

用三离子束切割仪制备适合于 EBSD 分析的 硬质金属合金样品

电子背散射衍射(Electron Backscattered Diffraction, 简称 EBSD)是可以做快速而准确的晶体取向测量的强有力的分析工具,并已在材料微观组织结构及微结构表征中广泛应用。扫描电子显微镜中电子背散射衍射技术已广泛地成为金属学家、陶瓷学家和地质学家分析显微结构及组织的强有力的工具。EBSD 系统中自动花样分析技术的发展,加上显微镜电子束和样品台的自动控制使得试样表面的线或面扫描能够迅速自动地完成,从采集到的数据可绘制取向成像图 OIM、极图和反极图,还可计算取向(差)分布函数,这样在很短的时间内就能获得关于样品的大量的晶体学信息,如:组织和取向差分析;晶粒尺寸及形状分布分析;晶界、亚晶及孪晶界性质分析;应变和再结晶的分析;相鉴定及相比计算等,如图 1 所示。

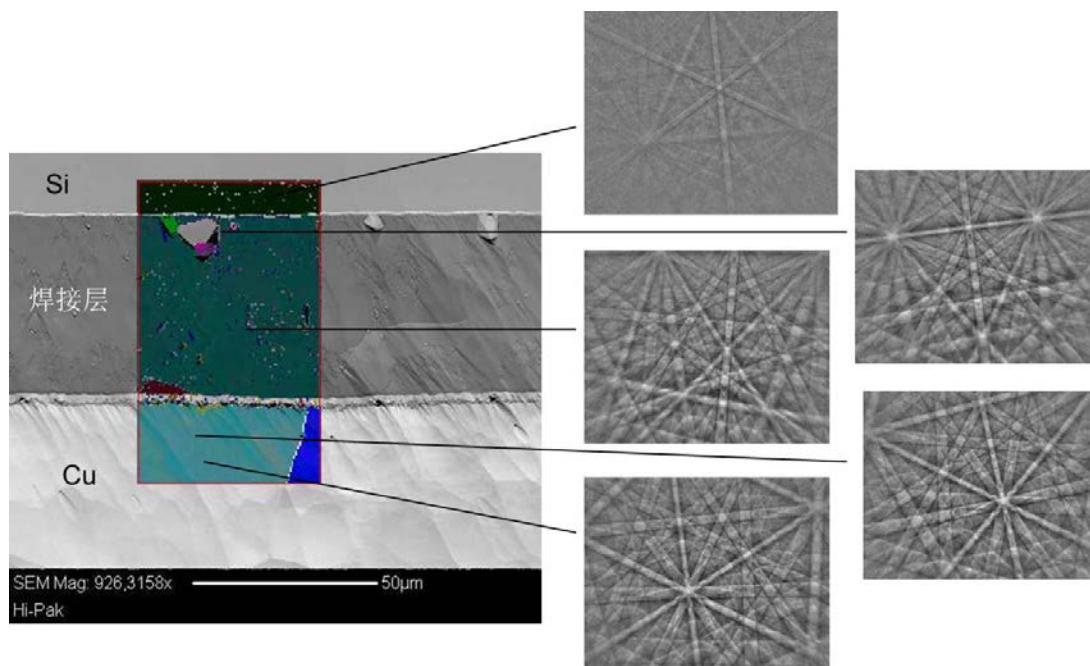


图 1. Si/焊接层/Cu/陶瓷的 SEM 图片及相应区域的晶体背散射电子衍射获得的菊池花样

由于 EBSD 花样产生信息的深度只有几个 nm(<~20nm), 样品制

备结果非常重要！任何表面样品的晶格受到破坏，都将使 EBSP 变弱或受阻。传统的样品制备技术易使晶格产生变形，导致不好的 EBSP 图像。EBSD 对晶体缺陷非常敏感，所以样品制备过程中必须消除任何表面缺陷。一个制备良好的样品是获取优质衍射花样的首要条件。样品表面必须足够光滑，以避免在样品的衍射图样上形成阴影。与 EBSD 技术配合使用的技术包括：对于金属和绝缘体而言，先在导电树脂上镶嵌，然后机械研磨，金刚石抛光膏抛光，最后使用硅溶胶抛光。对于金属而言，先在导电树脂上镶嵌，然后机械研磨，金刚石抛光膏抛光，最后使用电解抛光。对于脆性材料，如陶瓷和地质材料，断裂表面往往可以直接用 EBSD 观察。对于不能用传统金相处理的材料，如锆和锆合金，需要进行离子减薄。带聚焦离子束的扫描电镜——可以用来制备原位 EBSD 样品。微电子原件可以用等离子体刻蚀。对于不导电样品，可以在样品表面沉积一层与进行 X-射线能谱分析类似导电薄膜。这种沉积层必须非常薄——如 2 至 3 纳米厚的碳或者金/钯，否则无法获得衍射花样。这种情况下，可能需要加大电子加速电压以穿透导电层。当样品在 EBSD 实验中是倾斜的，或者在环境和低真空扫描电镜时，导电沉积层可以减薄。

