

ICS 71.040.50
G 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 19501—2004

电子背散射衍射分析方法通则

General guide for electron backscatter diffraction analysis



2004-04-30 发布

2004-12-01 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

前 言

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会归口。

本标准由宝钢股份公司技术中心起草。

本标准主要起草人：陈家光、范朝晖、田青超、李忠。

电子背散射衍射分析方法通则

1 范围

本标准规定了电子背散射衍射分析方法。

本标准适用于安装了电子背散射衍射附件的电子束显微分析仪进行物相的鉴定、晶体取向、显微结构以及晶界特性等方面的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则

GB/T 15481 检测和校准实验室能力的通用要求(GB/T 15481—2000, idt ISO/IEC 17025:1999)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

电子背散射衍射 electron backscatter diffraction (EBSD)

入射电子束进入试样,由于非弹性散射,在入射点附近发散,在表层几十纳米范围内成为一点源。由于其能量损失很少,电子的波长可以认为基本不变。这些电子在反向出射时与晶体产生布拉格衍射,称之为电子背散射衍射。

3.2

电子背散射衍射谱(花样) electron backscatter diffraction pattern (EBSP)

在电子背散射衍射中产生的线状花样,称之为电子背散射衍射菊池线。每一线对即菊池线对,对应晶体中的一组晶面,所有不同晶面产生的背散射衍射菊池线组成的图形称为电子背散射衍射谱(花样)。

3.3

晶体取向 crystallographic orientations

晶体点阵相对于试样外部坐标轴的位向关系,及取向分布。

3.4

晶粒夹角 misorientation

晶界面两侧位向差(相邻两晶粒间夹角 θ)可用晶粒绕某一晶向轴相对另一晶粒旋转 θ 角来表示。分为小角度晶界($\theta \leq 15^\circ$)和大角度晶界($\theta > 15^\circ$)。

3.5

重位点阵 coincidence site lattice (CSL)

两个互相穿插的平移点阵(点阵1和点阵2)相对作平移、旋转等操作,当到达某一位置时(如旋转到某些特殊角度时)。这两部分点阵中的一些阵点会重合起来(即点阵2中的某一阵点与点阵1中的某一阵点重合),这些重合的阵点称为点阵重合位置。这些重合位置的阵点本身将构成三维空间格子的超点阵,称为重合位置点阵,简称重位点阵“Lattice Coincidence Site”(CSL),经常用 Σ 值来表示重位点阵的特点,它是 CSL 单胞的体积与晶体点阵单胞体积之比:

$$\Sigma = \frac{\text{CSL 单胞体积}}{\text{晶体点阵单胞体积}}$$

3.6

晶体取向分布图 crystal orientation map (COM)

当电子束或样品台进行逐点扫描,可获得有关晶体取向的空间分布的大量信息,将试样中各点不同晶体学取向进行分类,取其中某一些取向作为参考颜色(或灰度),其他各点与参考取向若有不同,则取不同颜色(或灰度),可得到一种晶体学取向图。

3.7

相鉴定 phases identification

利用 EBSD 技术对晶体点阵进行分析,根据它们的晶体学特征信息进行相表征,确定相的种类。

3.8

Hough 变换

XY 空间中的一条直线转换成 Hough 空间的正弦曲线,两个空间的坐标变换关系为: $X\cos q + Y\sin q = r$, r 是 XY 空间中一直线离原点的距离, q 是表示该直线与 X 轴的夹角。这样在 Hough 空间的一个点相应于 XY 空间的一条特定的直线。经 Hough 空间变换使得在 XY 空间难以解决的线对测量问题转化为比较容易的 Hough 空间的峰位测量。采用这一空间变换的另一优点是,只要对 EBSP 图作一点预处理,就能极大地改善漫散的菊池线测量的精度。

4 试验方法

4.1 原理

入射电子束进入试样,由于非弹性散射,使之在入射点附近发散,成为一点源。在表层几十纳米范围内,非弹性散射引起能量损失一般只有几十电子伏特,这与几万电子伏能量相比是一个小量。因此,电子的波长可以认为基本不变。这些被散射的电子,随后入射到一定的晶面,满足布拉格衍射条件时,便产生布拉格衍射。

