

# **EBSD样品制备**

**1.样品制备要求及问题**

**2.常用样品制备方法**

**3.特殊的样品制备方法**

**4.应用举例**

# 主要内容

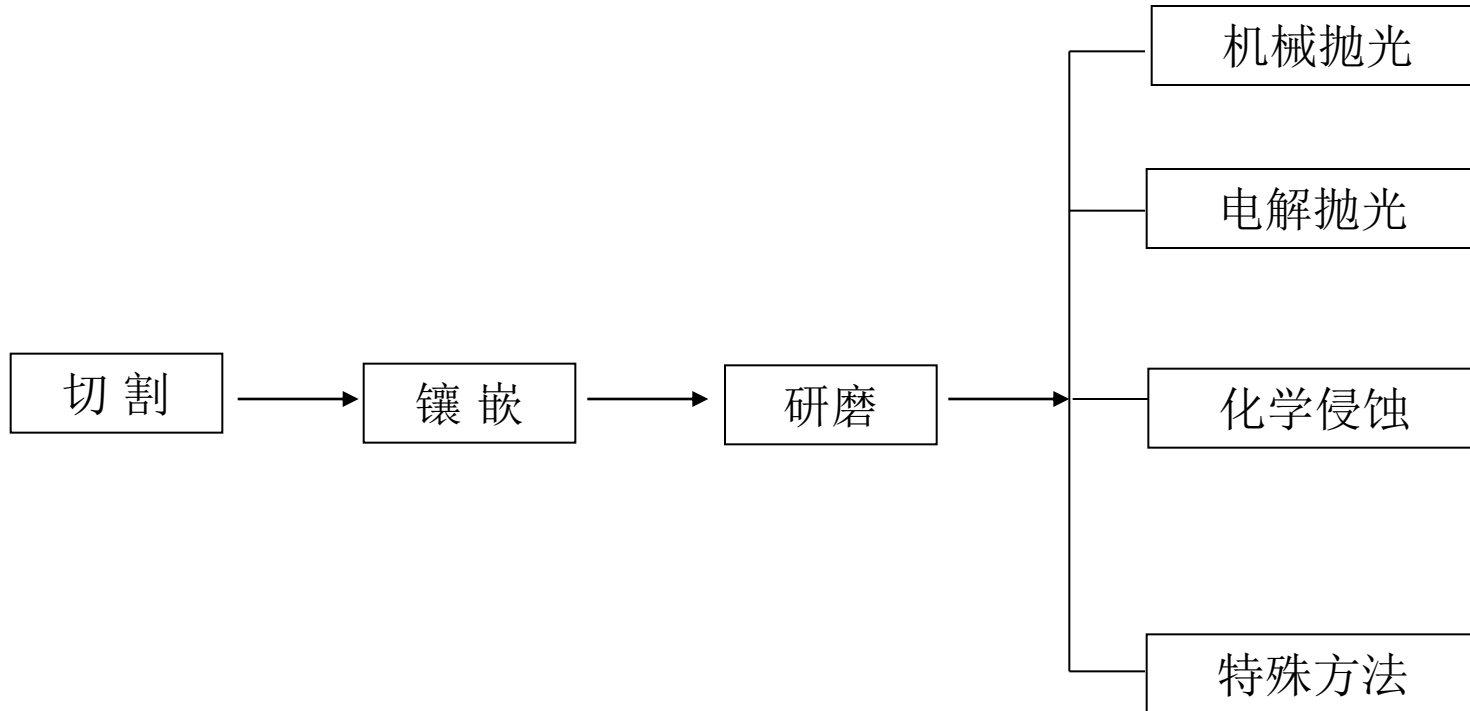
**1.样品制备要求及问题**

**2.常用样品制备方法**

**3.特殊的样品制备方法**

**4.应用举例**

# ■EBSD样品制备流程



# 常用的切割设备



带条切割机

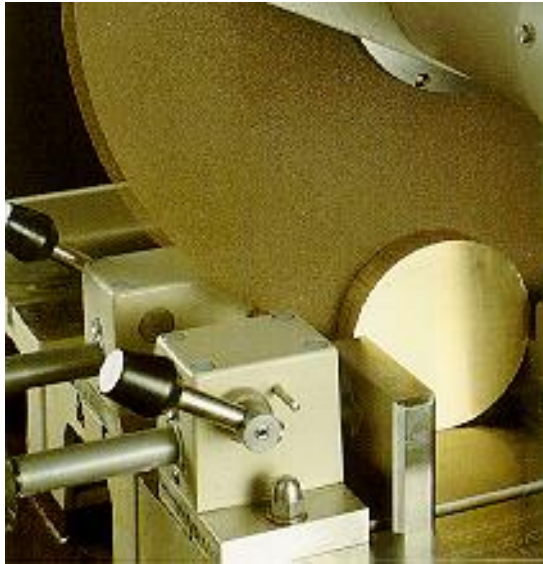


高速切割机



低速金刚石切割机

# ■样品的切割和截面的获得



- 避免发热或破坏组织
- 不合适的切割方式会给样品带来不可恢复的损伤
- 根据切割样品材料的不同选择不同的切割方式
- 切割中带来的破坏会影响EBSD质量



好的切割表面



热损伤后的表面



切割砂轮的选择很重要

# ■选择合适的切割砂轮片

- 有色金属，较软的及耐磨的材料，硬度 **Hv 30-400**

**Silicon Carbide (SiC)**，胶木粘结

- 钢铁类，硬度 **Hv 80 - 850**

**Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**，胶木粘结

- 非常硬的钢铁类材料 **Hv 500 - 1400**

**Cubic Boron Nitride (立方氮化硼)**

- 烧结的碳化物、陶瓷 **Hv 800 - 2000**

**Diamond (金刚石)**，胶木粘结

- 矿物、陶瓷、易碎材料 **Hv 800 - 2000**

**Diamond (金刚石)**，镶嵌在金属砂轮片上



根据厂家提供的指导手册  
选择合适等级的砂轮片、  
润滑剂及切割条件

# ■样品的镶嵌

## 热镶



- 通常推荐使用热镶方式
- 较高的温度和压力 (200°C & 50kN).

粘结材料的选择:

