



中华人民共和国国家标准

GB/T 30703—2014/ISO 24173:2009

微束分析 电子背散射衍射取向 分析方法导则

Microbeam analysis—Guidelines for orientation measurement using electron
backscatter diffraction

(ISO 24173:2009, IDT)

2014-06-09 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

引言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 EBSD 设备 6

5 操作条件 7

6 EBSP 指数标定所需的校正 11

7 分析过程..... 14

8 测量不确定度..... 14

9 分析结果的发布..... 15

附录 A（资料性附录） EBSD 的工作原理 16

附录 B（规范性附录） EBSD 的试样制备 17

附录 C（资料性附录） 晶体学、EBSP 标定及其他与 EBSD 相关的有用资料..... 22

参考文献 37

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用国际标准:ISO 24173:2009《微束分析 电子背散射衍射取向测定方法 导则》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

——GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025:2005, IDT)。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:上海发电设备成套设计研究院、宝钢集团中央研究院、中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准主要起草人:张作贵、田青超、陈家光、曾毅。

引 言

电子背散射衍射(EBSD)是使用扫描电子显微镜(SEM),或 SEM-FIB(聚焦离子束)或电子探针显微分析仪(EPMA)测量和面扫描晶体试样获得晶体学信息的技术^[1,2]。

电子背散射花样(EBSP)是固定入射电子束照射到高倾斜的晶体试样表面,并与表层原子相互作用并发生背散射的结果。为了提高背散射效率,通常试样表面法线方向与电子束成约 70° 夹角。EBSP 通常成像在由一种闪烁计数器(例如,荧光屏或者 YAG 单晶)和电荷耦合器件(CCD 相机)组成的 EBSD 探测器上,也可以成像在照相胶片上。

通过分析 EBSP,可以测量晶粒取向,也可以对一些微小区域内的相结构进行分析。由于 EBSD 是入射电子与试样表面几十纳米深度范围内的原子相互作用发生的衍射效应,因此应用该技术时需要特别注意试样的制备^[3]。

EBSD 的空间分辨率强烈依赖于被测材料的性质和仪器操作参数,一般情况下,用钨灯丝扫描电镜可获得大约 $0.25\ \mu\text{m}$ 的空间分辨率,而用场发射电子枪扫描电镜(FEGSEM)的分辨率极限可达 $10\ \text{nm}\sim 50\ \text{nm}$ 。通常,晶体取向的测量精度大约为 0.5° 。

通过对试样某一区域的 EBSD 面分析,可以获取反映该区域取向的空间变化、相组成、EBSP 质量及其他相关测量的面分布图。这些数据能够用于显微组织定量分析,例如,测量平均晶粒尺寸(或尺寸分布)、晶体学织构(取向分布)或者含有特殊性质的晶界(如孪晶晶界)数量。EBSD 技术结合精密的连续切割技术,如聚焦离子束(FIB)技术,可以获取材料的三维显微组织特征^[4]。

为了更好地掌握 EBSD 技术并进行准确的数据处理,EBSD 用户应该熟悉晶体学原理和取向表征的各种方法(这两方面内容也在相关文献^[5,6]中有所介绍)。

微束分析 电子背散射衍射取向 分析方法导则

1 范围

本标准给出了使用电子背散射衍射(EBSD)技术进行晶体取向测量的指南,使测量数据具有较高的可靠性和重复性,本标准确立了试样制备、仪器配置、校正以及数据采集的一般原则。

本标准适用于 EBSD 对块状晶体样品的晶粒取向分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO/IEC 17025 检测和校准实验室能力的通用要求(General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)

ISO/IEC Guide 98-3 测量不确定度 第 3 部分:测量不确定度表示指南(GUM:1995)(Uncertainty of measurement—Part 3:Guide to the expression of uncertainty in measurement(GUM:1995))

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

晶体 crystal

由在空间上规则的、可重复的原子排列组成。常用空间群、晶系、晶格常数(包括棱边长度和棱之间的角度)以及晶胞内的原子位置来描述^[7,8]。

注 1: 例如,铝晶体能用一个边长为 0.404 94 nm 的面心立方(单胞)来表示。

注 2: 分别沿着[100]、[111]和[110]方向观察的铝晶体(4×4×4 单胞)原子排列模型如图 1 所示,图 1 同时给出了与其相对应的每一晶体取向的球形菊池花样,其四次、三次及二次对称显而易见,如同镜面。

注 3: 对于不熟悉晶体学的初学者来说,建议参考一些标准教科书^[7-9]。

注 4: 有关晶体学知识简介和具有立方晶体对称性材料的 EBSD 指数标定指南见附录 C。

3.2

晶面 crystal plane

通常用(hkl)表示的平面,代表一个晶面在晶胞的a、b、c坐标轴上的截距是1/h、1/k、1/l,这里,h、k、l为整数。

注 1: h、k、l 通常称为晶面的密勒指数。

注 2: 详细见附录 C。

3.3

晶向 crystal direction

通常用[uvw]表示的方向,代表一个矢量方向沿a、b、c晶轴的基矢的倍数。

注: 详细见附录 C。

3.4

晶体单胞 crystal unit cell

通过无限重复来构成晶体的单元。

注：通常用三个长度 a 、 b 、 c 和三个角度 α 、 β 、 γ 来定义。长度单位通常用埃或纳米表示，角度单位用度表示。

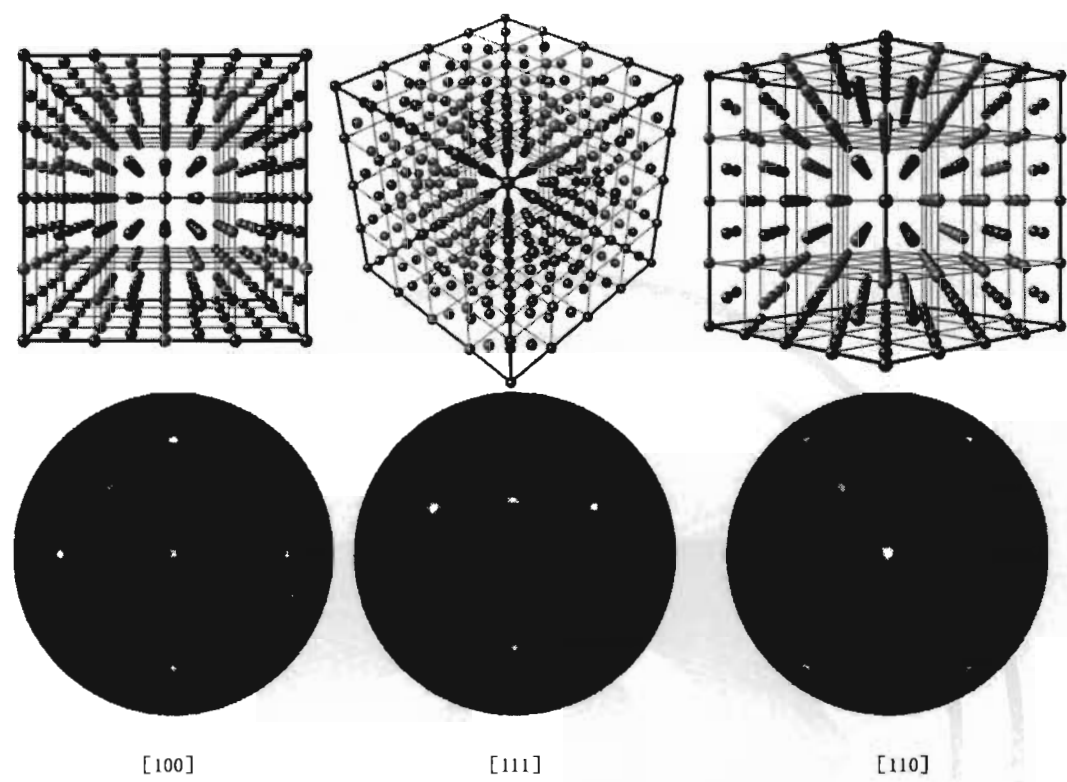


图 1 沿[100]、[111]和[110]方向的铝晶体模型(上图),以及相对应的球形菊池花样(下图),可以清晰地观察到其对称性

3.5

晶体学取向 crystallographic orientation

相对于试样坐标系的晶体坐标系的位向(例如,立方晶系的[100]、[010]、[001])。

注：试样坐标系可以用 x 、 y 、 z 表示,对于轧制材料,通常用 RD、TD、ND 表示(RD-参考方向(或轧向)、TD-横向、ND-法向)。

3.6

EBS D 探测器 EBSD detector

用于采集电子背散射花样的探测器,通过一视频相机(通常为一高灵敏电荷耦合器件,CCD)将花样转化为显示设备(电脑显示屏)上的可视图像。

注：也可参见 3.21。

3.7

电子背散射衍射 electron backscatter diffraction; EBSD

当固定的入射电子束照射到高倾斜的晶体试样时,背散射电子与其表层原子发生的衍射。

注：通常可用其他术语替代 EBSD,如“EBSP”(或者更普遍使用的“EBSP 技术”,见 3.8)、“BKD”(背散射菊池衍射)、“BKED”(背散射菊池电子衍射)和“BKDP”(背散射菊池衍射花样)。

3.8

电子背散射花样 electron backscatter pattern; EBSP

由电子背散射衍射产生的具有准线性特征的并被探测器截获的谱图,即菊池带(见图 2),可将其显

示在荧光屏或照相胶片上。

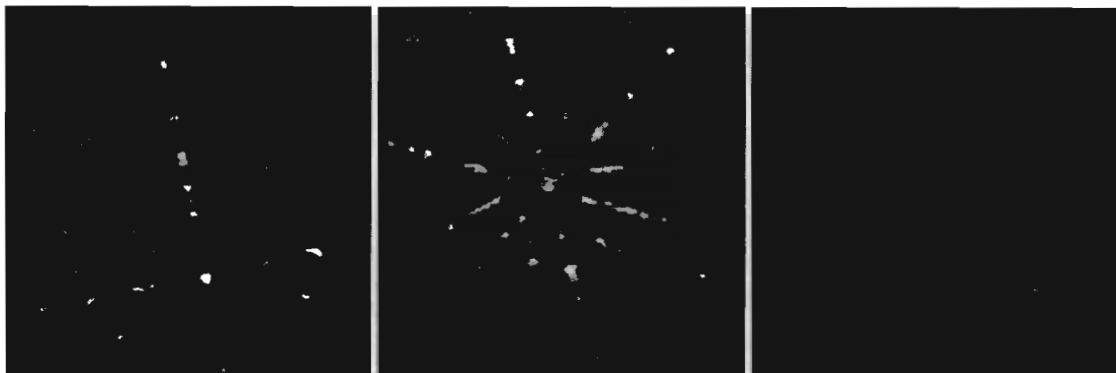


图 2 菊池带重叠排列的 EBSD 实例

3.9

EBSD 晶粒 EBSD grain

试样具有相似取向的区域,该区域由相邻测量点之间的取向差大于根据需要所设定临界值的分界线来显示^[10]。

3.10

EBSD 空间分辨率 EBSD spatial resolution

不同晶粒(被明显的晶界分开)内两个测量点之间的最小距离,EBSD 系统能正确标定出这两个点上产生的不同 EBSD。

注:图 3 所示为电子束越过一种陨石试样晶界的 EBSD 示意图。可以发现左侧和右侧为两种截然不同的 EBSD,中间为左、右两图的组合。采用指数运算法则可以很好地处理这些重叠花样,有效地提高了 EBSD 的空间分辨率。

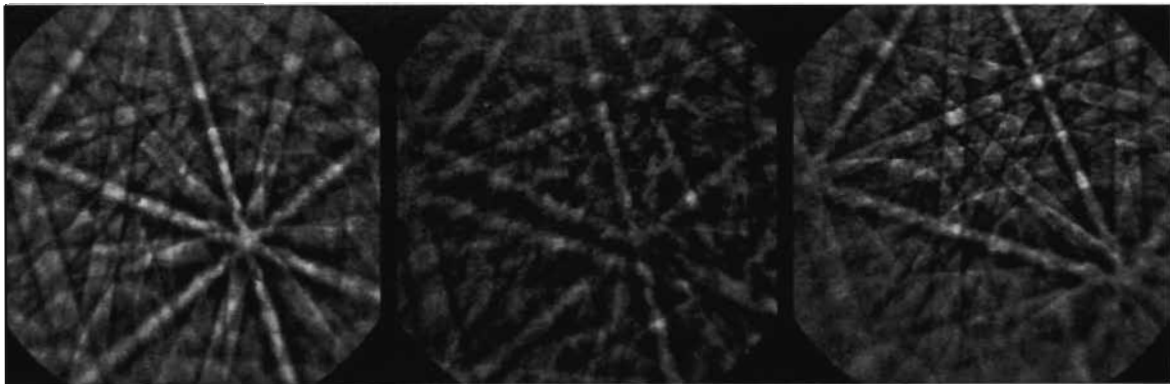


图 3 一晶界两侧(左侧和右侧)和晶界(中间)的 EBSD 实例
(这些 EBSD 取自 30 nm 的间距,且中间的 EBSD 是左右两个的组合)

3.11

欧拉角 Euler angles

一组代表相对于试样坐标轴的晶体取向的三种旋转角。

注: Bunge 转换(关于 z 、 x' 、 z'' 方向的旋转)是描述 EBSD 数据的最常用方法。欧拉角就是把试样坐标系与晶体坐标系转化成一致所需的旋转角度。应该注意,由于晶体具有对称性,因此可能存在等价的几套欧拉角^[6]。

3.12

Hough 变换 Hough transform

能自动探测图像内特殊形状特征的一种图像处理数学方法。

注：在 EBSD 中，线性 Hough 变换用于识别菊池带在 EBSD 中的位置和取向，使得花样指数可以标定。每个菊池带
在 Hough 空间中转化为最大值而被识别。这种 Hough 变换本质上是 Radon 变换的一种特例。一般情况下，
Hough 变换用于二进制图像，Radon 变换用于灰度图像^[11,12]。详细见 5.3.7。

3.13

指数标定 indexing

与给定 EBSD 特征相对应的晶体学取向识别过程。例如，确定菊池带所对应的晶面或菊池带交叉
点(带轴)所对应的晶向，进而决定其取向(和物相)。

3.14

显微结构 microtexture

在显微结构中，空间位置相互关联的多晶体中各晶粒的取向分布^[13]。

3.15

取向差 misorientation

两种晶体坐标系位向的差，通常用一个角/轴对来表示。

注 1：取向差是指使一个晶体与另一个晶体相一致所需要的旋转。它可以用一个旋转矩阵，一套欧拉角，一个角/轴
对或者 Rodriguez 矢量表示。最常使用的是角/轴对，但一般只用最小的角来描述。

注 2：EBSD 软件计算试样表面基于 EBSD 的特殊点的晶体取向。该软件能够计算任意两点之间的取向差(在取向
图中相邻或者不相邻的两点)^[14]。

3.16

取向 orientation

相对于试样坐标系的晶体位向。

注：通常用欧拉角(ϕ_1, Φ, ϕ_2)或者晶体与试样轴和(或者)Rodrigues-Frank 矢量之间的方向余弦的(3×3)取向矩阵
来表示。

3.17

取向图 orientation map; OM

面扫描逐点测量晶体取向所得到的取向数据分布图^[15]。

注：也称为晶体取向图(COM)、自动晶体取向图或者取向显微图像。

3.18

取向噪音 orientation noise

在理想单晶内，经反复测量取向所获得的取向分布。

注 1：分析区域必须足够小，保证电子束移动时不会导致检测到的取向发生变化。

注 2：这种分布是 EBSD 技术中角分辨率统计特性的反映。

3.19

花样中心 pattern centre; PC

过试样表面电子束轰击点作与显示屏表面的垂线，其与探测器屏幕的交点。

3.20

物相鉴定 phase identification

通过采集的 EBSD 特征与一套可能物相的模拟或计算的 EBSD 进行比较，对试样中未知相的晶体
学鉴定^[16-18]。

注：这是个自动过程，EBSD 软件自动搜索已选定的晶体相数据库，并决定与所获得的 EBSD 最匹配的物相，该过程
称为物相鉴定。另一方面，它也可以是手动过程，如对称性，带宽，高阶劳厄区(HOLZ)线等的 EBSD 特征均可
用于物相鉴定过程。通常情况下，结合能谱法或波谱法获得的化学成分信息可减少可能相的数量，并提高处理
速度和结果的可信度。

