



中华人民共和国国家标准

GB/T 18907—2002

透射电子显微镜选区 电子衍射分析方法

Method of selected area electron diffraction
for transmission electron microscopes

2002-12-05 发布

2003-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 原理	1
3 仪器设备	1
4 试样	1
5 参照样品	2
6 试验方法	2
6.1 仪器准备	2
6.2 选区电子衍射谱的获得	2
6.3 衍射常数 $L\lambda$ 的测定	2
7 衍射谱的测量与计算	3
附录 A (规范性附录) 纯金与纯铝的晶面间距表	4
附录 B (规范性附录) 单晶体的标准衍射谱	5
B.1 面心立方晶体的低指数晶带衍射谱	5
B.2 体心立方晶体的低指数晶带衍射谱	7
B.3 密排六方晶体的低指数晶带衍射谱	9
参考文献	12

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

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。

本标准由北京科技大学材料物理与化学系、北京有色金属研究院测试所起草。

本标准主要起草人：柳得槽、刘安生。

透射电子显微镜选区电子衍射分析方法

1 范围

本标准规定了用透射电子显微镜对薄晶体试样微米级区域进行选区电子衍射分析的方法。本方法适用于各种金属与非金属晶体薄膜(包括粉末试样与萃取复型试样)的电子衍射分析。可分析的最小试样区直径为 $1\ \mu\text{m}$ 。应用电子衍射谱可以获得试样晶体对称性、点阵常数和布拉菲格子类型等数据。利用已知晶体薄膜的电子衍射谱可以测定透射电子显微镜的衍射常数。被分析试样区直径小于 $1\ \mu\text{m}$ 时,可参照执行。

2 原理

在透射电子显微镜中的薄晶体试样被高能电子束照射时,在物镜的后焦平面上将产生相应的电子衍射谱。该电子衍射谱经中间镜、投影镜放大并投影在荧光屏上。

单晶体的电子衍射谱由排列成平行四边形的衍射斑组成,在衍射谱上由试样晶面(hkl)产生的衍射斑与透射斑的距离 R_{hkl} 和晶面间距 d_{hkl} 之间的近似关系为:

$$R_{hkl} \cdot d_{hkl} = L\lambda$$

式中:

$L = f_o \cdot M_1 \cdot M_p$, f_o 是显微镜的物镜焦距, M_1 和 M_p 分别为中间镜和投影镜的放大倍数;

λ ——工作电压下对应的照明电子束波长,单位为纳米(nm);

$L\lambda$ ——透射电子显微镜的衍射常数,可通过已知晶体的衍射谱进行测定(见 6.3)。

在单晶体衍射谱上测量衍射斑与透射斑中心的距离 R_{hkl} , 根据上式可得到有关晶面(hkl)的晶面间距。任意两个衍射斑 $h_1 k_1 l_1$ 和 $h_2 k_2 l_2$ 与透射斑中心连线之间的夹角等于这两个晶面($h_1 k_1 l_1$) 和 ($h_2 k_2 l_2$) 之间的夹角。

转动试样获得同一个单晶体不同取向的两张衍射谱,选择不在同一张衍射谱上的三个衍射斑构成的一个倒易点阵初基胞,可标定衍射斑指数并确定其点阵常数。

多晶体试样的衍射谱是以透射斑为中心的一系列同心圆,每一个圆由晶面间距相同的(hkl)晶面的衍射组成,分别测量各个衍射圆的半径 R_{hkl} , 根据上式得到有关晶面(hkl)的晶面间距 d_{hkl} , 可标定衍射圆指数并确定晶体的点阵常数。

3 仪器设备

- 透射电子显微镜(带双倾试样台或单倾旋转试样台)。
- 测量放大镜(可测长度和平面角度)或比长仪、量角器。
- 照相材料和底片观察器。
- 暗室及照像底片的显影、定影设备。

4 试样

4.1 试样须制备成直径 3 mm 的薄圆片或用透射电子显微镜专用的支持网夹持,萃取复型或粉末试样则制备在有支持膜的支持网上。

- 4.2 被分析试样区的厚度应足够薄以便得到可用于观察测量的电子衍射谱。
- 4.3 试样表面应清洁、干燥、平坦、无氧化层、无污染物。
- 4.4 备用的试样应编号放置在专用的试样盒内并保存在干燥器内。

