

板条状马氏体形貌和惯习面的 3D EBSD 分析

3D EBSD Analysis of Morphology and Habit
Plane for Lath Martensite

王会珍, 杨平, 毛卫民

(北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

WANG Hui-zhen, YANG Ping, MAO Wei-min

(School of Materials Science and Engineering, University of
Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

摘要: 利用 3D EBSD-FIB(three dimensional electron backscatter diffraction-focused ion beam)技术,以高锰钢为实验材料,构建晶粒三维立体形貌,并对马氏体惯习面进行观察分析。结果表明:热致板条状马氏体表面平直,接近马氏体的 $\{110\}_\alpha$,惯习面平行于奥氏体的 $\{225\}_\gamma$,其初始形核及后期生长均在 $\{225\}_\gamma$ 上进行;而形变诱发形成的板条状马氏体表面和惯习面分布近于 $\{021\}_\alpha$ 和 $\{225\}_\gamma$,初始形核和前期生长沿 $\{225\}_\gamma$,后期生长沿 $\{111\}_\gamma$,由于外加应力,其表面发生弯曲变形,形核时间不同,偏离 $\{225\}_\gamma$ - $\{111\}_\gamma$ 程度不同。

关键词: 高锰钢;3D-EBSD-FIB;板条状马氏体;三维立体形貌;惯习面

doi: 10.3969/j.issn.1001-4381.2013.04.014

中图分类号: TG142.33; TG115 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2013)04-0074-07

Abstract: The 3D morphology of lath martensite was reconstructed, and its habit plane was analyzed in high manganese steels, using a system of 3D EBSD-FIB (three dimensional electron backscatter diffraction-focused ion beam). The results show that the surfaces of thermally-induced lath martensite are straight and close to martensitic $\{110\}_\alpha$, and the habit planes are close to austenitic $\{225\}_\gamma$; the directions of initial nucleation and the later growth are along $\{225\}_\gamma$ plane. The surfaces and the habit planes of deformation-induced lath martensite are on the verge of $\{021\}_\alpha$ and $\{225\}_\gamma$, respectively; the nucleation and early growth are along $\{225\}_\gamma$, while later growth planes are changed to $\{111\}_\gamma$; because of the external stress, its surfaces are flexuous, and the degree of the deviations of the ones with $\{225\}_\gamma$ - $\{111\}_\gamma$ is various with nucleation time.

Key words: high manganese steel; 3D-EBSD-FIB; lath martensite; 3D morphology; habit plane

近年来计算机和可视化技术不断发展,使得材料3D组织表征及分析得到了实质性的提高。利用3D技术,可以得到很多2D数据所无法提供的信息。例如,利用3D可以对单个晶粒进行分析,得到它的真实形貌和其晶界的真实形态,并可以得到各晶粒的分布状态。

系列截面法是进行3D研究的一个重要方法,一些学者利用层磨的方法得到系列截面,再利用计算机程序将其构造成3D形式^[1-4];SEM-EBSD(scanning electron microscope-electron backscatter diffraction)作为显微组织及取向分析的有利工具,得到了广泛的应用,而将FIB(focused ion beam)配备在SEM-EBSD上,为精确的

原位3D构建提供了新途径,外国学者多应用此技术对各种材料进行3D表征^[5-12],并且不断发展的计算机技术使得3D-EBSD的应用研究有了实质性的提高^[13-23]。

利用FIB进行连续切片时,可精确控制切片厚度,最小厚度可达50nm,且此过程可由设备自动完成,分析区域可达 $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ 。将FIB与EBSD结合,可提供更多的晶体学信息:精确定晶粒的空间立体形貌,空间表面的位置,惯习面及晶体学特点,晶粒缺陷密度及小范围内的织构演化等。

本工作利用3D EBSD-FIB技术,对未形变和形变高锰钢中的晶粒进行3D构建,计算惯习面,并分析形变可能带来的惯习面的变化。

1 实验材料及方法

本实验利用 FEI-QUANTA 3D 型场发射扫描电镜及 EDAX-HIKARI 型 EBSD 系统, 同时该系统配备了聚焦离子束(FIB)装置。FIB 使用的是 Ga^+ 离子发射器并安装在 EBSD 系统同一侧, 这样的设备布置能够确保样品在 36° 时进行 FIB 切片和在 70° 时进行 EBSD 取向分析之间快速精确地进行转换。

本实验选用高锰钢, 化学成分如表 1 所示, 未形变 18Mn-A 钢加热至 1100°C 保温 2h 后水淬, 室温下组织为奥氏体 γ +六方马氏体 $\epsilon\text{-M}$ +马氏体 $\alpha'\text{-M}$ (此时的马氏体称热致马氏体)。形变 18Mn-B 钢加热至 1150°C 保温 2h 后水淬, 组织为先共析铁素体 $\text{F}+\gamma$, 然后在室温压缩变形 20%, 发生形变诱发马氏体相变, 即 TRIP(transformation induced plasticity) 效应, 组织为 $\text{F}+\gamma+\epsilon\text{-M}+\alpha'\text{-M}$ 。两种钢的含碳量与含铝量

表 1 高锰钢样品化学成分(质量分数/%)

Table 1 Chemical composition of high manganese steel(mass fraction/%)

