

马氏体钢 EBSD 样品的制备

背散射电子衍射 (EBSD) 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 测试结果的质量。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。

EBSD 试样的典型尺寸是 $10\text{mm} \times 10\text{mm}$ 到 $7\text{mm} \times 7\text{mm}$ 之间, 厚度不宜过厚, 一般在 $1\text{--}3\text{mm}$ 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 $2\text{--}3\text{mm}$ 。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。本实验以一种马氏体钢为例, 讲述 EBSD 样品的基本制备过程。

实验材料: 马氏体钢块、二氧化硅抛光液、短绒抛光垫、金相研磨砂纸

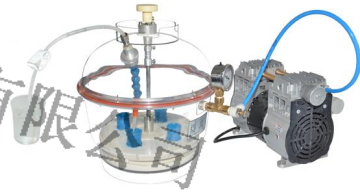
实验设备: 由沈阳科晶自动化设备有限公司制造的 SYJ-400 划片切割机、UNIPOL-1200M 自动压力研磨机、MTI-250 加热平台、UNIPOL-900Z 震动抛光机、XQ-2B 金相试样镶嵌机、4XC 金相显微镜



SYJ-400CNC 划片切割机



XQ-2B 金相试样镶嵌机



CXQ-2500 真空冷镶嵌机



UNIPOL-1200M



4XC-PC 倒置金相显微镜



UNIPOL-900Z 震动抛光机

图 1 实验所用设备图

实验过程: 首先使用 SYJ-400CNC 划片切割机将马氏体钢试样块切割成 $10\text{mm} \times 7\text{mm} \times 5\text{mm}$ 的金属块, 然后使用 XQ-2B 金相试样镶嵌机将样品镶嵌成 $\phi 30 \times 10\text{mm}$ 的圆柱状样块。然后使用 UNIPOL-1200M 自动压力研磨抛光机对切割后的样品进行研磨, 研磨的过程从 240#砂纸研磨到 2000#砂纸, 每次研磨要保证将上一道砂纸的研磨痕迹完全研磨掉。研磨后用粒度为 W2.5 的金刚石抛光膏加呢子抛光布对马氏体钢样品进行抛光, 直至样品表面划痕全部去除且表面变得光亮为止。

由于机械抛光后的样品表面会产生一定的变形和机械应力, 因此对 EBSD 样品进行震动抛光以快速去除样品表面残留的微小变形层和机械应力。水平运动温和地抛光样品不引起机械应力, 并使样品表面的机械应力消除。这样既不会产生使用电解抛光液时对样品的化学腐蚀又减少了有害的电解液的使用。与离子束刻蚀相比, 不会产生因离子束长期刻蚀产生的表面起伏状况。因此震动抛光既适用

于金属和陶瓷样品又适合复合材料样品的制备，且设定后无需过多留心。本实验震动抛光所使用的设备为 UNIPOL-900Z 振动研磨抛光机。振动抛光样品时设备运行状态如图 2 所示：



图 2 设备运行状态图

固定在卡具中的样品在一定的振动频率下随着卡具在抛光盘绕圈运动，该震动频率使样品的绕圈速度约每分钟 5 圈，一般选取设备与试样的共振频率对样品进行抛光。抛光盘中所添加的抛光液的量应把抛光垫刚好覆盖并能接触到样品为宜，在抛光过程中每隔一段时间观察抛光液的余量，并进行适当的添加，以保证震动抛光过程的顺利进行。不同的样品抛光的时间有所不同，由于震动抛光属于温和的抛光过程，因此震动抛光的时间相对较长，一般在两小时以上甚至几十小时。本实验由于马氏体钢属于相对较硬的金属，因此震动抛光马氏体钢所用的时间较长为 12h。抛光结束后立刻将试样放置到酒精中进行超声清洗，从而将试样表面残余抛光液清洗干净。若取下样品后不立即放入酒精中进行清洗，残余抛光液就会干涸在样品表面而很难清洗干净。超声清洗后使用电吹风将样品吹干，吹干样品时应注意使风向和样品表面呈 45° 角，从而使样品与镶嵌料之间的间隙中的残留液体被直接吹干而不会倒流回样品表面使样品表面产生二次污染。抛光后的样品如图 3 所示：可见抛光后的样品表面光亮如镜。