用 EM TIC 3X 为 EBSD 分析制备样品的优越性：简单易用；使操作干预时间降至最低（低至几分钟）；完美的制样结果。下图以 Al-Mg-Si-Hf 合金为实例介绍用 EM TIC 3X 为 EBSD 分析制备样品的优点。Al-Mg-Si-Hf 合金中 Si 的含量约为 7%，经锻造后，有大量较大的 Si 颗粒析出。由于 Si 相对较硬，而其它组分较软，经机械抛光后形变较大，也无法进行有效的 EBSD 分析，如图 1 所示。经过离子束切割之后的样品，表面平整光滑，无应力作用在 Si 颗粒上，这样的样品非常适用于 EBSD 表面分析。

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

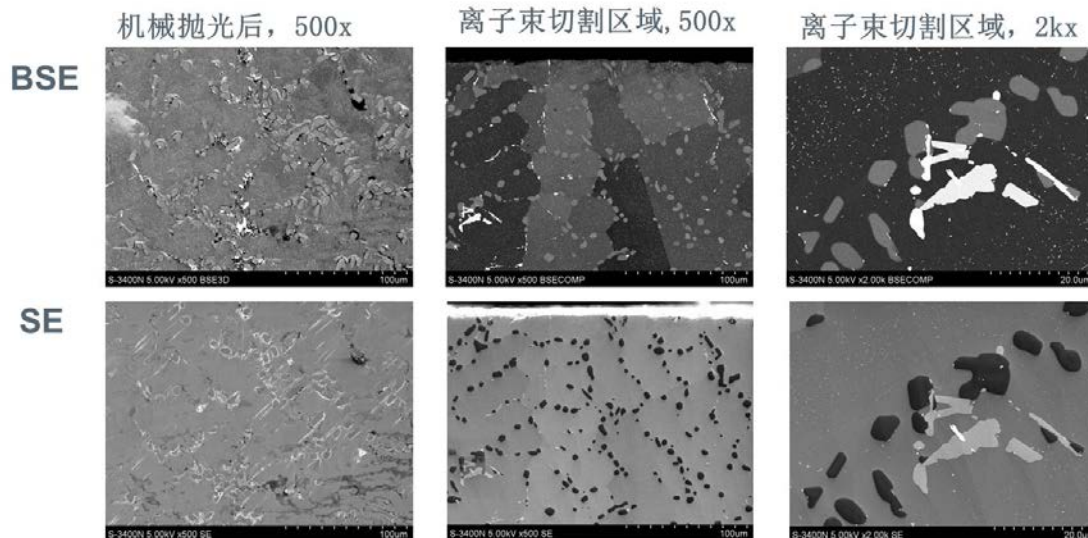


图 1. 机械抛光与离子束切割后的 Al-Mg-Si-Hf 合金在 BSE 和 SE 电镜观察下的相貌

图 2 所示为电解抛光和离子束抛光后的合金在进行 EBSD 分析时，定标率的对比。标定时选用标准为铝，由于大体积的硅颗粒存在，会很大程度上影响标定率。采用电解抛光的样品标定率只有 47.22%，由于硅颗粒跟铝基体的硬度差别较大，电解抛光时不同材料的腐蚀速度和深度差很大，所以很难使样品抛的很平整。采用离子束切割制备的样品标定率达到 77.76%，非常高！

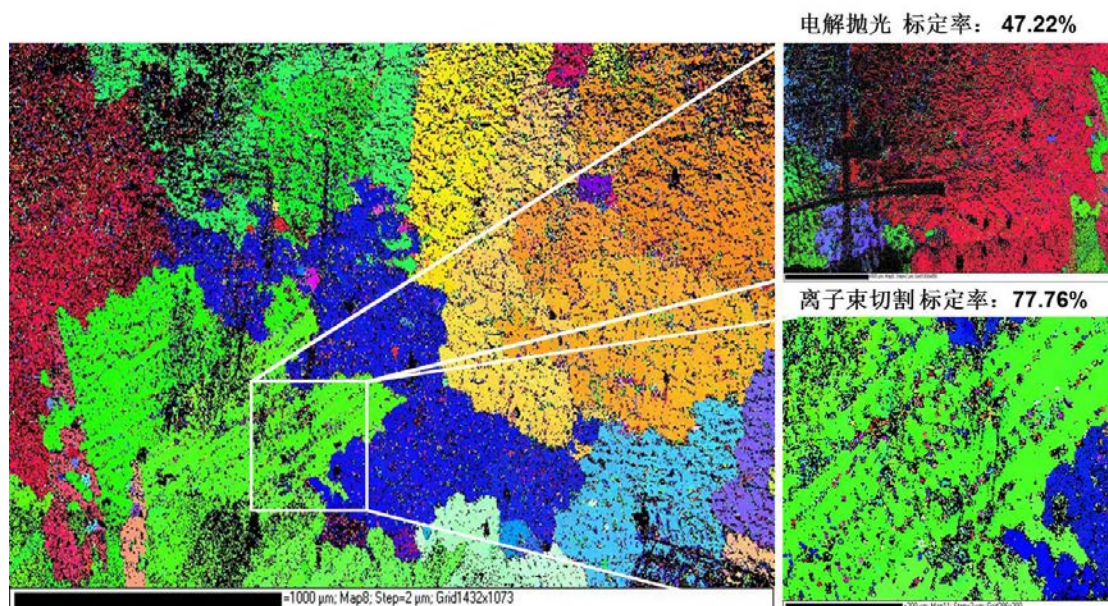


图 2. 电解抛光与离子束切割后的 Al-Mg-Si-Hf 合金的 EBSD 定标率对比