3.21

荧光屏 phosphor screen

用于把电子衍射花样转化为低光度相机能够检测到的可视光信号的屏幕。

注：大部分 EBSD 荧光屏是由一薄层（厚度约为 $4\ \mu\text{m}\sim 10\ \mu\text{m}$ ）荧光物质颗粒组成，通常在荧光屏上涂一薄层铝膜，不仅防止荷电发生，还可以改善 EBSD 信号。由于铝涂层很薄，所以对电子束来说相对透明。

3.22

伪对称 pseudosymmetry

由于某些晶体取向的 EBSD 之间存在内在相似性，一种 EBSD 可能会对应几种不确定的标定结果。

注 1：这种问题主要出现在一些矿物试样，如石英和橄榄石，偶尔也会出现在某些金属相中。

注 2：一种 bcc 铁试样中的 $\langle 111 \rangle$ 晶带接近于 EBSD 的中心，如图 4 所示。如果只用图 4 所示的圆形区域进行晶带检测，那么很难区分这两种取向。这种 $\langle 111 \rangle$ 晶区尽管实际上只有 3 次对称轴，却表现出明显的 6 次轴，只有靠近这个区域边部较弱的菊池带才能够区分两种可能的 3 次轴。

注 3：一般可以通过减小试样与荧光屏之间的距离来获取更多的菊池带，使伪对称的影响降低到最小。

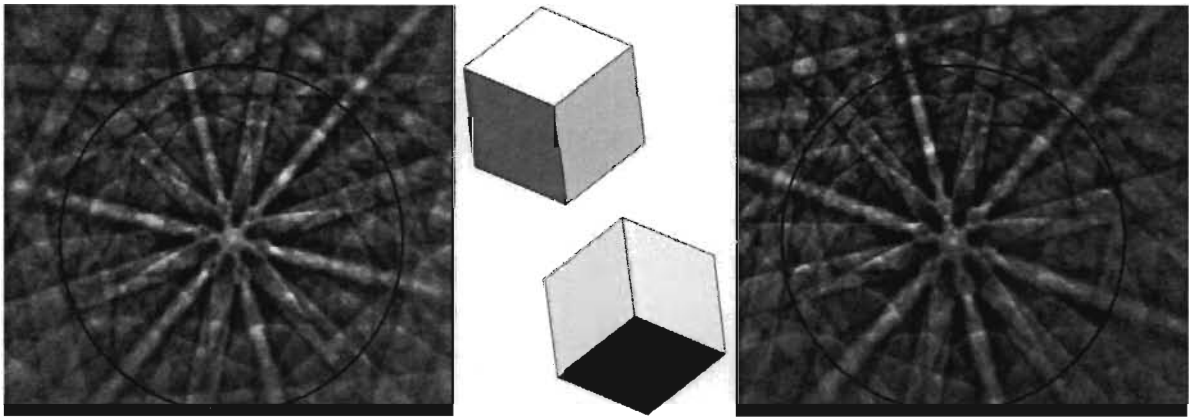


图 4 bcc 铁中沿 $\langle 111 \rangle$ 带的伪对称

（如果只使用圆圈里的强菊池带，那么这两个 EBSD 均可标定为沿 $\langle 111 \rangle$ 旋转 60° 的两个取向之一）

3.23

试样与荧光屏的距离 specimen-to-screen distance; SSD

花样中心与试样表面电子束轰击点之间的距离。

注：如果试样与荧光屏之间的距离变小，那么 EBSD 将会向花样中心方向缩小，会观察到更多的菊池带。

3.24

球形菊池图 spherical Kikuchi map; SKM

投射到一球体表面的 EBSD 衍射花样的图案。在 EBSD 系统中，衍射信号从试样表面的某一点源呈球形发散，如图 5 所示。

注 1：球形菊池图有利于避免用于捕获每一个 EBSD 在荧光屏上 EBSD 信号的心射切面投影的失真。

注 2：球形菊池图集集中于试样中心并且沿着被检测晶体的晶体学方向排列。当晶体旋转时，SKM 也同步移动。

3.25

对称性 symmetry

一个物体如果以某种方式旋转、平移、或镜像操作后与原来相同，它就具有对称性。

注：见附录 C。

3.26

晶带轴 zone axis

EBSD 中几条菊池带交叉的中心点。

注：对应于 EBSD 中的低指数晶向。

3.27

布拉菲点阵 Bravais lattice

由构建晶体的原子、分子或离子组成的一个三维几何排列。

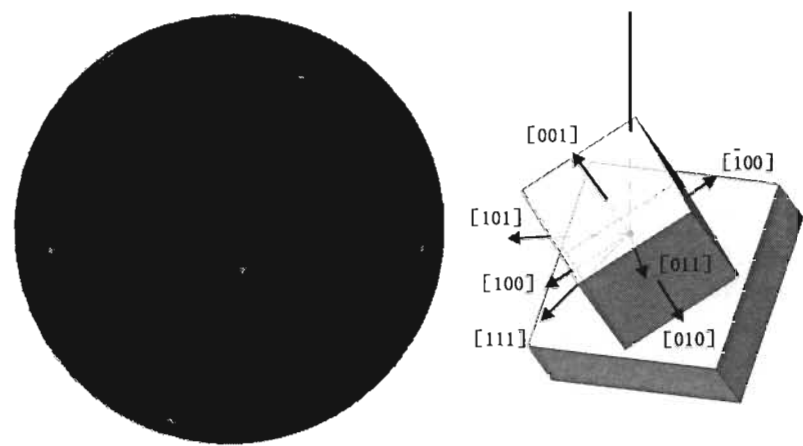
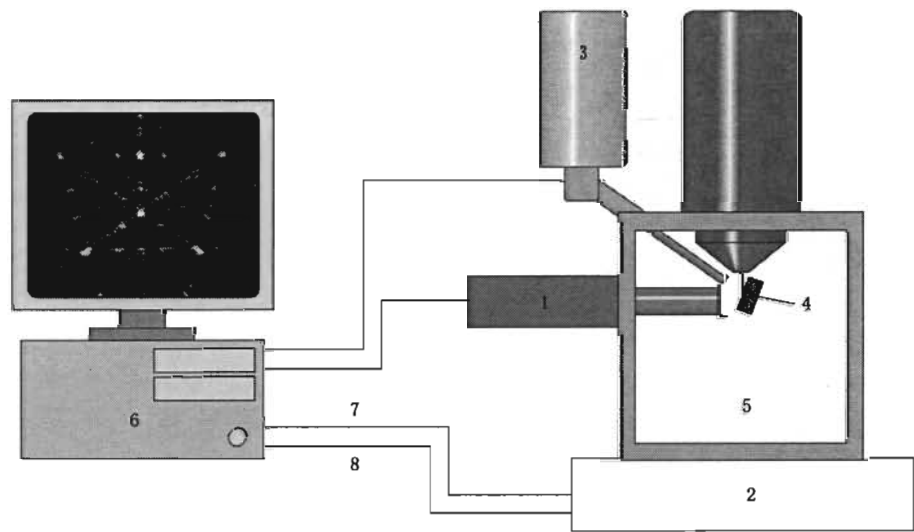


图 5 标有主要晶向的硅单胞(右侧)和该取向硅的球形菊池图(左侧)
(该取向为对应 70°倾斜试样的标准硅校正取向,图中表示了入射电子束方向)

4 EBSD 设备

4.1 具有一电子镜筒和包括电子束位置、试样台、聚焦和放大控制装置的 SEM、EPMA 或者 FIB 仪器 (见图 6)。



- 说明:
- 1——EBSD 设备;
 - 2——SEM 设备;
 - 3——EDS 能谱仪(可选件);
 - 4——倾斜试样;
 - 5——试样交换室;
 - 6——EBSD 计算机;
 - 7——电子束控制系统;
 - 8——SEM 和试样台控制系统。

图 6 EBSD 装置示意图

4.2 探测和标定电子背散射衍射花样的 EBSD 附件,包括:

4.2.1 荧光屏:来自试样的电子在显示屏上产生荧光以形成衍射花样。

4.2.2 低光感度摄像机:用于观察在荧光屏上产生的衍射花样。

4.2.3 计算机:一台带有图像处理、计算机辅助花样标定、数据储存及处理、SEM 电子束(或者试样台)控制等功能的计算机。

注 1:现代系统通常采用 CCD 相机。

注 2:为了检测来自试样表面的背散射电子,在荧光屏周围安装一混合探测器系统。这些探测器通常是与固态背散射探测器相类似的硅二极管,具有试样显微结构的快速成像(取向和原子序数对比度)功能^[19]。

4.3 当需要制备 EBSD 试样时,可能需要下面的一些设备[取决于试样制备的类型(见附录 B)]:切割机、镶嵌机、机械研磨和抛光机、电解抛光机、超声波清洗器、离子溅射装置以及镀膜装置等。

5 操作条件

5.1 试样制备

进行 EBSD 分析时,电子束作用区域必须是晶体。分析区域的晶体特征(如晶粒大小、变形状态)应该代表块状试样或部分试样的显微结构特征,如是后者,则其显微结构特征应可通过分段显微结构(如层状薄膜或者靠近焊缝的热影响区/非热影响区)来进行判断。要求制备良好的试样表面,以确保 EBSP 通过电子衍射而产生于试样表面几十个纳米范围内,同时也是为了防止 EBSD 数据因不当制样而受到不良影响。用于 EBSD 分析的试样表面应该平整且没有在制备过程中产生变形。不当的试样制备过程将导致试样表面或亚表面出现变形层、污染物、氧化物或者反应产物层。由于试样表面与电子束之间存在较大的倾斜角度(通常为 70°),因此在试样制备过程中,降低表面起伏是较为关键的一个步骤。关于 EBSD 试样制备指南,参见附录 B。

5.2 试样对中

采用 EBSD 进行精确校准(参见第 6 章)和测量时,需对试样坐标系统、SEM 扫描线圈、试样台以及 EBSD 探测器之间的对中进行详细说明。试样应置于电镜中进行对中,以使待测表面的法线方向与电子束之间成选定的倾斜角度(通常约为 70°),并且待测面上的参考方向(通常为试样边缘)与试样台倾斜轴平行,且与电子束扫描系统的一条轴(在电子束扫描方式下)平行。将试样置放于在倾斜待测面上可更容易实现精确对中,因为在电镜下可对试样进行精细调整。首先,试样参考方向应根据试样台的倾斜轴进行对中,并通过以下方法进行确认:将试样台沿倾斜轴前后移动,同时查看试样参考方向围绕一个可视固定点(如网格上一个特殊的交叉点)前后移动时的电子图像。然后,电子束扫描的长轴可以用以下方法对中:通过调整扫描旋转,使电子束扫描的长轴与倾斜方向保持一致,直至电子图像上这两个方向显示在同一条线上。如果使用了预设倾斜角的试样台(或者非旋转试样台,即不允许试样在倾斜待测面上旋转),那么安装试样时,其参考方向应尽可能接近 SEM 试样台的一条正交轴线,这一点尤为关键。

对于手动倾斜试样台,建议在常用的倾斜角度处设置机械限位,以保证试样台可以倾斜至所需角度,且具有良好重现性。

5.3 采集 EBSP 的一般步骤

5.3.1 设定显微镜操作条件

5.3.1.1 加速电压

为产生衍射花样,电子必须具有足够的能量,这样当发生背散射衍射时,电子可以保留足够的能量

引起荧光屏闪光,从而使落到荧光屏上的电子数量增加,进而增加衍射花样的亮度。虽然这可减少相机的积分时间,但同时电子束斑直径的增大会降低 EBSD 的空间分辨率。值得注意的是,分辨率的降低所造成的影响通常比较小。对于大多数应用来说,扫描电镜通常采用的加速电压范围为 15 kV~30 kV。增加加速电压可使电子波长减小,从而使衍射花样中的菊池带宽减小。在此范围内选用较高的加速电压对分析表面有超薄(10 nm 左右)导电涂层或者有超薄变形层的材料非常有利。较低的加速电压可用于分析厚度为 10 nm~50 nm 的薄膜试样表面,还可用于减少不良导电试样的荷电现象。

5.3.1.2 探针电流

增加探针电流会使产生衍射花样的电子数目增加,从而减少相机积分时间,实现更快速地面扫描成像。然而,由于探针电流的增加使 EBSD 信号产生于试样的更大区域内,这会降低空间分辨率,同时会产生荷电和污染问题。

如果条件允许,电子束应聚焦于试样表面,并对倾斜试样采用动态聚焦加以补偿。

5.3.2 探测器和工作距离

作为一般用途,EBSD 的理想工作距离是当原始 EBSP(未经背底校正)的亮斑中心与荧光屏中心重合时的工作距离。有些实验会根据不同的实验要求选择不同的工作距离。提高相机增益可使衍射花样强度增加,但这会使噪音水平增加。一般来说,较短的工作距离会提高 EBSD 测量的空间分辨率,但应谨慎操作以避免试样与极靴或背散射探测器(如果有)产生碰撞。

EBSD 的理想探测器距离(试样与荧光屏之间)取决于荧光屏尺寸和所分析试样的性质。对于一般的 EBSD 检测,荧光屏通常设定在距离电子束与试样之间的交点约 15 mm~25 mm 处。采用较小的探测器距离,将会获得更多的 EBSP 菊池带,这有利于低对称相的指数标定,还可以提高对不同相以及具有相似(伪对称性)EBSP 取向的识别能力。如果探测器距离过大,在荧光屏上成像的衍射空间会很小,而且所获得的 EBSP 菊池带较宽。当探测器距离超过一定值时,则无法实现指数的自动标定。

在低放大倍率下进行电子束扫描时,衍射花样的中心位置会发生显著移动,这会影响所收集到的取向数据的准确性,有些系统具有弥补这种移动的校正和指数标定程序。有些系统允许在不同的工作距离以及这些距离的不同插值点下进行校正。此外,必须确定使 EBSD 系统能够实现精确校准的工作距离范围。

5.3.3 相机积分/曝光时间

大部分 CCD 相机具有控制相机曝光时间总量的能力,对应的参数通常被称为相机积分或曝光时间。较长的曝光时间通常能获得低噪音、高质量的 EBSP。相反,如果曝光时间太长,部分图像可能会呈现过饱和状态(即完全变白)。

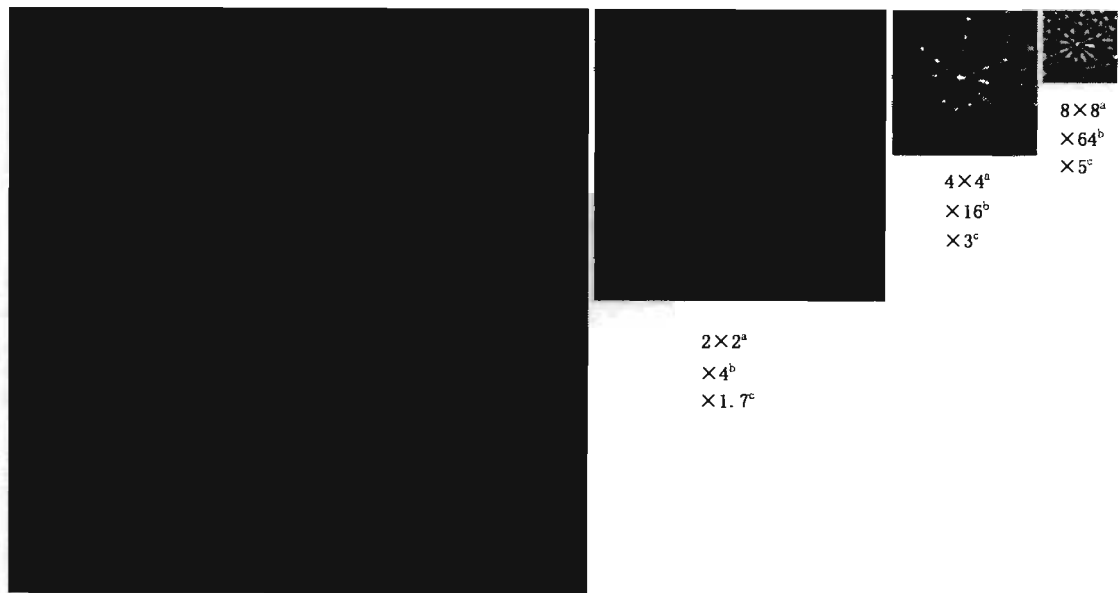
通常需要设置一定的曝光时间,以保证原始 EBSP(无背底校正)尽可能明亮,且没有任何部分发生过饱和现象。对于具有高原子序数的待测相以及高加速电压、大探针电流、小探测器距离、低相机分辨率(较高的像素集成水平)和高相机增益等情形,要想获得这种效果,必须缩短曝光时间。应根据每次实验的具体情况来优化曝光时间,以充分利用 CCD 相机的动态范围。此外,必须仔细查看未经处理的原始 EBSP 花样灰度水平柱状图,并调整设置使大约 75%的花样范围被利用。

