



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102383176 A

(43) 申请公布日 2012.03.21

(21) 申请号 201010271447.4

(22) 申请日 2010.09.03

(71) 申请人 中国科学院金属研究所

地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路  
72号

(72) 发明人 张士宏 宋广胜 严操 王忠堂

(74) 专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限  
公司 21002

代理人 张志伟

(51) Int. Cl.

*C25F 3/04* (2006.01)

*C25F 7/00* (2006.01)

*G01N 1/32* (2006.01)

*G01N 1/34* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

### (54) 发明名称

一种镁合金电子背散射衍射试样制备方法及其专用电解液

### (57) 摘要

本发明涉及一种镁合金电子背散射衍射 (EBSD) 试样制备方法及其专用电解液,属于镁合金的电解工艺领域,主要应用于制备高质量的 EBSD 试样。该方法包括:(1) 电解液配制,将高氯酸和酒精按 1:9 的体积比例放入烧杯中并搅拌,电解液最小体积能满足电解试样能全部浸入即可;(2) 试样涂覆,将试样不需要电解的部位用涂覆液覆盖,试样与阳极相连接的部位避免覆盖;(3) 电解,将液氮倒入盛有电解液的烧杯中,直到电解液的温度为 -20℃ 至 -50℃,进行电解;(4) 试样清洗。本发明可解决现有技术中存在的成本高等问题,该电解液替代价格昂贵的镁合金的商用电解液,制备合格的镁合金 EBSD 试样,其成本低廉且易于实现。

1. 一种镁合金电子背散射衍射试样制备的专用电解液,其特征在于,按体积比,高氯酸:酒精=1:9。

2. 一种镁合金电子背散射衍射试样制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 电解液配制

将高氯酸和酒精按1:9的体积比例放入烧杯中并搅拌,电解液最小体积能满足电解试样能全部浸入即可;

(2) 试样涂覆

将试样不需要电解的部位用涂覆液覆盖,试样与阳极相连接的部位避免覆盖;

(3) 电解

将液氮倒入盛有电解液的烧杯中,直到电解液的温度为 $-20^{\circ}\text{C}$ 至 $-50^{\circ}\text{C}$ ,将镁合金试样挂到阳极,不锈钢板挂到阴极,将直流电源电压调至 $15\text{V} \sim 20\text{V}$ 后,再将试样浸入电解液进行电解,并开始计时,电解时要保证电流值在 $0.1\text{A} \sim 0.5\text{A}$ 范围内,电解时间控制在 $120 \sim 200$ 秒;

(4) 试样清洗

电解结束时,将所电解的试样自电解液中取出,使用丙酮清洗,获得镁合金电子背散射衍射试样。

3. 按照权利要求2所述的镁合金电子背散射衍射试样制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中,高氯酸的纯度为 $70.0 \sim 72.0\%$  wt,酒精的纯度为 $\geq 99.7\%$  wt。

4. 按照权利要求2所述的镁合金电子背散射衍射试样制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,涂覆液选用指甲油、火棉胶、硅胶或双面胶。

5. 按照权利要求2所述的镁合金电子背散射衍射试样制备方法,其特征在于,所述步骤(3)中,镁合金试样的材质为AZ31、AZ61或AZ80。

6. 按照权利要求2所述的镁合金电子背散射衍射试样制备方法,其特征在于,所述步骤(4)中,使用丙酮清洗时,依次将试样放入盛有丙酮的3个烧杯中进行清洗,在每个烧杯中的清洗时间为 $30$ 秒 $\sim 2$ 分钟,然后进行超声波清洗为 $1 \sim 3$ 分钟,再将试样取出并用吹风机冷风吹干。

## 一种镁合金电子背散射衍射试样制备方法及其专用电解液

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种镁合金电子背散射衍射 (EBSD) 试样制备方法及其专用电解液, 属于镁合金的电解工艺领域, 主要应用于制备高质量的 EBSD 试样。

### 背景技术

[0002] 随着科学技术的发展, 用于测量材料晶体学取向、研究微观织构、界面的晶体学特征及其分布状态的电子背散射衍射 (EBSD) 技术得到了迅速发展并完善。其主要特点是在保留扫描电子显微镜常规特点的同时进行空间分辨率亚微米级的衍射 (给出结晶学的数据)。按照搜集到样品中的晶体学取向进行分类, 以某一取向为参照, 其它的取向分别与之比较, 将具有某一相同取向差的区域以随机的颜色或灰度重构出多晶体的取向图。由于电子背散射衍射 (EBSD) 只发生在试样表面极浅表层 (几十个纳米的深度范围), 所以 EBSD 试样的制备比一般金相试样的要求更高。EBSD 试样要求表面无应力层, 无连续的腐蚀坑, 无氧化层, 起伏不能过大并且光亮清洁。