- 较容易磨掉
- 稳定及容易粘结样品,
- 真空下稳定
- 最好能导电



热镶后的样品

# ■样品的镶嵌

## 冷镶



- 针对不适合热镶的材料
- 较低的收缩和高的硬度
- 真空下稳定
- 通常使用环氧树脂
- 镶嵌后试样内埋覆导电材料或者喷镀导电介质



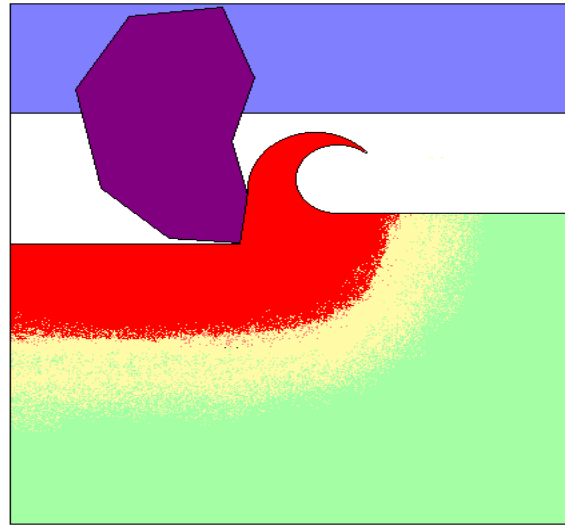
冷镶后的试样



## ■平面磨削



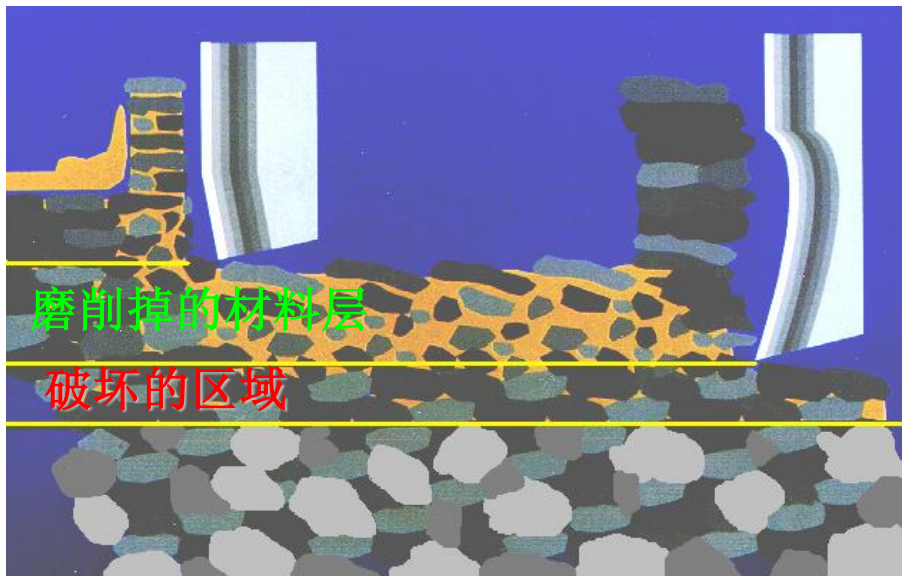
磨削砂轮



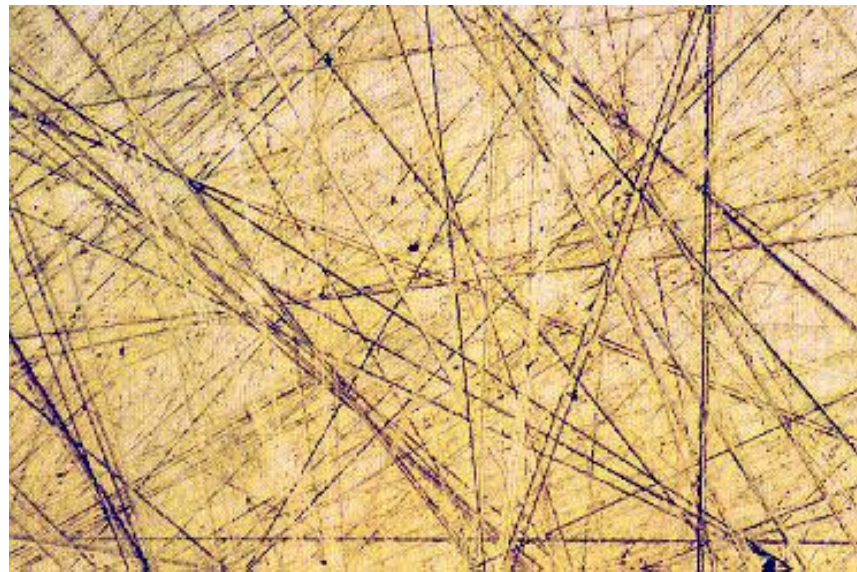
破坏的区域

- 平面磨削直到所有试样表面平整
- 磨削工具可根据材料选择
- 选择磨削介质类型及粘结方式很重要

# 精磨



精磨/抛光时磨削示意图

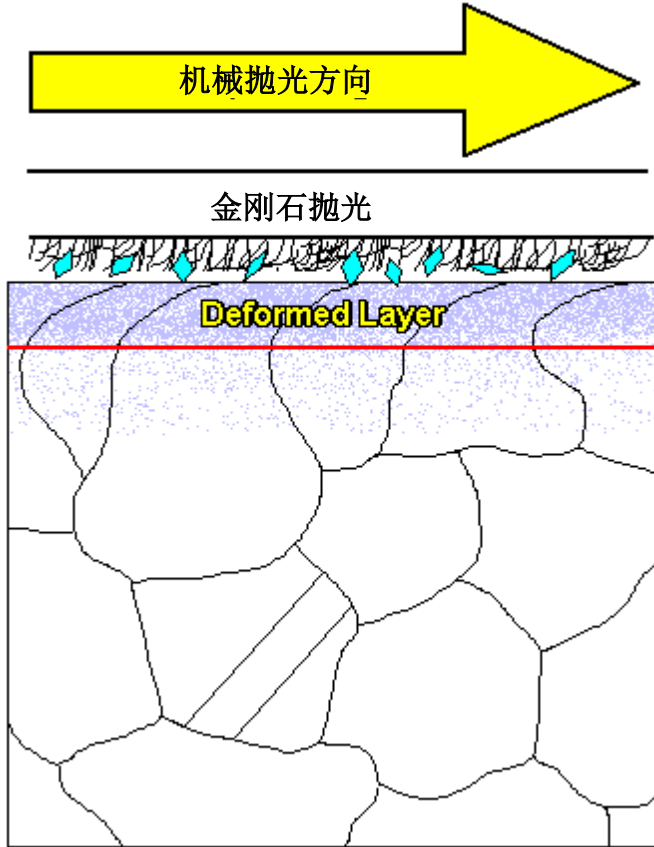


粗大的划痕表明试样还需精磨

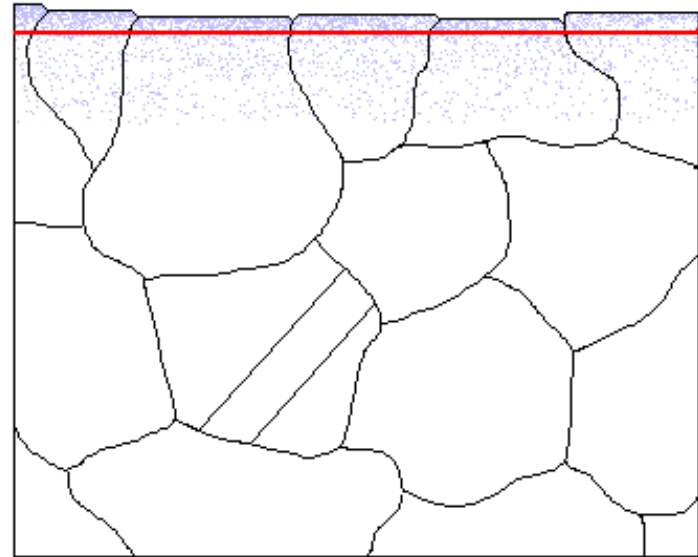
- 每个阶段的精磨应该去除掉上个工序所留下的划痕
- 每个阶段完成的时候都需要在光镜下检查试样质量

# 抛光

抛光是研磨的延伸，研磨剂黏附在抛光布之上



金刚石抛光可能会留下残余应力或者破坏试样



# ■ 抛光介质的选择

氧化物悬浮液适合大部分材料的抛光

氧化铝基的抛光液

- 适合于大多数材料
- 浮雕现象轻

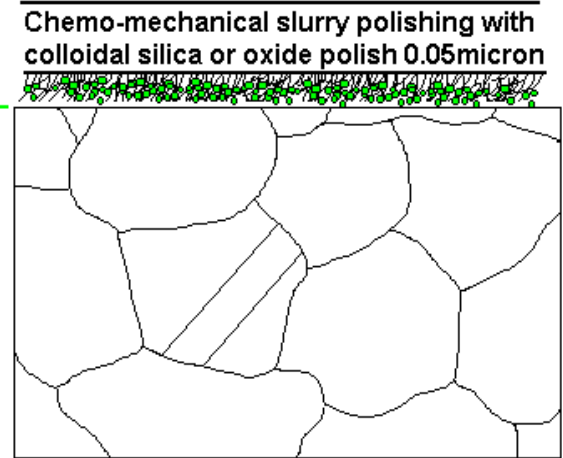
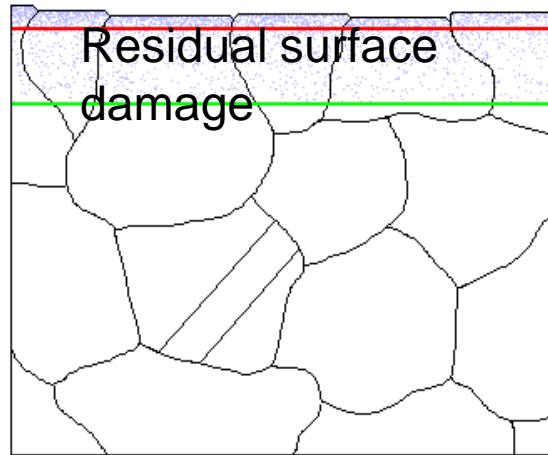
石英硅乳胶体