5 参照样品

电子衍射分析时须用参照样品测定透射电子显微镜的衍射常数 $L\lambda$ 。原则上,晶体结构和点阵常数已经精确测定、而且在电子束辐照下结构稳定的晶体薄膜或粉末都可以作为参照样品,常用的参照样品为按本标准 4.1~4.3 要求制备成的纯金(面心立方结构,点阵常数=0.407 8 nm)或纯铝(面心立方结构,点阵常数=0.404 9 nm)多晶样品,也可直接将参照物质用喷镀仪喷在被分析试样的局部表面上。

6 试验方法

6.1 仪器准备

- 6.1.1 透射电子显微镜已达到稳定、正常的操作条件。
- 6.1.2 电子光学系统进行细致的合轴调整,调节并保持物镜的后焦平面与物镜光阑位于同一平面,选区衍射光阑和试样的一次放大像位于同一平面。
- 6.1.3 将待测试样和参照样品分别稳固地安置在双倾试样台或单倾旋转试样台上,将试样台送入试样室。喷镀有参照物质的试样直接安置在试样台上送入试样室。

6.2 选区电子衍射谱的获得

- 6.2.1 选用适当的加速电压。
- 6.2.2 在透射电子显微镜的荧光屏上获得试样的明场放大像,初步确定待分析的试样区。
- 6.2.3 调节试样高度至合轴平面,以保证被分析试样区在倾转过程中不致有明显位移。
- 6.2.4 调整放大倍数使试样细节能清晰显示,一般可在 10 000~100 000 倍之间选择。将试样像聚焦、消像散。
- 6.2.5 用选区光阑选取被分析试样区,被分析区应避开试样中的相界与晶界。
- 6.2.6 转换到衍射模式,调节衍射聚焦钮使物镜光阑的像聚焦,即物镜光阑与后焦平面重合。返回明场像模式再次对试样像聚焦。
- 6.2.7 再次转到衍射模式,退出物镜光阑,在荧光屏上获得一个电子衍射谱 [$U_1 V_1 W_1$],调整第二聚光镜电流使衍射斑变得清晰明锐,记录该衍射图。
- 6.2.8 在荧光屏的衍射谱上选择一系列通过透射斑的较密衍射斑,以该列衍射斑的方向为轴转动试样直到获得第二个衍射谱,照相记录第二个衍射谱 [$U_2 V_2 W_2$]。
- 6.2.9 记录试样台绕 x 和 y 轴转动的角度。两张衍射谱之间的夹角,即两个晶带轴 [$U_1 V_1 W_1$] 和 [$U_2 V_2 W_2$] 的夹角 ψ 可以由试样台绕 x 轴和 y 轴的转角得出。
- 6.2.10 在完全相同的实验条件下(即加速电压、各透镜的设置、衍射镜或中间镜电流和试样高度等都相同),获得参照样品的电子衍射图。
- 6.2.11 在暗室中将记录有衍射图的胶片显影、定影、干燥。

6.3 衍射常数 $L\lambda$ 的测定

- 6.3.1 多晶参照样品的衍射谱应为一系列同心圆,如果衍射圆环最长直径与最短直径之差超过短直径的 10%,则应重新对透射电子显微镜有关透镜进行消像散,再按 6.2 重新记录衍射谱。
- 6.3.2 将记录有参照样品电子衍射谱的照像底片乳胶膜面朝上放在底片观察器上,用测量放大镜测量纯金(或纯铝)多晶样品衍射谱上衍射圆的直径,由内到外 3 个衍射圆的直径分别为 $2R_1$ (mm)、 $2R_2$ (mm)、 $2R_3$ (mm)。
- 6.3.3 上述纯金(或纯铝)多晶样品衍射圆的指数 hkl 由内至外分别为:111、200、220、311,各个 hkl 衍射圆对应的晶面间距 d_{hkl} 见附录 A。