5.3.4 像素集成

现代 CCD 相机大多可通过像素块融合来给出增加型(即高亮度)信号以及提高敏感度,但此时所形成图像的分辨率较低。通过提高像素集成,获得较快的 CCD 读出速度,可增加 EBSP 面扫描的速度,同时还能提高探测器的有效敏感度。

图 7 显示当像素集成因子成倍增加时,像素集成对 EBSP 信号和读出速率所产生的影响。像素集

成因子每增加一倍,以像素为单元的 EBSD 图像宽度将减半。



说明:

- ^a 像素集成因子。
- ^b 图像强度。
- ^c 读出速率。

图 7 经像素集成后(与未经像素集成的图像相比)的图像尺寸、强度和读出速率的变化示意图

5.3.5 EBSD 平均化

对来自同一晶体分析区域的几个 EBSD 进行数字平均化,以降低最终 EBSD 的噪音水平。虽然通过平均化可获得高质量的 EBSD,但会降低 EBSD 面扫描速度。总曝光时间等于每帧曝光时间与用于获得平均化 EBSD 帧数的乘积,在某些应用中,该方法可用于提高花样指数的标定速度和标定质量。单帧(没有经过平均化)与 3 帧之间的平均化通常用于面扫描。更高水平的帧平均化可用于某些特殊用途,如难度较大的相鉴定。

5.3.6 EBSD 背底校正/EBSD 信号校正

EBSD 通常中心亮,越接近边缘亮度越暗。背底校正 EBSD“原始”花样转换成具有更均匀亮度、且边缘和中心对比度更好的衍射花样。背底校正是指收集背底信号并通过减法、除法或两种方法混合使用将背底从 EBSD 中扣除。(采用除法能提高 EBSD 边缘的对比度,在图像处理术语中称为“平场校正”)。

通常可采用两种方法获得背底校正信号。第一种方法是,通过电子束扫描多晶试样中的大量晶粒而获得 EBSD 花样。因大量的 EBSD 被平均化,故所产生的花样无菊池带,但原始 EBSD 仍呈现从中心到边缘的亮度梯度。以此种花样为背底,可以增强随后所采集的 EBSD 之间的对比度。在第二种方法中,通过数学上的模糊函数对所采集的 EBSD 进行消除短程对比度处理(如菊池带)来创建背底,然后利用此背底提高 EBSD 的对比度。采用这种方法时,可能会凸显出闪烁器(荧光屏)上的瑕疵或者 CCD 相机上的异常像素点,因此应避免将其应用于存在以上问题的系统,且花样处理时间会稍微延长。

在诸多应用中,尤其是对形变材料进行分析时,建议同时采用以上两种方法。在某些应用情况下,适合仅选用其中一种方法。对于单晶或晶粒尺寸很大的试样,由于电子束无法扫描到数量足够多的晶粒,因此选用第二种方法进行分析更为有效。如采用第一种方法分析上述试样,在背底的采集过程中,

试样应尽可能保持连续旋转。这样,EBSP 会更加模糊,但能产生比 EBSP 数字化平滑处理效果更好的背底。

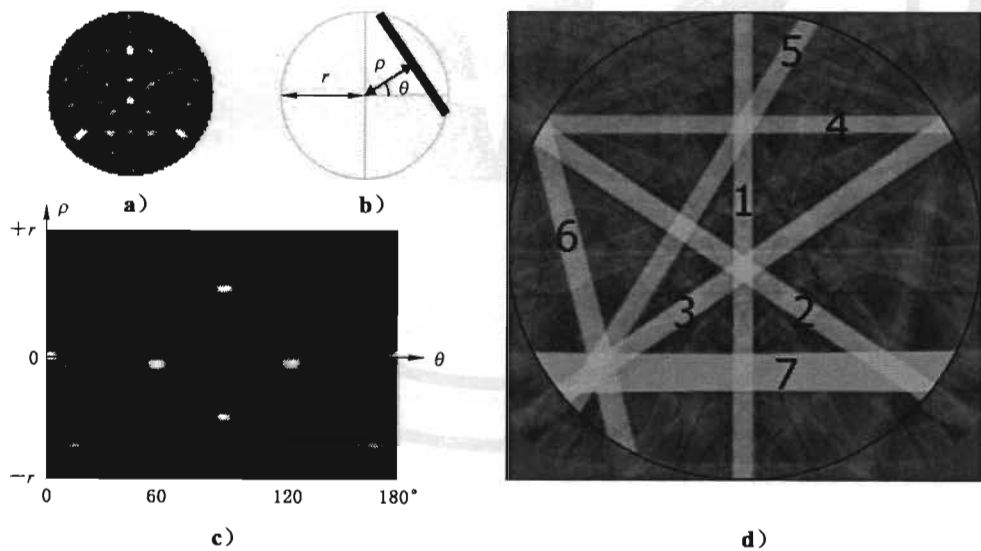
5.3.7 菊池带探测

EBSD 中的菊池带探测是指根据如下所述的 Hough 变换方法见文献[11,12]对 EBSP 中的菊池带进行的自动探测。

需要注意以下几点:

- a) 从使用者的角度,可以通过像素集成降低 EBSP 的分辨率,以增加采集速率。
- b) Hough 空间用 ρ 和 θ 作为参数来描述,两者分别表示每条试样线与原点之间的距离及该试样线的倾斜角度(如图 8 所示)。Hough 空间中的某一点可变换为 EBSP 中的一条直线。与之相对应,每个 EBSP 上的某一点将转换为 Hough 空间中的一条正弦曲线,其定义了试样中穿过该点的一条试样线。
- c) 若进行 Hough 空间变换(实际上这是通过累积运算法而实现的),Hough 图像即可进行滤波处理(可归一化,用于校正 Hough 空间中由于位置改变而产生的样品线长度变化),用于标记对应于菊池带的峰,以此使得与菊池带相对应的峰更亮。这个过程通常采用一个蝶形过滤器来完成。在 Hough 空间中,每一个菊池带呈现为上下各具有一对暗谷底的亮峰。亮峰对应菊池带中心区域,暗谷则对应菊池带的两个边缘。
- d) 被探测到的菊池带可叠加显示在原始 EBSP 的上面。
- e) 检查对应 Hough 变换给定设置的指数标定质量(参见第 8 章)。如果指数标定质量差,则需要考虑有关 Hough 变换设置的合理性。

Hough 变换的参数设定需格外小心,通过改变这些参数应能观察到其对(与感兴趣区域类似的)材料的指数标定所产生的影响。



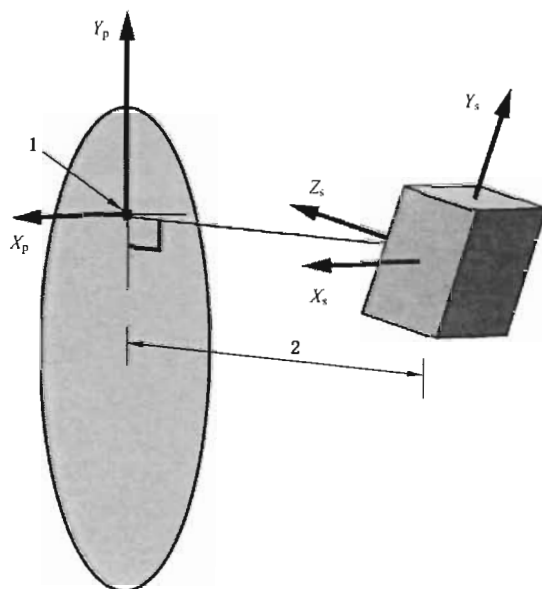
说明:

- r ——感兴趣区域的半径;
- ρ ——圆心到试样线的距离;
- θ ——试样线的倾斜角度。

图 8 a) 一个尺寸缩小、宽度约为 100 像素的 EBSP;b)Hough 空间的参数描述;c)有关图 a)所示 EBSP 的 Hough 变换示意图;d)原始 EBSP,与图 c)中数字标注点相对应的菊池带(1~7)的重叠

6 EBSP 指数标定所需的校正

6.1 EBSD 系统几何校正需要精确测定试样与晶轴(晶粒取向)之间的关系,因此必须能够确定荧光屏上花样中心(PC)的 (x, y) 位置以及试样至荧光屏的距离(SSD),如图 9 所示。



说明:

1——花样中心(PC);

2——试样至荧光屏的距离(SSD)。

图 9 EBSD 的主要几何校正参数示意图

6.2 EBSD 系统几何校正要求试样有固定的倾斜角,荧光屏或者相机有固定的装配位置,以及显微镜具有固定的工作距离。这些参数发生任何变化,都会影响花样的指数标定,因此必须重新校正。

如试样附近存在磁场,则校正时还需测定由磁场引起的 EBSP 变形。

6.3 在任一倍率下,当电子束对试样进行扫描时,PC 位置会发生移动。尤其在低倍率下,PC 位置的移动更加显著,这可能影响指数标定的准确性及标定结果。有些系统具有弥补这种移动的校正和指数标定程序。有些系统允许在不同的工作距离以及这些距离的不同插值点下进行校正。因此,必须了解满足使 EBSD 系统实现精确校正的工作距离范围。

6.4 EBSP 是一种投射到探测器屏幕上衍射球体的心射切面投影。距离 PC 位置最远的点,其失真和拉长程度最严重。PC 和 SSD 是最重要的校正参数,为获得绝对取向测量的准确值,必须测定出 PC 的精确位置。

6.5 如果 PC 发生位移,那么 EBSP 衍射球的中心也将发生等量位移。对于较小的位移,将会在每一花样的某些部分出现旋转现象。因此,采用菊池带迭代拟合方法,也很难精确确定 PC 位置。

注:图 10 表示硅的 EBSP 图:a) 精确校正状态(注意黑色模拟线与菊池带匹配非常好);b) PC 发生水平位移的情况;c) PC 发生垂直位移的情况。

6.6 用于确定 PC 和 SSD 的四种方法如下:

a) 迭代花样拟合

在此方法中,PC 坐标和 SSD 的近似值被当作参数优化拟合过程的初始值,该拟合过程是从已知材料采集的 EBSP 菊池线位置与从给定晶体取向模拟得到的菊池线位置之间的拟合(参数精细化)。这是商品化 EBSD 系统中最普遍采用的一种方法。通过对几个 EBSP 进行反复校正,计算出平均值,可实现

更为精确的校正。

另外需要强调的是,应该在数据库中对已知物相进行准确描述。

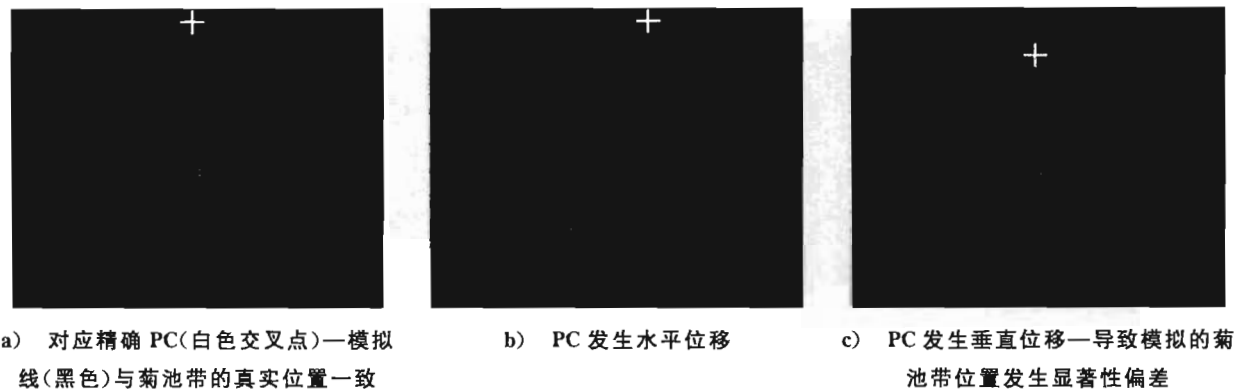


图 10 作为 PC 位置函数的 EBSD 指数标定图例

b) 投影技术

这种技术现在已很少使用,仅用于高精度测试工作^[2]。

c) 采用已知物相和取向的晶体进行测定

在该方法中,通常采用锆、硅或镍的单晶,这些单晶体能产生高质量的 EBSD 花样。需要预先确定平行于测试面的晶面以及平行于倾斜轴的晶体方向。该校正方法的精度(即采用 EBSD 系统时绝对取向的测量精度)取决于上述已知晶面和晶体方向的精确度。因此,建议将这些晶面和晶体方向的精度控制在 0.5°之内。

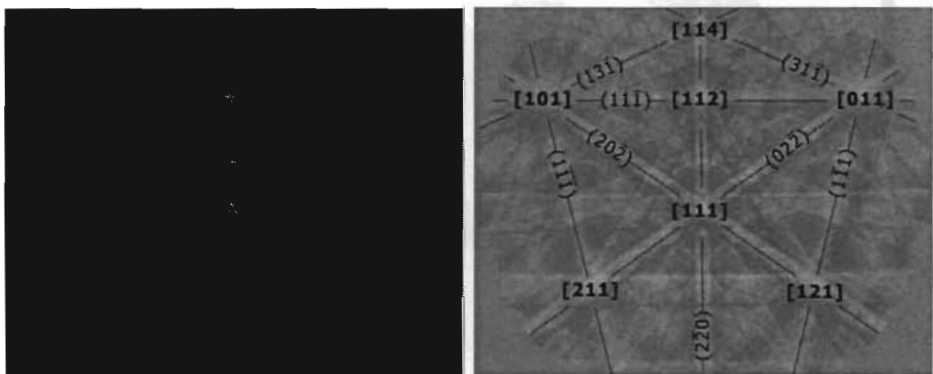


图 11 硅的 EBSD(左)及其主要晶面和晶带轴标注图(右)

图 11 所示为某种硅的 EBSD 指数标定图例。

校正试样通常采用抛光态单晶硅的(001)晶面切面,其边缘沿 $\langle 110 \rangle$ 方向切割而成,并严格平行于试样台倾斜轴。当采用配有垂直于荧光屏的探测器以及具有 70.53°倾斜角的硅试样时,PC 位于 $[114]$ 晶带轴上。通过首先测量两个已知晶带轴(如 $[011]$ 和 $[101]$)之间的距离,然后关联以像素为单位的距离与两个晶带轴之间的已知夹角(这种情况下为 60°)来确定 SSD。由于多种原因,这种方法通常用于测定 SSD 和 PC 的近似位置,而采用迭代法可获得准确的 SSD 和 PC 位置。

建议将单晶标样与待测试样按照相同的倾斜角度(一般为 65°~70°)安装在一起。为了获得可重复的 EBSD 测试结果(而不仅是为了校正 SSD),应该采用一个准确可靠的方法使试样轴与电镜系统对中。如果没有进一步有关待测试样校正方法的规范,则可采用与原校正程序相同的加速电压、工作距离、倾斜角和探测器距离等参数进行校正,例如:为了避免电子束聚焦点发生改变,应通过移动试样台的方式将试样移至操作位置。

如果通过待测材料[参见 6.6a)]中某已知物相的衍射花样来完善校正,则允许产生校正数据的工作条件存在微小偏差。

注:对于高对称性材料而言,总是能在几个探测位置得到相同的 EBSD。如图 12 所示,好似 EBSD 探测器正在观看一个“风筝”或其他任何等价物。

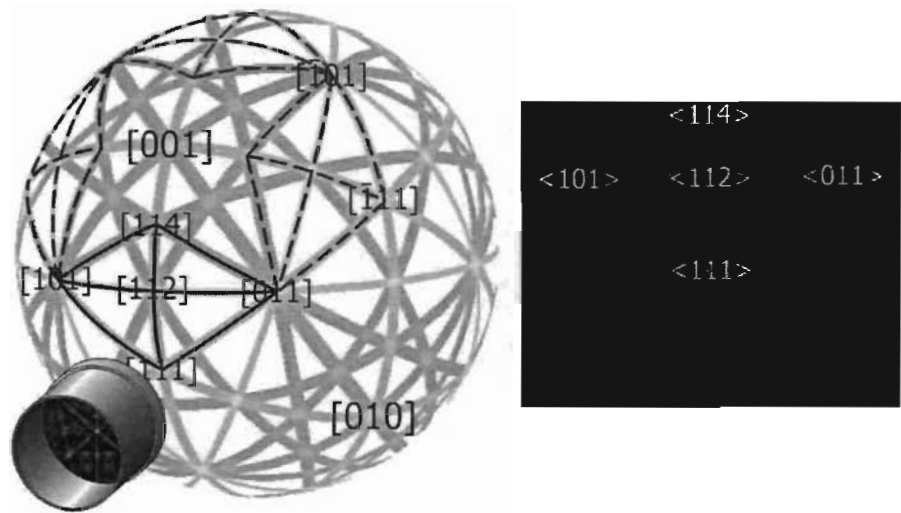


图 12 用来校正 EBSD 探测器的 EBSD(右侧为指数标定的“风筝”)如何被曲解的示意图
[对于可产生相同 EBSD(如左侧所示为被标记的“风筝”)的 EBSD 探测器,存在几种可能选择。
这类校正误差将导致产生旋转的错误取向数据。]

d) 花样放大

在这一方法中,采用完全嵌入的探测器收集一帧 EBSD 花样,采用局部可伸缩的探测器收集获得另一帧花样。在此种情况下,在 PC 位置附近的 EBSD 会被放大或缩小。通过比较这两帧 EBSD 的相似特征来确定 PC 的 (x, y) 坐标(如图 13 所示),再根据 6.6a)的方法来确定 SSD 的工作位置。