- 化学-研磨共同作用
- 非常适合有色金属、延展性好的材料及陶瓷材料
- 浮雕现象轻
- 在抛光的同时还起着研磨的作用

# 针对EBSD所做的最终抛光

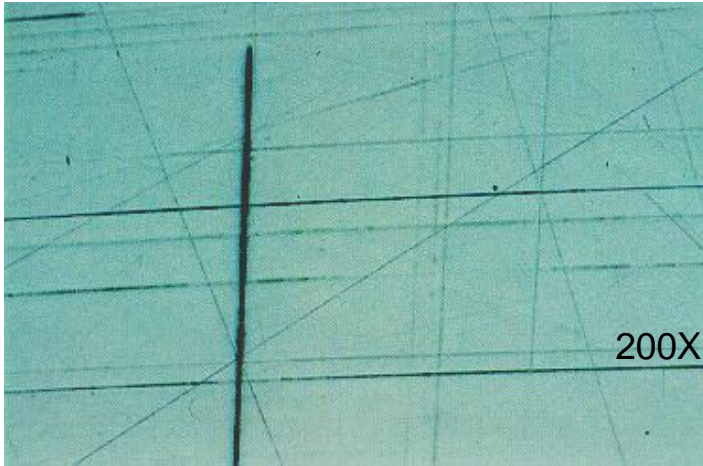


- 通过化学-机械抛光方式可以有效去除金刚石抛光过程中带来的残余应力及试样破坏
- 虽然其它的氧化物抛光剂抛光效果不错，但是硅胶体是个非常不错的抛光介质





# 机械抛光带来的试样表面的缺陷

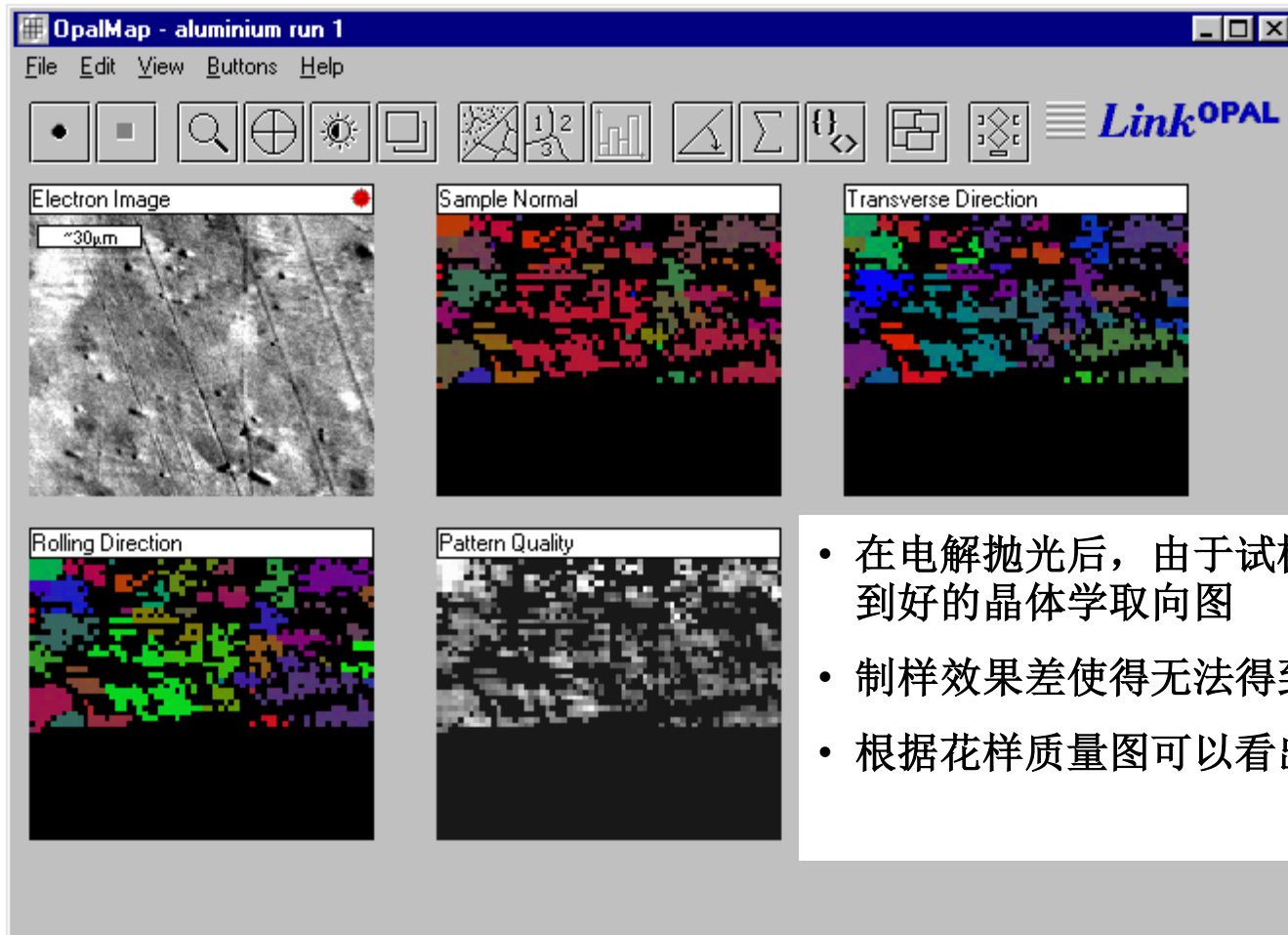


- 即使在金刚石机械抛光后仍然能观察到精磨所留下的划痕
- 在精磨及机械抛光后仍能观察到粗抛时留下的粗大划痕
- 重新精磨及机械抛光

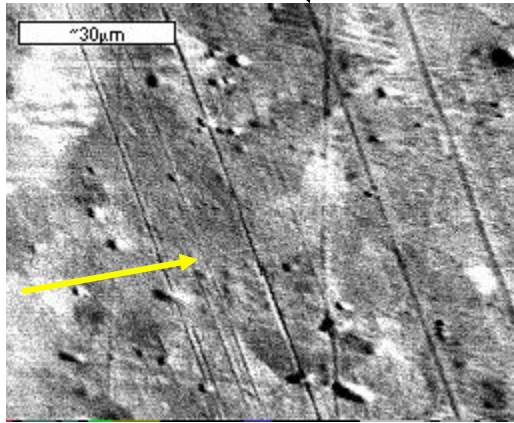


- 抛光效果好的试样表面
- 在微分干涉差显微镜下 (DIC)  
观察到的试样表面的划痕
- 有可能是金刚石抛光是留下

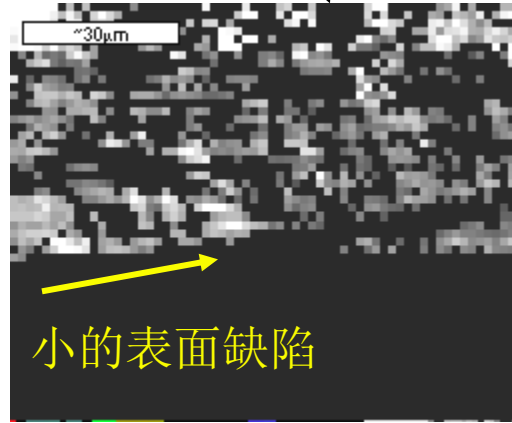
# 试样制备时带来的损伤对EBSD标定的影响



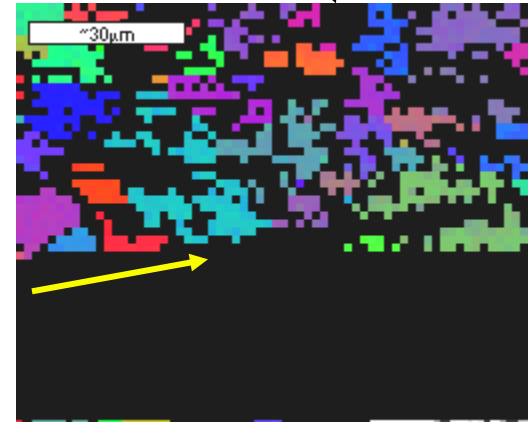
# 划痕



二次电子像



花样质量图



晶体取向图



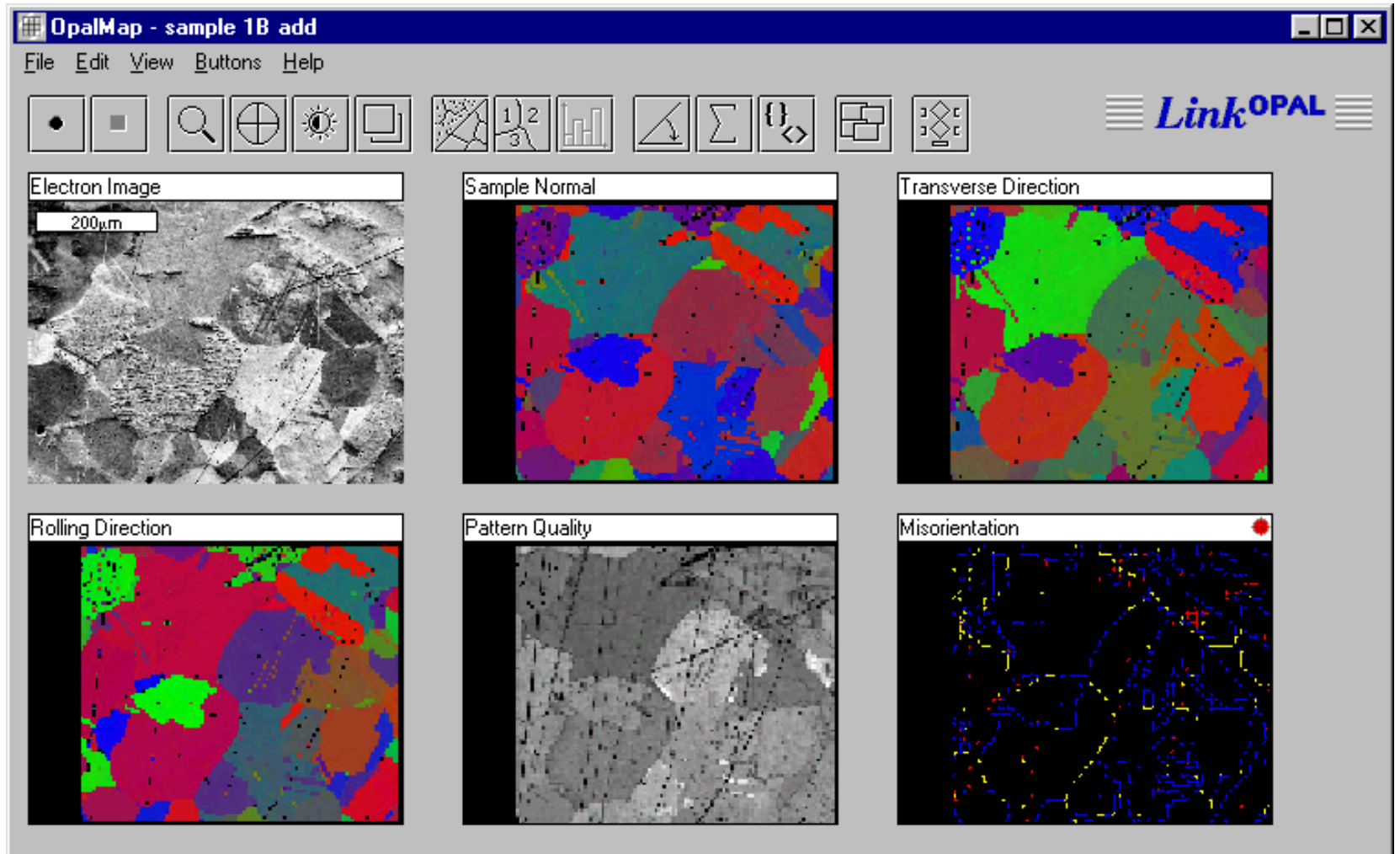
•可以在二次电子像及花样质量图中清晰的观察到表面划痕



- 在二次电子图像里面并不清楚的小的表面划痕在花样质量图里面非常清楚
- 因此需要选择合适的材料及工艺避免小的表面缺陷



# 表面缺陷



纯铜的研磨和抛光划痕

## ■EBSD样品基本要求

- ☺ 表面平整、清洁、无残余应力
- ☺ 导电性良好
- ☺ 适合的形状及尺寸

## ■样品制备常见问题

- ☹ 得不到较好的菊池花样
- ☹ 表面凹凸不平
- ☹ 导电性差

# 主要内容

1.样品制备要求及问题

2.常用样品制备方法

3.特殊的样品制备方法

4.应用举例

## ■ 常用的制备工艺

### ◆ 机械方式

机械抛光

### ◆ 化学方式

化学侵蚀，电解抛光

## ■ 各种制样方式利弊

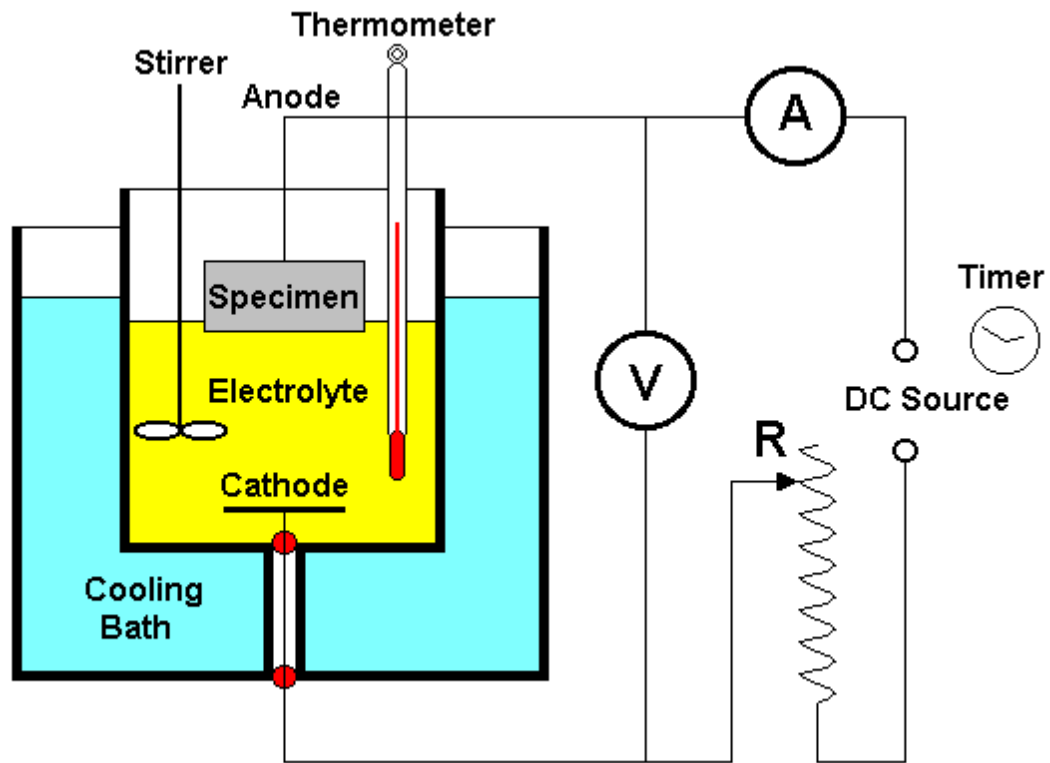
### ◆ 机械抛光

方便，快捷，试样表面破坏，存在残余应力

### ◆ 电解抛光

方便，最常用，但抛光工艺（抛光液配方、参数）摸索需要较长时间

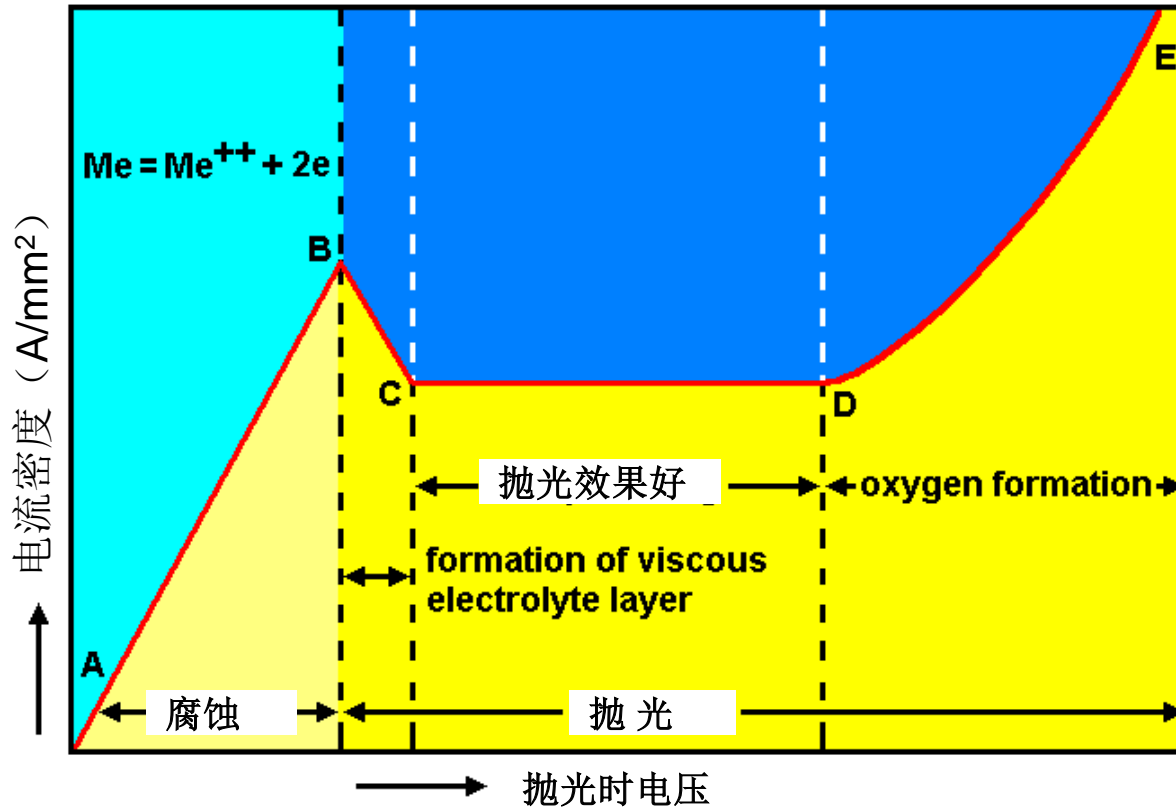
# 电解抛光



电解抛光示意图

- 抛光和侵蚀
- 导电材料
- 直流电
- 需要控制温度
- 电压过高时需注意安全

# 电解抛光的特点



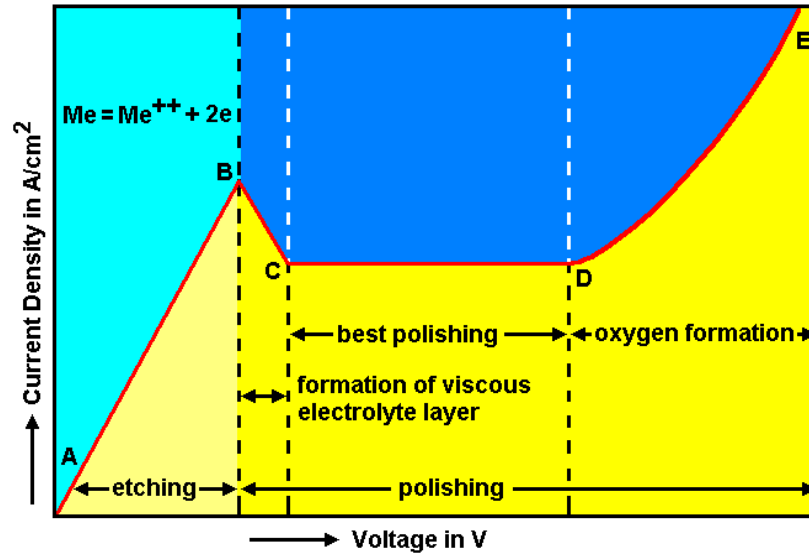
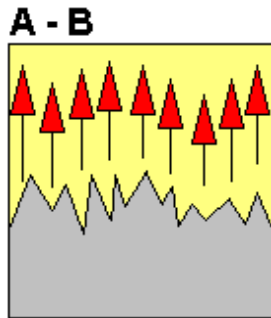
影响抛光效果的因素

- 电解液成分
- 溶液温度
- 搅拌
- 电解面积 (影响电流密度)
- 电压

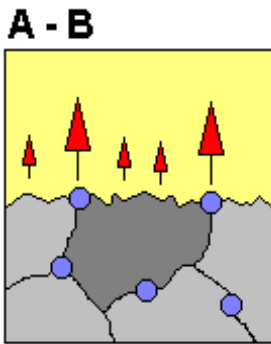
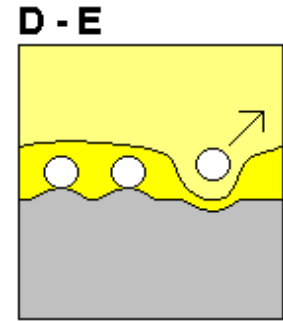
根据不同抛光液组成不同, 此时间-电流曲线并不完全相同.