6.3.4 计算衍射常数 $L_1\lambda = R_1 d_{111} (\text{mm} \cdot \text{nm})$, $L_2\lambda = R_2 d_{200} (\text{mm} \cdot \text{nm})$, $L_3\lambda = R_3 d_{220} (\text{mm} \cdot \text{nm})$, 作出 $L\lambda$ 与 R 的关系曲线。

7 衍射谱的测量与计算

7.1 将记录有被测样品电子衍射谱的照像底片乳胶膜面朝上放在底片观察器上, 在一张衍射底片上选两个最接近中心斑 000 而不与中心斑共线的衍射斑 $(h_1 k_1 l_1)$ 和 $(h_2 k_2 l_2)$, 将这两个衍射斑、中心斑和 $(h_1 k_1 l_1 + h_2 k_2 l_2)$ 组成一个平行四边形(见图 1)。量出它们到中心的距离 R_1 和 R_2 以及 R_1 与 R_2 的夹角 γ^* , 再在另一张底片上测量第三个距中心较近的衍射斑 $(h'k'l')$ 到中心的距离 R' 。

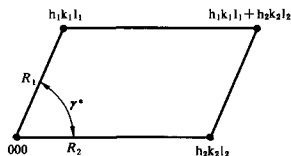


图 1 两个衍射斑、中心斑和 $(h_1 k_1 l_1 + h_2 k_2 l_2)$ 组成的平行四边形

7.2 根据各衍射斑的 R 大小, 从 6.3.4 得到的关系曲线上分别读取该 R 值相应的衍射常数 $L_1\lambda$ 、 $L_2\lambda$ 和 $L_3\lambda$, 由公式 $Rd = L\lambda$ 分别计算出上述衍射斑对应的晶面间距 d_{hki} 。

7.3 R_2 与 R' 的夹角 α^* 以及 R_1 与 R' 的夹角 β^* 可以由下面公式算出:

$$\cos \alpha^* = \sin \varphi_2 \sin \varphi_3 \cos \psi + \cos \varphi_2 \cos \varphi_3$$

$$\cos \beta^* = \sin \varphi_1 \sin \varphi_3 \cos \psi + \cos \varphi_1 \cos \varphi_3$$

式中 φ_1 、 φ_2 、 φ_3 分别是这 3 个衍射斑到中心斑的连线 R_1 、 R_2 、 R' 与试样旋转轴间的夹角。

7.4 衍射斑的指数标定

7.4.1 预先计算出试样晶体各倒易点阵平面上二维约化胞的特征参数, 即约化倒易矢 g_1 与 g_2 的指数 $h_1 k_1 l_1$ 和 $h_2 k_2 l_2$ 、二者的长度比 $g_2 : g_1$, 以及它们的夹角 φ 。

面心立方、体心立方和密排六方晶体的低指数晶带轴倒易点阵平面特征参数由附录 B 中 B.1~B.3 给出。

7.4.2 将实验测得的衍射谱几何特征: 长度比 R_2/R_1 和 R_3/R_1 , R_2 和 R_1 的夹角 γ 以及 R_3 和 R_1 的夹角 β 分别与计算的二维约化胞参数比较, 如果实测值和计算的约化胞之间角度差小于 3° 、长度之差小于 10%, 就可标定这些衍射斑的指数, 如 $(h_2 k_2 l_2)$ 、 $(h_1 k_1 l_1)$ 、 $(h_3 k_3 l_3)$ 。