Specimen	C	Mn	Si	Al	S	P	Fe
18Mn-A (undeformed)	<0.02	18.0	3.0	2.0	<0.01	<0.02	Balance
18Mn-B (deformed)	0.15	18.40	3.26	3.01	0.0042	<0.005	Balance

不同, 因此初始组织不同。

样品尺寸如图 1 所示, 长宽均小于 10mm , 高度小于 2mm , 形状为规则的长方体, 并且严格确保要观察的表面及相邻侧面相互垂直呈 90° 直角, 此两个面均要做抛光处理, 保证表面质量良好。

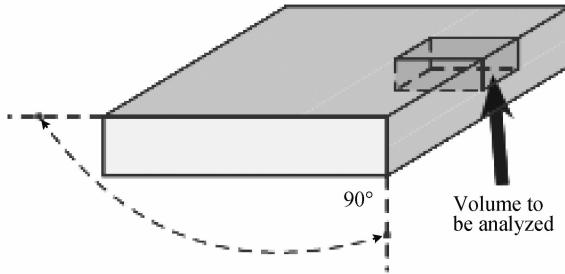


图 1 样品示意图

Fig. 1 Schematic diagram of specimens

对未形变 18Mn-A 选取典型组织区域, 大小为 $6\mu\text{m} \times 8\mu\text{m}$, 层间距为 $0.09\mu\text{m}$, 共 75 层; 对形变 18Mn-B 选取典型组织区域, 大小为 $6\mu\text{m} \times 8\mu\text{m}$, 层间距为 $0.1\mu\text{m}$, 共 55 层。

2 实验结果

2.1 各组织的 3D 构建

对于层磨法构建 3D 图像, 由于其层间距控制的精度较低, 且层间距较大, 对于大尺寸晶粒, 可以完成较好的组织 3D 构建, 而对于本实验中尺寸极小的马氏体来说, 层磨法则无法完成 3D 重构, 尤其是 $\alpha'\text{-M}$, 其与相邻晶粒往往存在孪晶关系, 且交替出现, 当层间距略大时, 则无法确定两层中同属一个晶粒的马氏体, 进而无法完成 $\alpha'\text{-M}$ 的 3D 重构。而对于 FIB 技术的应用, 在本实验中, 层间距可达到 $90\sim100\text{nm}$, 可以精确构建出各晶粒的 3D 形貌。

图 2(a) 是未形变 18Mn-A 的 3D-EBSD 图, 以 IQ(image quantity) 形式表示, 左侧整体图是由 75 层 EBSD 图所构成, 从不同角度观察, 可以清楚地知道各马氏体的空间分布情况, 并提取其 3D 图, 如图 2(a)右侧单个组织所示, 可以清楚地看到各马氏体组织的真实形貌和晶界的真实形态, 分别为板条状和块状 $\alpha'\text{-M}$, 板条状 $\alpha'\text{-M}$ 具有平直的晶界面, 块状 $\alpha'\text{-M}$ 的

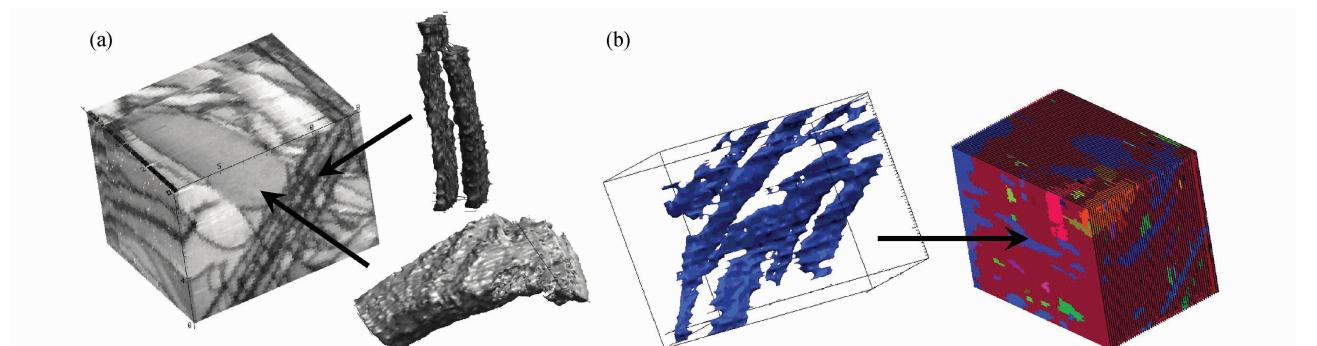


图 2 未形变 18Mn-A(a)和形变 18Mn-B(b)的 3D-EBSD 图

Fig. 2 3D-EBSD maps of undeformed 18Mn-A(a) and deformed 18Mn-B(b)

晶界则为曲面。图 2(b)为形变 18Mn-B 的空间 3D 立体图,共 55 层,不同颜色代表不同的晶粒,深红色为 γ ,其他为 α' -M,此时的 α' -M 是形变诱发形成的。可以看出, α' -M 以薄板片状的形式生长在 γ 中,且有一定的弯曲,这是由于在形变过程中,应力的作用使已形成的马氏体形状发生弯曲变形。