背散射电子几率随电子入射角减小而增大。将试样高角度倾斜,可以使电子背散射衍射强度增大。图 1 是电子束在一组晶面上衍射并形成一对菊池线的示意图。发散的电子束在这些平面的三维空间上发生布拉格衍射,产生两个辐射圆锥,当荧光屏置于圆锥交截处,截取一对平行线,每一线对即菊池线,代表晶体中一组晶面,线对间距反比于晶面间距,所有不同晶面产生菊池衍射构成一幅电子背散射衍射谱(EBSP),菊池线交叉处代表一个结晶学方向。

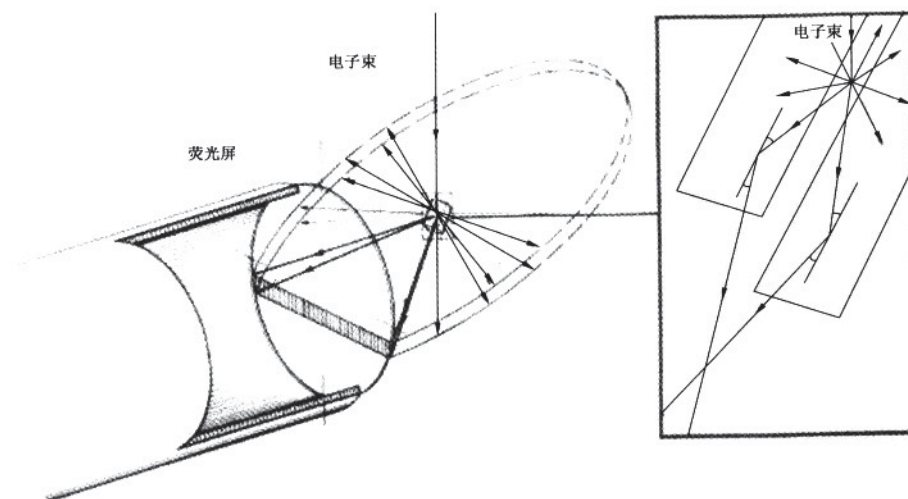


图 1 电子束在一组晶面上背散射衍射示意图

EBSP所包含的结晶学参数特征信息可用于作未知相的鉴定。对于已知相,花样的取向与晶体的取向直接对应,获得每一个晶体取向后,就可得到晶体间的取向关系,用于研究相界、界面开裂或界面反应等^[1~3]。此外,晶格内存在塑性应变会造成衍射花样中菊池线模糊,从衍射花样质量可定性评估应变变量。

4.2 仪器和辅助设备

4.2.1 扫描电子显微镜或电子探针分析仪。

4.2.2 电子背散射衍射附件。

4.2.3 试样磨片机和抛光机。

4.2.4 离子溅射仪。

4.2.5 超声波清洗器。

4.2.6 电解抛光仪。

4.3 标准样品的选择

选择立方晶系的单晶体作为标样,一般推荐Ge、Si或Ni单晶体,要求制备的单晶体标准样品晶面误差小于0.5度。

4.4 试样的制备

4.4.1 试样经过研磨抛光后必须消除试样表面加工形变层,金属材料也可采用化学或电解抛光去除形变层。碳钢一般用4%硝酸酒精浸蚀即可去除形变层。离子溅射减薄可以去除金属或非金属材料研磨抛光中形成的加工形变层。

4.4.2 对于非导电试样,一般不采用喷镀导电膜方法来防止电荷积累,但可将试样加工成尺寸小于2 mm×2 mm的小块,并降低入射电子加速电压以减少电荷积累。

4.4.3 脆性材料可直接利用其平整断面,无需研磨抛光。

4.5 测量条件

4.5.1 激发电压的选择:一般推荐电压为15 kV~25 kV,随着电压增加EBSP线条宽度变窄,图像清晰度增强。若试样导电性差,则选择较低的电压;若增加电压可减轻试样表面状态对衍射花样质量的影响。

