



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104677709 A

(43) 申请公布日 2015. 06. 03

(21) 申请号 201510073866. X

(22) 申请日 2015. 02. 12

(71) 申请人 江苏省沙钢钢铁研究院有限公司

地址 215625 江苏省苏州市张家港市锦丰镇
永新路沙钢钢铁研究院

(72) 发明人 许峰 金传伟 张珂 吴园园

(51) Int. Cl.

G01N 1/28(2006. 01)

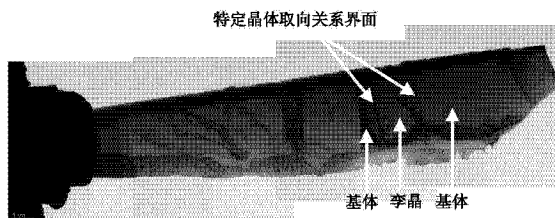
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54) 发明名称

一种制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法,所述方法包括以下工艺步骤:一、样品表面磨抛后轻度腐蚀出晶界;二、使用 EBSD 对样品表面晶体取向进行标定,确定适合透射电子显微镜 (TEM) 观测的特定晶体取向关系界面区域;三、以 FIB 对选定区域采用平面切取方法制备出特定取向关系界面样品,进行离子束减薄,制备出 HRTEM 样品。本发明方法通过 EBSD 和 FIB 联用定位制备出含有特定晶体取向关系界面区域的 HRTEM 样品,该界面晶体取向关系明确,满足透射电镜样品倾转角的限制要求,可以进行 TEM 高分辨成像。



1. 一种制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法, 其特征在于: 包括以下步骤:

步骤 1: 对样品表面进行磨抛后轻度腐蚀出晶界, 在感兴趣区域附近做标记点;

步骤 2: 使用 EBSD 技术对样品表面感兴趣区进行大面积表征, 设定 EBSD 系统中坐标系 Z 轴垂直于样品表面, 保持 Z 轴与透射电镜入射电子束方向平行, 根据 EBSD 分析结果选定一个包含特定晶体取向关系界面的区域, 要求该特定晶体取向关系界面的旋转轴与 Z 轴的偏差角度小于等于 20 度;

步骤 3: 在电子束成像条件下, 找到该选定区域, 使用 FIB 加工技术对选定区域采用平面切取方法制备出特定取向关系界面样品, 经离子束多道次逐渐减薄, 小电流表面精修, 制备出 HRTEM 样品。

2. 根据权利要求 1 所述的制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法, 其特征在于: 所述步骤 1 中样品表面必须先轻度腐蚀出晶界。

3. 根据权利要求 1 所述的制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法, 其特征在于: 所述步骤 2 中将 EBSD 系统的 Z 轴设定为与垂直样品表面方向平行, 保持 Z 轴与透射电镜入射电子束方向平行。

4. 根据权利要求 1 所述的制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法, 其特征在于: 所述步骤 2 中选定的特定晶体取向关系界面的旋转轴与 Z 轴的偏差角度须小于等于 20 度。

5. 根据权利要求 1 所述的制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法, 其特征在于: 所述步骤 3 中, FIB 离子束切取 HRTEM 样品方式为平面切取。

一种制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法

技术领域

[0001] 本发明属于 TEM(Transmission Electron Microscope,透射电子显微镜) 样品制备方法领域,特别是涉及一种 EBSD 和 FIB 联用制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法。

背景技术

[0002] TEM 可以获得样品微观区域的形貌、成分和晶体结构等相关信息,是材料微结构分析不可或缺的重要方法之一。特别是 HRTEM(High Resolution Transmission Electron Microscope,高分辨透射电子显微镜)可以直接观察固体中原子级微观结构,同时获得纳米尺度的晶体结构等信息。金属固体中存在着的一些特定晶体取向关系界面,例如特殊孪晶界面、特殊相界面等,其数量较少,分布不均匀,通常需要使用 HRTEM 观测界面的精细结构。由于特定晶体取向关系界面进行 HRTEM 观测时需要其界面旋转轴方向调整至与透射电镜入射电子束方向平行,而透射电镜样品倾转角度有限,因此对样品中特定晶体取向关系界面的具体晶体取向有严格要求。