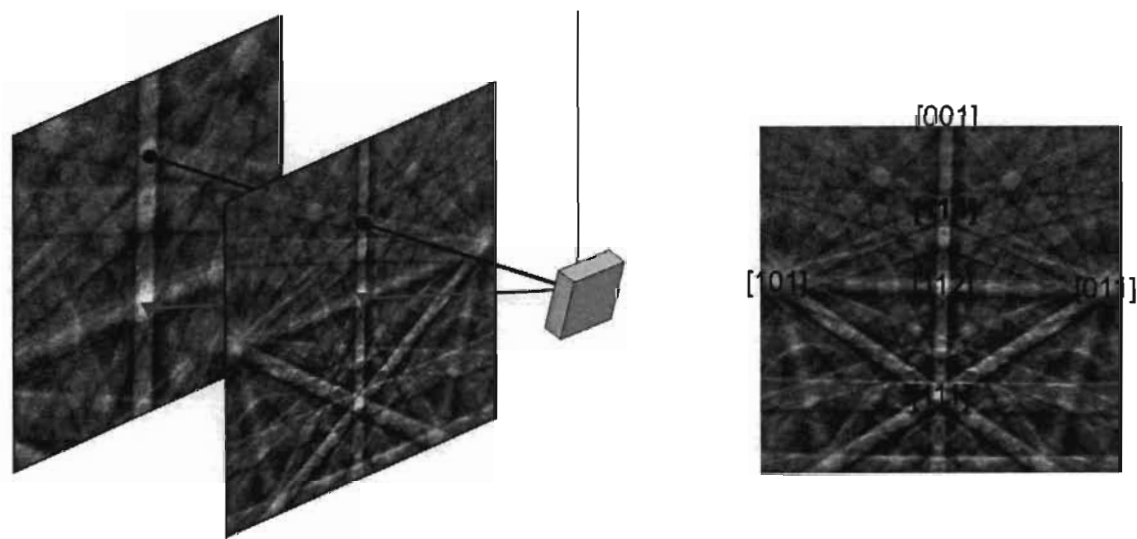


图 13 通过移动磷荧屏进行 PC 校正的示意图
(通过移动 EBSD 探测器,EBSD 将在 PC 位置附近出现放大/缩小,如左图所示;已指数标定的 EBSD 如右图所示,其中 PC 为 $[114]$ 晶带轴。)

7 分析过程

7.1 测试前准备

在使用电镜观察试样前,应预先标记待测区域的位置,可采用显微硬度压痕法来实现标记。值得注意的是,在 SEM 下可能很难找到显微硬度压痕。因此,通常采用辅助方法,如采用宏观硬度压痕(尽量离压痕远一些,以避免在待测区域发生塑性变形),或者采用一种记号笔(这种方法非常简便且有效,但如用酒精或者类似溶剂清洗试样时,标记可能会被去除)。如果没有可供参照的试样边缘或其他易辨别的试样特征来确定其坐标轴,那么应该在试样上做出相应标记。可以使用压痕法或记号笔,也可通过在试样表面画线的方式,但要注意线条与待测区域之间必须保持足够的距离。

7.2 操作条件

操作条件可根据第 5 章的内容进行设定。

7.3 设备稳定性检查

设备启动数小时后或者在使用过程中,需要检验系统的稳定性。

对于大多数 FEG-SEM 而言,采用非常高的放大倍数和非常小的 EBSD 图像步长(~ 50 nm 或以下)时,一般系统应在数小时内保持稳定。电子枪和探针电流的稳定性是非常重要的参数,在 EBSD 数据收集过程中也应该注意这些参数的变化。有时试样台也会发生移动,因此必须进行相关核查。应保存花样采集前后所获得的图像,以确定试样是否移动。

7.4 EBSD 分析

完成以上步骤后,即可对试样进行 EBSD 分析,其中包括电子束定位、EBSP 收集、菊池带探测、指数标定及数据保存。对于每个数据点都要重复该分析过程。

注:该方法适用于采集周期内收集每个数据点的 EBSP 并对其指数标定,也可用于获得并保存 EBSP 图像或确定 Hough 空间中的峰位,这取决于所用的 EBSD 系统。如有需要,存储数据与指数标定可同时进行。接下来再重新收集 EBSP 或 Hough 峰(取决于所存储的数据),并进行菊池带探测、指数标定及存储结果。在标定过程中,可允许对参数进行不同程度的调整。

8 测量不确定度

8.1 概述

尽管本标准仅侧重于采用 EBSD 系统对绝对和相对取向进行测定,事实上所有的测量都存在一定不确定度。因此,使用者必须从一开始就要注意可能影响测量结果的一些因素。

关于 EBSD 测量中可接受的不确定度水平以及达到该水平的相关要求,取决于所用 EBSD 分析仪器的型号、待测材料以及分析结果的用途。此外,在对 EBSD 结果进行定性和定量化分析时,应考虑测量不确定度这一因素的影响,如 8.2~8.4 所述。

8.2 晶体取向测量的不确定度

当采用 EBSD 系统进行晶体取向测量时,其不确定度应综合考虑以下 5 个因素:

- a) 试样坐标系规范的不确定度;
- b) 试样坐标系和 EBSD 探测器坐标系之间校准规范的不确定度;
- c) EBSP 采集的不确定度;

- d) 菊池带探测和 EBSD 指数标定的不确定度；
- e) 设备和仪器操作设置(加速电压、束斑尺寸、束流大小、工作距离等)的不确定度。

8.3 绝对取向

根据试样坐标系测量晶体取向,其结果将受 8.2 所列全部因素的影响。

8.4 相对取向

当测量某一晶粒的取向时,可以另一晶粒为参照(即测量两个晶粒之间的取向差)。这与试样坐标系规范的不确定度、以及试样坐标系和 EBSD 探测器坐标系之间校准规范的不确定度无关,仅与 EBSD 系统校正调整(动态校准,针对电子束轰击点与探测器荧光屏之间的几何变化)的不确定度有关。这种相对取向测量不受任何系统不确定因素的影响(即不会因点与取向的改变而发生变化),仅那些随点与取向发生变化的因素会对其产生影响。

如果某种试样包含一种以上的物相,且这些物相具有不同的布拉菲晶格,一般来说,采用 EBSD 技术,将试验得到的晶面夹角与理论值进行比较,便能正确区分不同的物相。对于那些可能具有伪对称花样或者相似 EBSP 的材料,可通过 X 射线能谱法/X 射线波谱法所获得的数据来帮助区分不同物相。另外,对于具有相同布拉菲晶格的多相材料,可通过测量菊池带宽来区分不同物相。

设备使用者要记录设备操作条件和采集参数(参见 9.3)以及根据 ISO/IEC Guide 98-3 来计算有关实验室装置的 A 类和 B 类不确定度。在本标准中,没有对导致测量不确定度产生的因素进行分类,也尚未对 EBSD 数据所涉及的各种不确定度进行评估,但是这部分内容可能会在将来的有关 EBSD 应用的标准中涉及。

9 分析结果的发布

9.1 分析结果的发布应遵从 ISO/IEC 17025 的要求。

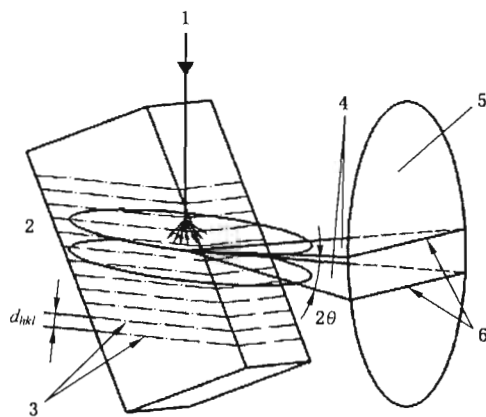
9.2 需详细描述试样制备方法和待测试样截面。

9.3 需明确给出 SEM 和 EBSD 的操作条件,如电子枪类型、加速电压、工作距离、束流大小(可以获得的情况下)、试样倾斜角度、扫描类型(电子束/试样台)以及步长和放大倍数(或图像宽度)。

9.4 在发布的数据中,应至少提供一幅显示“原始”数据(尚未经任何数据处理)的图片,以便能够判断出数据是否存在因数据处理而导致的假象。

附 录 A
(资料性附录)
EBSD 的工作原理

当电子束聚焦到某一倾斜的晶体试样表面时,由于非弹性散射(产生较小能量损失),将在试样内形成电子发散源。这些电子入射到晶面上,且入射角满足布拉格方程($2d\sin\theta=n\lambda$)时,便会发生衍射(θ 为入射电子束的入射角; d 为晶面间距; λ 为入射电子束的波长; n 为整数)。如图 A.1 所示,在原子晶格面上发生电子背散射衍射后,将会呈现两个锥形衍射电子束。对于一给定的加速电压(通常为 20 kV),布拉格衍射角约为 1° 。因此,衍射电子束锥形开口很大,几乎平行于衍射面。这些电子束锥面与置于试样前的荧光屏交叉形成一对细线,被称为菊池线。它可以被用来定义 EBSD 衍射带,即呈相同角度的菊池线对之间衍射面的迹线。在这种情况下产生的电子衍射花样通常包含很多条菊池带,每条菊池带对应一组衍射面。根据布拉格方程,对于一个由电子束加速电压决定的给定 λ 值,菊池线对间距与布拉格角度 θ 呈正比;当 θ 足够小时,与晶面间距成反比时。菊池线对交叉点对应于晶体的晶带轴,即晶体学方向。另外,由于许多电子发生非弹性散射,导致了弥散状花样背底的形成。



- 说明:
- 1——入射电子束;
 - 2——倾斜试样;
 - 3——晶面(hkl);
 - 4——Kossel 圆锥;
 - 5——荧光屏;
 - 6——菊池线。

图 A.1 在给定晶面上的菊池带形成机制示意图

附录 B

(规范性附录)

EBSD 的试样制备

注：经牛津仪器公司授权，B.1～B.7 和图 B.1～图 B.4 引自牛津仪器公司电子背散射衍射相关网站的“EBSD 的试样制备”部分。

B.1 概述

由于衍射电子来自于只有几十纳米厚的试样表面，任何表面缺陷，例如表面形变、表面污染和氧化物或反应产物覆盖层都会对电子衍射信号产生一定影响，从而导致 EBSP 花样质量下降或其来源失真。为了避免这些影响，对于大多数块状试样而言，需要精心制备试样才能获得高质量的 EBSP。然而，对于晶体薄膜或表面具有微小起伏的解理面等，在分析之前无需进行试样制备。需要单个考虑每种待测材料，并选择合适的试样制备方法。详情请参看标准 ASTM E 3^[20] 和 ASTM E 1558^[21]。

B.2 试样切割

B.2.1 当切割 EBSD 试样时，应保留和记录试样坐标轴的方向。对于轧制板材，应记录重要的试样方向（轧向，横向以及法线方向）。

B.2.2 在切割过程中，不能出现损坏或改变试样的现象，否则会产生错误的分析结果。应避免采用在切割过程中会产生热或引起切割表面发生形变的野蛮切割方式。在切割阶段产生的严重损伤可能深入到材料内部，即使在后续研磨和抛光过程中也不能去除。在切割过程中产生的热可能会引起材料内部组织的改变，即相变、再结晶或析出/扩散都可能发生。因此，应避免在切割材料时发生过热现象。

B.3 镶嵌

小试样通常需要镶嵌，以便试样在研磨和抛光过程中由一种稳定介质来支撑。这种介质可以是冷固性树脂，也可以是热镶嵌混合物。

镶嵌是为了便于抛光，但在抛光后应去除试样镶嵌介质，以防止产生荷电效应。这种荷电效应能够引起 EBSD 花样的强度过高以及取向图上的图像漂移和扭曲。因此，在进行 EBSD 分析时，应优先采用导电良好的镶嵌材料，它可将电子束荷电效应减至最小。通常，通过 EBSD 系统观察不导电试样时，可采用这种镶嵌材料，其优点是无需额外喷镀导电层。如果某些试样不能经受热镶嵌过程的热度和压力，则可选用其他的镶嵌材料。例如，陶瓷非常易碎，在受压时会发生破裂。这种情况下，适合采用冷镶嵌环氧树脂。分析前，可在这种树脂的非导电表面镀银或者喷碳，以使荷电效应降至最低。

B.4 试样研磨

B.4.1 可采用多种磨料及各种方法对试样进行研磨。采用 SiC、Al₂O₃、金刚石或者立方氮化物等磨料，可获得固定的研磨平面。如采用比较钝的磨料，试样表面会产生大量损伤，如拖尾、摩擦和局部过热等。研磨过程中造成的损伤在抛光面上可能观察不到，但导致错误的 EBSD 分析结果或者完全抑制衍射花样的形成。因此，为了保证磨料颗粒棱角尖锐，在试样制备过程中应经常更换研磨砂纸。同时，对于给定试样，应该选用特定的研磨材料和研磨条件。

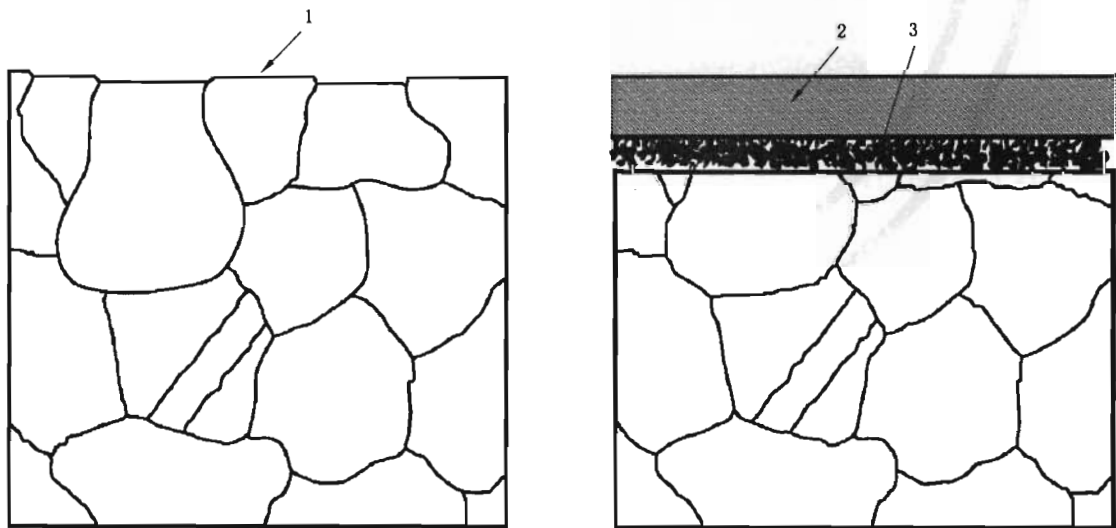
B.4.2 建议在研磨后,使用光学显微镜查看研磨表面,确保去除在前一阶段(切割或研磨)造成的全部损伤。按照这种方式进行操作,直至该试样所需的最细磨料粒度的研磨步骤,为下一步的抛光做好准备。

B.5 抛光

B.5.1 通常情况下,先使用具有粗磨粒的硬抛光布,最后使用具有细磨粒的软抛光布完成抛光。最终抛光时间不宜过长,只要能达到所需表面的光洁度,不引起过多的浮雕即可。大多数材料均可采用金刚石抛光粉或抛光膏进行预抛光。通常先采用金刚石抛光剂进行抛光,当磨粒尺寸小至 $1\ \mu\text{m}$ 或者 $0.25\ \mu\text{m}$ 后,随后采用 $0.05\ \mu\text{m}$ 的硅乳胶溶液进行抛光。对于一般材料而言,最后阶段的抛光时间通常在几分钟到大约 20 min 之间,而对于地质材料或陶瓷材料试样可能需要数小时。采用硬的抛光表面或抛光布,能够制备出极为平整的研磨面,即更接近于平面,但可能会在材料表面留下抛光损伤,如表面划痕。

