DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2022.01.006

不同仪器参数对含铜钢菊池衍射花样的影响

霍文霞[1],张　磊[2]

(1. 内蒙古科技大学 分析测试中心,内蒙古 包头 014010; 2. 内蒙古包钢钢联股份有限公司 无缝钢管厂 热轧部,内蒙古 包头 014010)

摘　要:为了得到扫描电镜中透射电子发生布拉格衍射形成的菊池线,采用自主绘制、加工的透射模式电子背散射衍射技术的样品台,磨制含铜钢薄膜样品;通过调整待测样品与水平面的夹角、磷屏探头进入距离、待测样品与电镜极靴距离等参数,分别检测与收集菊池花样。结果表明:检测点越靠近含铜钢薄膜样品的冲击孔洞,样品越薄,则待测样品与电镜极靴距离越小;磷屏探头离含铜钢薄膜越近,接收的透射电子信号越多,菊池花样越清晰,菊池花样与数据库晶体结构信息匹配程度检测值越小。

关键词:菊池花样;透射模式;电子背散射衍射

中图分类号:TG142.1; TG115　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2022)01-0024-04

Effects of Different Instrument Parameters on Kikuchi Pattern of Copper-bearing Steel

HUO Wenxia[1], ZHANG Lei[2]

(1. Analysis and Testing Center, Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou 014010, China; 2. Hot Rolling Department of Seamless Steel Pipe Plant, Baotou Iron and Steel(Group), Baotou 014010, China)

Abstract: In order to obtain the Kikuchi line formed by Bragg diffraction of transmission electron in scanning electron microscope, the sample table of transmission mode electron backscattering diffraction technology was used to fabricate the sample of copper containing steel film. The Kikuchi pattern was detected and collected by adjusting the angle between the sample and the horizontal plane, the entry distance of the phosphor screen probe, and the distance between the sample and the electron microscope pole boot. The results show that the closer the detection point is to the impact hole of the copper-bearing steel film sample, the thinner the sample is, the smaller the distance between the sample to be measured and the electron microscope pole shoe is. The closer the phosphate-screen probe is to the copper-bearing steel film, the more transmitted electronic signals are received, the clearer the Kikuchi pattern, and the smaller the matching degree between the Kikuchi pattern and crystal structure information in the database.

Key words: kukuchi; transmission mode; electron backscatter diffraction

电子背散射衍射 (EBSD) 与能谱分析配合扫描电镜可同时完成材料微观形貌、成分、结构与取向信息的测定 [1-6]。透射模式电子背散射衍射(T-EBSD)技术即为在扫描电镜(SEM)中利用传统的 EBSD 硬件和软件系统，用透射电镜薄膜样品代替传统的 EBSD 样品，通过收集穿透样品的电子衍射信号形成衍射花样，然后经过软件分析得到样品的晶体结构及取向信息[7-11]。对低碳微合金钢来说,Cu、Mn 和 Ni 等合金元素的加入对其力学性能、耐腐蚀性能和焊接性能都有积极的影响.含铜钢经时效处理后产生大量的沉淀析出相,可以显著提高钢的强度[12-14]。

1　试验方法

1.1　样品台加工设计

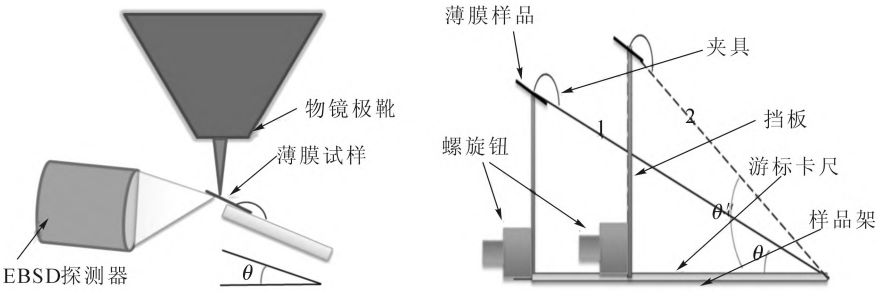
试验采用 FEI 公司的 QUANTA400 钨灯丝环境扫描电子显微镜。图 1(a)是扫描电镜中 T-EBSD 的样品放置示意图。图 1(b)是 T-EBSD 倾斜样品台的设计简图,一个截面类似于直角三角形的样品台,采用铝基材料制备,以保证导电性良好;透射电镜的薄膜样品置于样品台的倾斜面，用金属夹具固定其边缘;通过样品台水平方向螺旋钮的移动,控制紧连螺旋钮的挡板，从而控制薄膜样品与水平面的夹角 θ。θ 值与挡板到样品架顶点的距离以及样品到样品架顶点的距离呈余弦关系，其中水平方向挡板到样