图 3 为未形变 18Mn-A 的 KAM(kernel average misorientation or local average misorientation)图,KAM 表示一个点与周围一定范围内点的平均取向差,能够反映取向的变化,即取向梯度。通过对 3D-EBSD 数据的重新编程处理,将其以不同的方式表现,

可以得到单个晶粒、整体以及任意角度及面的 KAM 图,从而观察分析晶内及各个切面上的取向梯度变化。图 3(a),(b)分别为第 11 层和第 50 层的 KAM 图,将第 11 层到第 50 层共 40 层切面构建 3D-EBSD-KAM 图(图 3(c),(d),(e)),可从任意角度和切面观察分析各个晶粒内各晶粒间的取向梯度变化。由于本组织为淬火组织,其内马氏体为热致 α' -M,因此,晶内取向梯度很小,绝大多数在 2° 以内,在 KAM 图内则表现为蓝色和蓝绿色居多,而个别几个晶粒由于内应力的作用,使得其内部取向差偏大,如图 3 内红色点所示。

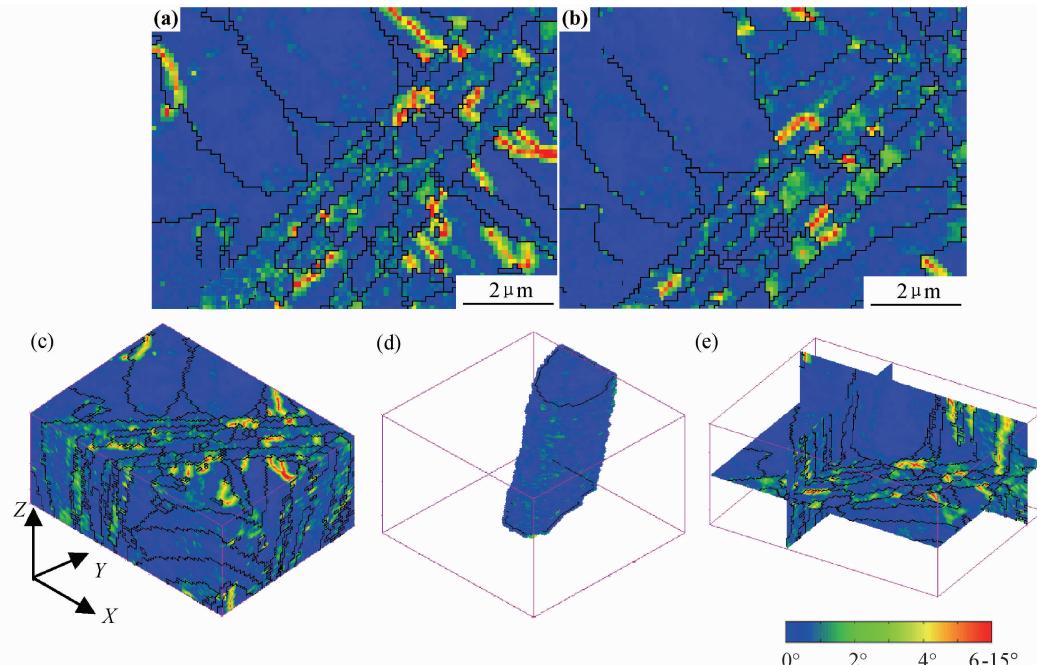


图 3 未形变 18Mn-A 的 KAM 图 (a) 第 11 层;(b) 第 50 层;(c) 3D-EBSD-KAM 图(共 40 层);
(d) 单个晶粒的 3D-EBSD-KAM 图;(e) 3D-EBSD-KAM 截面图

Fig. 3 KAM maps of undeformed 18Mn-A
(a) slice 11; (b) slice 50; (c) 3D-EBSD-KAM map of 40 slices; (d) 3D-EBSD-KAM
map of a single grain; (e) 3D-EBSD-KAM sectional view

2.2 惯习面的确定及分析

3D 技术可提供真实的组织形貌,但目前的商用软件尚无法自动计算界面法线的分布,这就需要通过相关计算,求出晶界或相界的晶面指数,从而为研究惯习面及在应力下的变化提供可能。这对高锰钢 TRIP 过程中的晶体学研究很重要。图 4 为未形变 18Mn-A 板条 α' -M 3D 图。可知,阴影面所在晶面为该板条 α' -M 的表面,其晶面指数可以通过 3D-EBSD 数据的再处理获得。该表面可以看作是由多个三角形小平面构成,通过编程求解各个小晶面的法线,并将其表示在标准极射赤面投影图内,以等高线的形式表示,则可求得该