B.5.2 对于地质材料或者陶瓷材料试样,在最后阶段通常需要采用硅乳胶溶液进行抛光,时长约 10 min。对含有硬质第二相(如碳化物)的金属试样,采用以上抛光法能产生良好的效果。硅乳胶溶液是一种化学机械抛光剂,它是将机械抛光和化学腐蚀相结合的一种方法。这对于许多 EBSD 分析来说是一种理想的试样制备方法,可以容易获得无损伤的抛光表面。图 B.1 为化学机械抛光效果示意图。注意进行抛光时,在抛光面上会形成一层薄膜,必须将此薄膜层去除。一种比较简便的去除方法是在抛光的最后几秒钟内用水冲洗抛光盘,以清洗试样表面。然后取出试样,并采用一种含水量低且不易挥发的溶剂(其容易使水凝结在表面)来干燥试样表面。有时,可使用 $0.5\%\sim 1\%$ 的盐酸或硝酸酒精溶液进一步清洗残留在试样表面的硅乳胶。

用水冲洗抛光盘,直至清除所有残留的硅乳胶溶液,快速转动抛光盘将水甩干,并将抛光盘存储在一个合适容器内,避免被污染。这是获得最佳抛光效果的一个重要条件。硅乳胶几乎适用于所有材料,且均能产生较好的抛光效果,尤其对较难制备的陶瓷和地质材料试样具有显著效果。



说明:

- 1——残留表面损伤;
- 2——使用 $0.05\ \mu\text{m}$ 硅乳胶或氧化铝抛光液进行化学机械抛光所去除的表面层;
- 3——在抛光过程中形成的薄膜(可被去除)。

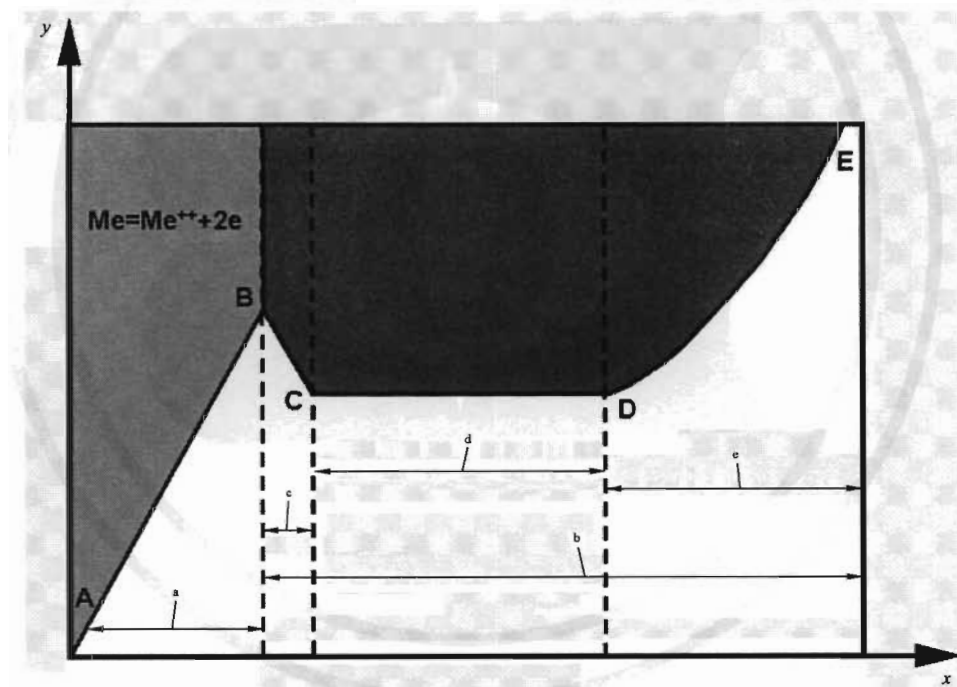
图 B.1 经过化学机械抛光后去除残留表面损伤层的示意图

B.6 腐蚀

B.6.1 可直接在抛光表面进行 EBSD 分析,但在大多数情况下,通过腐蚀可提高花样质量。此外,还有一个明显的好处就是通过腐蚀可显示出晶粒的轮廓。但是,腐蚀也可能导致第二相优先被侵蚀或者晶界被过分侵蚀。对于难抛光的材料,可采用多次重复腐蚀和抛光过程来提高抛光效果。当普通抛光和腐蚀方法不能获得合适的表面时,采用上述方法往往可获得较好的适合 EBSD 分析的无损伤试样表面。任何腐蚀剂都必须能均匀地腐蚀试样表面,且不留下任何氧化物或者反应产物,这些腐蚀产物层可能会完全抑制衍射花样的产生。金相教科书中列出的许多腐蚀剂,主要是利用在试样表面形成不同厚度的氧化层以得到在光学显微镜下可观察到不同的颜色,被称为“衬度腐蚀”。因此,这些腐蚀剂通常都不适用于 EBSD 试样制备。

B.6.2 采用电解抛光和腐蚀方法,通过在电解槽中控制一定时间内作用于试样的电压,可有效溶解金属试样表面附近区域的变形层。图 B.2 显示的是电解池特征曲线。这种曲线取决于所使用的电解液,且随着电解液的改变而发生变化。为实现理想的腐蚀/抛光特征,必须控制好电极的电压和电流密度,以及电解液成分、温度和搅拌等因素。

B.6.3 等离子蚀刻是溅射涂膜的逆向过程。该方法通常用来清洁、改善机械或电解法制备的试样表面。



说明:

x —— 电压;

y —— 电流强度。

^a 腐蚀。

^b 抛光。

^c 形成黏性电解表面。

^d 最佳抛光。

^e 形成氧化层。

图 B.2 电解池的特征曲线

B.7 离子束技术

B.7.1 离子蚀刻是指在真空条件下通过高能离子束轰击试样表面指定区域的一个过程,通常,通过旋转和选择合适的轰击角度可以加速试样表面的均匀蚀刻并使损伤程度降至最低。但是,不同晶粒取向、晶界和相的蚀刻速率可能不同,如图 B.3 所示。离子蚀刻具有较高的材料去除率,可采用活性气体提高蚀刻速率,如在反应室中加碘。EBSD 花样质量决定于离子蚀刻时间,如图 B.4 所示。采用离子蚀刻技术,前期准备工作比较简单,而且可以制备出适合于 EBSD 分析的试样表面,特别适用于那些通过传统金相法难以制备的材料,如锆及其合金。

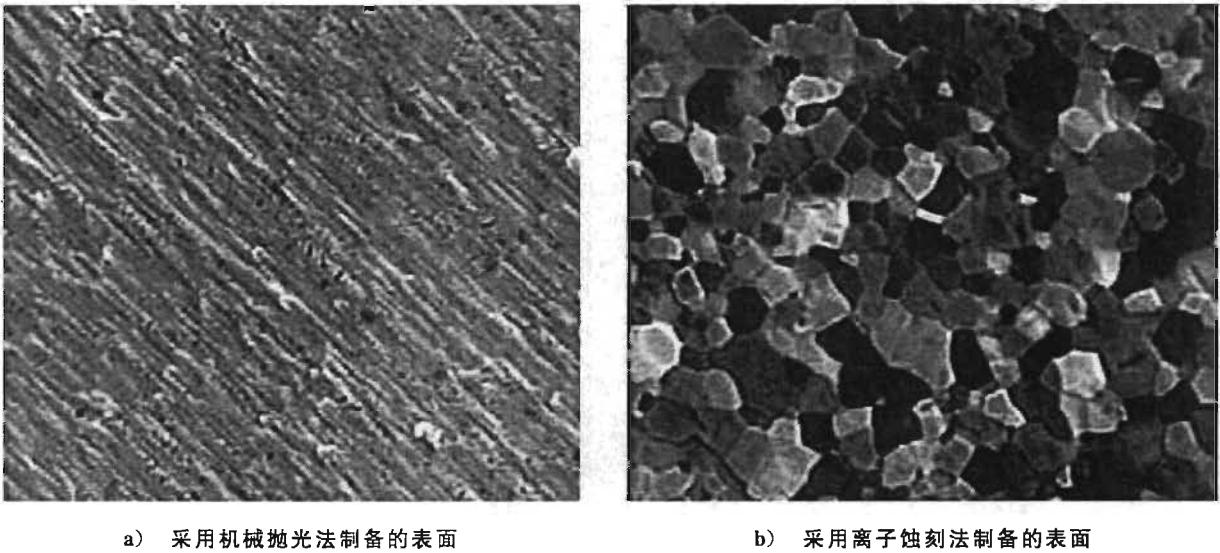


图 B.3 钛金属试样的离子蚀刻效果图(BSE 图像)

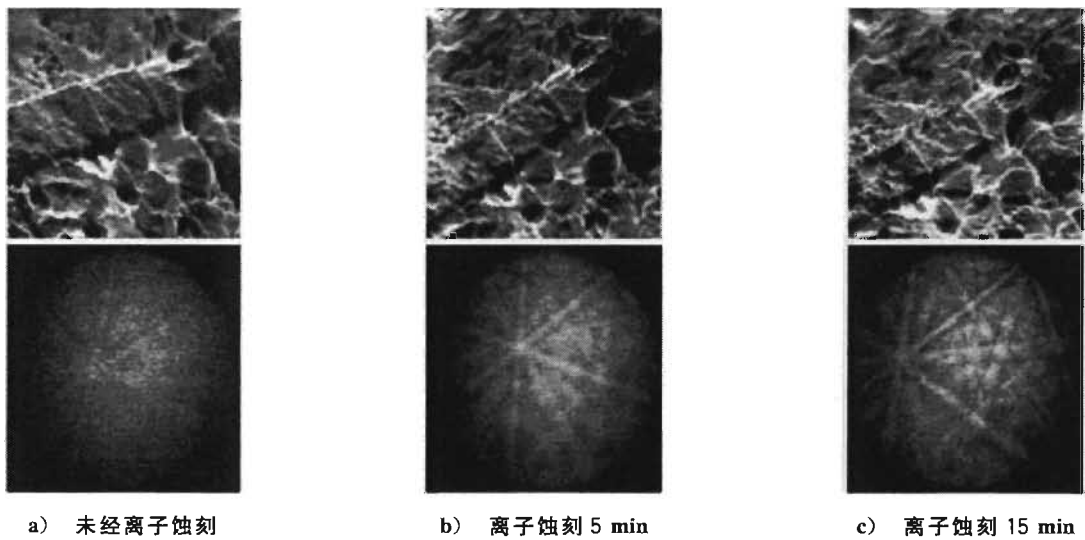


图 B.4 不同离子蚀刻时间对铜试样表面衍射花样的影响

B.7.2 聚焦离子束(FIB)仪器是一种与 SEM 相类似的设备,主要区别在于它利用被激发的离子束,而不是普通的电子束。离子束可用来蒸发去除试样表面的物质和进行微加工,如刻槽和去除表面等,制备感兴趣区域的断面和表面(用于成像或 EBSD 分析)。双束 FIB 设备具有把离子束和电子束聚焦到试

样表面同一区域的能力,可以实现在真空条件下进行原位试样制备。同时,FIB 技术还适用于那些易反应或氧化且采用传统方法不易制备的材料,以及不适合采用常规方法进行制备的软材料。采用 FIB 技术可制备出电镜显微尺寸级别的试样表面,可直接用于 EBSD 分析,而不需要进一步加工或调整。因此,它特别适用于半导体行业中用来制备那些通过传统方法无法制备的小型半导体器件。

B.8 导电镀层^[22]

由于荷电效应,在 SEM 下观察不导电试样是比较困难的。从 EBSD 分析方面而言,荷电效应主要包括花样衰退和电子束漂移。采用很薄的非晶导电镀层能够有效消除荷电效应。碳是用于制备导电镀层的主要材料。因碳具有低原子序数,所以碳膜是最理想的导电镀层,也可以采用其他材料(如金、金钯合金、钨)。这些材料可溅射或蒸发至试样表面形成导电镀层,随着导电层厚度的增加,花样信噪比会相应降低。因此,建议采用 2 nm~20 nm 厚的碳膜。这样既可保证足够的导电性,还可保持较高的信噪比。如果信噪比显著下降,以至很难对衍射花样进行标定,则可通过增加 SEM 的加速电压来提高电子束对镀层的穿透能力。如果采用具有高原子序数的材料(如金、金钯合金、钨)制备镀层,则只需要很薄的涂层厚度(大约 1 nm)。如果使用可控气压扫描电镜,则不需要对非导电试样进行镀膜,通过减小试样尺寸(如 2 mm×2 mm 大小)可降低荷电效应。

附录 C
(资料性附录)

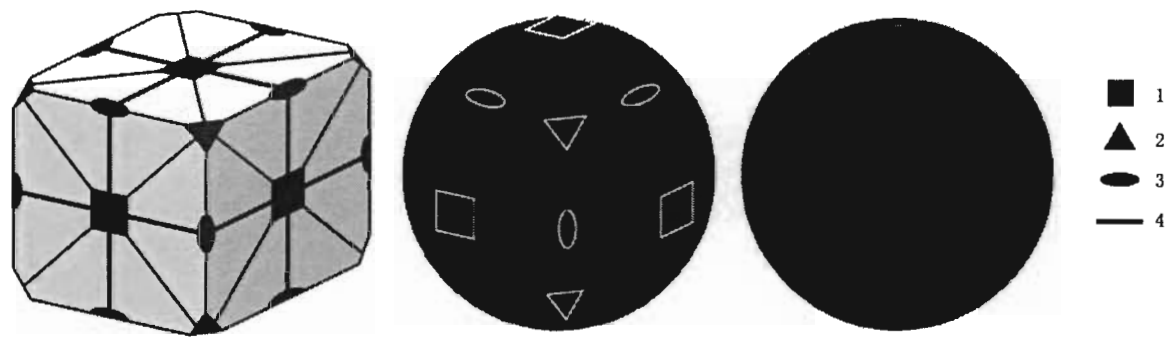
晶体学、EBSP 标定及其他与 EBSD 相关的有用资料

C.1 概述

本附录简要介绍晶体学的一些概念以及有关 EBSD 分析的有用信息。由于大部分使用者习惯先从简单立方相着手,故本附录主要介绍如何进行立方晶系试样的 EBSD 标定,有助于检验 EBSD 的自动标定结果。推荐参阅一些晶体学相关标准以及入门教科书,如文献[7],[8]和[9]。

C.2 对称性

如果一个物体进行某种旋转、变换或镜像操作后,其形状未发生任何变化,则说明该物体具有对称性。例如,一个立方体沿着它的主对角线旋转 120° 后看上去无任何变化,这种三次旋转轴通常称为“三次对称轴”。图 C.1 表示一个立方体和标有主要对称元素的铝球面菊池图。EBSP 通常具有多种对称性,但是当其显示为一张平面图时,就很难发现这种对称性。球面菊池图能够更加清晰地突显其对称性。

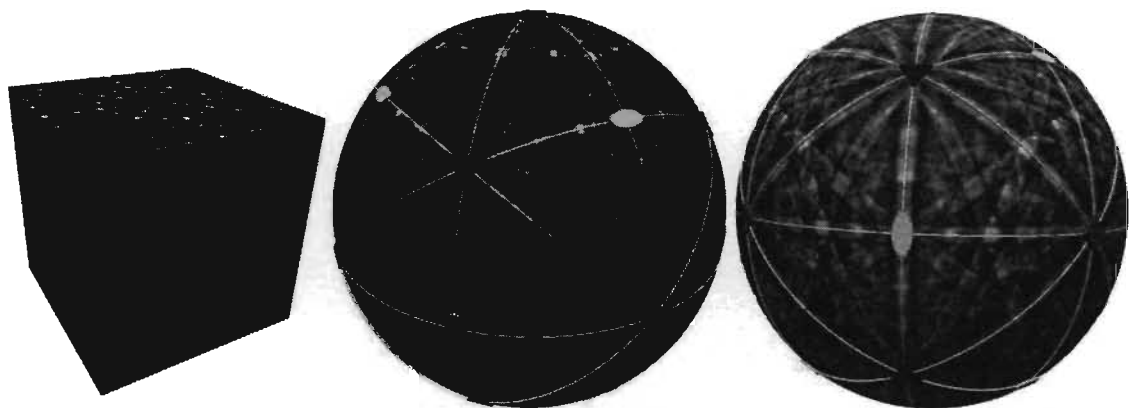


说明:
1——四次对称;
2——三次对称;
3——二次对称;
4——镜面对称。

图 C.1 立方体的对称性(左侧)、fcc 晶体 EBSP 的对称性(中间)及其球面菊池图(右侧)

