

## 金属透射电镜样品的磨制和取样

### 实验材料:

直径为  $\phi 6.5 \text{ mm}$ ，厚度  $300 \mu\text{m}$  的高硬度高强度合金的圆片试样。

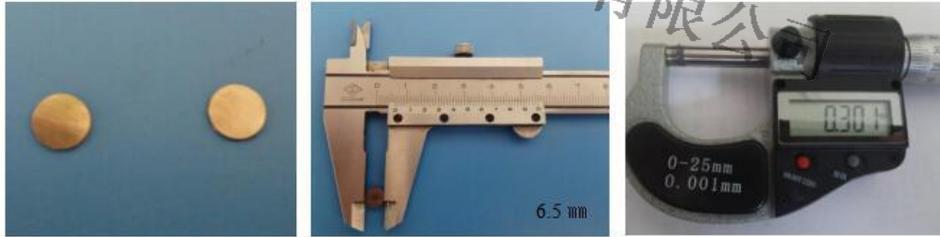


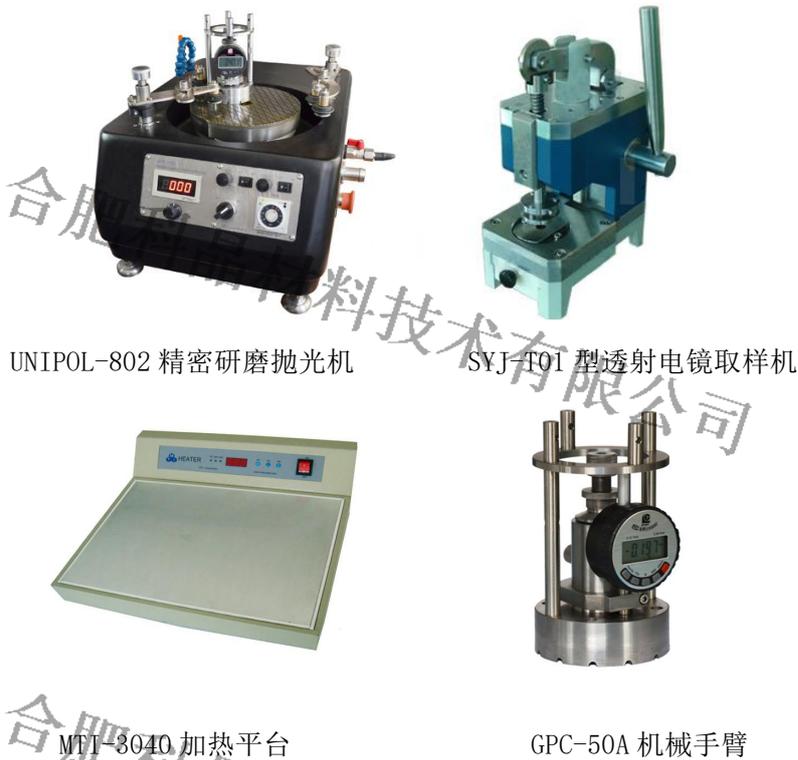
图 1 切割好的试样片及其直径和厚度示意图

### 实验目的:

将  $300 \mu\text{m}$  的试样片磨削成厚度为  $30 \sim 50 \mu\text{m}$  的薄片，在减薄的试样片上切取  $\phi 3 \text{ mm}$  的小圆片，做为用来进行透射电镜观察的样品。

### 实验设备:

科晶制造的 UNIPOL-802 精密研磨抛光机、SYJ-T01 型透射电镜取样机、MTI-3040 加热平台、GPC-50A 机械手臂。实验所用设备如图 2 所示:



UNIPOL-802 精密研磨抛光机

SYJ-T01 型透射电镜取样机

MTI-3040 加热平台

GPC-50A 机械手臂

图 2 实验所用设备图

### 设备选用理由:

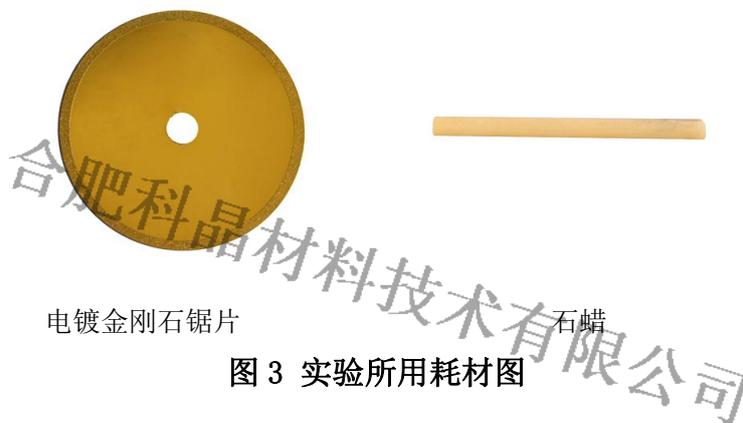
UNIPOL-802 自动精密研磨抛光机适用于晶体、陶瓷、金属、玻璃、岩样、矿样等材料的研磨抛光制样，本机设置了  $\phi 203 \text{ mm}$  的研磨抛光盘和两个加工工位，可用于研磨抛光  $\leq \phi 80 \text{ mm}$  的平面，自动程序的设置可一次研磨

多个样品且省时省力，本实验中透射电镜用原始试样尺寸小，因此 UNIPOL-802 自动精密研磨抛光机是本实验研磨设备的最佳选择。

SYJ-T01 型透射电镜取样机可冲切 0.01mm-0.5mm 厚的各种韧性材料；冲切精度高，无毛边、毛刺、压痕；结构紧凑，体积小巧，可置于 230mm 以上的手套过渡箱中；操作简单，安全可靠。

GPC-50A 精确磨抛控制仪，是 UNIPOL 系列研磨抛光机搭配使用设备，可严格控制样品的表面平行度，可将存在一定厚度差的样品同时研磨到相同的厚度，是工件进行精确磨抛时不可缺少的精密器具，其承载样件直径不大于 50mm、厚度不大于 10mm，对于尺寸较小的透射电镜用样品可一次磨削多个，减小了制作透射电镜用样品的难度。因此，本实验搭配使用 GPC-50A 精确磨抛控制仪。

实验耗材：电镀金刚石磨片、石蜡



电镀金刚石磨片

石蜡

图 3 实验所用耗材图

### 实验过程：

将 GPC-50A 机械手臂的载样块卸下并放置于 MTI-3040 加热平台上预热，待载样块表面的温度达到使石蜡融化的温度后将石蜡涂抹在载样块上将要固定样品的位置，固定好样品的载样块如图 4（1）所示，由于融化的石蜡具有一定的流动性，因此样品周围会有少量的凝固的石蜡残留。将载样块再安装回机械手臂上放置于 UNIPOL-802 自动精密研磨抛光机上对样品进行磨削减薄，安装完载样块的机械手臂并放置在研磨抛光机上进行磨削时如图 4（3）所示，



(1) 固定好样品的载样块

(2) 安装完样品的机械手臂

(3) 放置机械手臂的研磨盘

图 4 样品固定及研磨状态图

透射电镜样品需要进行双面磨削，首先进行磨削的一面的减薄时间应把控好，因为若此面研磨时间过长，样品的厚度减薄的就会过多，另一面磨削时就容易把样品磨损坏，一般边磨边观察，首面磨削以样品厚度减薄一半为宜。先用

400#金刚石磨片对样品一面进行磨削减薄,当样品厚度减薄至一半时记录一下磨削的时间然后换用 800#金刚石磨片对表面再进行磨削 20min, 后换用 1200#金刚石磨片对样品表面再磨削 10min, 然后换用 1500#金刚石磨片继续对样品表面研磨 5min, 最后换用 2000#金刚石磨片对样品表面磨削 3min。在这些型号金刚石磨片磨削完后, 将载样块卸下, 再放置到加热平台上进行预热, 待石蜡融化后将试样片取下用千分尺再次依次测量所磨削的试样片的厚度, 厚度测量结果如图 5 (1) 所示, 样品厚度几乎都在  $150\ \mu\text{m}$ , 然后将样品翻面粘贴在载样块上, 待冷却后再安装回机械手臂上对另一面进行磨削。另一面磨削所用的金刚石磨片的型号与首面相同, 不同的是 400#金刚石磨片磨削所使用的时间。根据剩余样品的厚度为  $150\ \mu\text{m}$  可知对 A 面磨削时样品厚度减薄了二分之一, 因此再对 B 面磨削时 400#金刚石磨片磨削时间应适当缩短, 此时我们用 400#金刚石磨片磨削 A 面所用时间的三分之二对 B 面进行减薄, 然后依次换用其余型号的金金刚石磨片对样品进行磨削, 磨削后将样品从载样块上卸下并使用千分尺对样品厚度进行测量, 测量的结果如图 5 (2) 所示。