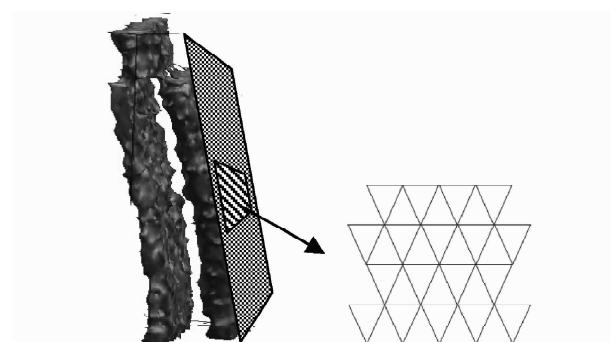


图 4 未形变 18Mn-A 板条 α' -M 3D 图
Fig. 4 3D map of lath α' -M in undeformed 18Mn-A

表面的晶面指数。而这些晶面法线数据是靠 2D-SEM (EBSD)无法提供的。

依据板条 α' -M 的特点,认为板条状 α' -M 表面近似平行于其惯习面,因此可通过确定表面在奥氏体坐标系下的晶面指数来确定惯习面。图 5 为单一 α' -M 组织,其中图 5(a), (b) 分别为图 4 板条状马氏体的表面在奥氏体和马氏体坐标系下的表示,可以看出,强度最高的红色位置与白蓝色点所代表的 {225} 族中的 $(\bar{2}25)_\gamma$ 相近,可见该面在奥氏体坐标系下近似为 $(\bar{2}25)_\gamma$ (图 5(a)),即惯习面近 $(\bar{2}25)_\gamma$,而在马氏体坐

标系下近似为 $(1\bar{1}0)_\alpha$ (图 5(b)),即表面为 $(1\bar{1}0)_\alpha$ 。图 5(c) 和 (d) 为图 5(e) 中晶粒 α' -M-1 (白色箭头所示) 的表面在奥氏体及马氏体坐标系内的表示,可以看出,该表面内的小平面法线并不集中,而是沿黑色线条和粉色线条方向分布,黑色线条所示晶面则为图 5(e) 中晶粒 α' -M-1 内黑色箭头所指晶界的弯曲变化,而粉色线则为图 5(e) 中粉色箭头所示界面的弯曲变化,且 α' -M-1 的表面与 $\{225\}_\gamma$ 偏差较大,即当板条 α' -M 逐渐长大呈块状时,其表面逐渐偏离惯习面 $\{225\}_\gamma$ 。

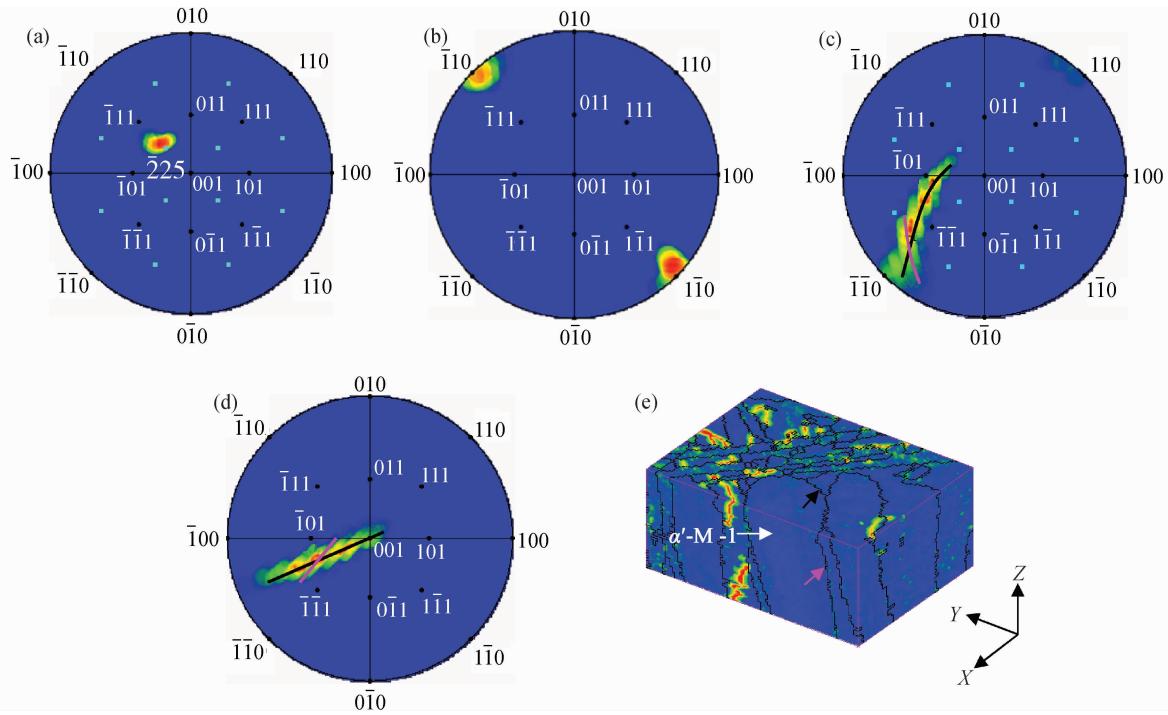


图 5 未形变 18Mn-A α' -M 的表面分析

(a) 板条 α' -M 表面在奥氏体坐标下; (b) 板条 α' -M 表面在马氏体坐标下; (c) α' -M-1 表面在奥氏体坐标下;

(d) α' -M-1 表面在马氏体坐标下; (e) 3D-EBSD-KAM 图

Fig. 5 Analysis of surfaces and habit planes of α' -M in undeformed 18Mn-A

(a) surface of lath α' -M in austenitic unit cell; (b) surface of lath α' -M in martensitic unit cell; (c) surface of α' -M-1 in austenitic unit cell;