[0003] 制备合格的 EBSD 试样是 AZ31 镁合金进行 EBSD 实验最关键的工作, 制样质量好坏是实验过程能否完成最关键因素, 其中, 决定制样质量最关键的环节是试样的电解过程。

[0004] 目前, 国内采用传统电解液制备的 EBSD 试样标定率太低, 而采用进口的 AC-2 电解液制备的 EBSD 试样虽然标定率很高, 但成本太高。

### 发明内容

[0005] 本发明目的在于提供一种镁合金电子背散射衍射试样制备方法及其专用电解液, 解决现有技术中存在的成本高等问题, 该电解液替代价格昂贵的镁合金的商用电解液, 制备合格的镁合金 EBSD 试样, 其成本低廉且易于实现。

[0006] 本发明的技术方案:

[0007] 一种镁合金电子背散射衍射试样制备方法, 包括如下步骤:

[0008] (1) 电解液配制

[0009] 将高氯酸和酒精按 1 : 9 的体积比例放入烧杯中并搅拌, 电解液最小体积能满足电解试样能全部浸入即可;

[0010] (2) 试样涂覆

[0011] 将试样不需要电解的部位用涂覆液覆盖, 试样与阳极相连接的部位一定不要覆盖;

[0012] 涂覆液的作用是防止镁合金试样电解, 涂覆液可以选用指甲油、火棉胶、硅胶或双面胶等。

[0013] (3) 电解

[0014] 将液氮倒入盛有电解液的烧杯中, 直到电解液的温度为  $-20^{\circ}\text{C}$  至  $-50^{\circ}\text{C}$ , 将镁合金试样挂到阳极, 不锈钢板挂到阴极, 将直流电源电压调至  $15\text{V} \sim 20\text{V}$  后, 再将试样浸入电解液进行电解, 并开始计时, 电解时要保证电流值在  $0.1\text{A} \sim 0.5\text{A}$  范围内, 电解时间控制在

120 ~ 200 秒；

[0015] 本发明中,采用液氮将电解液温度降至  $-20^{\circ}\text{C}$  以下,其作用是防止试样与电解液中的高氯酸发生化学反应,影响电解质量。

[0016] (4) 试样清洗

[0017] 电解结束时,将所电解的试样自电解液中取出,并依次将试样放入盛有丙酮的 3 个烧杯中进行清洗,在每个烧杯中的清洗时间为 30 秒 ~ 2 分钟,然后进行超声波清洗为 1 ~ 3 分钟,再将试样取出并用吹风机冷风吹干。

[0018] 在采用本发明工艺进行电解时,配制电解液的原料高氯酸和酒精纯度越高,电解效果越好,如果采用纯度不高的高氯酸和酒精有可能无法达到所需的电解效果,进而无法进行 EBSD 实验。本发明中,高氯酸的纯度为 70.0 ~ 72.0% wt,酒精的纯度为  $\geq 99.7\%$  wt。

[0019] 另外,为了保证电解后的 EBSD 实验顺利进行,试样的电解部位在电解前需要进行机械抛光至一定的光洁度,光洁度范围为  $\geq 11$  级。电流值和电解时间可能会因试样的尺寸有一定的变化。

[0020] 本发明中,镁合金试样的材质可以为 AZ31、AZ61 或 AZ80 等镁-铝-锌-锰系变形镁合金。

[0021] 本发明的优点及有益效果是：

[0022] 1、本发明镁合金电子背散射衍射 (EBSD) 试样制备方法,与传统制样方法相比,在进行 EBSD 分析时,菊池带清晰度高,取向标定率可到 95% 以上,而采用传统的制样方法,其取向标定率为 85%。

[0023] 2、本发明 EBSD 试样制备方法具有实用且费用低的优点,成本可以降低 100 倍。

## 附图说明

[0024] 图 1 为本发明制得 AZ31 镁合金试样 EBSD 实验结果,菊池带清晰可见。

[0025] 图 2 为本发明方法制得 AZ31 镁合金试样 EBSD 实验的晶粒取向图结果,取向标定率达到 95%。

[0026] 图 3 为本发明制得 AZ61 镁合金试样 EBSD 实验结果,菊池带清晰可见。

[0027] 图 4 为本发明制得 AZ80 镁合金试样 EBSD 实验结果,菊池带清晰可见。

## 具体实施方式

[0028] 实施例 1

[0029] 本发明镁合金电子背散射衍射试样制备方法,包括如下步骤：

[0030] (1) 电解液配制,将高氯酸和酒精按 1 : 9 的体积比例放入烧杯中并搅拌,电解液最小体积能满足电解试样能全部浸入即可；

[0031] 本实施例中,高氯酸的纯度为 70.0 ~ 72.0% wt,酒精的纯度为  $\geq 99.7\%$  wt。

[0032] (2) 试样涂覆,将试样不需要电解的部位用指甲油 (常规指甲油均可,起作用的有效成分为甲苯、乙酸丁酯、甲醛树脂和乙酸乙酯等) 覆盖,试样与阳极相连接的部位一定不要覆盖；

