

透射电子显微镜双束成像技术在高熵合金位错上的表征

毛晶¹, 张金凤, 张磊²

(1.天津大学材料科学与工程学院, 天津 300350; 2.天津大学资产与实验室管理处, 天津 300350)

摘要:透射电镜衍射衬度对晶体结构及其取向很敏感,位错的观察随着电子束入射角度不同,将会呈现不同的特点。透射电镜的双束成像技术有助于获得对位错正确认识。案例以高熵合金为材料,详细的对透射电镜双束成像技术及弱束成像原理步骤及分析进行详细的说明,为高校测试室能够充分利用 TEM 对金属材料内部缺陷进行观察和分析提供了具体的实验指导。

关键词: 双束成像条件; 透射电子显微镜; 缺陷观察;

中图分类号: (TH744)

文献标识码:

Dislocation observation of High entropy alloys under double beam illumination condition of Transmission electron microscope

Mao Jing¹, Zhang Jin Feng¹, Zhang Lei²

(1.School of Material Science and engineering, Tianjin University, TianJin 300350; China ;2. State owned assets and Laboratory Management Office, Tianjin University, Tianjin 300350)

Abstract: The contrast of transmission electron microscopy diffraction is very sensitive to the crystal structure and orientation, and the observation of dislocations will exhibit different characteristics with different electron beam incidence angles. The double beams illumination condition technique of transmission electron microscopy helps to obtain a correct understanding of dislocations. The case uses high entropy alloys as materials, and provides a detailed explanation of the transmission electron microscopy dual beam imaging technology and the principle, steps, and analysis of weak beam imaging. This provides specific experimental guidance for university testing laboratories to fully utilize TEM to observe and analyze internal defects in metal materials.

Keywords: double beam illumination condition; Transmission electron microscope; dislocation observation;

1 实验材料及方法

1.1 实验材料

实验使用日本电子 2100F 透射电镜，加速电压 200KV。测试采用双倾杆，X 轴方向倾转范围为 $\pm 35^\circ$ ，Y 轴方向倾转范围为 $\pm 30^\circ$ 。本实验所用样品为经 1250 $^\circ\text{C}$ 均匀化处理 2 小时的 Fe-30Mn-10Cr-10Mo 合金。通过电火花线切割将样品切成 500 μm 的薄片，然后用金刚石砂纸从粗至细依次研磨至厚度约 50 μm ，最后在双喷仪中使用体积比为甲醇:正丁醇:高氯酸=60 : 34 : 6 的双喷液进行电解双喷(电压为 12 V,温度-30 $^\circ\text{C}$)，制备透射电镜可观察的薄区。

1.2 实验方法:

1) 做好电镜合轴。

2) 找到目标区域附近，为了确保在调整电子束入射角度倾转样品时，目标区域能够较好地位同心轴上。可以先做以下操作：首先在 X 轴方向上，倾转 X 方向角度为 $+5^\circ$ ，调节 Z 轴，将发生偏移目标位置调至中心位置，然后继续分别倾转角度 X 为 $+10^\circ$ 、 $+15^\circ$ ，同样通过 Z 轴将目标位置调至中心。然后同理反方向依次调节 X 为 -5° 、 -10° 及 -15° 。X 倾转方向调节完毕后，在倾转 Y 轴方向上，同样的方法完成 Y 轴倾转正方向及负方向上调节。

3) 将目标区域放大至 200K 左右，切换到衍射成像模式下，在荧光屏上观察到菊池花样，仔细倾转样品台，将菊池花样中心调至荧光屏中心。此时入射电子束平行于菊池带轴。

4) 在 onzone 条件下拍摄样品的衍射花样及对应 TEM 明场像，如图 1 所示。经过标定，此时入射电子束平行于 $[\bar{1}11]$ 带轴，各个衍射斑点对应晶面指数标定如图 1a 所示。

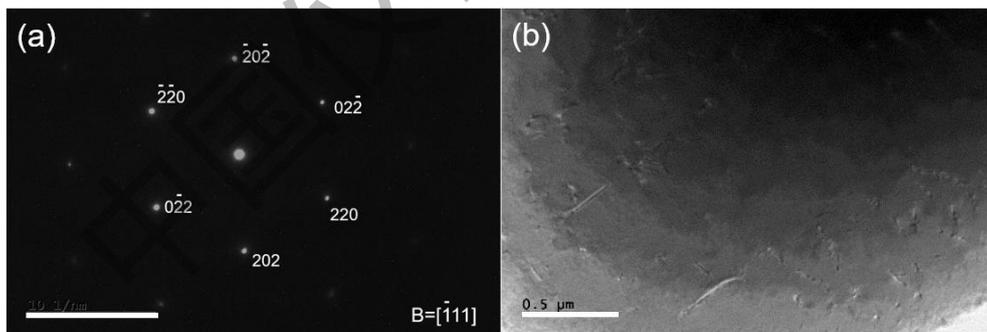


图 1 $[\bar{1}11]$ 带轴下样品的 (a) 衍射花样标定及 (b) 相应的 TEM 明场像

5) 双束成像条件透射电子显微镜操作步骤。按照菊池线总是垂直于透射原点与同指数衍射斑点连线的特征，标定出菊池花样如图 2a 所示。对照菊池花样，将菊池线中心从荧光屏中心 O 点沿着蓝色箭头方向，即 Y 轴负方向移动，直至 B1 位置（如图 2a 图意）。注意在样品倾转移动过程中注意随时切换回去 image 模式，以确定所参照的衍射花样始终由目标样品区域产生。如图 2a 右下角插入图所示此时可以看到亮的透射斑中心位于 ± 220 菊池带靠右的暗线上，对照此时电子衍射花样，微微调动样品