(d) surface of α' -M-1 in martensitic unit cell; (e) 3D-EBSD-KAM map

图 6 为形变 18Mn-B 不同层面的 EBSD 图,该区组织由两相构成, α' -M (绿色) 和 γ (其他颜色),其中 α' -M 三维呈典型板条状。其内 α' -M 变体单一,近一种取向,如图 6(a) 中极图所示。单个小尺寸板条 α' -M 形核地点分散,其表面从二维来看,近似水平方向,如图 6 中黑色箭头所示的晶粒,可认为该表面近似平行于 α' -M 初始形核和前期生长所依赖的惯习面。当单个小尺寸板条 α' -M 长大到一定程度时,有沿其他晶面生长的趋势,如图 6 中黑色线条所示。可知,在形变 18Mn-B 中,由形变诱发形成的 α' -M,初始形核和前期生长与后期生长不在同一晶面上进行。

由于此时的 α' -M 尺寸小且表面凹凸较大,则通过同一 α' -M 表面迹线在不同层的位移变化来确定形变 18Mn-B 中 α' -M 初始形核和前期生长所依赖的惯习面及后期生长面,并表示于标准极射赤面投影图内,如图 7(a) 所示。其中空心圆点表示 α' -M 赖以生长的惯习面。可以看出,空心圆点排列呈直线,即表明该样品 α' -M 的惯习面并不是集中于 $\{522\}_\gamma$,而是分布较散;从三维来看(图 2(b)),则表现为惯习面的偏转现象,该惯习面仅在某区域近于 $(522)_\gamma$,而其他区域逐渐远离 $(522)_\gamma$ 。图 7(a) 中十字为图 6 中黑色线条表示的后期生长面,在标准极射赤面投影图内表现为直线分

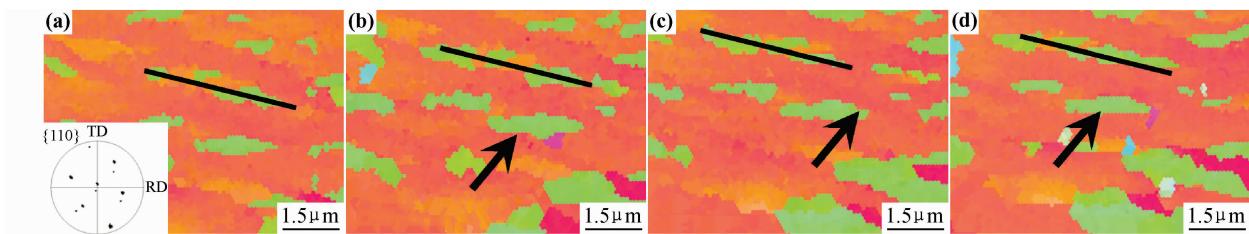


图 6 形变 18Mn-B 不同层的 EBSD 组织图(绿色表示 α' -M, 其他颜色表示 γ)

(a) 第 10 层;(b) 第 15 层;(c) 第 20 层;(d) 第 25 层

Fig. 6 EBSD maps of deformed 18Mn-B on different slices (green denotes α' -M, others denotes γ)
(a)slice 10;(b)slice 15;(c)slice 20;(d)slice 25

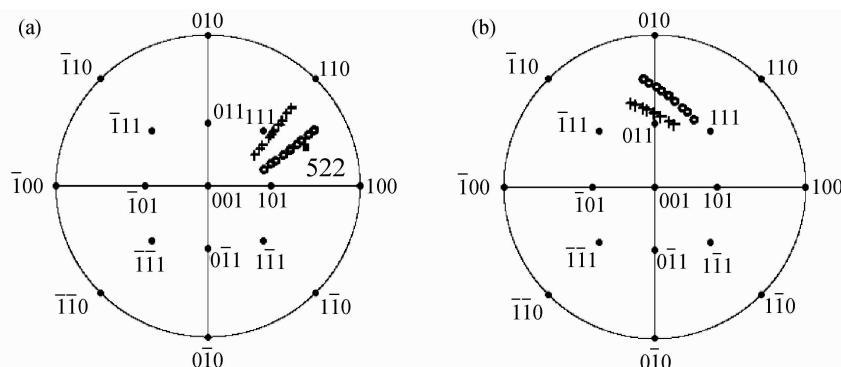


图 7 形变 18Mn-B 中 α' -M 的惯习面、后期生长面(a)及表面(b)分析

Fig. 7 Analysis of the habit planes, growth planes(a) and surfaces(b) of α' -M in deformed 18Mn-B

布, 后期生长面亦发生偏转, 部分区域近似为 $\{111\}_{\gamma}$, 其他区域逐渐远离 $\{111\}_{\gamma}$ 。

图 7(b)反映了形变 18Mn-B 中板条状 α' -M 表面的特点, 同样, 空心圆表示近似平行于 α' -M 初始形核和前期生长所依赖的惯习面的 α' -M 表面, 十字表示与后期生长面平行的表面。惯习面近于 $\{522\}_{\gamma}$ 的区域其表面近似平行于 $\{021\}_{\alpha}$, 而平行于后期生长面 $\{111\}_{\gamma}$ 的表面, 则近于 $\{154\}_{\alpha}$ 。由空心圆点和十字的直线排列, 可以看出形变诱发形成的板条状 α' -M 表面由于形变作用而发生的弯曲变形, 同图 2(b)所示一致。

