

## 一种合金 EBSD 样品的制作

电子背散射衍射 (EBSD) 技术出现于 20 世纪 80 年代末, 经过十多年发展成为一种以显微组织与晶体学分析相结合的新的图像相分析技术。由于其依赖晶体取向而成像, 故也称其为取向成像显微术<sup>[1-3]</sup>。从取向成像组织形貌图中可以得到晶体的晶粒、亚晶粒和相的形状尺寸及分布信息, 同时还可以获得晶体结构、晶粒取向、相邻晶粒取向差等晶体学信息, 可以方便的利用极图、反极图和取向分布函数显示晶粒的取向及其分布范围<sup>[4-8]</sup>。

背散射电子只发生在试样表层几十个纳米的深度范围, 所以试样表面的残余应变层 (或称变形层、扰乱层)、氧化膜以及腐蚀坑等缺陷都会影响甚至完全抑制 EBSD 的发生, 因此试样表面的制备质量很大程度上决定着 EBSD 的质量。与一般的金相试样相比, 一个合格的 EBSD 样品, 要求试样表面无应力层、无氧化层、无连续的腐蚀坑、表面起伏不能过大、表面清洁无污染<sup>[9]</sup>。

EBSD 试样的典型尺寸是 10mm×10mm 到 7mm×7mm 之间, 厚度不宜过厚, 一般在 1-3mm 之间。可根据实际情况, 如铜锌铝等不耐磨的材料厚度可增加到 2-3mm。切割下来的试样要经过除油污处理, 可用酒精、丙酮溶液在超声波清洗器中清洗。本实验以镍基单晶高温合金为例, 讲述 EBSD 样品的基本制备过程。

实验材料: 高温合金圆棒试样材料, 样品如下图所示:

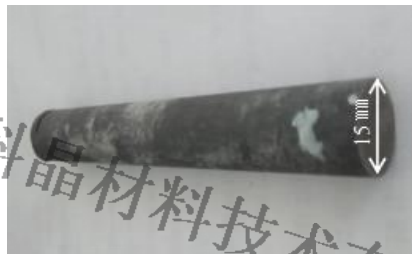


图 1 圆棒样品图

### 实验设备:

SYJ-400 划片切割机、UNIPOL-1200M 自动压力研磨机、MTI-3040 加热平台及 VT30-2 型便携式电解抛光仪、4XC 倒置金相显微镜, 实验设备如图 2 所示;



4XC-PC 倒置金相显微镜



图 2 实验所用设备图

### 设备选用原因：

SYJ-400 CNC 划片切割机采用大扭矩交流无刷电机，通过带轮组驱动主轴转动，使主轴转数在 300rpm-3000rpm 内可调。适用于各种晶体、陶瓷、玻璃、矿石、金属等材料的划片和切割。本机 X 轴滑板行程：210mm；Y 轴滑板行程：110mm；Z 轴滑板行程：90mm；步进电机定位精度：0.01mm；最大切割深度：50mm；步进电机定位精度可达到 0.01mm，样品工作台可进行 360° 旋转，并配有十字夹具（90° 定位模），可根据材料的尺寸选用适合的锯片与夹锯垫。配有防水罩，并可通过节流阀控制冷却液流量。是实验室及生产单位理想的精密切割设备之一。

UNIPOL-1200M 自动压力研磨抛光机主要用于材料研究领域，可用于金属、陶瓷、玻璃、岩样、矿样等材料样品的自动研磨抛光，以及工厂的小规模生产等。本机采用多点式气动加压，压力在 0-0.4MPa 范围内可调，气柱在压缩空气的作用下将载物盘中的样件压在旋转的磨抛盘上，从而实现样件定位与磨抛，可同时研磨高度不同的几个样品，加工精度高，性能稳定可靠，操作简单，适用范围广。通过触摸式控制屏操作，磨抛盘按设定转速逆时针旋转，载物盘可按设定转速及方向顺时针或逆时针旋转。载物盘（上盘）转速：1rpm-60rpm 内无级可调，磨抛盘（下盘）转速：50rpm-500rpm 内无级可调。