[0003] 目前常规的制备金属 HRTEM 样品的方法和 TEM 样品基本相同,主要有两种:双喷电解抛光和 FIB(Focused Ion Beam,聚焦离子束)切割。使用双喷电解抛光法制备特定取向关系的晶体界面样品,特别是对于对称性较差的密排六方结构等非立方结构晶体,样品中特定晶体取向界面本身数量就稀少,而双喷电解抛光中薄区位置是随机的,无法确保样品薄区中存在该特定晶体取向界面;即使存在,由于一般透射电镜样品倾转角度有限($0 \sim 25^\circ$),该特定晶体取向界面的旋转轴方向是否在透射电镜的观察范围内,仍是个未知数。在多重不利因素影响下,导致特定晶体取向关系界面的 HRTEM 样品制样成功率极低。采用聚焦离子束切割法制样,根据表面形貌像可以直接定位切取透射样,但仍无法知晓所切样品中晶体的具体取向关系,无法确保满足透射电镜观测要求。2007 年报道于《MRS Bulletin》32 卷的文章“TEM Sample Preparation and FIB-Induced Damage”,专利“裂纹尖端透射样品制备方法(公开号:102854048A)”,“TEM 样品的制作方法及其 TEM 样品(公开号:103645075A)”,“定点平面 TEM 样品制备方法(公开号:103278357A)”,“SEM/TEM 样品的定位方法(公开号:103267661A)”等提到 FIB 切取样品选择切样区域的方法都是依靠表面形貌或激光束来定位,由于其无法获知精确的晶体取向关系,制备出可观测的特定取向关系界面 HRTEM 样品成功率极低。目前尚没有一种可信、准确、成功率高的制备特定取向关系界面 HRTEM 样品的方法。

[0004] EBSD(Electron Backscattered Diffraction,电子背散射衍射)技术通过测量背散射电子衍射形成的菊池线,可以准确表征出晶体的晶体取向。为了解决 FIB 精确切取特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品制样问题,需要结合 EBSD 技术,开发出一种可行、可信、准确、成功率高的特定取向关系界面 HRTEM 样品制备方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服上述不足,提供一种制备特定晶体取向关系界面 HRTEM 样品的方法。通过建立 EBSD 坐标系 Z 轴和 TEM 入射电子束方向对应关系,可以准确定位出适合 TEM 观测要求的特定晶体取向关系界面区域,采用离子束平面切割方式将其取出减薄,制备高质量的 HRTEM 样品,操作成功率高。

[0006] 为实现上述发明目的,本发明采用了如下技术方案:

[0007] 步骤 1:对样品表面进行磨抛后轻度腐蚀出晶界,在感兴趣区域附近做标记点;

[0008] 步骤 2:使用 EBSD 技术对样品表面感兴趣区进行大面积表征;设定 EBSD 系统中坐标系 Z 轴垂直于样品表面,保持 Z 轴与透射电镜入射电子束方向平行。根据 EBSD 分析结果选定一个包含特定晶体取向关系界面的区域,要求该特定晶体取向关系界面的旋转轴与 Z 轴的偏差角度小于等于 20 度;

[0009] 步骤 3:在电子束成像条件下,找到该选定区域,使用 FIB 加工技术对选定区域采用平面切取方法制备出特定取向关系界面样品,经离子束多道次逐渐减薄,小电流表面精修,制备出 HRTEM 样品。

[0010] 优选的,所述步骤 1 中样品表面必须先轻度腐蚀出晶界。

[0011] 优选的,所述步骤 2 中将 EBSD 系统的 Z 轴设定为与垂直样品表面方向平行,保持 Z 轴与透射电镜入射电子束方向平行。

[0012] 优选的,所述步骤 3 中选定的特定晶体取向关系界面的旋转轴与 Z 轴的偏差角度须小于等于 20 度。

[0013] 优选的,所述步骤 4 中,FIB 离子束切取 HRTEM 样品方式为平面切取。

[0014] 本发明的有益效果是:

[0015] 1、样品腐蚀出明显晶界,可以与 EBSD 表征结果的晶界图一一对应,可以根据标记点和形貌方便地确定出特定晶体取向关系界面的准确位置。

[0016] 2、通过 EBSD 表征和分析,可以计算出特定晶体取向关系界面的旋转轴与透射电镜的电子束入射方向之间夹角,精确地选取出最接近透射电镜的电子束入射方向的目标区域,保证了最终 HRTEM 样品可以进行高分辨率观察,极大地提高了样品制备的成功率。