对比未形变 18Mn-A 和形变 18Mn-B 可以看出, 未形变的 18Mn-A 中形成的热致板条状 α' -M 表面平直近 $\{110\}_{\alpha}$, 惯习面接近 $\{225\}_{\gamma}$, 其生长一直沿惯习面进行。而形变 18Mn-B 中形变诱发形成的板条状 α' -M 表面存在弯曲变形, 且表面分为两个面, 即惯习面和后期生长面, 惯习面近 $\{225\}_{\gamma}(/ \{021\}_{\alpha})$, 后期生长面相应近 $\{111\}_{\gamma}(/ \{154\}_{\alpha})$ 。

3 分析讨论

热致板条状 α' -M 形成时惯习面近于 $\{225\}_{\gamma}$, 且初始形核以及后期生长均主要在 $\{225\}_{\gamma}$ 上进行, 如图 8

(a) 所示。 $\{225\}_{\gamma}$ 是 Fe-Mn-C 中常见的惯习面类型^[24-26], 该惯习面平行于马氏体 $\{110\}_{\alpha}$, 即马氏体表面为 $\{110\}_{\alpha}$ 。而非板条状 α' -M 后期长大脱离了 $\{225\}_{\gamma}$ 。

对于本材料所形成的热致 α' -M, 几乎不存在显著的变体选择现象, 而通过以往观察, 相邻变体间存在 $60^{\circ}/\langle 111 \rangle$ 的孪晶关系, 如图 8(b)所示, 其中绿色线表示两侧变体符合 $60^{\circ}/\langle 111 \rangle$ 的孪晶关系, 由于呈孪晶关系的两变体间的相互应力制约, 使得此类变体的交界面为其 $\{112\}_{\alpha}$, 即变体表面为 $\{112\}_{\alpha}$, 其中不同颜色表示不同取向的 α' -M, 灰色表示其他相。对于本实验中, 板条状 α' -M 两侧绿色线条较少(图 8(c)), 与其呈 $60^{\circ}/\langle 111 \rangle$ 孪晶关系的变体很少, 因此, 其周围的应力状态发生改变, 使得表面略偏离 $\{112\}_{\alpha}$, 而呈现 $\{110\}_{\alpha}$ 。

形变诱发形成的 α' -M 形核分散, 变体单一, 初始形核及前期长大主要在 $\{225\}_{\gamma}$, 后期长大沿 $\{111\}_{\gamma}$ 进行, 使得晶粒相互连接成大晶粒, 如果有足够的时间使其充分生长, 则可能形成以 $\{111\}_{\gamma}$ 为主要表面的大板条状晶粒。目前, 表面主要分为两部分, 小平面 $\{225\}_{\gamma}$ 和大平面 $\{111\}_{\gamma}$, 如图 9 所示, 此现象与文献[27]中所述类似。在变形实验中, 在奥氏体发生塑性变形阶段,

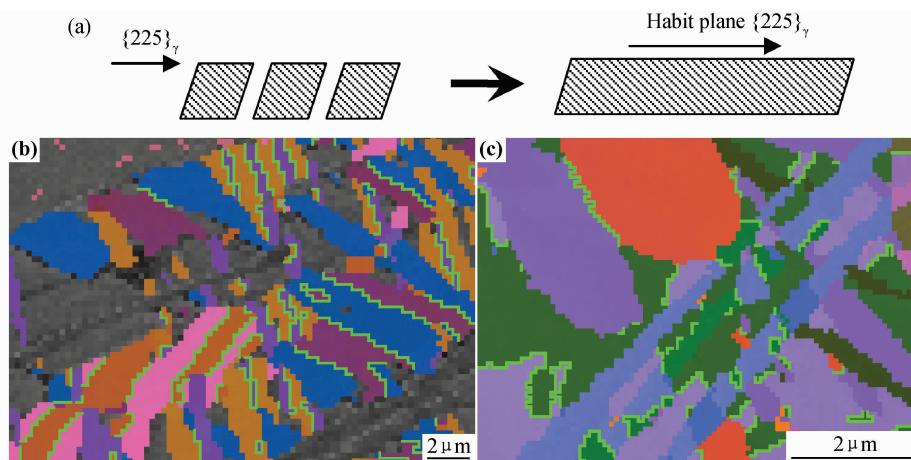
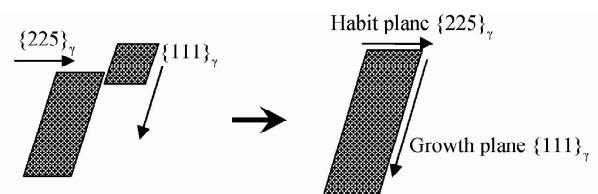


图 8 未形变 18Mn-A 中马氏体形成示意图及 EBSD 图

(a)热致板条状 α' -M 形成示意图;(b) α' -M 的欧拉角图(不同颜色表示不同取向的 α' -M,灰色表示其他相);
(c)3D-EBSD 欧拉角图(不同颜色表示不同取向的 α' -M)

Fig. 8 Schematic diagrams of martensitic formation and EBSD maps in undeformed 18Mn-A

(a)Schematic diagrams of formation for thermal α' -M with lath morphology;(b)Euler map of α' -M (different colors denote different orientational α' -M, grey denote other phases);(c)3D- EBSD-Euler map (colors denotes different orientational α' -M)