# 不同阶段电解抛光样品表面的变化

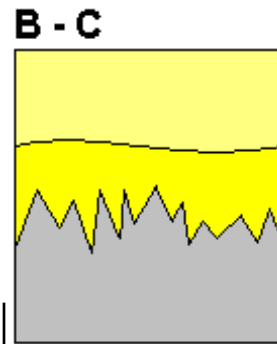
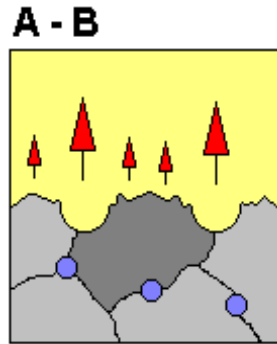
阳极溶解促使电解发生



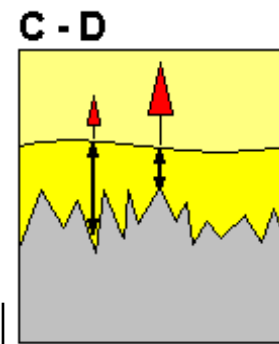
氧气泡会在试样表面形成凹坑



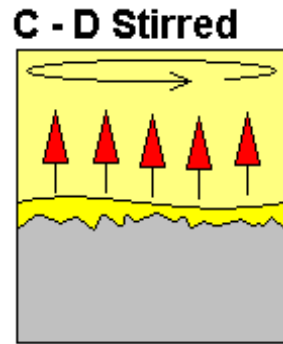
夹杂物周围基体发生电解反应



形成不同的  
电解层厚度



反应不均匀



搅拌促使反应加剧

# 电解抛光的利弊

## 有利因素:

- 迅速，快捷
- 可重复
- 操作人员不需要太多的培训
- 无机械变形
- 可自动化

## 不利因素:

- 并不适合于所有金属
- 抛光不均匀或者形成凹坑
- 边缘被腐蚀
- 抛光区域有限
- 抛光能力有限
- 电解液有毒
- 比较难找到合适的抛光工艺



# ■ 试样制备方式的选择

## ◆ 简单方便

## ◆ 根据材料选择

### □ 金属材料

机械抛光+化学侵蚀 硬度较高、原子序数大

机械抛光+电解抛光 纯金属/第二相细小的合金

### □ 脆性材料

机械抛光, 推荐石英硅乳胶(**Colloidal silica**)