MTI-3040 加热平台采用整体铸造，单片机作为核心控制部件，加热板作为加热体，适用温度：≤200℃；控温精度：±1℃；加热板尺寸：373mm×273mm；结构简单，操作方便，安全可靠，尤为适用于对温度敏感材料（如晶体、半导体、陶瓷等）的加热。

VT30-2 型便携式电解抛光仪可现场进行电解抛光，电源数字显示，方便用户精确调整使用所需的电流电压。

4XC-PC 倒置金相显微镜配置大视野目镜和长距平场消色差物镜（无盖玻片），视场大而清晰。采用粗微动同轴调焦机构，粗动松紧可调，且带锁紧和限位装置，微动格值 0.002mm。6V/20W 卤素灯，亮度可调。可自由切换正常观察与偏光观察，可进行透光摄影。

### 实验目的：

首先将  $\phi 15\text{ mm}$  的圆棒试样用 SYJ-400 划片切割机切割成厚度为  $3\text{ mm}$  的圆片，再用 SYJ-400 划片切割机在  $3\text{ mm}$  厚的圆片试样上切取  $7\text{ mm} \times 7\text{ mm}$  的方块试样作为 EBSD 样品，然后用 UNIPOL-1200M 将切割好的方块小试样从 240# 砂纸研磨至 2000# 砂纸，最后用 VT30-2 型便携式电解抛光仪对样品进行电解抛光。

### 实验过程：

#### 第一步：样品的切割

将 SYJ-400 划片切割机专用载样块、树脂陶瓷垫块及圆棒试样一同放到加热平台进行预热。载样块、树脂陶瓷垫块、样品三者之间用石蜡进行粘结，石蜡的融化温度大约  $80^{\circ}\text{C}$  左右，当加热平台温度达到石蜡融化温度后将石蜡涂抹在三者之间将要进行连接的位置。树脂陶瓷垫块放在载样块的上方，防止切割时由于切割行程过长将载样块损伤，为了使圆棒试样更稳固旁边放两块小的楔形树脂陶瓷垫块加以固定，固定好的样品如下图 3 所示：



图 3 固定好的样品示意图

将固定好的圆棒样品装载到划片切割机的载样台上，调整好样品位置后设置切割参数对样品进行切割。圆棒试样为镍基单晶高温合金，是材质比较坚硬的金属，因此我们选用适合切割金属的 SiC 锯片对样品进行切割，切割样品时切割速度设置为  $1\text{ mm/min}$ ，切割时将锯片调到最大转速。切割过程中用水对样品进行冷却，防止因锯片和样品之间的摩擦产生大量的热使锯片磨损严重，同时由于过多的热量使样品内部产生大量的内应力，给样品后期的观察带来干扰，与电火花线切割机切割的样品相比用划片切割机切割的样品产生的内应力要小得多。切割样品时用水进行冷却既可以减轻锯片的磨损量，又可以降低样品中内应力的产生。为防止切割过程中水花四溅，要用防溅盒将锯片和样品遮挡起来，装载好的样品如图 4 所示：



图4 在设备上固定好的样品图

切割时切割次数设置为7，切割后产生6片标准试样片，试样片及其尺寸如下图5所示，与电火花切割的金属相比，切割后的样品表面光滑，只有轻微切割痕迹，而无热灼伤层产生，具有比较优秀的切割面。对切割后的样品尺寸进行测量可见，切割后的样品厚度与设置的样品厚度相比有一定的尺寸偏差，这是因为高速旋转的锯片在切割过程中会产生一定的抖动，切割速度越快，锯片抖动量越大。因此，若不要求样品尺寸精确，想快速切割样品可以选用较快的切割速度进行切割，若想得到好的切割尺寸和光滑的切割面应尽可能降低切割速度。