收稿日期:2021-02-26

基金项目:内蒙古自治区科技厅项目(201803005)、内蒙古科技大学校级项目(2015KYYQ02)、内蒙古科技大学校级项目(2016QDL-S02)

作者简介:霍文霞(1987—),讲师,硕士.主要从事扫描电镜的检测检验与维护方面的工作.电话:13664076386,Email: hwx_0829@126.com

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net



(a)样品放置示意图　　(b)倾斜样品台设计简图

图 1 SEM 中 T-EBSD 的样品放置示意图及设计简图

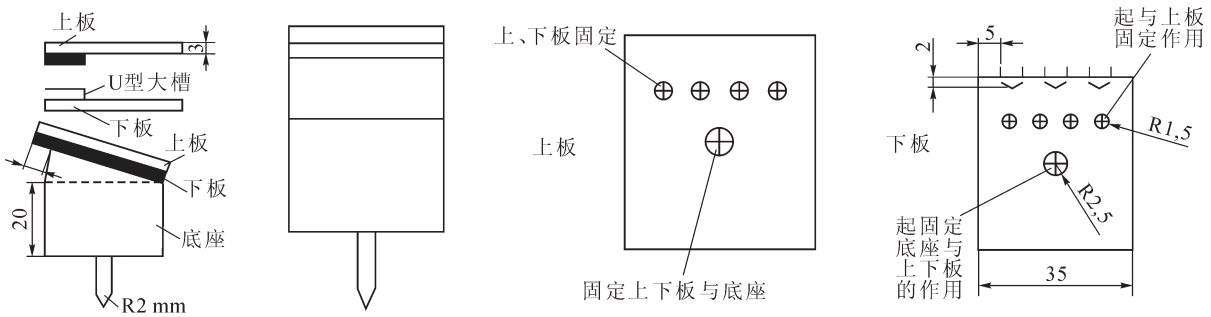
Fig.1 Schematic SEM sample placement and design of T-EBSD

品架顶点之间置有微型游标卡尺,可以直接读取长度值,也就是 cosθ 值的分子部分。根据 θ 角度的变化,从 30～70°,以 5°为间隔设计一系列不同高度的挡板,如图 1(b)从位置 1 到位置 2 变化,θ 发生变化,挡板的高度相应发生改变。在实验过程中以探测器收集的清晰菊池花样为原则,确定某一种材料的最佳位置。

图 2 是 T-EBSD 样品台的 CAD 简图。上板与下板的厚度均为 3 mm,底座高 20 mm,下端圆柱直径 4 mm。在下板的前端设有 3 个 U 型槽,下方设有 4 个半径为 1.5 mm 的螺栓孔, 用以固定上下板;在下板的中心处设有一个半径为 2.5 mm 的螺栓孔以固定上下板。上板与下板的尺寸一致,区别在于没有 U 型槽。T-EBSD 样品台用购置的 6061-T6 铝合金加工制造,实物如图 3 所示。

1.2　T–EBSD 样品制备及检测

待测样品采用含铜钢,化学成分表 1 所示。切取厚 3 mm 左右的薄样,经过磨样、抛光,离子减薄仪减薄,加速电压 6 kV,束流 60 μA/cm,减薄速度 8 μm/h,掠射角 20°。将自主设计的 T-EBSD 样品台置于扫描电镜样品台中,EBSD 磷屏探头进入距离(DD)分别为 150、155 和 160 mm。



(a)主视图　　(b)左视图　　(c)上板俯视图　　(d)下板俯视图

图 2 T-EBSD 样品台 CAD 简图

Fig.2 Schematic CAD of T-EBSD sample station

图 3 T-EBSD 样品台实物

Fig.3 The T-EBSD sample station

表1 试验钢化学成分 w(%)