### □ 复合材料

特殊的制备方式

## ■ 小尺寸样品的处理

### ◆ 镶嵌法

- 电木热镶
- 环氧树脂冷镶
- 导电的镶嵌材料

### ◆ 电镀法

- 电镀Cu, Ni或者其它金属材料

## ■ 导电性差样品的处理

### ◆ 镀金, 喷碳

# 主要内容

1.样品制备要求及问题

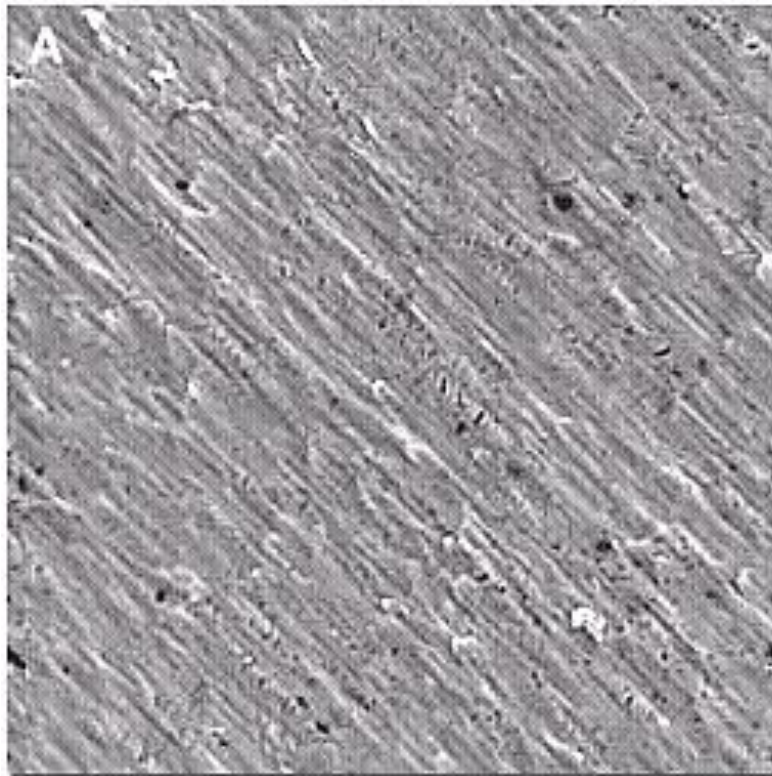
2.常用样品制备方法

3.特殊的样品制备方法

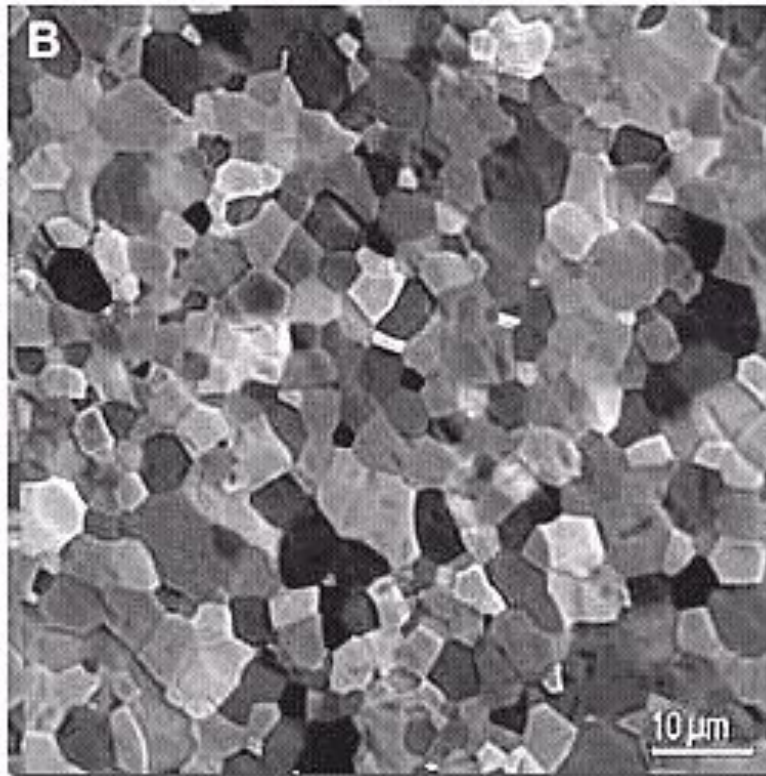
4.应用举例

# ■ 离子轰击

钛合金试样的制备



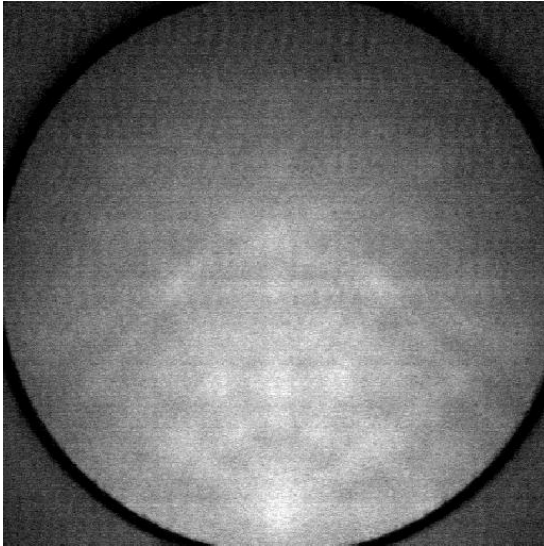
机械抛光后



离子轰击后

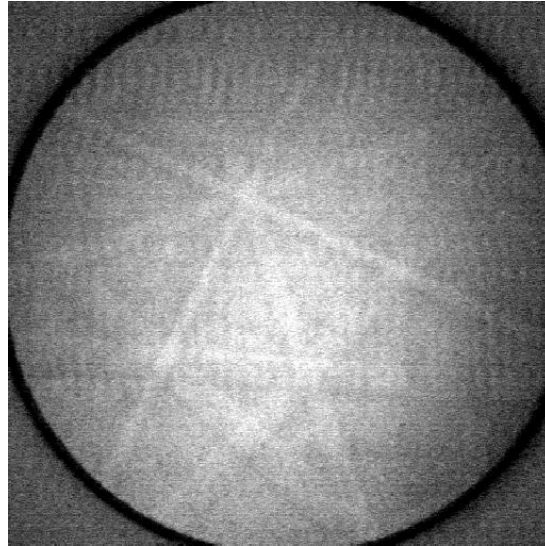
model 682 Gatan PECS

## 经电解抛光使用离子束轰击后花样质量对比



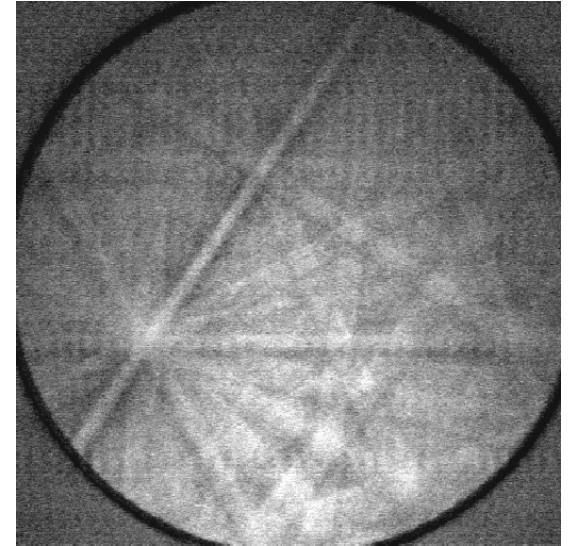
### 钛合金基体

- 机械抛光
- 电解抛光



### 钛合金第二相

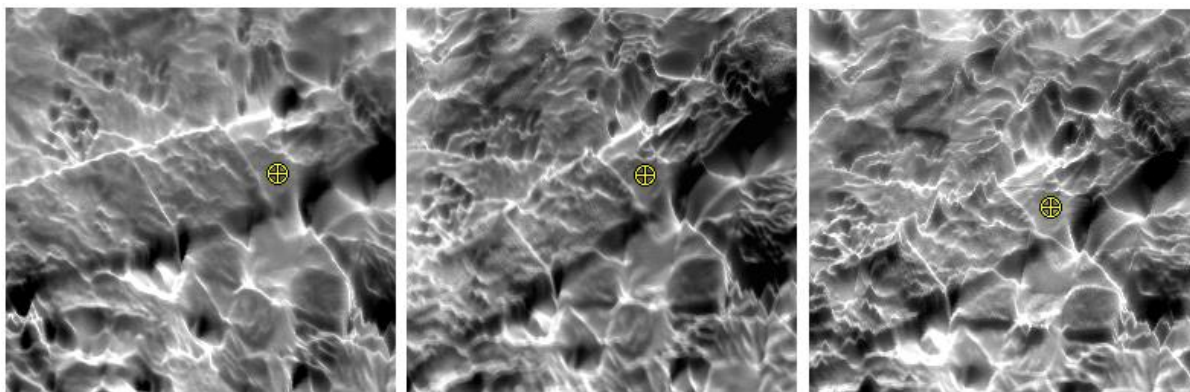
- 机械抛光
- 电解抛光



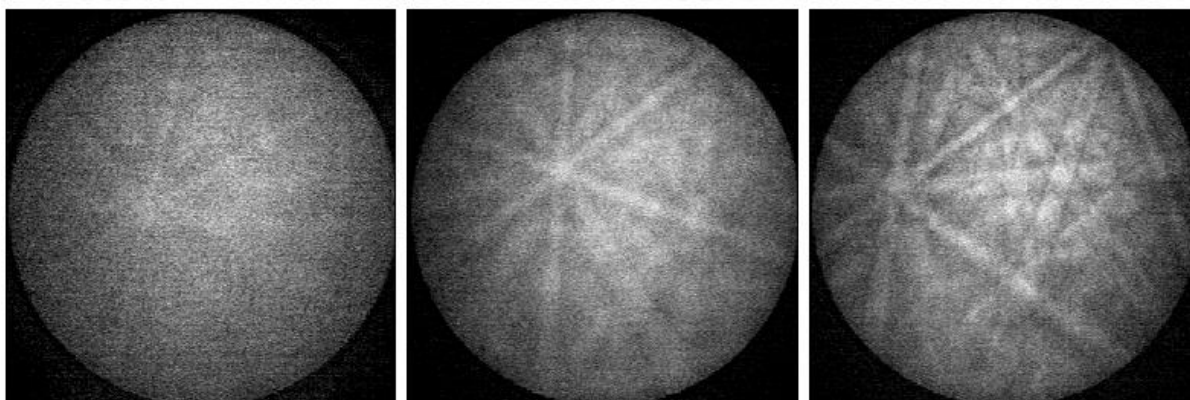
### 离子束轰击后

Gatan Model 691 Precision Ion Polishing System (PIPS)