通常情况下,二次旋转轴也称为二重轴,三次旋转轴称为三重轴,四次旋转轴称为四重轴,六次旋转轴也称六重轴。镜面对称是指镜面左侧物体在其右侧成像。

图 C.2 表示一立方体(各侧面均含 EBSP)和 bcc 铁的球面菊池图。这两个球面菊池图如果沿着某一记号旋转就会变成相同的图形,例如,三方的三次旋转轴,或者通过镜面反射形成的某一镜面。同样,立方体(各侧面均含 EBSP)也具有相同的对称性。



[六个侧面均含 fcc 晶体 EBSD 的立方体(左侧),显示 EBSD 对称性。将立方体“扩大”成球面菊池图(中间和右侧),突显其对称性—镜面对称、二次对称、三次对称和四次对称分别表示为浮凸线、椭圆、三角形、正方形。]

图 C.2 各侧面均含 EBSD 的立方体和 bcc 铁的球面菊池图

C.3 晶胞

晶体由一组可重复的原子排列(通常被称为基本单元)组成,这些原子在晶胞中的位置相对固定,且(几乎)可无限重复排列。晶胞用六个参数来表示,三个长度 a 、 b 、 c 和三个角度 α 、 β 、 γ (见图 C.3)。长度单位用纳米或埃,角度单位用度来表示。原子坐标为晶胞中 a 、 b 、 c 的分数,以 $(0,0,0)$ 为原点, $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ 为晶胞的中心, $(1,0,0)$ 为 a 轴。

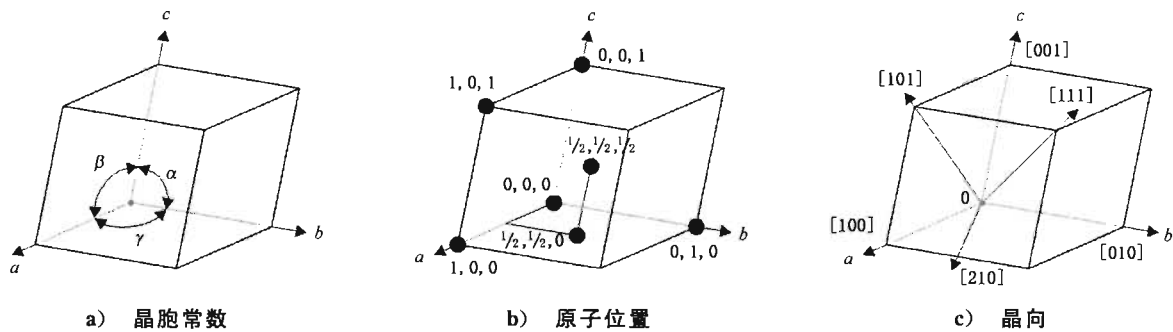


图 C.3 晶胞参数(左侧)、表示晶胞内原子位置的分坐标(中间)、和晶向或晶带轴(右侧)的示意图

C.4 晶向

通常用 $[uvw]$ 表示的方向,代表一个矢量方向沿 a 、 b 、 c 晶轴的基矢的倍数。
一系列具有相同对称性的晶向族用 $\langle uvw \rangle$ 表示。例如,立方晶体中, $\langle 111 \rangle$ 表示晶向 $[111]$ 、 $[-111]$ 、 $[1-11]$ 、 $[11-1]$ 、 $[-1-1-1]$ 、 $[-11-1]$ 、 $[-1-11]$ 、 $[-1-1-1]$ 。
注:负指数通常在数字上方标注一短线,如 $[\bar{1}1\bar{1}]$ 与 $[-11-1]$ 相同。

C.5 晶面

晶面通常用 (hkl) 表示,晶面在晶胞的 a 、 b 、 c 坐标轴上的截距是 $1/h$ 、 $1/k$ 、 $1/l$,这里, h 、 k 、 l 为整数,被称为晶面指数。

图 C.4 为(001),(111)和(122)晶面示意图(同一族晶面也同时被标出)。通常,晶面指数越高,晶面之间距离越近。

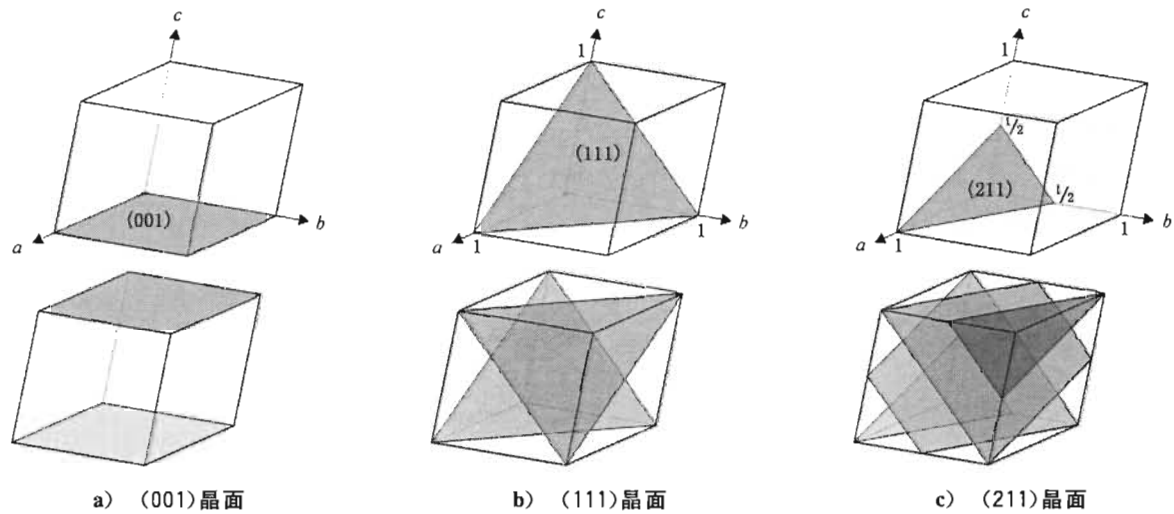


图 C.4 晶面示意图

在 EBSD 分析中,通常很难区分对应菊池带两边缘的 (hkl) 和 $(-h-k-l)$,因此 (hkl) 通常是指 (hkl) 和 $(-h-k-l)$ 晶面。具有相同对称性晶面的一族记为 $\{hkl\}$;例如:立方 $\{200\}$ 晶面族包括 (200) , (020) 和 (002) ,也包括 (-200) , $(0-20)$ 和 $(00-2)$ 。

C.6 晶系

每个晶体都属于某一晶系,晶系给出了该类晶体的基本对称性特征。常见的晶系如表 C.1。

表 C.1 常见的晶系

晶系	单位晶胞参数	举例
立方	$a=b=c, \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	铁、镍、岩盐
六方	$a=b \neq c, \alpha=\beta=90^\circ, \gamma=120^\circ$	钛、磷灰石
三方 (菱形 ^a)	$a=b \neq c, \alpha=\beta=90^\circ, \gamma=120^\circ$ ($a=b=c, \alpha=\beta=\gamma \neq 90^\circ$ 且 $<120^\circ$)	石英、方解石、赤铁矿
四方	$a=b \neq c, \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	锡、锆
斜方	$a \neq b \neq c, \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ 、硫、 PbSO_4
单斜 ^b	$a=c \neq b, \alpha=\gamma=90^\circ \neq \beta > 90^\circ$	斜辉石
三斜	$a \neq b \neq c, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	蓝晶石、硫酸铜
注: 在一些现代教科书中,把三方晶系和斜方六面体晶系合并为六方晶系。		
^a 某些三方晶系晶体可用斜方六面体晶胞来表示,它实际上是沿对角线方向被挤压或者拉长而形成的立方体。三个斜方六面体晶胞相当于一个六方体晶胞,如图 C.5 所示。在斜方六面体晶系中,可能存在两个晶胞,彼此之间呈“正面的”或者“反面的”镜像关系。		
^b 按照惯例,单斜晶体仅含有单一的 b 轴,且显示为垂直方向。但也存在特例,一些旧的晶体数据显示,其可能包含有 a 或 c 轴;这被称为交替设置。在正方晶系中也存在大范围的交替设置, a, b, c 轴的顺序可以重新排列,以实现有效排序。		

C.7 劳厄群

劳厄群表示 EBSD 的基本对称性,通常是指遵从 Friedel 定律的衍射对称。Friedel 定律是指,由于电子向前或向后运动时晶格看上去非常相似,所以不易区分 (hkl) 和 $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 。

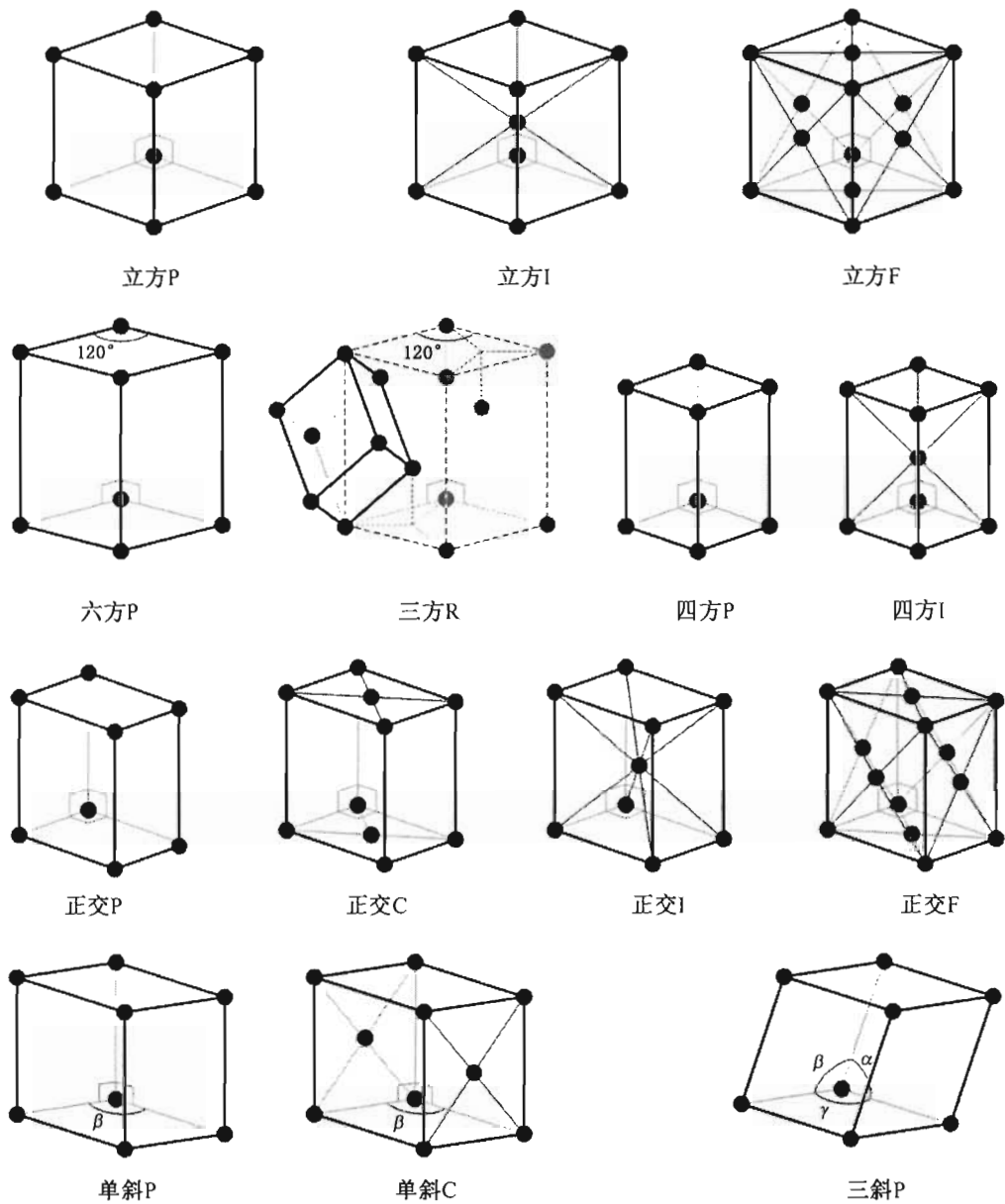
表 C.2 劳厄群

劳厄群	举例
强立方	铝,镍,方铅矿
弱立方	黄铁矿(FeS_2)
强六方	钛
弱六方	磷灰石
强三方	石英,方解石
弱三方	白云石
强四方	黄铜矿
弱四方	钼铅矿
正交	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$,硫酸镁
单斜	氧化锆
三斜	硫酸铜,钙长石,钠长石
注:“弱”的劳厄群对于一些地质相是非常重要的,并且经常能发现一些特殊的对称性,例如:黄铁矿(FeS_2),具有非四重对称轴的弱立方结构。	

C.8 布拉菲点阵

布拉菲点阵描述的是晶体的基本单元(可复制的原子群)在晶胞内特定位置可被复制和替代,这就是点阵的有心化过程。这些特定位置在图 C.5 中用黑色球表示;在某些情况下,这些黑色球对应的是单个原子,但只存在较小的几率。

初基单胞用符号 P(Primitive)表示,特殊位置阵点位于单胞中心的单胞用符号 I(Internal,体心晶胞)表示。各晶面的中心也可存在特殊位置阵点,如果所有晶面均为有心的,则用 F(Face)表示。如果仅有一对晶面是有心的,则通常表示为 C 面,当然也可能会出现 A 和 B 面有心的情况。



注：对可替代斜方六面晶胞的六角三重晶胞也做了相关描述(见第二行)。对于单斜晶系，其单一的 b 轴也在图中用 β 角标出。

图 C.5 布拉菲点阵示意图
(晶系和中心点阵均在图中做出标注)

C.9 立方晶系 EBSD 的手动指数标定

对立方晶系 EBSD 进行手动指数标定相对比较容易，它是检查 EBSD 自动指数标定的一种有效方法。大多数 EBSD 系统具有在给定取向上模拟 EBSD 的方法。这从球形菊池图中很容易发现，例如从具有最小投影失真程度(大部分 EBSD 是心射切面投影)的任一取向可以观察到 EBSD。

首先要做的是找出对称性—尽量识别出镜面对称轴、二重轴，甚至三重轴、四重轴。一旦确定这些对称轴，就可以采用取向图找出其他对称性元素。但是，有时单从 EBSD 的心射切面投影很难辨别其对称性，特别是当晶带轴位于 EBSD 边缘附近时。

图 C.6 所示小部分 EBSD 分别表示面心立方和体心立方晶胞的镜面、二次、三次和四次对称性。详细说明见表 C.3。

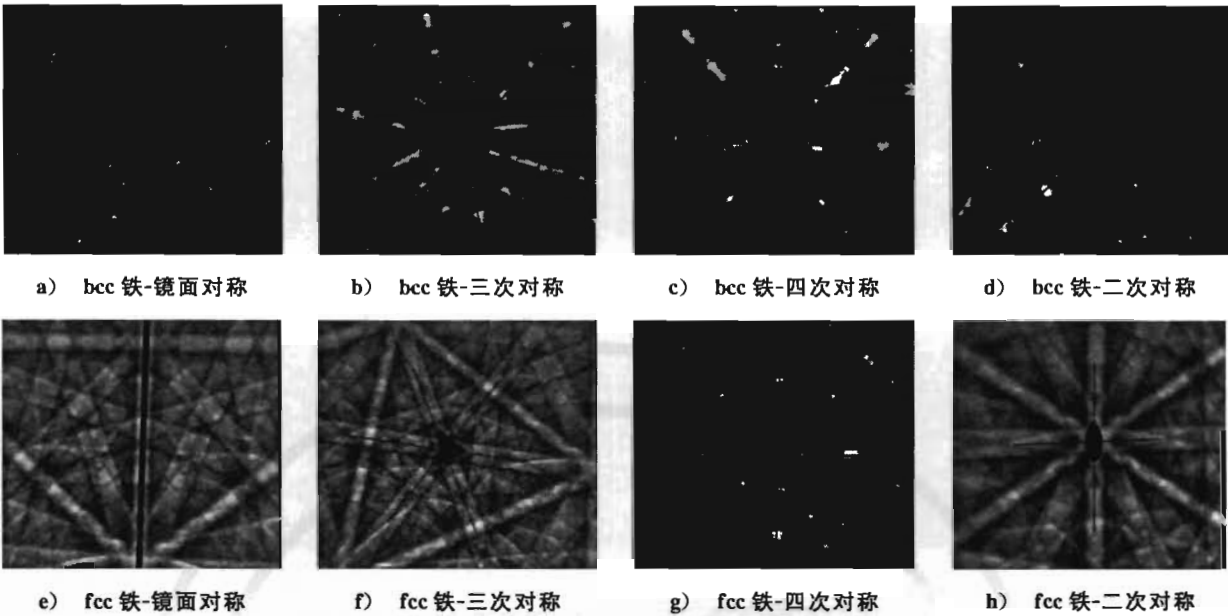


图 C.6 Bcc 铁(上排)和 fcc 铁(下排)的 EBSD 花样图示
(图中标出了镜面、三重、四重和二重对称轴)