Tab.1 Chemical composition of experimental steel

Ni	Cu	Mn	Al	Mo	Nb	C	B	Fe
4.2	3	2.8	0	0	0.09	0.05	0.01	余量

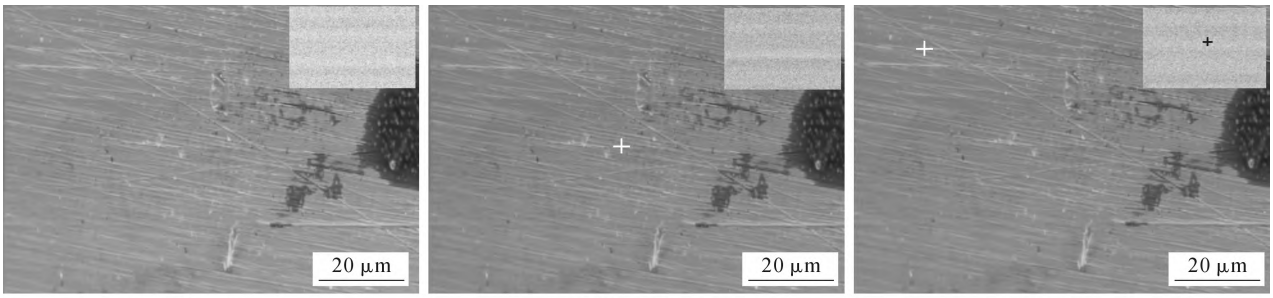
含铜钢薄膜样品固定于 T-EBSD 样品台的上下板间,使 θ 角呈 40°、50°、60°,薄膜样品与扫描电镜极靴距离(WD)分别设定 8.0、9.0 和 13.0 mm,检测是否会有菊池花样的出现,并分析检测花样与标准花样的匹配度。

2　实验结果及讨论

2.1　θ=40°的条件下

当 WD 为 13 mm,θ 为 40°,EBSD 磷屏探头进入 150、155、160 mm 时,检测均未出现菊池花样,如图 4。可能是含铜钢薄膜厚度不符合要求,导致透射电子没有穿透样品;但即使透射电子穿透样品表面,由于磷屏的工作距离不合适,也导致磷屏无法收集透射电子。最后,含铜钢薄膜与扫描电镜极靴距离

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net



(a)DD=150 mm (b)DD=155 mm (c)DD=160 mm

图 4 WD=13 mm、θ=40°时，含铜钢薄膜在不同 DD 值下的菊池花样图

Fig.4 Kikuchi diffraction pattern was not detected for copper-bearing steel film under WD=13 mm, θ=40° and different DD values

为 13 mm，也可能导致入射到含铜钢薄膜的强度不够，没有足够的能量激发出透射电子。

当 WD 减小为 8.0 mm，其它条件相同时，检测结果如图 5 所示。当 EBSD 磷屏探头进入 150 mm 和 155mm 时，不论检测点位置如何变化，均没有检测花样。当 EBSD 磷屏探头进入 160 mm 时，在检测点距离冲击孔洞 18 μm 时，获得花样如图 5(c)右上角所示，MAD 值为 3.37；当检测点距离孔洞 29 μm 时，获得花样如图 5 (c) 右下角所示，MAD 值为 6.145。MAD 值是检测的菊池花样与标准库中花样的匹配程度，MAD 值越小，说明检测花样与标准花样越接近。由此说明，越接近冲击孔洞，样品区域越薄，有透射电子的激发；并且 EBSD 磷屏探头距离衍射点越近，花样越清晰，与标准库的匹配程度越接近。

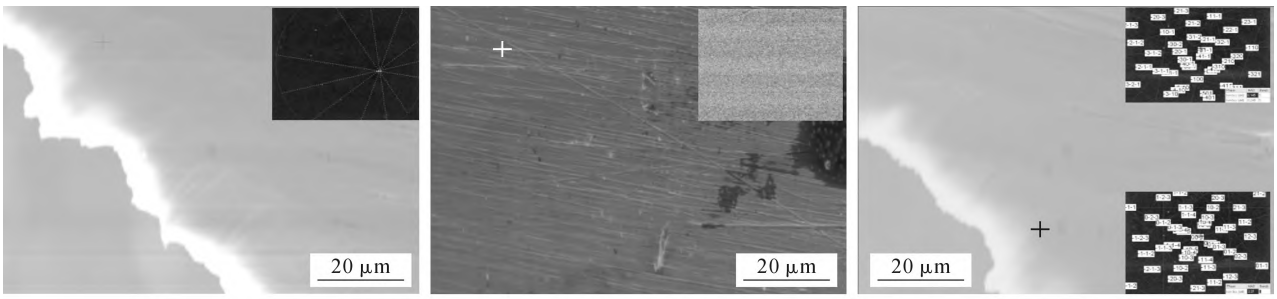
2.2 θ=50°的条件下

当含铜钢薄膜样品与水平呈 50°，WD 8.8 mm，磷屏探头进入 150、155 和 160 mm 时，没有出现菊池花样。此时，WD 距离很近，入射电子的强度足够，有透射电子的激发；但是由于透过含铜钢薄膜的透射电子与磷屏角度不合适，没有最大限度的接收电子信号，即使磷屏距离很近，仍无法收集透射电子。