离子束轰击条件： 1mA ion beam at 6kV, 60deg. 旋转



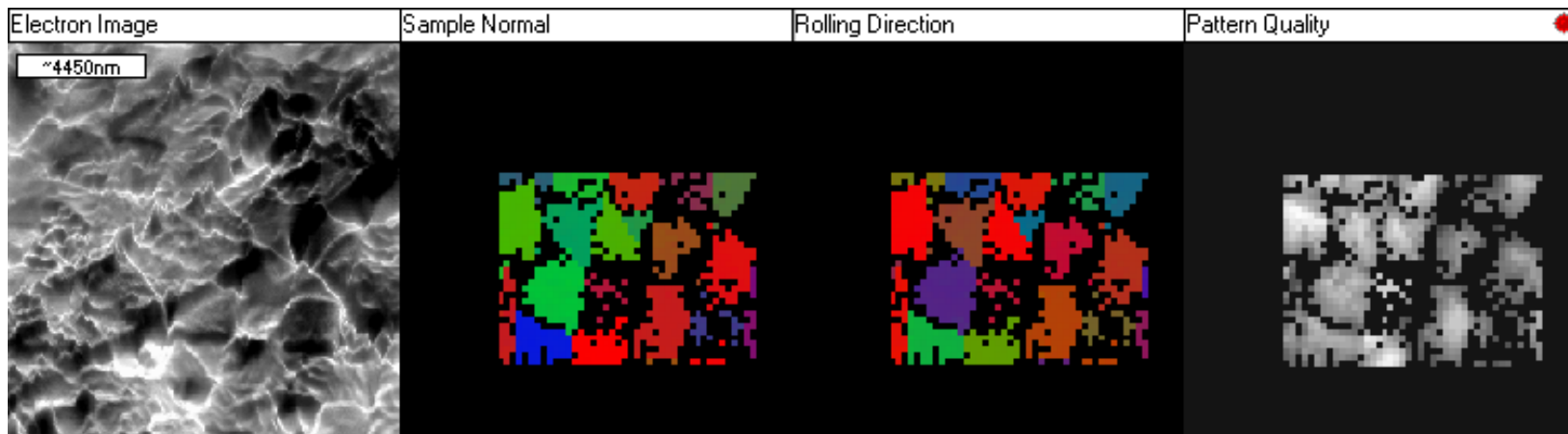
- 花样质量增加
- 随时间增加花样质量增加
- 试样表面逐渐被剥蚀



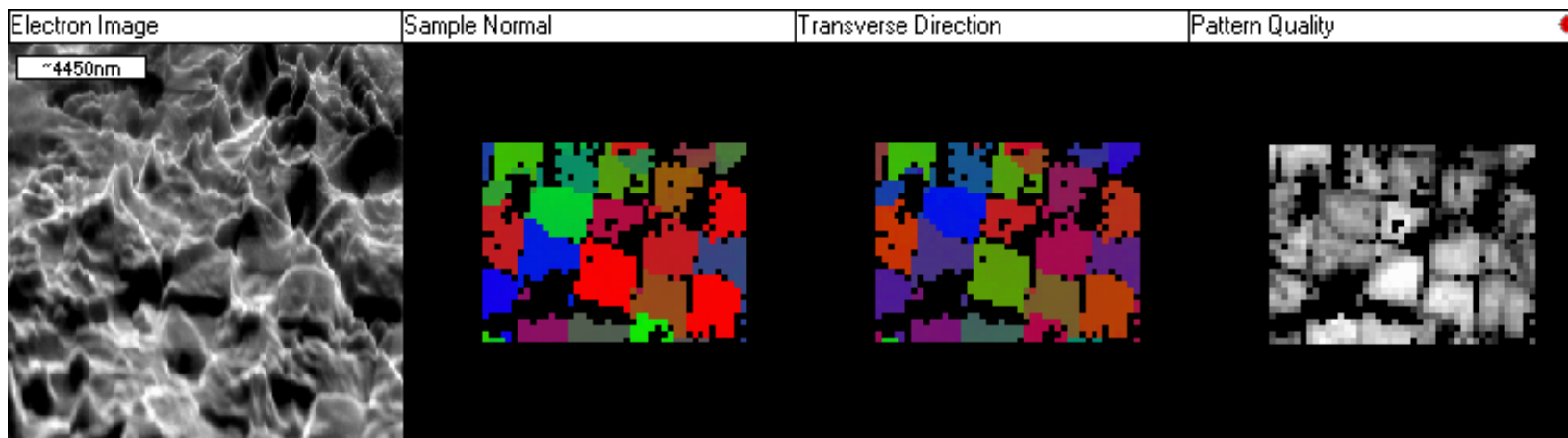
Zero ion milling

5 minutes

15minutes



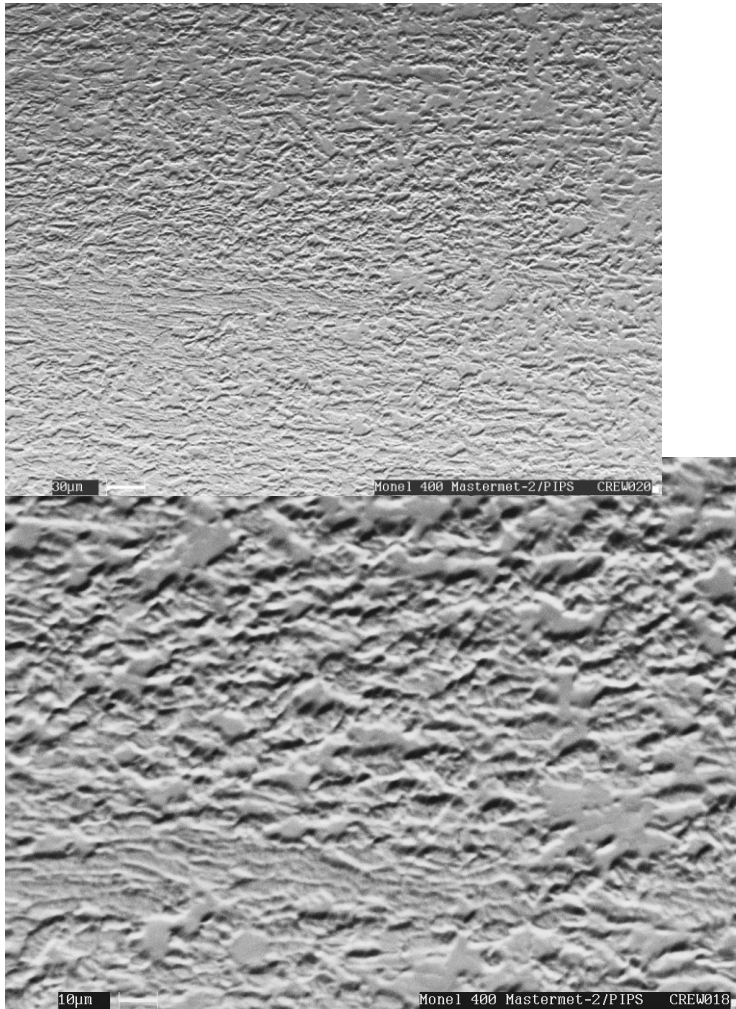
15 分钟



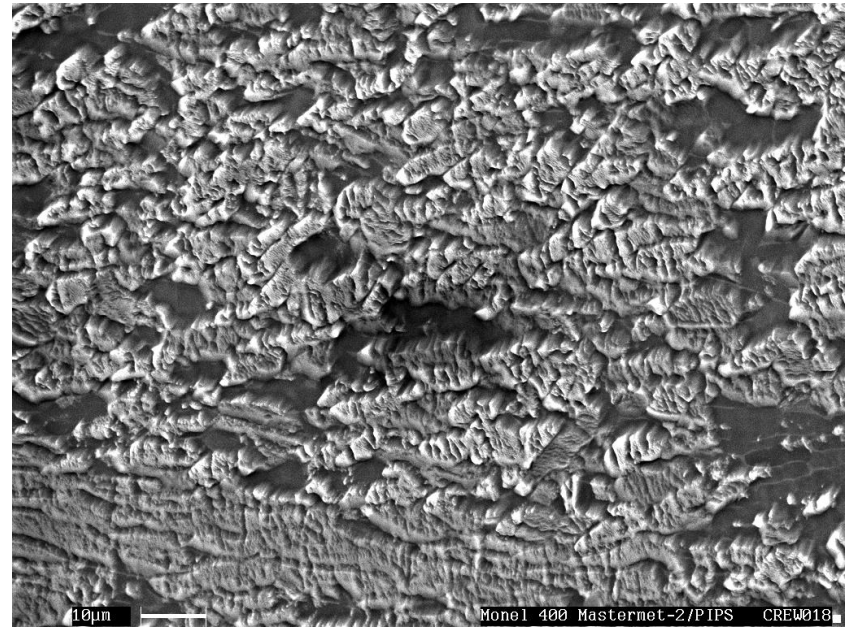
25 分钟



# 表面质量



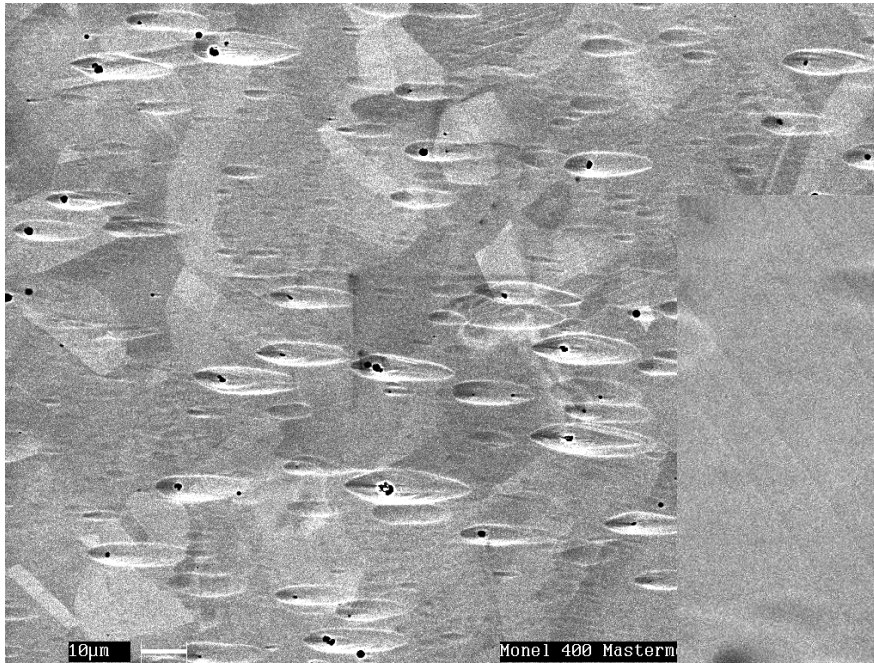
离子束轰击1个小时后



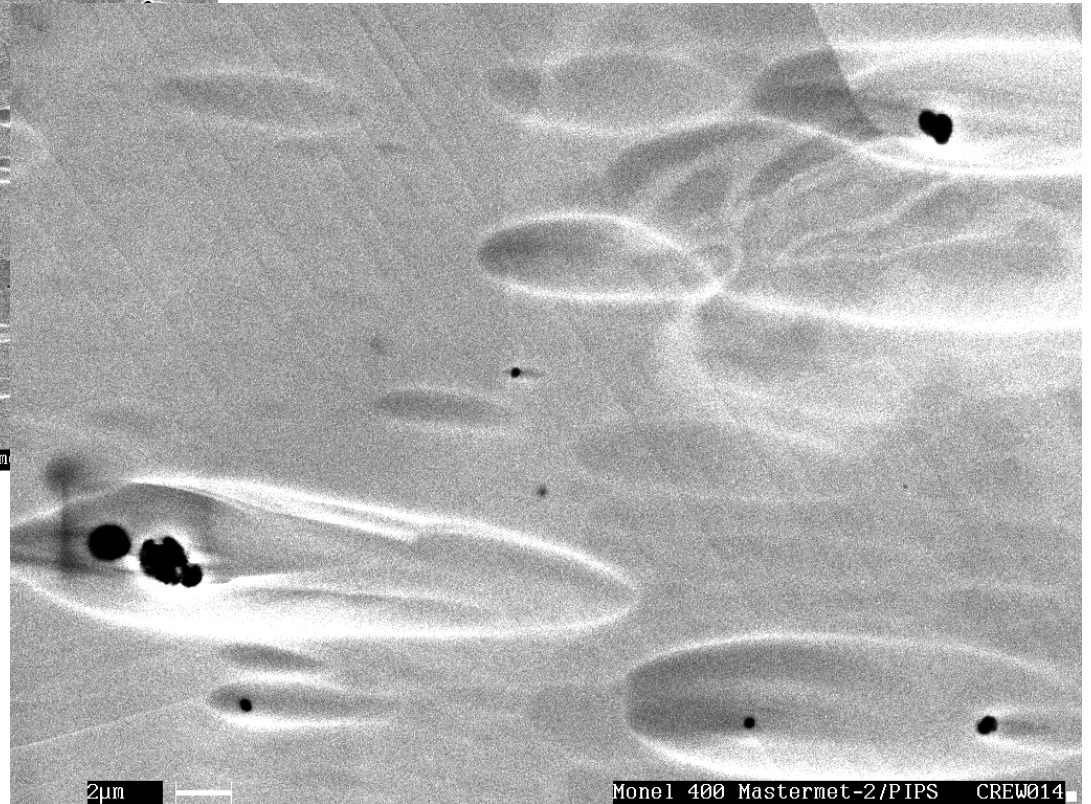
离子束轰击时间过长后试样表面



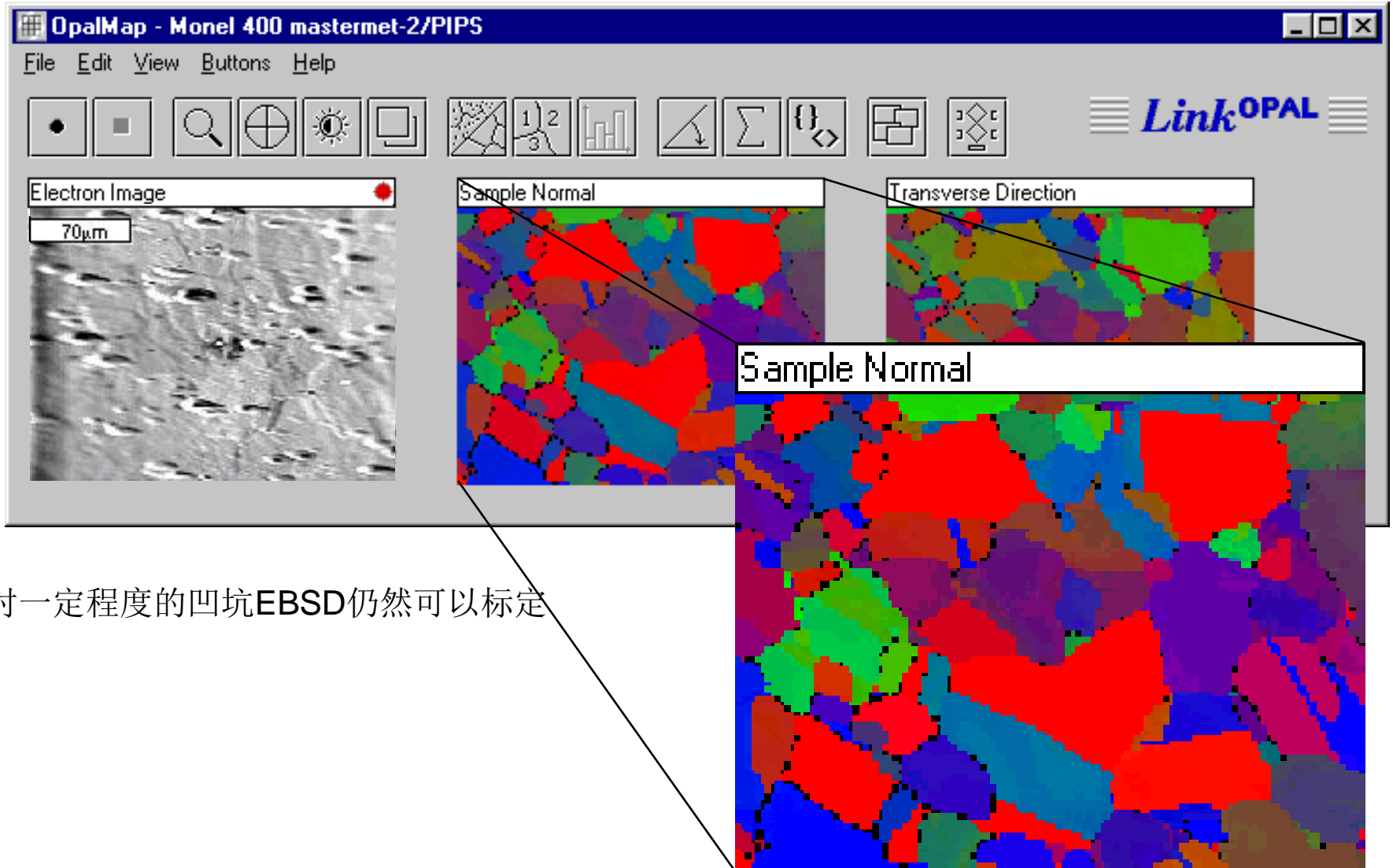
Monel sample (蒙乃尔铜-镍合金)



离子束轰击过程中试样不旋转，使得试样表面出现凹坑



# 形成凹坑后试样标定



对一定程度的凹坑EBSD仍然可以标定

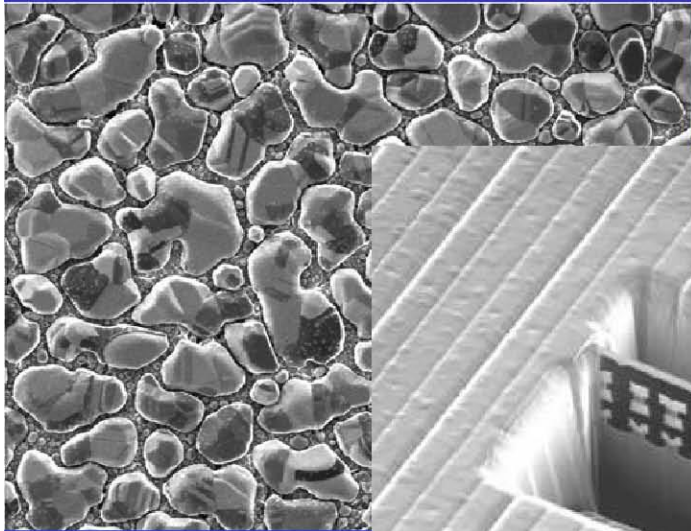
## ■ 聚焦离子束(FIB)