(1) A 面磨削后样品剩余的厚度尺寸



(2) B 面磨削后样品剩余的厚度尺寸

图 5 样品磨削后的厚度示意图

由图 5 (2) 可见样品的厚度达到透射电镜用样品厚度的要求, 因此可以停止对样品的磨削操作。接下来是对样品取  $\phi 3$  的圆片试样的操作, 由于所要取的圆片尺寸较小, 因此存在一定的技术难度, 需要由特殊的工具进行相关操作, 一般的高校和研究所所使用的都是进口的取样器, 进口取样器相对体积较小, 但价格昂贵, 且使用时间较长时切出的样品存在小的毛边, 不利于接下来的操作。而沈阳科晶自动化设备有限公司制造的 SYJ-T01 型透射电镜取样器切割刃口锋利, 切割后的样品无毛边, 且机器的价格相对较低, 体积较小, 结实耐用, 是替代进口透射电镜取样机的最佳选择。首先将样品放置于取样器的切割刃口处, 压下取样器手柄, 切割后样品掉入样品接盒中, 取出样品用游标卡尺对样品直径进行测量可见样品直径正好为 3 mm。

从图 7 可见,在 400×光学显微镜下观察切割后的样品边缘仅有微小的毛边,用肉眼观察样品边缘光滑无毛边,切割效果优良,由此可知,SYJ-T01 型透射电镜样品取样机是切割金属透射电镜样品的最佳选择。

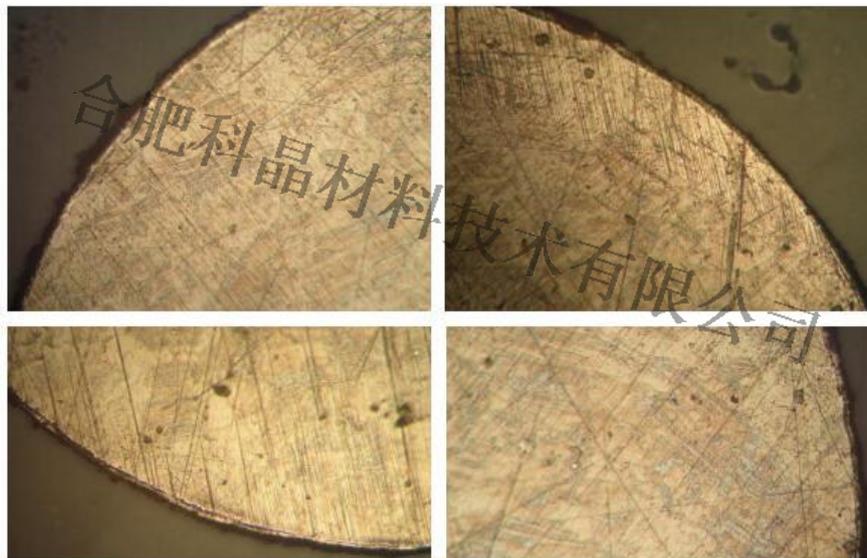


图 7 400×光学显微镜下样品边缘状态图

结论:

(1) UNIPOL-802 自动精密研磨抛光机搭配 GPC-50A 机械手臂适合磨削厚度较薄、尺寸较小的透射电镜用样品。

SYJ-T01 型透射电镜样品取样机切割的样品边缘光滑无毛边,圆片直径正好为  $\phi$  3 mm。