[0033] (3) 电解,将液氮倒入盛有电解液的烧杯中,直到电解液的温度至低于  $-20^{\circ}\text{C}$ ,将 AZ31 镁合金试样挂到阳极,不锈钢板挂到阴极,将直流电源电压调至 15V ~ 20V 后,再将试

样浸入电解液进行电解,并开始计时,电解时要保证电流值在 0.1A ~ 0.5A 范围内,电解时间控制在 120 ~ 200s 之间;

[0034] (4) 试样清洗,电解结束时,迅速将所电解的试样自电解液中取出,并依次将试样放入盛有丙酮的 3 个烧杯中进行清洗,在每个烧杯中的清洗时间约为 1 分钟,并进行超声波清洗约两分钟,然后将试样取出并用吹风机冷风吹干。

[0035] 另外,为了保证电解后的 EBSD 实验顺利进行,试样的电解部位在电解前需要进行机械抛光至一定的光洁度,光洁度为  $\geq 11$  级。

[0036] 采用本发明的方法,制备了 AZ31 镁合金电子背散射衍射 (EBSD) 试样。图 1 为本发明方法制得 AZ31 镁合金试样 EBSD 实验结果,菊池带清晰可见。图 2 为本发明方法制得 AZ31 镁合金试样 EBSD 实验的晶粒取向图结果,取向标定率达到 95%。

[0037] 实施例 2

[0038] 采用与实施例 1 中完全相同的步骤和技术要求,制备了 AZ61 镁合金电子背散射衍射 (EBSD) 试样,图 3 为所制备的 AZ61 的 EBSD 试样菊池带图,图中的菊池带清晰可见,达到 EBSD 实验的要求。

[0039] 实施例 3

[0040] 采用与实施例 1 中完全相同的步骤和技术要求,制备了 AZ80 镁合金电子背散射衍射 (EBSD) 试样,图 4 为所制备的 AZ80 的 EBSD 试样菊池带图,图中的菊池带比较清晰,达到 EBSD 实验的要求。

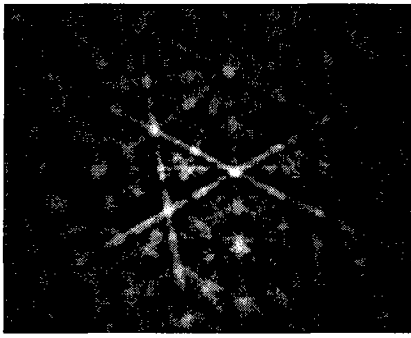


图 1

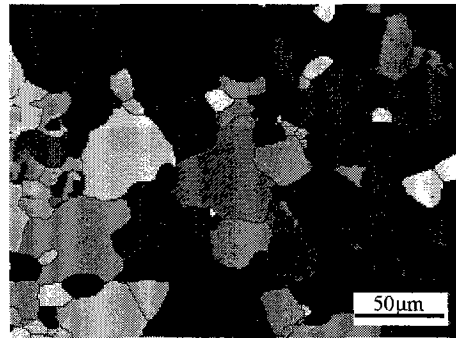


图 2

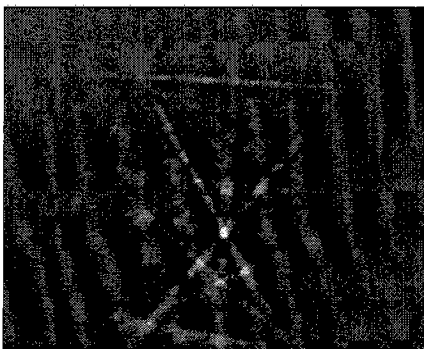


图 3

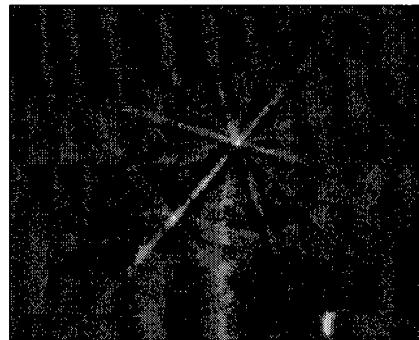


图 4