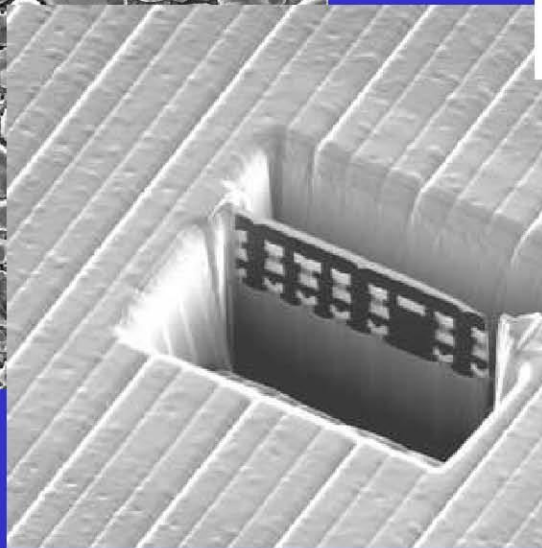
- FIB主要功能：  
形貌观察  
微区刻蚀  
微沉淀



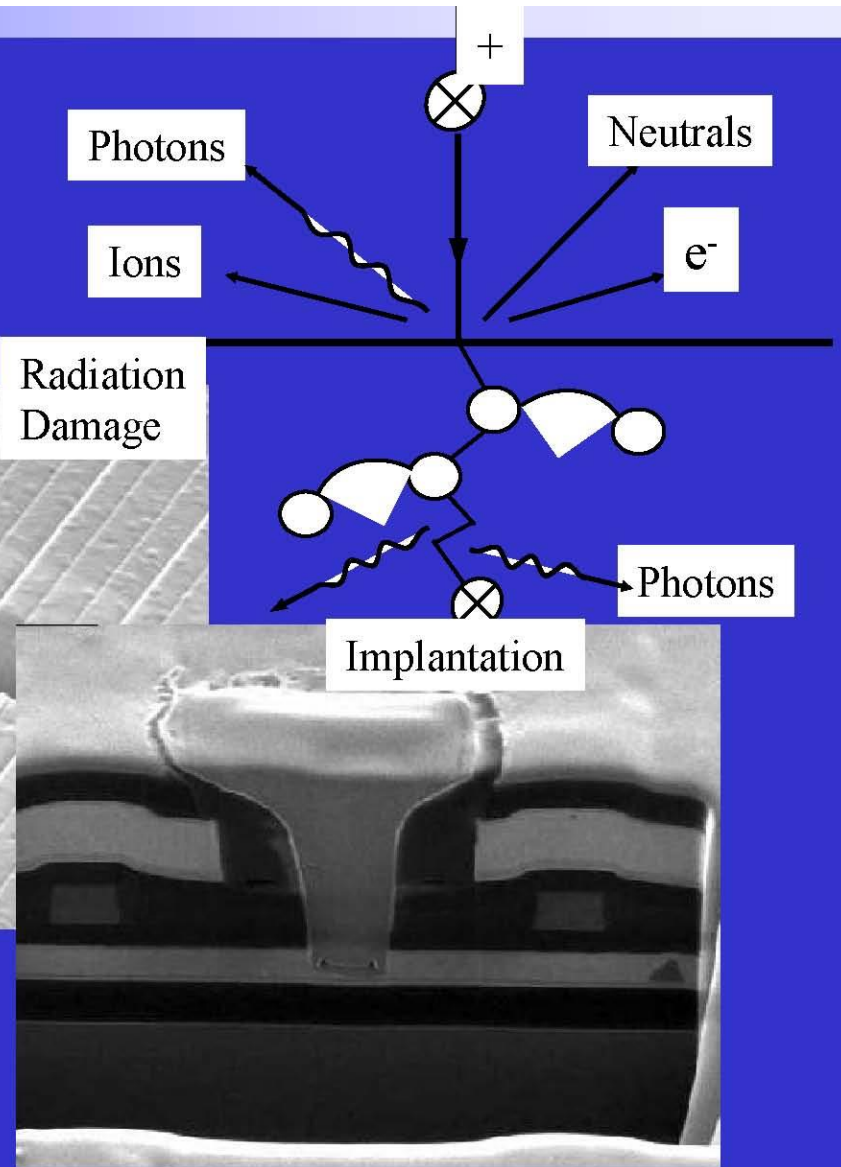
# FIB主要功能



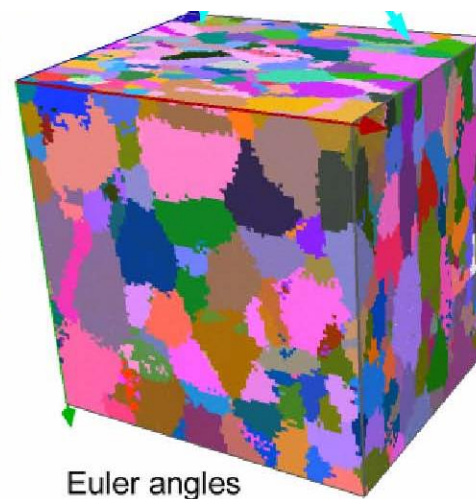
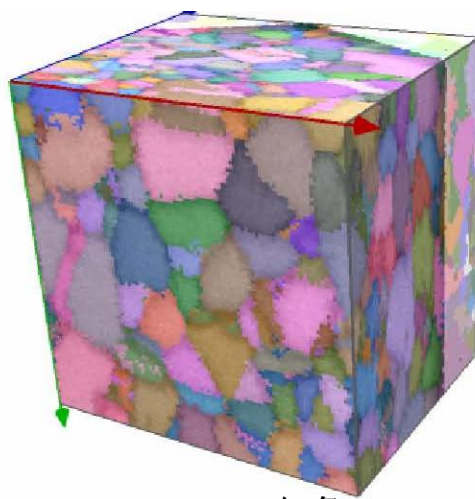
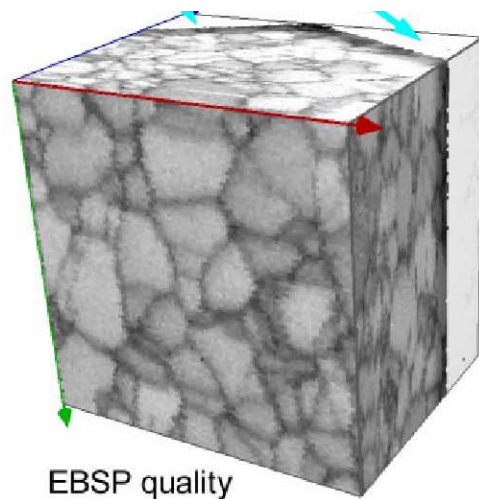
形貌观察



微区刻蚀



# 钛合金的三维 EBSD 标定



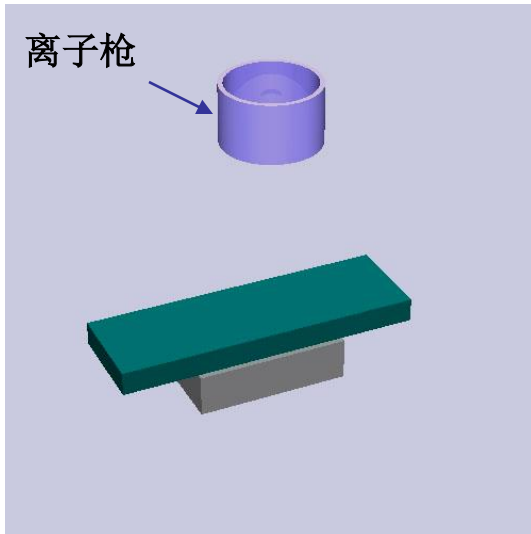
# Cross Section Polisher (截面抛磨机)