2.3 θ=60°的条件下

当 θ=60°，WD=9.4 mm，在不同 DD 处检测薄膜样品是否出现花样，结果如图 6。可见，磷屏探头进入 150 mm 时，在距离冲击孔 3.3、4.0 和 4.2 μm 处，均获得了菊池花样，MAD 值分别是 1.343、1.699 和 2.955，如图 6(a)。可以看出在此时的仪器参数条件下，含铜钢薄膜越靠近冲击孔洞，也就是样品越薄区域，其 MAD 值越小。在距离冲击孔 3.3 μm 处的菊池花样质量最佳。

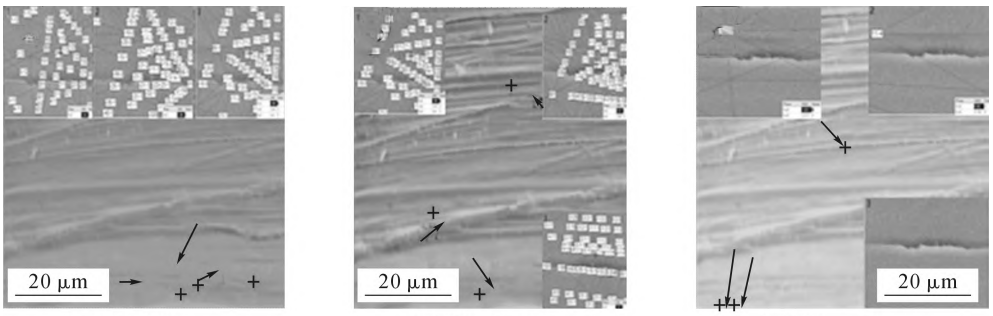
对于过薄的区域，入射电子束大部分直接穿过



(a)DD=150 mm (b)DD=155 mm (c)DD=160 mm

图 5 WD=8 mm、θ=40°时，含铜钢薄膜在不同 DD 值下的菊池花样图

Fig.5 Kikuchi diffraction patterns for copper-bearing steel film under WD=8 mm, θ=40° and different DD values



(a)DD=150 mm (b)DD=155 mm (c)DD=160 mm

图 6 含铜钢薄膜在 WD=9.4mm、θ=60°时，不同 DD 值下的菊池花样图

Fig.6 Kikuchi diffraction patterns for copper-bearing steel film under WD=9.4 mm, θ=60° and different DD values

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

该区域,发生布拉格衍射的电子数量太少,菊池花样质量不好；此外，过薄区域在减薄时容易产生非晶层,影响菊池花样的质量。随着样品厚度的增加,能穿透样品的电子束减少，发生布拉格衍射的电子数量也减少,菊池花样质量下降。所以,要得到较好的 T-EBSD 衍射结果，过薄或者过厚的样品都会严重影响菊池花样质量，需要挑选合适的样品厚度。

当磷屏探头进入 155 mm 时，在距离冲击孔 4.1、2.5 和 5.5 μm 处均获得菊池花样,MAD 分别为 0.911、1.187 和 1.233,如图 6(b)所示。可见,含铜钢薄膜距离冲击孔越近,MAD 值越低,菊池花样质量越高。

当磷屏探头进入 160 mm 时,检测结果如图 6(c)所示。在距离冲击孔 1.5 μm 和 2.2 μm 处均获得菊池花样,MAD 分别是 1.621 和 5.08。在距离冲击孔 4.1 μm 处没有出现菊池花样。显然,如果磷屏的工作距离不合适,会导致磷屏无法收集透射电子；薄膜样品与扫描电镜极靴距离不合适，导致入射电子的强度不够，没有足够的能量透射电子无法穿透样品激发。