7.4.3 根据晶带定理和衍射斑指数得出每个衍射谱的晶带轴指数 $[U_1 V_1 W_1]$ 和 $[U_2 V_2 W_2]$ 。

附 录 A
(规范性附录)
纯金与纯铝的晶面间距表

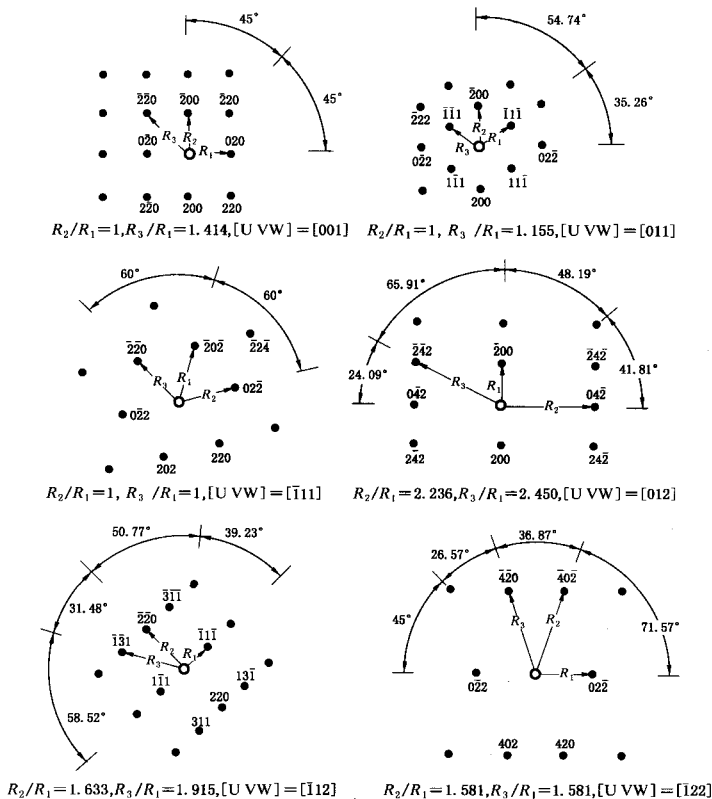
晶面间距 d_{hkl}	d_{111}/nm	d_{200}/nm	d_{220}/nm	d_{311}/nm
纯金 Au	0.235 3	0.203 9	0.144 4	0.123 2
纯铝 Al	0.233 6	0.202 4	0.143 3	0.122 3

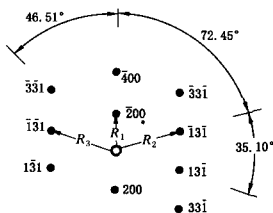
金的点阵常数: $a = 0.407\ 8\ \text{nm}$, 铝的点阵常数: $a = 0.404\ 9\ \text{nm}$ 。

附录 B
(规范性附录)
单晶体的标准衍射谱

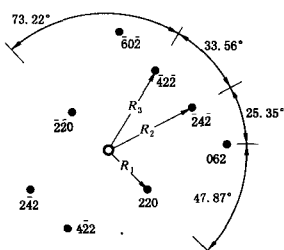
B.1 面心立方晶体的低指数晶带衍射谱

(倒易矢 R 的选择规则为: $R_1 \leq R_2 \leq R_3$)

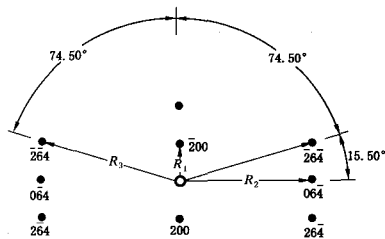




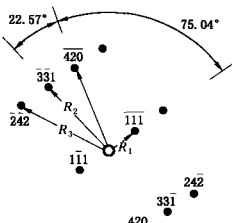
$$R_2/R_1=1.658, R_3/R_1=1.658, [U\ V\ W]=[013]$$



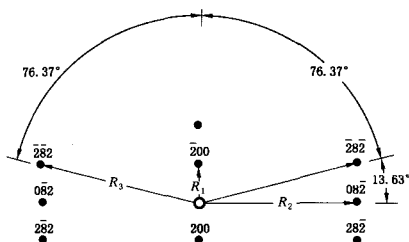
$$R_2/R_1=1.732, R_3/R_1=1.732, [U\ V\ W]=[113]$$



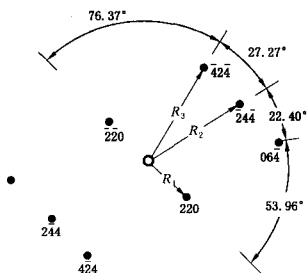
$$R_2/R_1=3.242, R_3/R_1=3.606, [U\ V\ W]=[023]$$



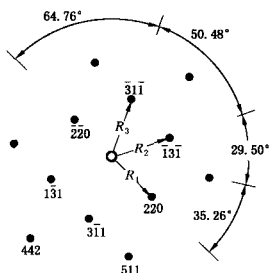
$$R_2/R_1=2.517, R_3/R_1=2.828, [U\ V\ W]=[123]$$