图 9 形变 18Mn-B 中形变诱发板条状 α' -M 形成示意图Fig. 9 Schematic diagrams of formation for strain induced α' -M with lath morphology in deformed 18Mn-B

位错的运动是由马氏体周围的弹性应变和外部应力共同作用的。因此,奥氏体 $\{111\}_\gamma$ 上的滑移更容易协调相变应变,使得位错沿着 $\{111\}_\gamma$ 更容易运动。而应力诱发形成的马氏体在后期长大时,主要通过奥氏体的滑移来协调应变,使得形成了大平面 $\{111\}_\gamma$ 。

由于外应力作用,形变诱发形成的板条状 α' -M 表面不能够保持平直状态,而发生弯曲变形,不同 α' -M 形核时间不同,部分晶粒在外应力较小时即可形核长大,在随后外应力继续增大时,外表面即初始形核时所依赖的惯习面 $\{225\}_\gamma$ 和后期长大所依赖的 $\{111\}_\gamma$ 受其影响较大,发生偏转,而远离 $\{225\}_\gamma$ 和 $\{111\}_\gamma$ 。从图 7(a)可以看出,某些点远离 $\{225\}_\gamma$ 和 $\{111\}_\gamma$,而其他部分晶粒只有外应力较大时才能形成,所以形核及长大较晚,后期受外应力影响较弱,其初始形核时所依赖的惯习面 $\{225\}_\gamma$ 和后期长大所依赖的 $\{111\}_\gamma$ 变化不大。

初始形核时所依赖的惯习面 $\{225\}_\gamma$ 和后期长大所依赖的 $\{111\}_\gamma$,近似平行于马氏体的表面 $\{021\}_\alpha$ 和 $\{154\}_\alpha$,这与热致板条 α' -M 的 $\{110\}_\alpha$ 表面不同。热

致马氏体中与板条状 α' -M 所相邻的是 α' -M 的其他变体,而形变诱发形成的板条状 α' -M 周围是 γ ,板条状 α' -M 周围相不同,应力状态不同,则影响亦不同,加之外应力作用,使得形变诱发形成的 α' -M 表面呈近小平面 $\{021\}_\alpha$ 和大平面 $\{154\}_\alpha$ 。

4 结论

(1)热致板条状 α' -M 表面平直,初始形核及后期长大均依赖于惯习面 $\{225\}_\gamma$,非板条状 α' -M 后期长大脱离 $\{225\}_\gamma$ 平面;而形变诱发形成的 α' -M 由于应力作用出现弯曲变形,虽初始形核和前期长大在 $\{225\}_\gamma$ 上进行,但由于长大时奥氏体内 $\{111\}_\gamma$ 滑移协调应变作用,使得后期长大在 $\{111\}_\gamma$ 上进行,并形成小平面 $\{225\}_\gamma$ 和大平面 $\{111\}_\gamma$,并且受外应力影响,形核及长大较早的 α' -M 的惯习面及后期生长面发生偏转远离 $\{225\}_\gamma$ 和 $\{111\}_\gamma$,形变后期形成的 α' -M,其惯习面及后期生长面近 $\{225\}_\gamma$ 和 $\{111\}_\gamma$ 。

(2)热致板条状 α' -M 表面受相邻 α' -M 变体相互作用的影响表现为 $\{110\}_\alpha$,而形变诱发形成的 α' -M 受周围奥氏体应力作用和外应力的共同影响,表面呈小平面 $\{021\}_\alpha$ 和大平面 $\{154\}_\alpha$,同时由于形核时间不同,而发生相应偏转。

参考文献

- [1] LIN F X, GODFREY A, JENSEN D J, et al. 3D EBSD characterization of deformation structures in commercial purity aluminum[J]. Mater Charact, 2010, 61(11):1203–1210.