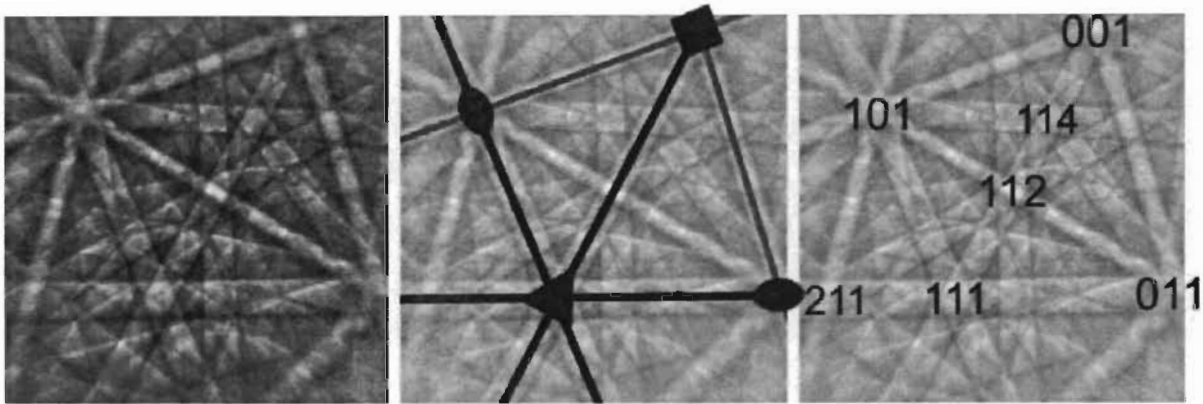
表 C.3 fcc 和 bcc 晶系的对称性

晶轴	fcc 和 bcc 的对称性	说 明
$\langle 001 \rangle$	含有 4 个镜面对称面的四次对称	有时被误认为 fcc 的晶轴 $\langle 110 \rangle$
$\langle 111 \rangle$	含有 3 个镜面对称面的三次对称	在 bcc 晶系中,呈六角雪花状;在 fcc 晶系中,呈三角形状
$\langle 110 \rangle$	含有 2 个镜面对称面的二次对称	
$\langle 112 \rangle$	从 $\langle 001 \rangle$ 转动到 $\langle 111 \rangle$ 的一个镜面对称	在四次对称轴 $\langle 001 \rangle$ 和三次对称轴 $\langle 111 \rangle$ 之间有一个过渡。 在 fcc 晶系中,宛如一个蝴蝶结的中心结点
$\langle 114 \rangle$	从 $\langle 001 \rangle$ 转动到 $\langle 111 \rangle$ 的一个镜面对称	非常接近 $\langle 001 \rangle$, 在 fcc 晶系中,很容易与呈三角形状的 $\langle 111 \rangle$ 相混淆

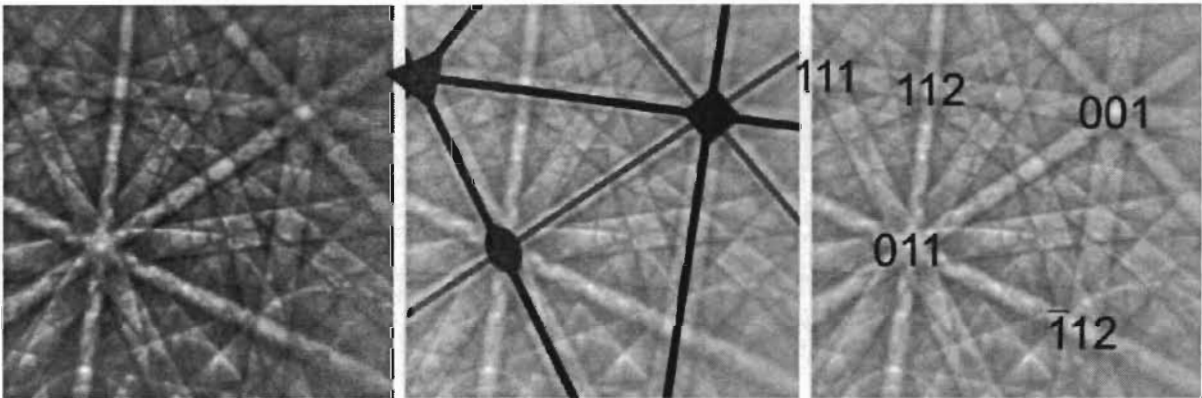
C.10 立方晶系 EBSD 的指数标定实例

图 C.7 给出了 EBSD 的指数标定实例,图中标注出了 EBSD 花样的对称性及主要晶带轴。这些可进行自测练习,通过遮盖花样的中心和右手部分,识别镜面、二次、三次和四次对称,然后再确定主要晶带轴。

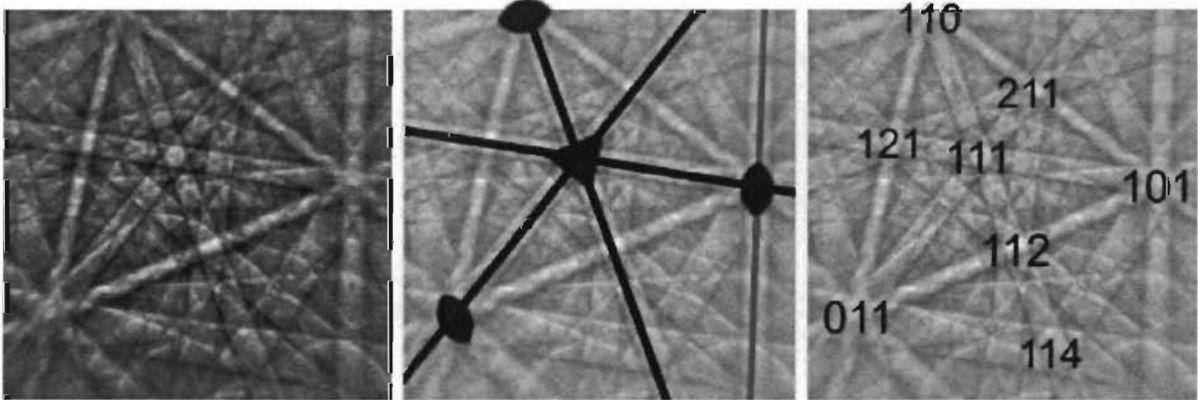
注:读者能否识别出所显示的全部指数(例如, $[001]$ 与 $[100]$ 相同)并不重要。



例 1

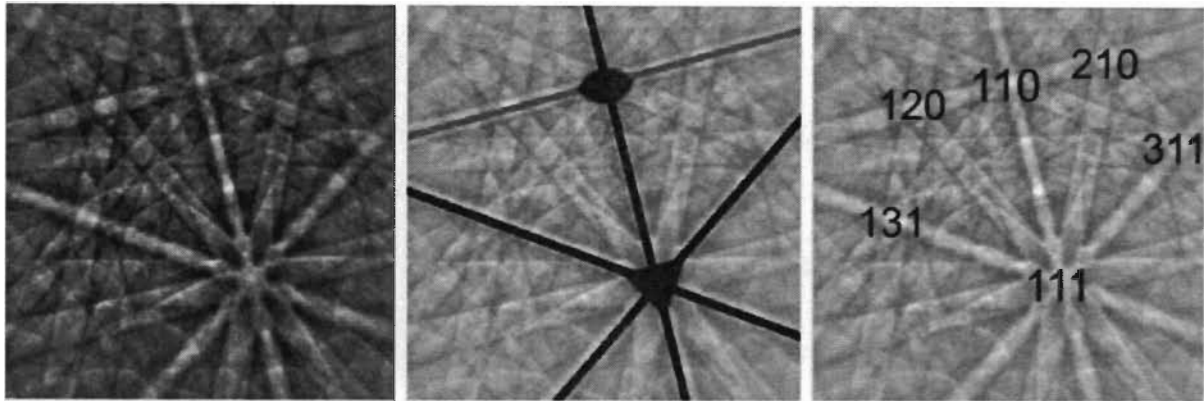


例 2

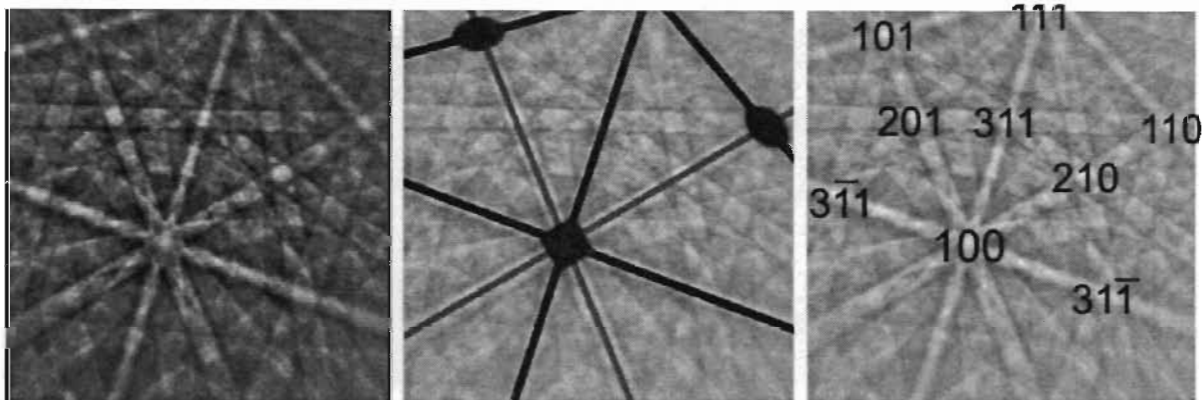


例 3

图 C.7 fcc 镍的 EBSD(左侧)及其主要对称轴(中间)和标定的晶带轴(右侧)



例 1



例 2

图 C.8 bcc 铁的 EBSD 花样(左侧)及其主要对称轴(中间)和标定的晶带轴(右侧)

C.11 六方晶系指数

当遇到六方晶系和三方晶系时,通常用四轴指数来表示其晶面($hkil$)和晶向 $[uvw]$,这更容易表示出相同的晶面和晶向。第四个指数来自于呈对称性排列的三个轴,如图 C.9 所示。

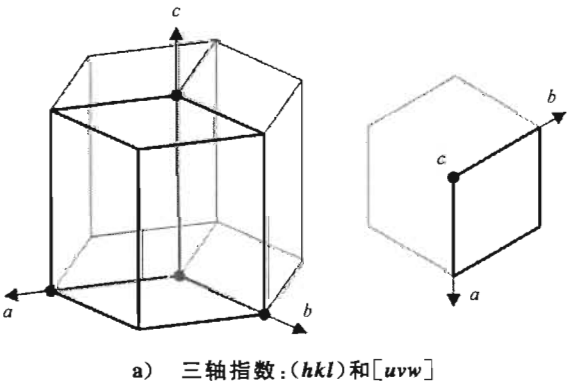
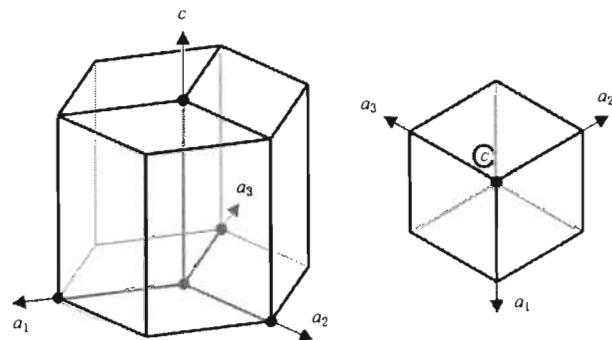


图 C.9 表示晶面(左侧)和晶向(右侧)的六方晶系指数示意图



b) 四轴指数: $(hkil)$ 和 $[uvtw]$

图 C.9 (续)

三轴指数晶面很容易转化成四轴指数, 第三位指数正好是前两位指数和的负数。

$$(hkil) = [h_3, k_3, -(h_3 + k_3), l_3]$$

式中, $(h_3 k_3 l_3)$ 表示三轴指数晶面。

第三个指数也经常用一句点表示, 如 $(1\ 2\cdot\ 4)$ 或者 $(0\ 1\cdot\ 2)$ 。

为了将四轴指数晶面转化为三轴指数晶面, 第三位指数用 i 表示。

(hkl)	$(hkil)$
(100)	$(1\ 0\ -1\ 0)$
(110)	$(1\ 1\ -2\ 0)$
(001)	$(0\ 0\ 0\ 1)$
(011)	$(0\ 1\ -1\ 1)$

(hkl)	$(hkil)$
(210)	$(2\ 1\ -3\ 0)$
(211)	$(2\ 1\ -3\ 1)$
(010)	$(0\ 1\ -1\ 0)$
(-110)	$(-1\ 1\ 0\ 0)$

(hkl)	$(hkil)$
(101)	$(1\ 0\ -1\ 1)$
(111)	$(1\ 1\ -2\ 1)$
(120)	$(1\ 2\ -3\ 0)$
(112)	$(1\ 1\ -2\ 2)$

下面的公式适用于三轴指数 $[u_3\ v_3\ w_3]$ 和四轴指数 $[u_4\ v_4\ tw_4]$ 之间的转化。有时, 其分别被称为 Miller(米勒)和 Miller-Bravais(米勒-布拉菲)公式。

$$\left[u_4 = \frac{1}{3}(2u_3 - v_3), \quad v_4 = \frac{1}{3}(2v_3 - u_3), \quad t = -\frac{1}{3}(u_3 + v_3), \quad w_4 = w_3 \right]$$
$$[u_3 = u_4 - t, \quad v_3 = v_4 - t, \quad w_3 = w_4]$$

$[uvw]$	$[uvtw]$
$[100]$	$[2\ -1\ -1\ 0]$
$[110]$	$[1\ 1\ -2\ 0]$
$[001]$	$[0\ 0\ 0\ 1]$
$[011]$	$[-1\ 2\ -1\ 3]$

$[uvw]$	$[uvtw]$
$[210]$	$[1\ 0\ -1\ 0]$
$[211]$	$[1\ 0\ -1\ 1]$
$[010]$	$[-1\ 2\ -1\ 0]$
$[-110]$	$[-1\ 1\ 0\ 0]$

$[uvw]$	$[uvtw]$
$[101]$	$[2\ -1\ -1\ 3]$
$[111]$	$[1\ 1\ -2\ 3]$
$[120]$	$[0\ 1\ -1\ 0]$
$[112]$	$[1\ 1\ -2\ 6]$

C.12 一些有用的公式及相关资料

C.12.1 符号

- a, b, c 晶胞参数
- α, β, γ 晶胞体积
- Ω 晶胞体积
- λ 一定加速电压下的电子波长

kV	电子束的加速电压,通常为 20 kV
d_{hkl}	(hkl)晶面的晶格间距
θ_{Bragg}	布拉格衍射角(菊池带的宽度为 $2\theta_{\text{Bragg}}$)
n	整数
(hkl)	晶面
$[uvw]$	晶向
($hkil$)	用 4 轴指数表示的六方晶系晶面
$[uvtw]$	用 4 轴指数表示的六方晶系晶向
θ	一对晶面或者一对晶带轴之间的夹角

C.12.2 作为加速电压函数的电子波长

$$\lambda \approx \frac{0.038\ 78}{\sqrt{kV}}\ \text{nm(非相对论的)}$$

加速电压/kV	波长/nm
5	0.017 3
10	0.012 3
15	0.010 0
20	0.008 7
30	0.007 1

C.12.3 (hkl)的晶面间距

布拉格衍射公式:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta_{\text{Bragg}}) \quad \text{或} \quad \theta_{\text{Bragg}} = \sin^{-1}\left(\frac{\lambda}{2d_{hkl}}\right)$$

立方晶系
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}}\ \text{nm}$$

六方晶系
$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3a^2}(h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2}}}\ \text{nm}$$