图5 切割后的试样片形貌及尺寸

切割后将样品每三个排列一行，排列成两行，重复固定试样的步骤，将试样片固定在载样块上，用SYJ-400划片切割机在圆形试样片上切取 $7\text{ mm} \times 7\text{ mm}$ 的方块试样作为EBSD样品进行进一步的处理。切割时速度设置 $V_z=V_x=1\text{ mm/min}$ 切割后的EBSD样品如图6所示；

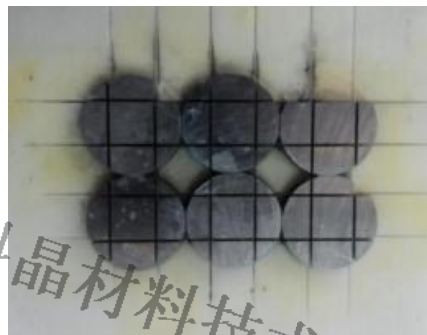


图6 切割后的EBSD样品图

从图6可见切割后的圆片中心的小方形试样块就是所要的7 mm×7 mm的EBSD样品，根据不同扫描电镜对EBSD样品尺寸要求不同，EBSD样品大致可分为两种尺寸，一种是在10×10×3 mm尺寸以下的样品，一种是在7×7×3 mm以下尺寸的样品，这里我们选做的是7×7×3 mm的样品，这样的样品可以同时满足两种设备的要求。切割完成后就可以对样品进行下一步的研磨和抛光的操作了。

## 第二部：样品的研磨

样品研磨时首先用较粗的砂纸对样品进行研磨，主要目的是磨去试样表面经切割后产生的表面浮雕及切割痕。在进行研磨时对试样所施加的正压力不宜过大，过大的压力除会使样品与砂纸之间产生的热量增加外还会增加样品表面的变形量，在金属表面产生一层很厚的变形层，加深试样磨面上的磨痕，增加了后道工序的困难；因此用粗砂纸进行研磨时将试样表面磨平整即可。EBSD样品要求样品表面无变形层，在整个研磨试样的过程中我们的主要目的是最大限度的减小变形层。

首先，将切割后的样品选取厚度相近的俩俩一起用石蜡固定到UNIPOL-1200M自动压力研磨抛光机专用载样块上。固定样品时将载样块放到MTI-3040加热平台上进行预热，将石蜡在加热平台上融化少许，为使样品内部尽量不产生内应力，同时不会因固定后样品下方的石蜡层厚度不同而使同一载样块上的两块试样发生过大的尺寸偏差（在进行研磨时若两块试样的尺寸偏差过大会使其中一个或两个试样都磨偏，不利于进一步的样品制备和观察），不把样品放到加热平台进行预热。当载样块达到石蜡融化温度后加热平台上石蜡已经融化，此时用将要固定在一起的两块试样片同时蘸取少量的石蜡一同放到载样块上，然后将载样块从加热平台上移下，放到通风的地方等待载样块温度降到室温后就可以对样品进行下一步的研磨操作。固定在载样块上的样品如图7所示，固定样品时应注意尽量将样品在载样块中心处对称放置，因为若样品不在载样块中心处对称放置，当载样盘旋转起来时会使载样块晃动，这样载样块上的样品很容易被磨偏，不利于样品后期的处理和观察。



图7 固定在载样块上的样品图

然后，将固定好样品的三个载样块对称放到六孔载样盘上，以保证载样盘不会发生偏斜。UNIPOL-1200M 自动压力研磨抛光机采用气动加压，压力大小可根据个人需要进行调节。如图 8 (a) 所示样品对称放置于载样盘上，图 8 (b) 加载柱对放置好的载样块进行加压。研磨过程中用水对样品进行冷却。载样盘可以正向旋转也可以反向旋转，研磨盘只可以正向旋转，为了增加研磨盘对试样的摩擦力一般选用载样盘逆向旋转，这样在研磨时会加快样品的磨削速度。图 8 (c) 所示为研磨中的样品状态图。



