



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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EBSP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。