附图说明

[0017] 图 1 为样品轻腐蚀后 EBSD 分析表征 $\{11\bar{2}4\}$ 孪晶图;

[0018] 图 2 为孪晶片与基体的晶体取向关系图;

[0019] 图 3 为平面切取铂沉积保护选定孪晶区域的 SEM 照片;

[0020] 图 4 为样品离子减薄完成后的 TEM 照片;

[0021] 图 5 为样品的高分辨透射电镜照片。

具体实施方式

[0022] 以下将结合实施例对本发明方法进行详细描述。

[0023] 样品材料为纯钛, $\{11\bar{2}4\}$ 孪晶的百分含量仅为 0.5% 左右,设备优选配备 EBSD 系统的双束聚焦离子束系统。制样要求切取出含有特定 $\{11\bar{2}4\}$ 孪生取向关系且适合 TEM 观

测要求的 HRTEM 样品,具体步骤如下:

[0024] 将样品经磨抛后轻度腐蚀出晶界,在样品表面使用显微硬度计做好标记点,对感兴趣区域进行 EBSD 分析,用白色线标定出 $\{11\bar{2}4\}$ 孪晶并编号,如图 1 所示。

[0025] 设定 EBSD 的坐标系, Z 轴方向为垂直于纸面的方向,默认其与透射电镜电子束入射方向平行。使用 EBSD 配套软件对标定出的各个 $\{11\bar{2}4\}$ 孪晶做具体晶体取向标定,如图 2 所示,其中的黑色箭头表示孪生界面旋转轴方向,垂直纸面方向为 Z 轴方向, θ 为孪生界面旋转轴与 Z 轴之间的夹角。选择基体与孪晶的旋转轴近似于垂直纸面方向的 $\{11\bar{2}4\}$ 孪晶,如图 2 所示,只有 3 号孪晶的旋转轴接近于垂直纸面方向。通过计算发现 3 号 $\{11\bar{2}4\}$ 孪晶的旋转轴约偏离垂直纸面方向 13° ($< 20^\circ$),可以保证满足透射电镜观察的要求。因此,我们选择 3 号孪晶所在区域作为切取区域。

[0026] 通过电子束成像获得组织形貌图像,对照图 1,先找到显微硬度标记点位置,再根据晶粒的形貌寻找到步骤 2 选定的区域。沿垂直 3 号孪晶方向沉积一个尺寸为 $20\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m}$ 矩形的铂保护膜层,沉积厚度约 $1\ \mu\text{m}$,如图 3 所示。

[0027] 采用平面切取方式对沉积铂保护区域进行切取,将其转移至铜格上进行离子减薄。在减薄过程中,采用多道次逐渐减薄的方法,工作电流也由 2nA 逐渐降至 30pA ,最后使用小电流对样品表面进行精修。这样获得的样品可以兼顾较高的减薄速度和平整的样品表面。当样品在 30pA 电流下减薄至近乎透明时,手动停止,最终的样品厚度可以达到 50nm 左右,完全满足透射电镜的高分辨测试分析要求。图 4 为本发明方法制备出的 HRTEM 样品的透射照片。图 5 为本发明方法制备出的 HRTEM 样品的高分辨透射照片。

[0028] 以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管通过参照本发明的优选实施例已经对本发明进行了详细描述,但本领域的技术人员应当理解,可以在不偏离所附权利要求所限定的本发明的精神和范围的情况下,可以在形式和细节上对其做出修改。