3　结论

通过自主绘制、加工的透射模式电子背散射衍射技术的样品台,调整 EBSD 磷屏探头进入距离、含铜钢薄膜与水平面的夹角、含铜钢薄膜与扫描电子显微镜中极靴距离等参数,得到以下结论：

(1)检测含铜钢薄膜时,越靠近冲击孔洞、样品厚度越薄,透射电子可以穿透样品表面,激发出透射电子信号,接收的透射电子信号越多,从而参与的衍射信号越强。

(2)含铜钢薄膜越靠近扫描电镜的极靴,也就是 WD 值越小，则入射到样品表面的入射电子信号越强,参与衍射的信号越强,菊池花样越清晰。

(3)EBSD 磷屏探头离检测含铜钢薄膜越近,接收的透射电子信号越多,从而参与衍射的信号越强。

(图片数据结果来自于内蒙古科技大学分析测试中心)

参考文献：

[1] 詹美燕，李春明. 电子背散射衍射的制样方法和影响花样质量的因素[J]. 物理测试, 2021, 39: 31-36.

[2] 崔桂彬,鞠新华,尹立新,等. 基于电子背散射衍射技术的低碳钢原奥氏体晶界的显示技术探讨[J]. 冶金分析, 2019, 39(7): 1-7.

[3] 郭宇航,金云学,张丽华. 金属电子背散射衍射试样的制备技术[J]. 理化检验–物理分册, 2007, 43(8): 399-403.

[4] 孟利,杨平,李志超,等. 电子背散射衍射分析中的伪对称性误标及其克服[J]. 中国体视学与图像分析, 2007, 12(4): 282-285.

[5] 杨平. EBSD 技术在微织构分析中的应用[J]. 中国体视学与图像分析, 2005, 10(4): 211-214.

[6] 王振敏,方圆,齐俊杰,等. AISI304 连铸薄带组织与取向的 EBSD 分析[J]. 铸造技术, 2008, 29(2): 205-208.

[7] TRIMBY P W. Orientation Mapping of Nanostructured Materials using Transmission Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope[J]. Ultramicroscopy, 2012, 120: 16-24.

[8] 金传伟,张珂,吴园园. 透射－电子背散射衍射技术表征双相钢中马氏体－奥氏体岛的相结构及晶粒取[J]. 冶金分析, 2019, 39(12): 1-7.

[9] 杜金红,蔡亚明,单玉桥,等. 透射式电子背散射衍射技术(t-EBSD) 在材料学中的应用研究进展 [J]. 世界科技研究与发展, 2017, 39(2): 134-138.

[10] 刘紫微,华佳捷,林初城,等. 透射模式电子背散射衍射技术在纳米材料研究中的应用[J]. 无机材料学报, 2015, 30(8):833-837.

[11] WONG D C, YEOH W K, TRIMBY P W. et al. Characterisation of Nano-grains in Mg B2Superconductors by Transmission Kikuchi Dif-fraction[J]. Scripta Materialia, 2015, 101: 36-39.

[12] 陈旭，宋红梅. 不锈钢 316LN 中厚板超低温冲击功偏低原因分析及优化建议[J]. 宝钢技术, 2021, 1: 60-65.

[13] 孙刚,吴桢,陆政,等. 亚共晶 Al-Si 合金共晶硅变质的研究方法进展[J]. 热加工工艺, 2021(50): 1-4.

[14] 何翼. 压铸镁合金表面晶粒不均匀性的模拟研究 [J]. 铸造技术, 2014, 35(2): 346-348.

(上接第 23 页)

[10] 费豪文著,卢光熙,赵子伟译. 钢中贝氏体[M]. 上海：上海科学技术出版社,1980.

[11] 康沫狂. 钢中贝氏体形貌学探究 [J]. 兵器材料科学与工程, 1991,121(10)：1-3.

[12] 崔忠圻,覃耀春. 金属学与热处理[M]. 北京：机械工业出版社, 2007.

[13] 康沫狂,朱明. 贝氏体形核和台阶化制的讨论[J]. 材料热处理学报,2005,26(2)：1-5.

[14] 梁作俭,许庆彦,李俊涛,等. γ-Ti Al 增压涡轮熔模铸造过程数值模拟研究[J]. 稀有金属材料与工程,2003, 32(3): 164-169.

[15] 刘成柱. ANSYS Workbench 17. 0 热力学分析实例[M]. 北京：机械工业出版社,2017.

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net