图 8 装载在载样盘上的样品

在研磨过程中上盘转速设置为 40r/min，下盘转速为 60r/min，首先用 240# 砂纸对样品进行研磨，直到同一载样块上的两个样品在同一水平高度且每个样品表面都完全被磨削到为止，研磨所用时间大约 40min。接下来换用 400# 砂纸对样品表面研磨 30min、600# 砂纸研磨 25min、800# 砂纸研磨 20min、1000# 砂纸研磨 15min、1500# 砂纸研磨 10min、2000# 砂纸研磨 5min。不同型号的砂纸研磨的时间不同，首号砂纸研磨时间最长，这是因为首号砂纸研磨时需要一定时间将样品磨平，由于样品表面的状态越来越好当换用其它型号砂纸对样品进行研磨时，研磨时间就可以逐渐缩短。研磨后的样品表面光亮且有细小的划痕，需要通过抛光来去除，EBSD 样品通常采用电解抛光的方法进行抛光，除了可以使样品表面抛光外最主要的是可以去除样品表面的残余应力，利于样品的观察和分析。研磨后的样品形貌如图 9 所示，从图 9 可见当用 2000# 砂纸研磨完后样品表面光亮如镜，反光效果好，可以很清楚的反射出周围物体的影像，但表面仍有细小的划痕。



图 9 研磨后的样品图

在光学显微镜下对研磨后的样品进行观察，光学显微镜下样品的形貌如图 10 所示，高温合金的网格状形貌清晰可见且表面有清楚的细小划痕，表面不是模糊与清楚的区域掺杂在一起，而是每个区域都很清晰，说明研磨后的样品表面平整，无磨偏的现象产生。若要样品表面无划痕存在，就要对样品进行抛光处理。

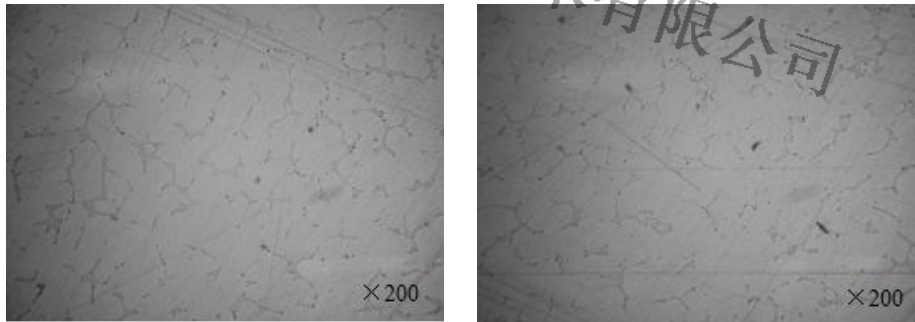


图 10 光学显微镜下样品的形貌图

### 第三步：样品的电解抛光

EBSD 样品进行电解抛光的主要目的是去除样品表面的残余应力同时降低表面粗糙度，普通的机械抛光不仅不会去除样品表面的应力还有可能带入新的机械应力。当在光学显微镜下观察样品表面细小划痕基本被消除时样品表面的抛光基本达到要求，但是否真正达到要求还要看样品在电镜下的标定率，样品标定的范围越大说明样品电解抛光的效果越好。若样品目测状态很好但在电镜下标定率很低说明电解抛光未达标，应重新对样品进行处理。样品电解抛光后在电镜下标定率低也可能与样品自身也有一定的关系，比如样品形变量太大、样品表面应力层没有被去掉等等，当样品的标定率不达标时应进行多方面的分析。