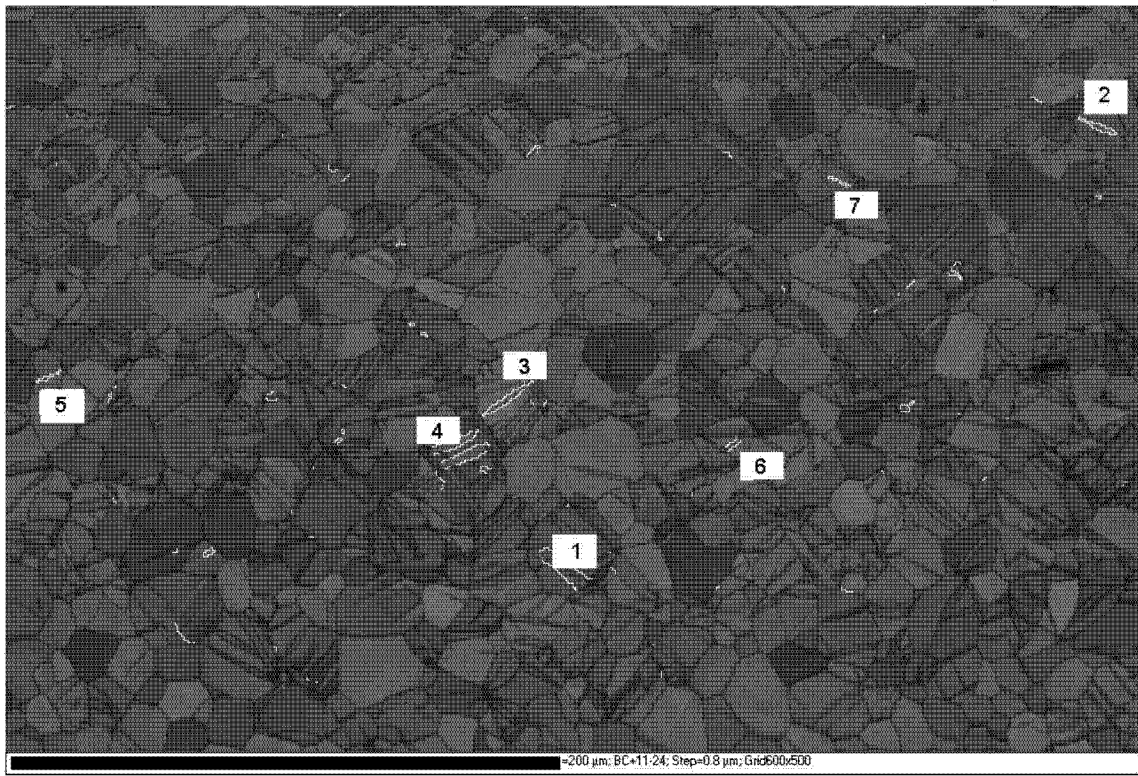


图 1

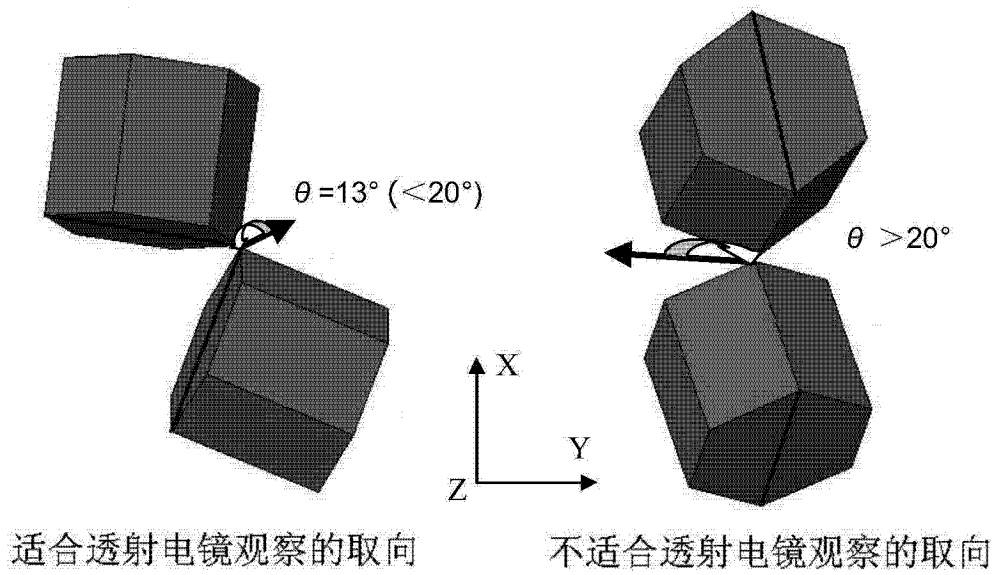


图 2

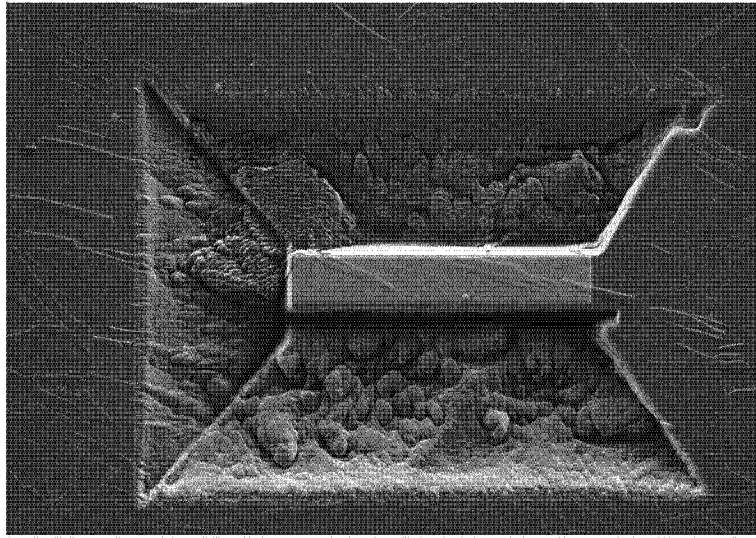