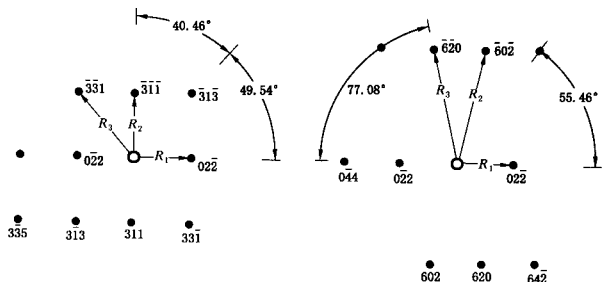
$$R_2/R_1=4.123, R_3/R_1=4.243, [U\ V\ W]=[014]$$



$$R_2/R_1=2.121, R_3/R_1=2.121, [U\ V\ W]=[223]$$



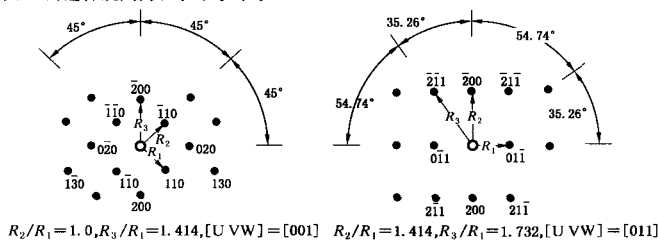
$$R_2/R_1=1.173, R_3/R_1=1.173, [U\ V\ W]=[114]$$



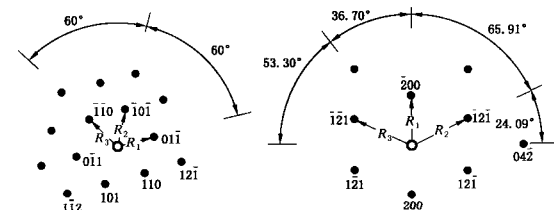
$$R_2/R_1 = 1.173, R_3/R_1 = 1.541, [U \ V \ W] = [\bar{2}33] \quad R_2/R_1 = R_3/R_1 = 2.236, [U \ V \ W] = [\bar{1}33]$$

B.2 体心立方晶体的低指数晶带衍射谱

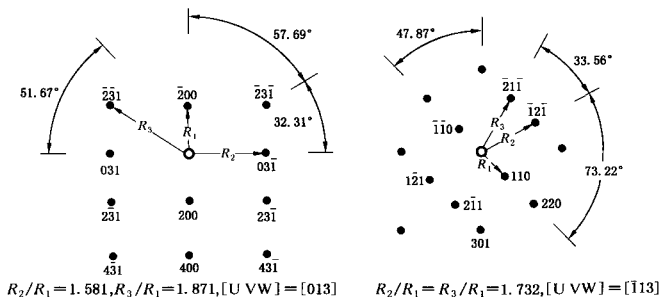
(倒易矢 R 的选择规则为: $R_1 \leq R_2 \leq R_3$)