本实验中选用 VT30-2 型便携式电解抛光仪，该电解抛光设备小巧、质轻、便携，操作简单，具有电压和电流双显示屏，可以有多种使用方式。抛光液选用 90% 的酒精加 10% 的高氯酸溶液作为电解抛光液，选用不锈钢板做阴极板。当连接好电源后将电压调到 12V，用黑色电源线链接阴极板，用红色电源线连接试样，两者共同放到装有电解抛光液的烧杯中，二者之间要留有一定的距离，当电流面板显示有一定电流时说明电解液导电，抛光过程已经开始，不同材质的样品抛光时间有所不同，本实验所选用样品为镍基单晶高温合金，抛光时间一般 30s 便可达到要求。抛光后将样品清洗干净吹干就可以进行 EBSD 分析了。在对样品进行电解抛光时当看到烧杯中样品迅速变黄绿色等到表面有东西掉下时基本就可以达到要求了，这时便可以取出样品。样品进行电解抛光的过程如图 11 所示；



图 11 样品进行电解抛光的过程

将电解抛光后的样品用酒精清洗干净，然后放到光学显微镜下进行初步观察可见，经电解抛光后的样品表面形貌清晰，划痕已全部被抛光掉。说明所选用的电解抛光液适合该种材料样品的电解抛光，图 12 为电解抛光后的样品表面形貌图。对材料进行电解抛光时电解抛光液的选择是抛光成败的关键所在。

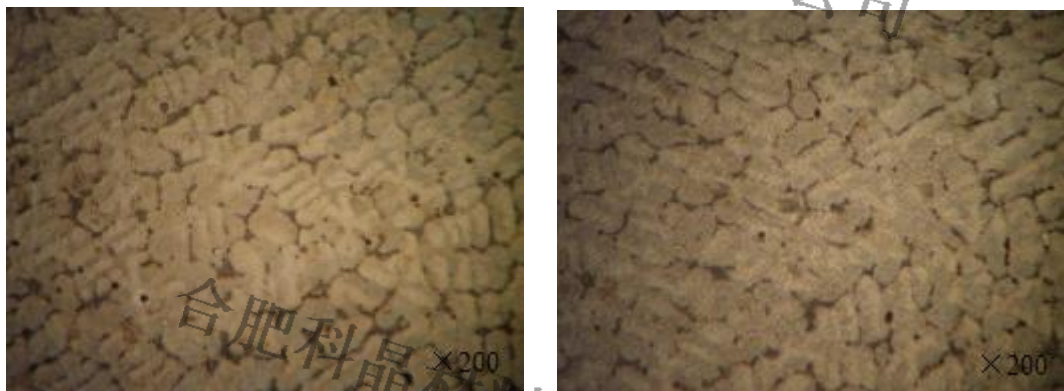


图 12 经电解抛光后的样品表面形貌

#### 参考文献

- [1] Dingley D J, Baba-Kishi K Z and Randle V. Atlas of Back Scattering Kikuchi Diffraction Patterns[M]. 1995 (Bristol: IOP).
- [2] Adam J S, Mukul K, Brent L A. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science [M]. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2001.
- [3] Dingley D J. A comparison of diffraction techniques for SEM[J]. Scanning electron microscopy, 1981, IV: 273-286.
- [4] V. Randle. Application of electron backscatter diffraction to grain boundary characterization[J]. International Materials Reviews , 2004 , VOL 49: NO 1.



- [5] Humphreys F. J. Review Grain and Subgrain Characterisation by Electron Backscatter Diffraction[J]. Journal of Science, 2001, 36:3833-3854.
- [6] 陈家光, 李忠. 电子背散射衍射在材料科学研究中的应用[J]. 理化检验-物理分册, Feb. 2000, 36(2):71-77.
- [7] Leszek Klimek, Bozena Pietrztk. Electron backscatter deffraction as a useful method for alloys microstructure characterization[J]. Journal of alloy and compounds, 2004, 382:17-23.
- [8] Angus J Wilkinson. A New Method for Determining Small Misorientation form Electron Back Scatter Diffraction Patterns[J]. Scripta Mater , 2001, 44: 2379-2385.
- [9] 李华清, 谢永生等. 取向成像电子显微术试样的制备[J]. 理化检验-物理分册, 2004, 40(12): 612-615.