Ar  
离子束加工

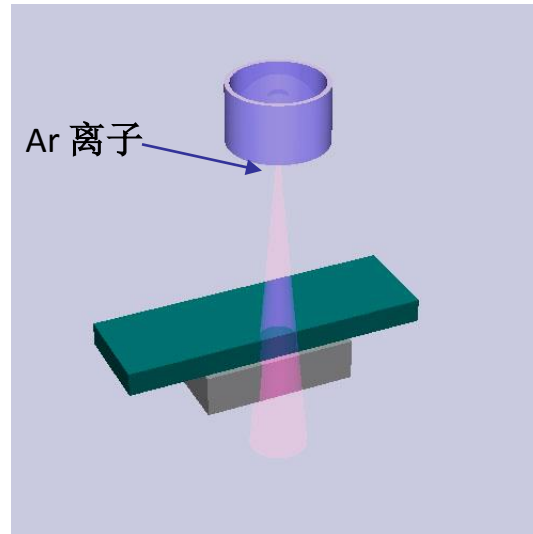


- 2003年发展起来
- 为EPMA  
SEM/EDS  
AES试样的制备提供了方便

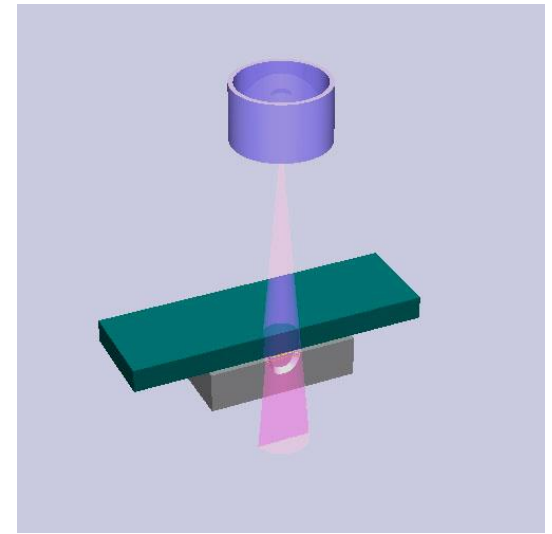
# 使用Ar<sup>+</sup>离子枪刻蚀



关闭样品室抽真空  
电子枪关闭



启动电子枪

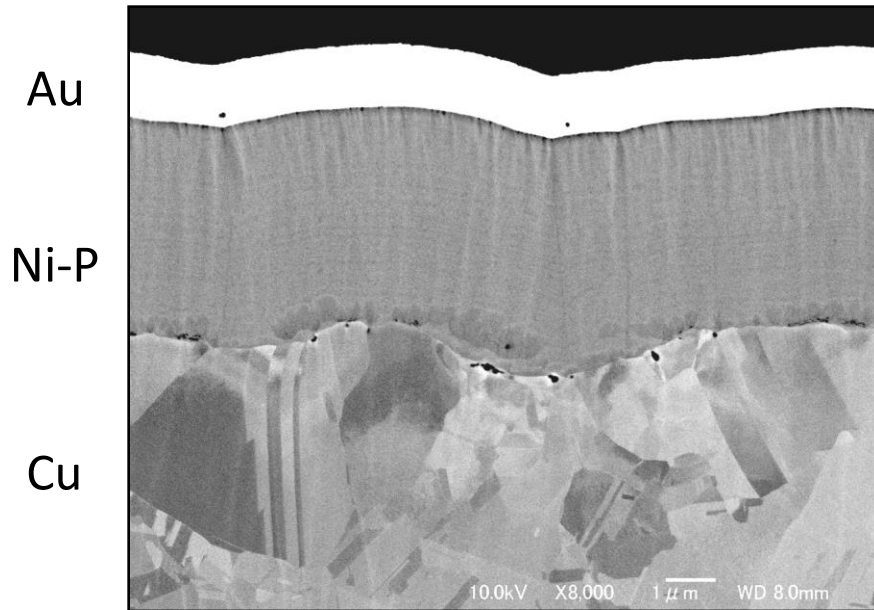


刻蚀试样表面

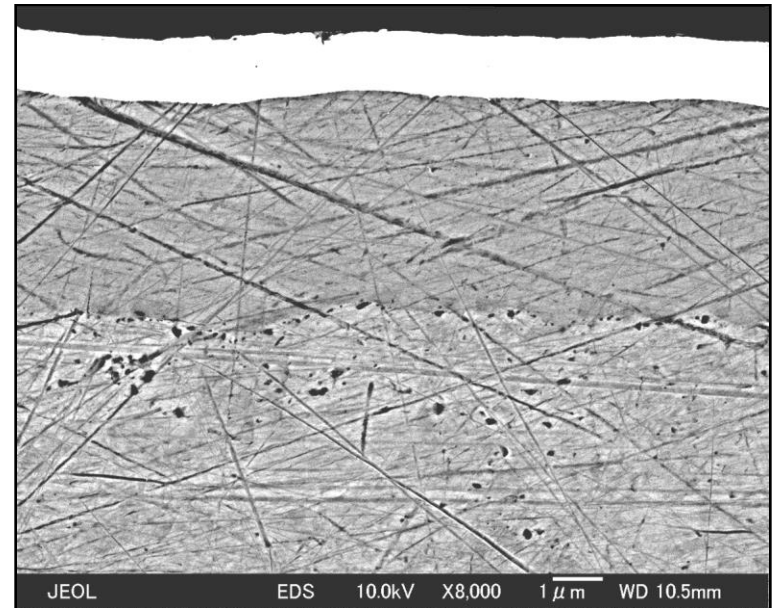
截面抛磨机方便简单



# 截面抛磨机与机械抛光的比较



CP  
抛磨时间: 4 hours

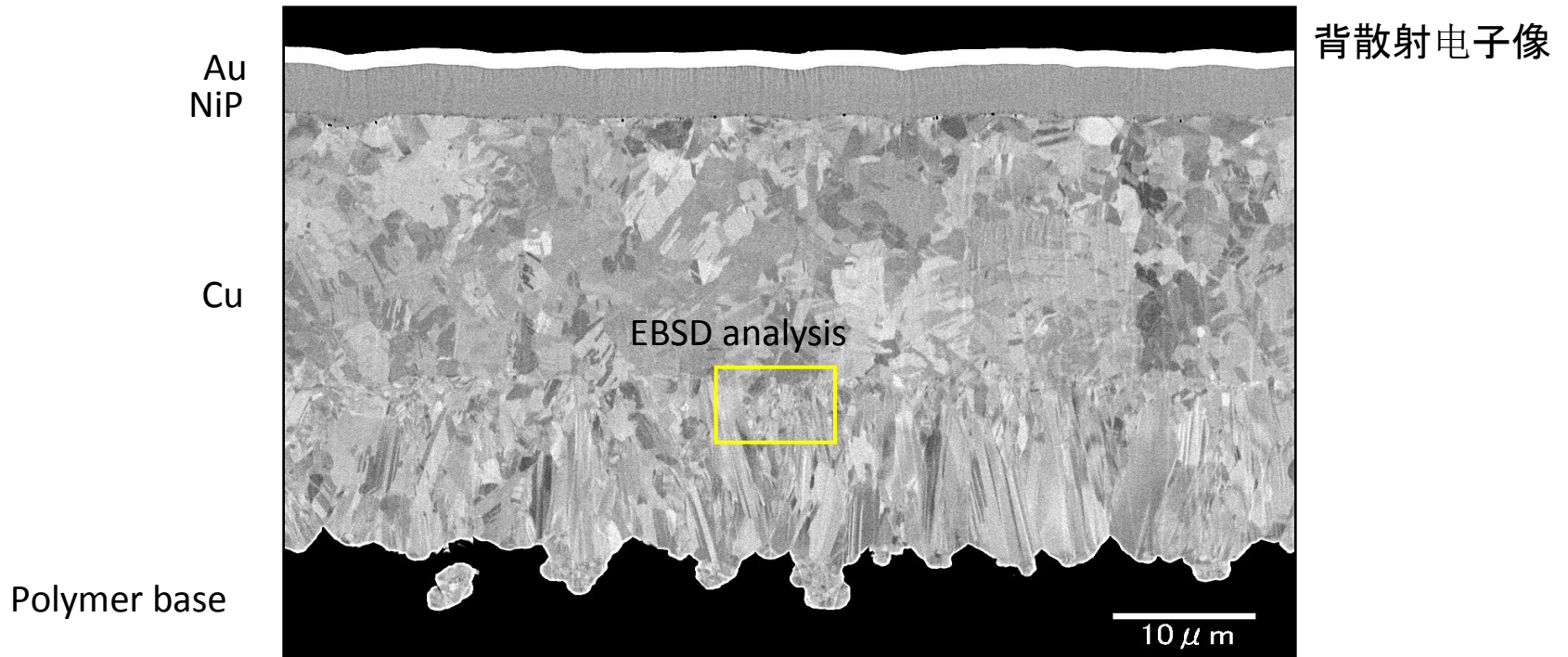


机械抛光

背散射电子图像  
加速电压: 5kV



# Card Edge Connector



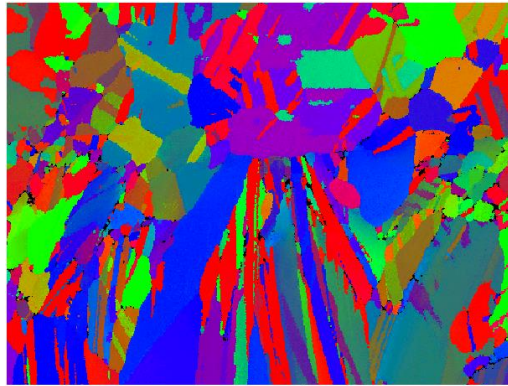
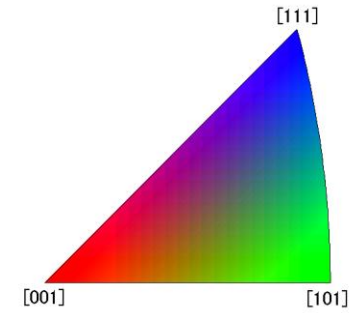
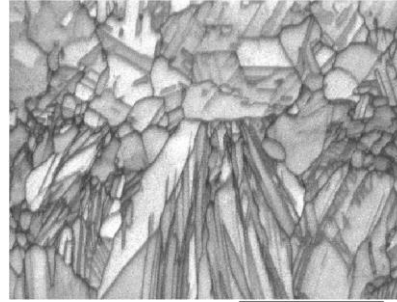
在Cu层清晰的晶体取向衬度表明界面抛磨后试样表面没有发生受损

# EBSD Analysis

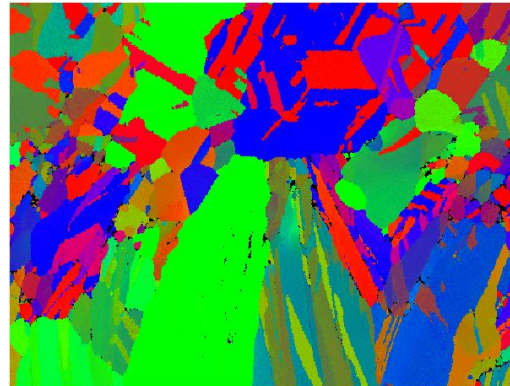
BSE image



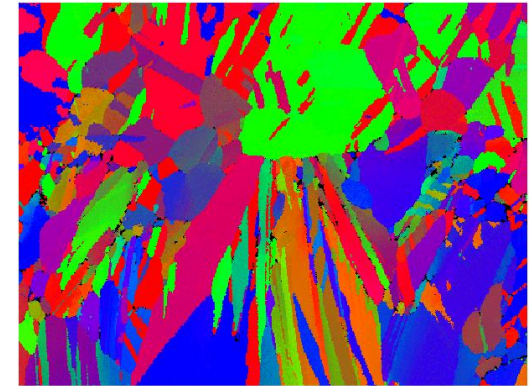
Image Quality



Normal  
Direction(ND)



Rolling  
Direction(RD)



Transverse  
Direction(TD)

截面抛磨机使用Ar离子刻蚀试样表面，对试样表面无明显损伤，因此非常适合用于EBSD试样的制备

# CP加工特点

- 用Ar离子束轰击，无磨料污染、无划痕、试样损伤小、机械变形小适合EBSD分析
- 适用于难抛光的软材料：例如Cu、Al、Au、焊料及聚合物等
- 用于难加工的硬材料：陶瓷、玻璃等
- 软、硬组合的多层材料—断面制备
- 抛光区域几百mm，远大于FIB抛光区域
- 操作容易，成本低，不使用水和化学试剂，环保。

# 主要内容

**1.样品制备要求及问题**

**2.常用样品制备方法**

**3.特殊的样品制备方法**

**4.应用举例**

## ■ 铝合金的电解抛光

1. 试样粗磨： P240, 320, 600 & 1200 SiC 砂纸
2. 使用3微米的金刚石研磨膏在长毛绒布上机械抛光
3. 电解抛光：

电解液： 5% 高氯酸酒精溶液

电压： 40 V

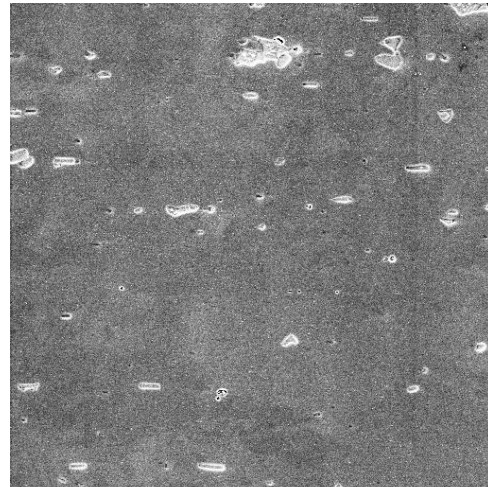
温度： -20°C

时间： 1 - 2 分钟



SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 10.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
WD: 9.4009 mm  
DATE: 04/27/06  
50 μm  
Vega ©Tescan  
Tsinghua university

表面质量差



SEM MAG: 1.00 kx  
HV: 10.0 kV  
VAC: HiVac  
DET: SE Detector  
WD: 9.4009 mm  
DATE: 04/27/06  
50 μm  
Vega ©Tescan  
Tsinghua university

表面质量好

## ■ 镁合金的电解抛光

1. 试样粗磨： **P240, 320, 600 & 2000, 4000 SiC 砂纸**（不能用水）

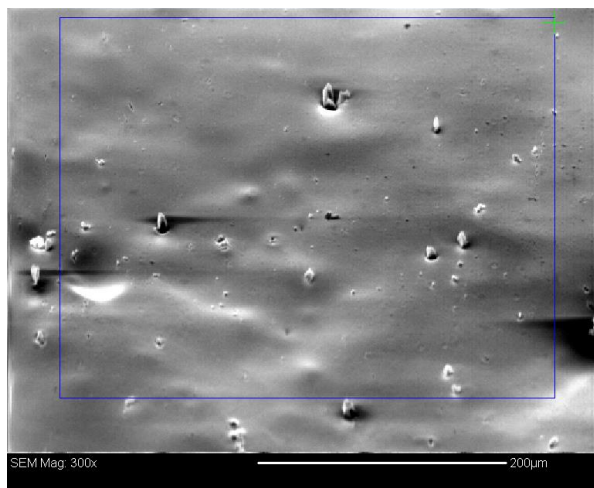
2. 电解抛光：

电解液： **AC-2**（商业镁合金专用抛光液）

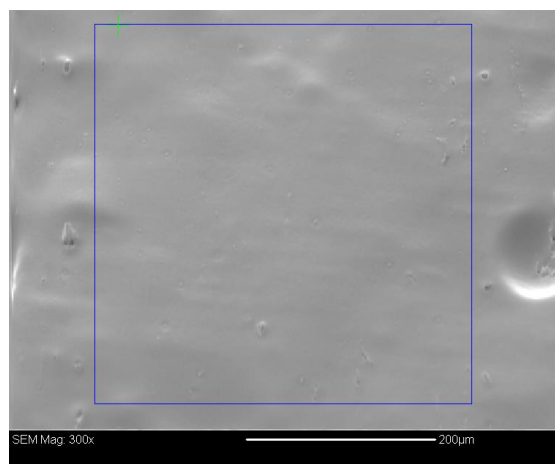
电压： **20 V**

温度： **常温**

时间： **1分钟**



表面质量差



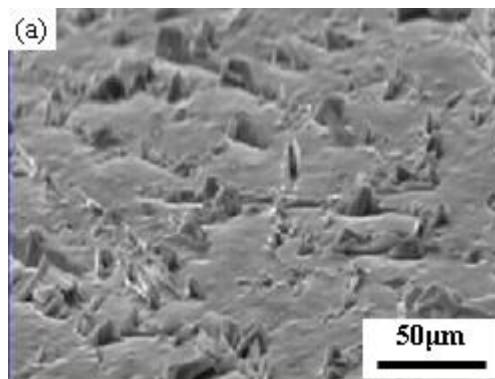
表面质量好

## ■Al-Si合金的电解抛光

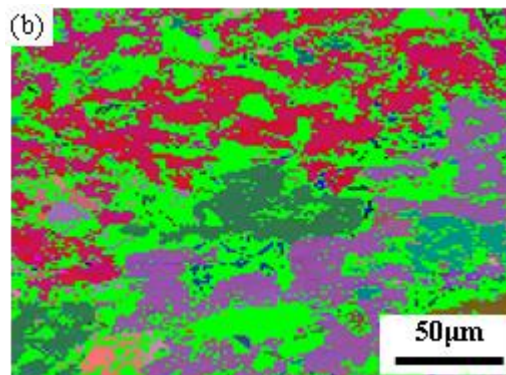
1. 试样粗磨： **P240, 320, 600 & 1200 , 4000# SiC 砂纸**
2. 使用**3微米**的金刚石研磨膏在长毛绒布上机械抛光
3. 电解抛光：
  - 电解液： **5% 高氯酸酒精溶液**
  - 电压： **40 V**
  - 温度： **-20°C**
  - 时间： **1 - 2 分钟**



离子减薄前



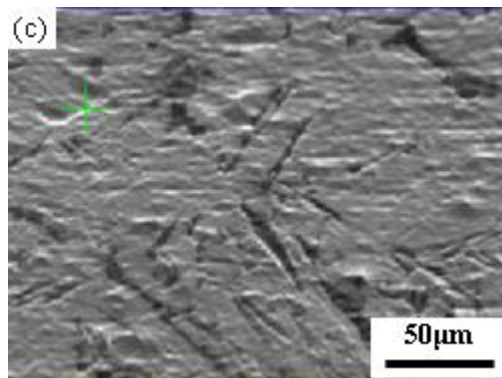
二次电子像



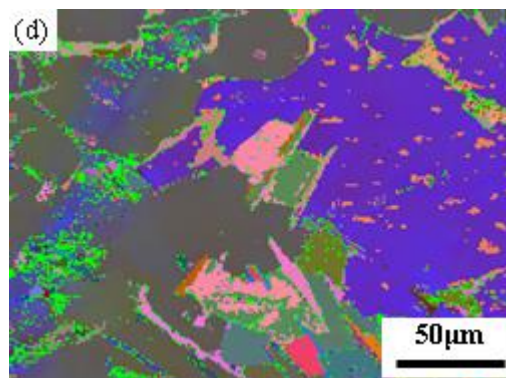
全欧拉角取向重构图

未能标定的区域

离子减薄后



二次电子像



全欧拉角取向重构图

未能标定的区域