台 X 及 Y 方向倾转角度，获得透射斑点及一个衍射斑点最亮的双光束成像条件，如图右上插入图所示，此时成像条件 g 操作矢量对应于 $\bar{2}20$ 。如果将亮的透射斑中心踩至 ± 220 菊池带靠左的暗线上，此时双束成像条件对应 g 操作矢量为 220 （图 2b）。图 2c 对应为操作矢量为 $0\bar{2}2$ 时双束成像条件及实际菊池线花样情况。

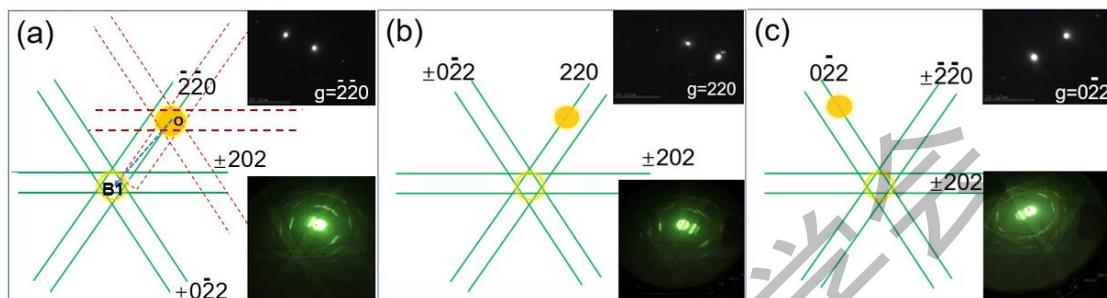


图 2 获得不同操作矢量双束成像条件示意图，插入图为双束成像条件下对应衍射花样及荧光屏上对应菊池线花样

2 实验结果

依照方法双束成像条件操作方法，分别样品在获得了 $[\bar{1}11]$ 带轴及 $[233]$ 带轴下共计六个不同操作矢量 g 下的双束明场像图像如图 3。

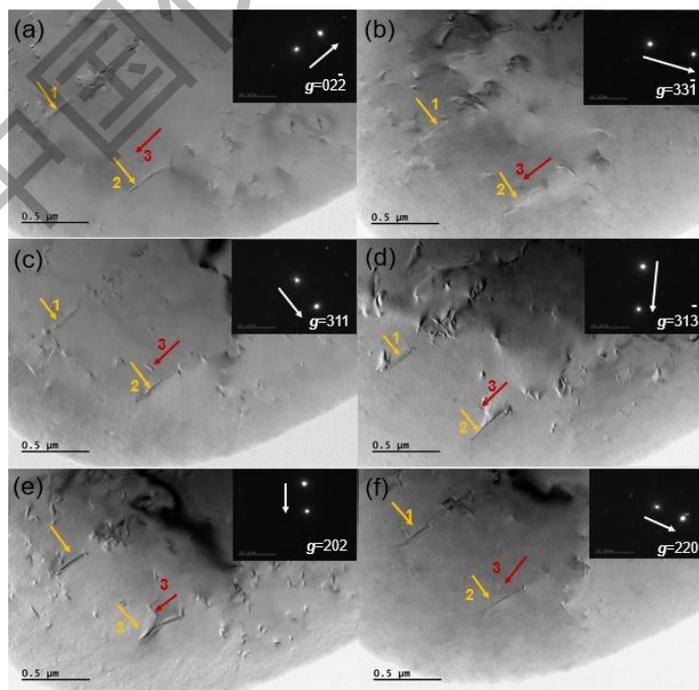


图 3 $\bar{2}$ $\bar{1}$
图 3 [33]带轴下 (a-d) 及 [11]带轴下 (e-f), 标示为 1、2、3 的三个位错线在不同的反射操作矢量下
同一位置双束明场像; 插入图为相应的双束成像条件下电子衍射花样;

3 结论

位错的结构、位错的滑移启动, 及启动后滑移方式与位错的交互作用是影响到材料的强度和塑性变形能力的关键。学会使用透射电子显微镜双束成像条件正确认识位错的存在位置及位错形式, 位错与晶体方位关系等, 是做好后续工作的前提。通过配备透射电镜原位样品杆, 还可以在此基础上在透射电镜中对样品施加受力, 实现对拉伸或是压缩过程中材料的位错变化动态观察分析。随着透射电子显微镜技术的发展, 尤其是球差矫正技术的引入, 还可以实现位错原子级分辨率的直接观察。为材料内部结构及组织的表征应用提供更多有用的信息。

参考文献:

- [1]尹衍升, 龚红宇, 谭训彦, 甄玉花, 张银燕, 陈云, Al₂O₃/ (纳米) Fe₃Al 复合材料位错形貌的 TEM 观测, 复合材料学报, 2004,21 (2) : 154-156
- [2]费广涛. 用透射电镜观察铝中位错时应注意的几个问题[J]. 分析测试技术与仪器,1996(3).
- [3]符晓倩,余倩,张泽.TWIP 高熵合金中塑性变形机理的原位电镜研究[J].电子显微学报,2019,38(5):452-457
- [4]李梦娇, 董应虎, 张瑞卿, 钟永录, 胡满银, 杨世松.高熵合金的制备方法及其应用进展 [J].2019,62(22):58-62
- [5]倪海涛, 张喜燕, 朱玉涛.纳米结构金属位错的研究进展[J].材料导报: 综述,2010,24(6):112-115
- [6]刘冠, 余倩, 张泽.钛氧析出相对钛合金中位错行为影响的原位透射电镜研究[J].电子显微学报,2018,37(5):421-426