图 3

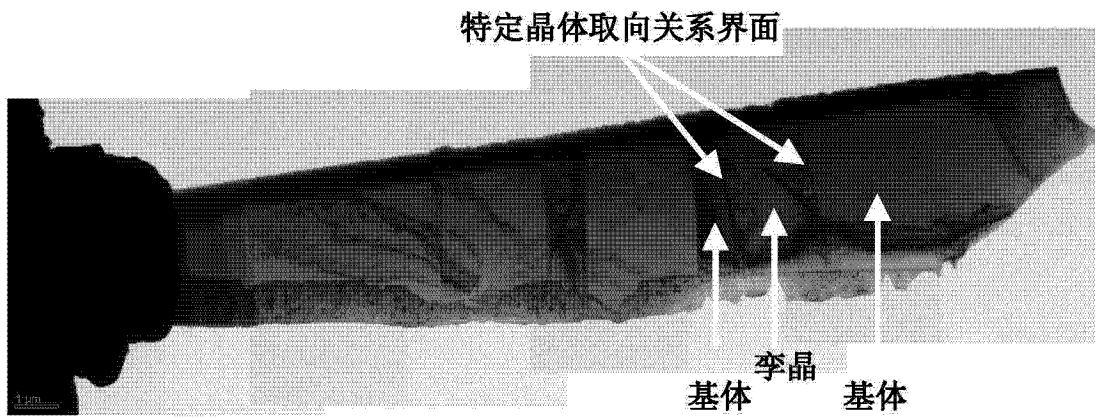


图 4

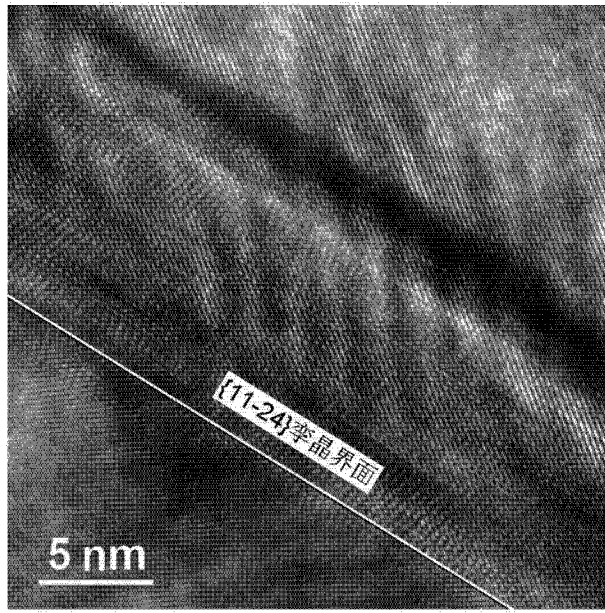


图 5