图 3 抛光后的样品表面状态图

用带有电子背散射衍射探头的扫描电镜对样品进行 EBSD 测试，结果如下图 4 和图 5 所示：从图四中衍射质量图可以看出样品表面衬度清晰，无污迹存在。从相分布图可清晰观察出各项的分布状况，图中主要为铁的体心立方相，少量的为铁的面心立方相。

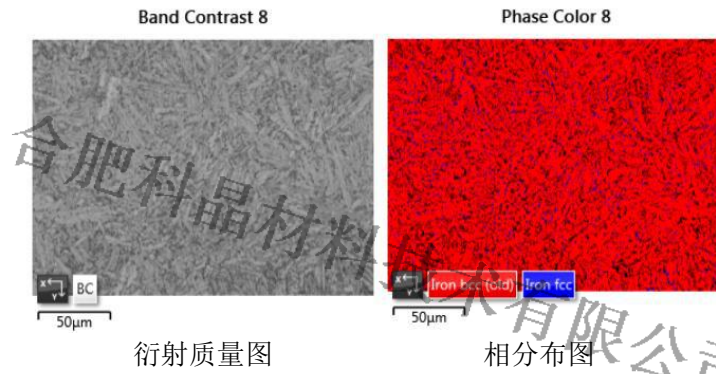


图 4 样品表面的衍射质量图和相分布图

从取向分布图可以清晰观察到晶体取向分布状况，并且未发现在晶粒中间有影响取向观察的划痕等机械痕迹穿过。

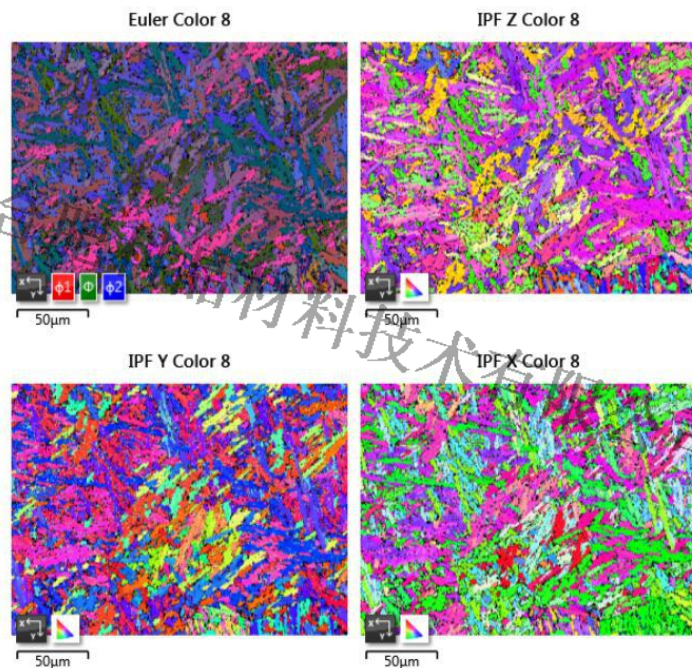


图 5 取向分布图

从图 3、4、5 可知该震动抛光机抛光后的马氏体钢表面无机械划痕和机械应力存在，抛光后的样品经 EBSD 分析得到清晰地相分布和取向分布图，说明该震动抛光机十分适合于对该马氏体钢 EBSD 样品的前期抛光处理。

从本实验可见，震动抛光机在处理机械损伤层和去除表层机械应力上有着明显的优势，既不会损伤样品又可以达到抛光的目的，是各类材料进行 EBSD 前期抛光处理时的最佳选择之一。