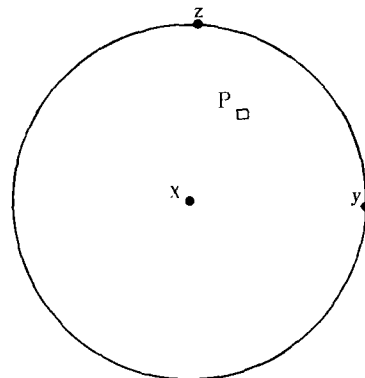
(a) 坐标系变换关系

$$A_o X + B_o y + C_o z + 1 = 0 \quad (2)$$

此时, 可进一步求出这一平面在样品坐标系中的法向与  $x$ 、 $y$ 、 $z$  轴的夹角, 这三个夹角分别为:

$$\begin{cases} \theta_1 = \cos^{-1}(A_o / \sqrt{A_o^2 + B_o^2 + C_o^2}) \\ \theta_2 = \cos^{-1}(B_o / \sqrt{A_o^2 + B_o^2 + C_o^2}) \\ \theta_3 = \cos^{-1}(C_o / \sqrt{A_o^2 + B_o^2 + C_o^2}) \end{cases} \quad (3)$$

在极射赤面投影图上标出这一小平面的法向, 并用  $P$  表示, 见图 1b。只要借助 X 射线衍射技术对断口所在的样品坐标系的位置进行定位, 并将此结果标于同一幅极射赤面投影图上, 通过旋转并与标准投影图相比较即可知小平面的真实取向。



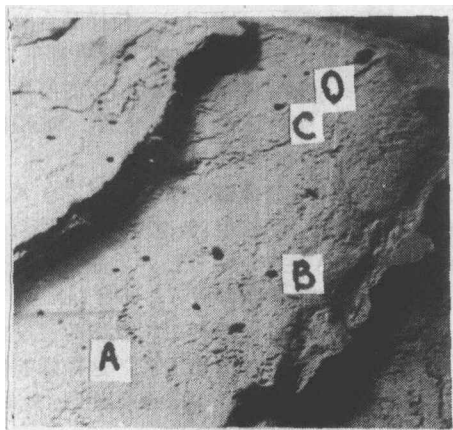
(b) 极射投影关系

图 1 图象测量标定法几何原理

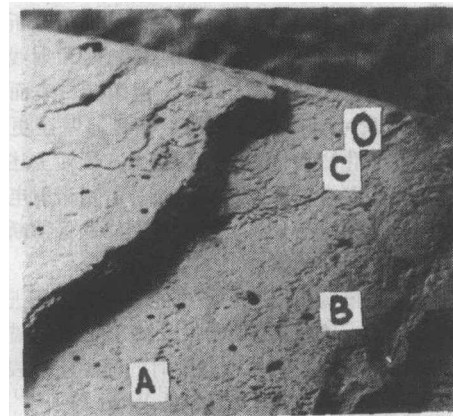
### 三、测量实例

选用取向接近  $\{001\}$  的 DD3 定向凝固镍基高

温合金的热机械疲劳断口进行观察, 并对其断口结晶学小面的取向进行测定 (见图 2)。



(a) 倾斜  $15^\circ$  时



(b) 倾斜  $20^\circ$  时

图 2 不同倾斜角度下的断口照片 100×

图 2 给出了一对在 JSM-35 型扫描电子显微镜下样品台倾斜  $15^\circ$  及  $20^\circ$  时拍摄的断口照片。在照片上任选出坐标原点 O 及不在一条直线上的三个点 A、B、C，由 (1)、(2)、(3) 式可求出这三点所在平面 P 的法向与 x、y、z 轴的夹角，夹角的大小分别为： $\theta_1=90.06^\circ$ ， $\theta_2=137.92^\circ$  和  $\theta_3=47.92^\circ$