4.5.2 电子束流值的选择:一般推荐电子束流值为0.1 nA~10 nA。束流降低,扫描图像分辨率增加,EBSP信号减弱,但可以通过适当增加测量时间,提高EBSP信号质量。

4.5.3 束斑直径选择:束斑直径通常以聚焦状态分析试样。

4.5.4 测量时间选择:根据电子束流大小、待分析区域像素决定测量时间,一般每一点测量时间1 ms~100 ms。

4.5.5 背景测量位置的选择:电子束在多晶体材料表面扫描时测量得到的EBSP可以作为背景信息。

4.6 分析步骤

4.6.1 试样测试前的准备:试样测试前应在光学显微镜下观察、确定待测试样的坐标位置并作标记。

4.6.2 核定仪器的稳定性:开机半小时后,按GB/T 15074中的要求核定仪器的稳定性。

4.6.3 将试样与标样(Ge单晶或Ni单晶)装在同一个高角度倾斜平面上。

4.6.4 调整好电子光学系统,完成标准样品的校正,由此确定探测荧光屏到电子束会聚点的工作距离,并始终保持不变。

4.6.5 选取试样区域,使试样待分析区域位置与标样上校正点处于同一聚焦位置。

4.6.6 按照本标准4.5设定仪器分析条件。

4.6.7 收集EBSP,计算机数据自动处理,存储和输出。

4.7 测量误差

4.7.1 EBSD晶体取向测量的误差由四方面因素组成:

a) 试样切割与安装的误差;

- b) 中心花样和试样与探测量荧光屏距离的校正的误差;
- c) EBSD 花样质量;
- d) Hough 变换以及花样求解的误差。

如果小心操作, a)、b) 两条的测量误差可以降低至低于 0.5 度。花样的质量取决于试样表面质量和晶体缺陷密度。对于菊池花样很明锐的好的花样, c)、d) 项的测量误差小于 0.5 度。一般来说, EBSD 取向测量误差(在普通的设置上)大约为 1 度。可以采取特殊的方法测量以减少这种误差, 例如, 增加试样和荧光屏的距离, 可以将误差减少到少于 1 度。

4.7.2 EBSD 相识别的误差

如果试样中的晶体具有不同晶体点阵, EBSD 根据理论和试验的结果通过和晶面角的比较能够正确地识别它们。如果晶体具有同样的晶体点阵, EBSD 需要通过线对的测量达到对物相识别的目的。在线对宽测量中, 由于菊池花样动力学的原因, EBSD 存在大约 5%~10% 的测量误差。

4.7.3 重位点阵(CSL)晶界测量误差

CSL 晶界是根据相邻晶界的旋转轴和旋转角定义的, 根据 Brandon 准则^[4] ($\Delta\theta \leq 15^\circ \Sigma^{-1/2}$), $\Sigma 3$ 晶界其允许角度偏差为 8.7 度, 对于 $\Sigma 45$ 晶界, 其允许偏差角为 2.2 度。而根据 4.7.1 所述, EBSD 取向测量的误差约为 1 度, 相邻晶界的取向误差在最坏的情况下约为 2 度, 因此, 当 Σ 值低于 45 时, 用 EBSD 测量重位点阵晶界是十分可靠的。

5 分析结果发布

按 GB/T 15481 规定执行。

参 考 文 献

- [1] Randle V, Electron Backscatter Diffraction, Guide Book Series, Published by Oxford Instruments, Microanalysis Group, 1994
- [2] K. Z. Baba-Kishi and D. J. Dingley. Application of Backscatter Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope, 1989, J. Appl. Cryst., Vol. 22, 189-200
- [3] 陈家光, 李忠. 电子背散射衍射在材料科学研究中的应用. 理化检验(物理分册), 2000, Vol. 36(2), 71-74
- [4] Brandon D G. The Structure of High-angle Grain Boundaries, Acta Metall, 1966; 14: 1479-1484.
-