- [2] 袁军华, 刘国权, 王浩. 纯 Fe 试样中晶粒的三维可视化重建[J]. 金属学报, 2011, 47(1): 69—73.
- LUAN J H, LIU G Q, WANG H. Three-dimensional reconstruction of grains in pure iron specimen[J]. Acta Metall Sin, 2011, 47(1): 69—73.
- [3] ROWENHORST D J, GUPTA A, FENG C R, et al. Crystallographic and morphological analysis of coarse martensite: combining EBSD and serial sectioning[J]. Scr Mater, 2006, 55(1): 11—16.
- [4] 吴开明. 连续截面和计算机辅助重建法观察 Fe-0.28C-3.0Mo 合金钢退化铁素体的三维形貌[J]. 金属学报, 2005, 41(12): 1237—1242.
- WU K M. 3-D morphology observation of degenerate ferrite in steel Fe-0.28C-3.0Mo using serial sectioning and computer-aided reconstruction[J]. Acta Metall Sin, 2005, 41(12): 1237—1242.
- [5] ZAAFARANI N, RAASBED, SINGH R N, et al. Three-dimensional investigation of the texture and microstructure below a nanoindent in a Cu single crystal using 3D EBSD and crystal plasticity finite element simulations[J]. Acta Mater, 2006, 54(7): 1863—1876.
- [6] XU W, FERRY M, MATEESCU N, et al. Techniques for generating 3-D EBSD microstructures by FIB tomography[J]. Mater Charact, 2007, 58(10): 961—967.
- [7] NAVÉ M D, MULDERS J J L, GHOLIN I A. Twin characterisation using 2D and 3D EBSD[J]. Chin J Stereol Image Anal, 2005, 10(4): 199—204.
- [8] CALCAGNOTTO M, PONGE D, DEMIR E, et al. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD[J]. Mater Sci Eng A, 2010, 527(10—11): 2738—2746.
- [9] KONRAD J, ZAEFFERER S, RAABE D. Investigation of orientation gradients around a hard laves particle in a warm-rolled Fe₃Al-based alloy using a 3D EBSD-FIB technique[J]. Acta Mater, 2006, 54(5): 1369—1380.
- [10] GROEBER M A, HALEY B K, UCHIC M D, et al. 3D reconstruction and characterization of polycrystalline microstructures using a FIB-SEM system[J]. Mater Charact, 2006, 57(4—5): 259—273.
- [11] WIRTH R. Focused ion beam (FIB) combined with SEM and TEM: advanced analytical tools for studies of chemical composition, microstructure and crystal structure in geomaterials on a nanometre scale[J]. Chem Geol, 2009, 261(3—4): 217—229.
- [12] BHANDARI Y, SARKAR S, GROEBER M, et al. 3D polycrystalline microstructure reconstruction from FIB generated serial sections for FE analysis[J]. Comput Mater Sci, 2007, 41(2): 222—235.
- [13] BERNARD D, GENDRON D, HEINTZ J M, et al. First direct 3D visualisation of microstructural evolutions during sintering through X-ray computed microtomography [J]. Acta Mater, 2005, 53(1): 121—128.
- [14] DÖBRICH K M, RAU C, KRILL C E. Quantitative characterization of the three-dimensional microstructure of polycrystalline Al-Sn using X-ray microtomography[J]. Metall Mater Trans A, 2004, 35(7): 1953—1961.
- [15] KRAL M V, SPANOS G. Three-dimensional analysis and classification of grain-boundary-nucleated proeutectoid ferrite precipitates[J]. Metall Mater Trans A, 2005, 36(5): 1199—1207.
- [16] KUBIS A J, SHIFLET G J, DUNN N D, et al. Focused ion-beam tomography[J]. Metall Mater Trans A, 2004, 35(7): 1935—1943.
- [17] LUND A C, VOORHEES P W. A quantitative assessment of the three-dimensional microstructure of a γ - γ' alloy[J]. Phil Mag, 2003, 83(14): 1719—1733.
- [18] LEWIS A C, BINGERT J F, ROWENHORST D J, et al. Two- and three-dimensional microstructural characterization of a super-austenitic stainless steel[J]. Mater Sci Eng A, 2006, 418(1—2): 11—18.
- [19] HARA T, TSUCHIYA K, TSUZAKI K, et al. Application of orthogonally arranged FIB-SEM for precise microstructure analysis of materials[J]. J Alloys Compd, [2012-02-16]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.02.019>.
- [20] ABOU-RAS D, MARSEN B, RISSOM T, et al. Enhancements in specimen preparation of Cu (In, Ga) (S, Se)₂ thin films[J]. Micron, 2012, 43(2—3): 470—474.
- [21] BACHMANN F, HIELSCHER R, SCHEABEN H. Grain detection from 2d and 3d EBSD data—specification of the MTEX algorithm[J]. Ultramicroscopy, 2011, 111(12): 1720—1733.
- [22] PURA J, KWASNIAK P, JAKUBOWSKA D, et al. Investigation of degradation mechanism of palladium-nickel wires during oxidation of ammonia[J]. Catal Today, [2013-01-07]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.08.002>.
- [23] GHOSH S, BHANDARI Y, GROEBER M. CAD-based reconstruction of 3D polycrystalline alloy microstructures from FIB generated serial sections[J]. Comput Aided Des, 2008, 40(3): 293—310.
- [24] DUNNE D P, BOWLES J S. Measurement of the shape strain for the (225) and (259) martensitic transformations[J]. Acta Metall, 1969, 17(3): 201—212.
- [25] DAUTOVICH D P, BOWLES J S. The orientation relationship of the (225)_F martensitic transformation in an Fe-Mn-C alloy [J]. Acta Metall, 1972, 20(10): 1137—1142.
- [26] KELLY P M. Martensite crystallography—the role of the shape strain[J]. Mater Sci Eng A, 2006, 438—440: 43—47.
- [27] ZHANG X M, GAUTIER E, SIMON A. Martensite morphology and habit plane transitions during tensile tests for Fe-Ni-C alloys[J]. Acta Metall, 1989, 37(2): 477—485.

基金项目: 高等学校博士学科点专项科研基金资助项目
(20090006110013)

收稿日期: 2012-07-19; **修订日期:** 2013-01-14

作者简介: 王会珍(1984—), 女, 博士, 研究方向: 高锰钢组织取向与相变, E-mail: xiyang1220@163.com

通讯作者: 杨平(1959—), 男, 教授, 主要研究方向: 高锰钢形变再结晶, 联系地址: 北京市海淀区学院路 30 号北京科技大学材料学院材料学系(100083), E-mail: yangp@mater.ustb.edu.cn