将此平面在吴氏网中标出，即图 3 的 Q 点。

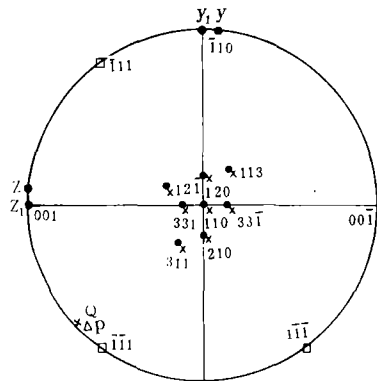


图 3 极射赤面投影

用 X 射线衍射仪对 X 轴的取向进行标定，其背反射劳厄象见图 4。将其在吴氏网中标出并转到与标准投影图相重合，此时 Q 点即变成 P 点 (图 4)。从图中可知此小面 P 的取向为  $(\bar{1}\bar{1}1)$ ，误差为  $6^\circ$ 。

## 四、结 论

借助 X 射线背反射劳厄法和扫描电子显微镜，利用图象测量标定法，可以准确地求出单晶疲劳断口结晶学小面的取向。该技术还可对粗大的多晶材料的穿晶断口表面进行定量分析。

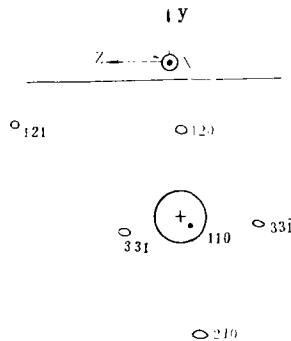


图 4 背反射劳厄象

注：本项工作是在王庆绥老师的直接指导下完成的，在此表示感谢。

## 参考文献

- (1) Cullity, B.D., X射线金属学，中国工业出版社，1965。
- (2) Piazzesi, G., photogrammetry with the SEM, J.phys. (E),1973, Vol.6, PP392~396.
- (3) Wart, J. A., and Robertson, Determination of Crystallographic Facet Orientation on Fracture surfaces, Metallograph, 1982,15-4,PP367~381.
- (4) 朱耀宵，新型涡轮盘材料—低偏析高温合金，第六届全国高温合金会议论文，1987。
- (5) 中国航空材料手册，第二卷，高温合金，中国标准出版社，1989。
- (6) 林栋梁等，机械工程材料，1979，No.5，1。
- (7) 黄颂惠、林栋梁、文矛，航空材料，1978，N.5，8。
- (8) Chen Rongxhang, Wang Luobao, Wang Yuping, Chin, J. Met, Sci. Technol., 1989,5(1),14.
- (9) 郭建亭、黄荣芳、于继成，铸造高温合金文集，1986，165。
- (10) 徐建庭、许静君，铸造高温合金文集，1980，170。
- (11) 王素坤、张炳大、胡壮麒，金属学报，1987，23 (1)，A6。
- (12) 姚德良、周宝珠，铸造高温合金文集，1986，102。
- (13) Guo Jianting et al., Metall. Trans, 1983,14A(11), 2329.
- (14) 赵先国，航空制造工程，1988，No.9，19。
- (15) 莫龙生，杨忠林，中国腐蚀与防护学报，1981，1 (4)，5。
- (16) 薛延禄，国际航空，1982，No.5，39。
- (17) 孙传琪，航空材料，1986，No.1，10。
- (18) Lin Dongliang et al., Superalloys 1988, Proc 6th Int. Sym on Superalloys, 1988,345.
- (19) 唐亚俊等人，机械工程材料，1987，No.5，10。
- (20) 吴仲棠、温仲元、陈德厚，金属学报，1987，23 (4)，B171。
- (21) 吴仲棠、陈德厚、钟振刚，航空材料，1987，No.5,1。
- (22) Chen Dehou et al., High Temperature Alloys for Gas Turbines, 1986,1441.
- (23) 刘长达、王海清，铸造高温合金文集，1986，120。
- (24) 张惠斌、张国焕，航空材料 (学报)，1987,7 (2)，1。
- (25) 姚德良等金属学报，1985，21 (3)，A219。
- (26) 郑运荣、阮中慈，航空材料(学报)，1983,3 (1)，23。
- (27) 温仲元等铸造高温合金文集，1986，31。
- (28) 王罗宝等，航空学报，1985，6 (3)，236。
- (29) 马德文，航空制造工程，1984，No.2，7。