正方和斜方晶系
$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}}\ \text{nm}$$

其他类型晶系的相关公式较为复杂,可参照晶体学手册,如参考文献[7]、[8]和[9]。

C.12.4 单胞体积

立方晶系
$$\Omega = a^3$$

六方晶系
$$\Omega = \frac{\sqrt{3}}{2}a^2c\ (\approx 0.866a^2c)$$

四方晶系和斜方晶系
$$\Omega = abc$$

C.12.5 两晶面(h_1, k_1, l_1)和(h_2, k_2, l_2)之间的夹角

立方晶系
$$\theta = \cos^{-1}\left[\frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}}\right]$$

六方晶系 $\theta = \cos^{-1} \left[\frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + \frac{1}{2}(h_1 k_2 + h_2 k_1) + \frac{3a^2}{4c^2} l_1 l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3a^2}{4c^2} l_1^2\right) \left(h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2 + \frac{3a^2}{4c^2} l_2^2\right)}} \right]$

四方晶系和斜方晶系 $\theta = \cos^{-1} \left[\frac{\frac{h_1 h_2}{a^2} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\sqrt{\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right) \left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right)}} \right]$

C.12.6 与晶面(hkl)垂直的晶带轴[uvw]

立方晶系 $\frac{u}{h} = \frac{v}{k} = \frac{w}{l}$ $\frac{h}{u} = \frac{k}{v} = \frac{l}{w}$

六方晶系 $\frac{u}{2h+k} = \frac{v}{2k+h} = \frac{2w}{3l} \frac{c^2}{a^2}$ $\frac{h}{2u-v} = \frac{k}{2v-u} = \frac{l}{2w} \frac{a^2}{c^2}$

四方晶系和斜方晶系 $\frac{ua^2}{h} = \frac{vb^2}{k} = \frac{wc^2}{l}$ $\frac{h}{ua^2} = \frac{k}{vb^2} = \frac{l}{wc^2}$

C.12.7 晶带轴和晶面之间的关系

对于穿过晶带轴[uvw]的晶面(hkl):

$$hu + kv + lw = 0$$

对于晶带轴[u₁v₁w₁] 和 [u₂v₂w₂]相交的晶面(hkl):

$$h = (u_1 w_2 - u_2 w_1) \quad k = (w_1 u_2 - w_2 u_1) \quad l = (u_1 v_2 - u_2 v_1)$$

对于与晶面(h₁k₁l₁)和(h₂k₂l₂)相交线重合的晶带轴:

$$u = (k_1 l_2 - k_2 l_1) \quad v = (l_1 h_2 - l_2 h_1) \quad w = (h_1 k_2 - h_2 k_1)$$

C.12.8 菊池带的可视化条件

菊池带的强度能使用动力学衍射模型进行估算^[2,4]。有时,由于某原子的散射作用会与相邻原子相抵消,从而使结构因子被估算为零。这种情况下,有必要制定一些规则来预测那些可见的且具有零结构因子及低强度的反射体或菊池带(见表 C.4)。

表 C.4 菊池带的可视性规则

点阵类型	菊池带的可视化条件	晶 面
体心 I	$h + k + l = 2n$	{110} {200} {112} {220} {013} {222} {123} {400}
面心 F	h, k, l 均为奇数或偶数	{111} {200} {220} {113} {222} {400} {133} {240}
金刚石型	$h + k + l$ 为奇数或 $h + k + l = 4n$	{111} {220} {400} {113} {224} {133} {440} {260}
密排六方	$h + 2k \neq 3n$ 或 l 为偶数	{002} {011} {110} {100} {112} {004} {013} {201} 或 {0002} {01-11} {1120} {10-00} {11-22} {0004}
A-中心 A	$k + l = 2n$	
B-中心 B	$h + l = 2n$	
C-中心 C	$h + k = 2n$	

大多数 EBSD 软件使用动力学衍射模型来对可能存在的反射体进行预测,但应注意这些反射体可能是错误的,尤其是具有复杂结构的反射体。EBSD 软件在修改或增加/去除反射体方面的功能是非常

有用的工具,但在使用时应多加注意。

- 注 1: 金刚石点阵包含两个相互穿插的 fcc 布拉菲点阵,它们是沿着立方晶胞的体对角线发生了该对角线四分之一长度的位移后形成的。这不是一个布拉菲点阵。
- 注 2: 这些规则只适用于简单结构,并且具有比较弱的二次衍射效应。例如,对于 Si,根据动力学模型预测结果,{200} 和 {222} 晶面不应是可见的。正如预测的一样,在 Si 的 EBSD 中,{200} 晶面未显现。但是,{222} 晶面是可见的,只是由于二次衍射效应,相对偏弱,如图 C.10。

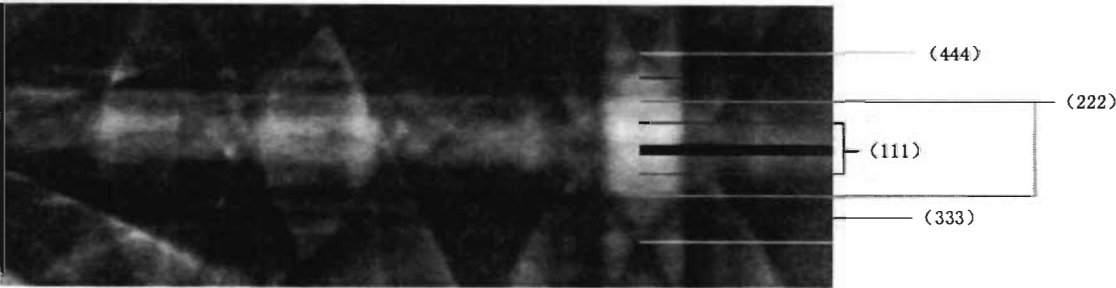


图 C.10 显示(111)晶面的 Si 的 EBSD
[(222)晶面是被限制的,不应该出现]

C.12.9 立方晶系的晶带轴之间和晶面之间的夹角

表 C.5 列出了在指定晶面和晶向族中常用的两个晶带轴或晶面对之间的夹角(以度为单位)。

表 C.5 常用的两个晶带轴或晶面之间的夹角

晶面和晶向族		晶带轴之间或晶面之间夹角度/(°)			
100	100	90.00			
	110	45.00	90.00		
	111	54.74			
	210	26.57	63.43	90.00	
	211	35.26	65.91		
	221	48.19	70.53		
110	110	60.00	90.00		
	111	35.26	90.00		
	210	18.43	50.77	71.57	
	211	30.00	54.74	73.22	90.00
	221	19.47	45.00	76.37	90.00
111	111	70.53	109.47		
	210	39.23	75.04		
	211	19.47	61.87	90.00	
	221	15.79	54.74	78.90	

表 C.5 (续)

晶面和晶向族		晶带轴之间或晶面之间夹角度/(°)					
210	210	36.87	53.13	66.42	78.46	90.00	
	211	24.09	43.09	56.79	79.48	90.00	
	221	26.57	41.81	53.40	63.43	72.65	90.00
211	211	33.56	48.19	60.00	70.53	80.41	
	221	17.72	35.26	47.12	65.91	74.21	82.18
001	114	19.47					

C.12.10 一些常用立方相的晶体学信息

相	劳厄	空间群	晶格常数	原子
铝, fcc	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a=4.050\text{ \AA}$	Al 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0)
镍, fcc	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a=3.524\text{ \AA}$	Ni 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0)
铜, fcc	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a=3.614\text{ \AA}$	Cu 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0)
铁, fcc	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a=3.660\text{ \AA}$	Fe 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0)
铁, bcc	m3m	229 Im $\bar{3}$ m	$a=2.866\text{ \AA}$	Fe 2a(0,0,0)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)
硅	m3m	227 Fd $\bar{3}$ m	$a=5.431\text{ \AA}$	Si 8a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0)($\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$)($\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$)
金刚石	m3m	227 Fd $\bar{3}$ m	$a=3.567\text{ \AA}$	C 8a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0)($\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$)($\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$)
GaAs	m3m	216 F4 $\bar{3}$ m	$a=5.652\text{ \AA}$	As 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0); Ga 4c($\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$)($\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$)
闪锌矿, ZnS	m3m	216 F4 $\bar{3}$ m	$a=5.400\text{ \AA}$	S 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0); Zn 4c($\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$)($\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{3}{4}$)($\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}$, $\frac{1}{4}$)
方铅矿, PbS	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a=5.936\text{ \AA}$	Pb 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0) S 4b($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0,0)(0, $\frac{1}{2}$,0)(0,0, $\frac{1}{2}$)
岩盐, NaCl	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a=5.640\text{ \AA}$	Cl 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0) Na 4b($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0,0)(0, $\frac{1}{2}$,0)(0,0, $\frac{1}{2}$)
黄铁矿, FeS ₂	m3	205 Pa $\bar{3}$	$a=5.418\text{ \AA}$	Fe 4a(0,0,0)(0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$,0, $\frac{1}{2}$)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$,0) S8c(0.387,0.387,0.387)(0.113,0.613,0.887) (0.613,0.887,0.113)(0.887,0.113,0.613) (0.613,0.613,0.613)(0.887,0.387,0.113) (0.387,0.113,0.887)(0.113,0.887,0.387)
钛, 立方晶	m3m	229 Im $\bar{3}$ m	$a=3.31\text{ \AA}$	Ti 2a(0,0,0)($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$)

C.12.11 有关六方、四方和斜方相的晶体学信息

相	劳厄	空间群	晶格常数	原子
钛, hcp	6/mmm	194 $P6_3/mmc$	$a=2.950\text{ \AA}$ $c=4.681\text{ \AA}$	Ti $2c(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{4})(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{3}{4})$
镁	6/mmm	194 $P6_3/mmc$	$a=3.209\text{ \AA}$ $c=5.210\text{ \AA}$	Mg $2c(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{4})(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{3}{4})$
锌	6/mmm	194 $P6_3/mmc$	$a=2.665\text{ \AA}$ $c=4.947\text{ \AA}$	Zn $2c(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{4})(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{3}{4})$
BaTiO ₃ , 四方晶系	4/mmm	99 $P4mm$	$a=3.995\text{ \AA}$ $c=4.034\text{ \AA}$	Ba $1a(0,0,0)$; O $2c(\frac{1}{2}, 0, 0.486)(0, \frac{1}{2}, 0.486)$; Ti $1b(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0.512)$; O $1b(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0.023)$
锡	4/mmm	141 $I4_1/amd$	$a=5.832\text{ \AA}$ $c=3.181\text{ \AA}$	Sn $4a(0,0,0)(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{4})(\frac{1}{2}, 0, \frac{3}{4})$
YBa ₂ Cu ₃ O ₇	mmm	47 $Pmmm$	$a=3.818\text{ \AA}$ $b=3.886\text{ \AA}$ $c=11.70\text{ \AA}$	Y $1h(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$; Ba $2t(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0.186)(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0.814)$; Cu $1a(0,0,0)$; Cu $2q(0,0,0.356)(0,0,0.644)$; O $1e(0, \frac{1}{2}, 0)$; O $2q(0,0,0.158)(0,0,0.842)$; O $2r(0, \frac{1}{2}, 0.378)(0, \frac{1}{2}, 0.622)$; O $2s(\frac{1}{2}, 0, 0.379)(\frac{1}{2}, 0, 0.621)$

C.12.12 立方晶系重位点阵(CSL)的取向差关系

详见参考文献[10]。

Σ	晶轴	角度/(°)	Brandon 角度/(°)	Σ	晶轴	角度/(°)	Brandon 角度/(°)
3	[111]	60.000	8.66	23	[311]	40.459	3.13
5	[100]	36.870	6.71	25a	[100]	16.260	3.00
7	[111]	38.213	5.67	25b	[331]	51.684	3.00
9	[110]	38.942	5.00	27a	[110]	31.586	2.89
11	[110]	50.479	4.52	27b	[210]	35.431	2.89
13a	[100]	22.620	4.16	29a	[100]	43.603	2.79
13b	[111]	27.796	4.16	29b	[221]	46.397	2.79
15	[210]	48.190	3.87	31a	[111]	17.897	2.69
17a	[100]	28.073	3.64	31b	[211]	52.200	2.69
17b	[221]	61.928	3.64	33a	[110]	20.050	2.61
19a	[110]	26.525	3.44	33b	[311]	33.557	2.61
19b	[111]	46.826	3.44	33c	[110]	58.992	2.61
21a	[111]	21.787	3.27	35a	[211]	34.040	2.54
21b	[211]	44.415	3.27	35b	[331]	43.230	2.54

表（续）

Σ	晶轴	角度/(°)	Brandon 角度/(°)	Σ	晶轴	角度/(°)	Brandon 角度/(°)
37a	[100]	18.920	2.47	43c	[332]	60.770	2.29
37b	[310]	43.130	2.47	45a	[311]	28.620	2.24
37c	[111]	50.570	2.47	45b	[221]	36.870	2.24
39a	[111]	32.210	2.40	45c	[221]	53.130	2.24
39b	[321]	50.130	2.40	47a	[331]	37.070	2.19
41a	[100]	12.680	2.34	47b	[320]	43.660	2.19
41b	[210]	40.880	2.34	49a	[111]	43.580	2.14
41c	[110]	55.880	2.34	49b	[511]	43.580	2.14
43a	[111]	15.180	2.29	49c	[322]	49.220	2.14
43b	[210]	27.910	2.29				

参 考 文 献

- [1] GB/T 19501—2004 电子背散射衍射分析方法通则
- [2] Randle V., *Electron Backscatter Diffraction*, Guide Book Series, Published by Oxford Instruments, Microanalysis Group, 1994.
- [3] Katrakova D. and Mücklich F., Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction, *Prakt. Metallogr.*, Part 1; 38(2001), 10, 547-564; Part 2: Ceramics, 39(2002), 12, 644-662.
- [4] Schwartz A.J., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000, ISBN 0-306-46487-X.
- [5] Randle V., *Microtexture Determination and Its Applications*, Maney Publishing, 2003, ISBN 1902653831.
- [6] Randle V. and Engler O., *Texture Analysis, Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*, Taylor and Francis, 2000, ISBN 9056992244.
- [7] McKie D. and McKie C., *Essentials of Crystallography*, Blackwell Scientific Publishers, 1986, ISBN 0-632-01574-8.
- [8] Philips F.C., *An Introduction to Crystallography*, fourth edition, Oliver and Boyd, 1971.
- [9] Hammond C., *The Basics of Crystallography and Diffraction*, IUCr, 1997, ISBN 0-19-855945-3.
- [10] Brandon D.G., The Structure of High-angle Grain Boundaries, *Acta Metall*, 14(1966): 1479-1484.
- [11] Hough P.V.C., *Method and Means for Recognizing Complex Patterns*, US patent 3,069,654.
- [12] Leavers V.F., *Shape Detection in Computer Vision Using the Hough Transform*, Springer-Verlag, 1992, ISBN 3-540-19723-0.
- [13] Prior D.J., Boyle A.P., Brenker F., Cheadle M.C., Day A.P., Lopez G., The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks, *American Mineralogist*, 84(1999): 1741-1759.
- [14] Tian Q., Yin F., Sakaguchi T., Nagai K., Reverse transformation behavior of a prestrained MnCu alloy, *Acta Mater.*, 54(2006): 1805-1813.
- [15] Dingley D. and Field D.P., Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy, *Mater. Sci. Tech.*, 13(1997): 69-78.
- [16] Le Page Y., Ab-Initio Primitive Cell Parameters from Single Convergent-Beam Electron Diffraction Patterns: A Converse Route to the Identification of Microcrystals with Electrons, *Microscopy Research and Technique*, 21(1992): 158-165.
- [17] Michael J.R., et al., *Crystal phase identification*, 2001, US patent 6326619.
- [18] Wright S.I., et al., *Chemical Prefiltering for Phase Differentiation via Simultaneous Energy Dispersive Spectrometry and Electron Backscatter Diffraction*, 2004, US patent 6835931.
- [19] Day A.P., and Quested T.E., Comparison of grain imaging and measurement using orientation and colour orientation contrast imaging, electron back scatter pattern and optical methods" *J. Microscopy*, 195(1999): pp.186-196.

- [20] ASTM E 3, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
 - [21] ASTM E 1558, Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens.
 - [22] Application note Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Analysis, prepared by TSL (http://new.ametek.com/content-manager/files/EDX/specimen_preparation.pdf).
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
微束分析 电子背散射衍射取向
分析方法导则

GB/T 30703—2014/ISO 24173:2009

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 2.75 字数 74 千字
2014 年 11 月第一版 2014 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-49764 定价 39.00 元



GB/T 30703-2014

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107