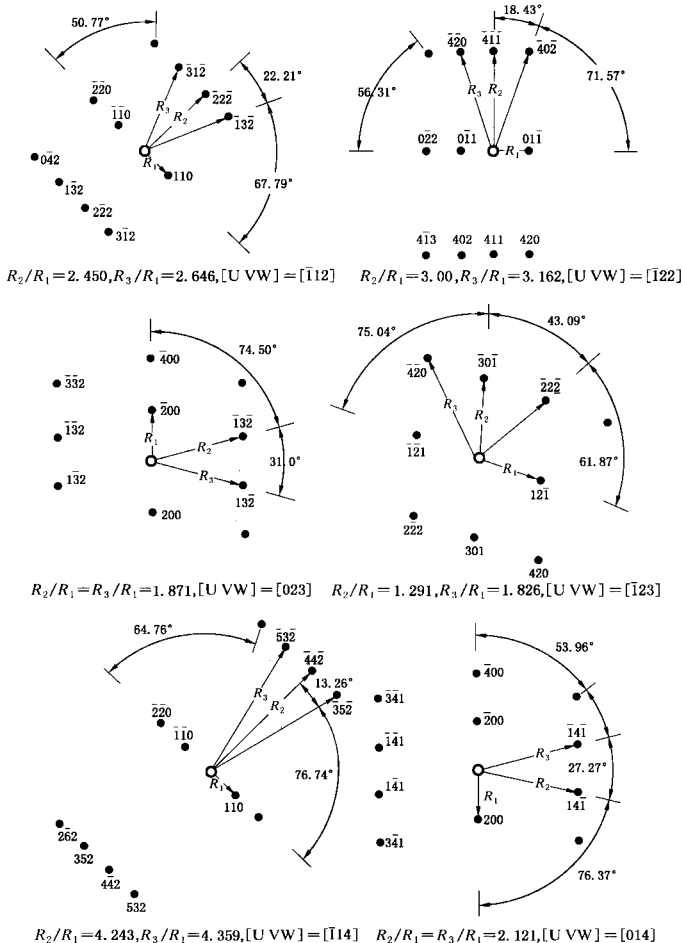
$$R_2/R_1 = 1.0, R_3/R_1 = 1.414, [U \ V \ W] = [001] \quad R_2/R_1 = 1.414, R_3/R_1 = 1.732, [U \ V \ W] = [011]$$

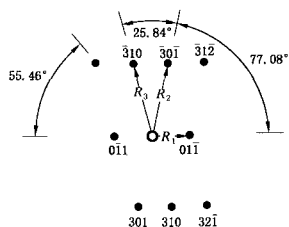


$$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1, [U \ V \ W] = [\bar{1}11] \quad R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.225, [U \ V \ W] = [012]$$

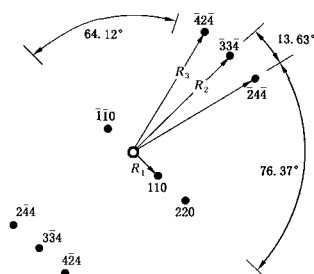


$$R_2/R_1 = 1.581, R_3/R_1 = 1.871, [U \ V \ W] = [013] \quad R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.732, [U \ V \ W] = [\bar{1}13]$$

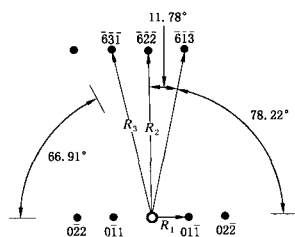




$$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 2.236, [U\ V\ W] = [\bar{1}33]$$



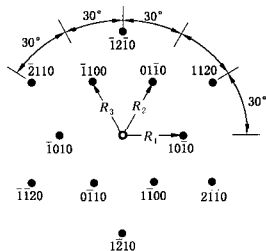
$$R_2/R_1 = 4.123, R_3/R_1 = 4.243, [U\ V\ W] = [\bar{2}23]$$



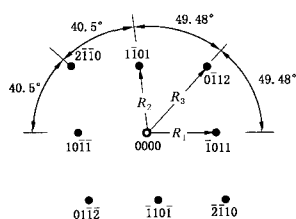
$$R_2/R_1 = 4.690, R_3/R_1 = 4.796, [U\ V\ W] = [\bar{2}33]$$

B.3 密排六方晶体的低指数晶带衍射谱

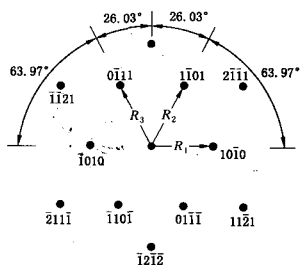
(倒易矢 R 的选择规则为: $R_1 \leq R_2 \leq R_3$; $\times$ 表示禁止衍射斑点, 由于二次衍射, 该斑点可能出现)



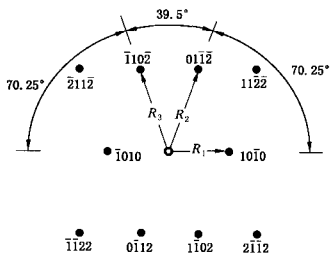
$$R_1 = R_2 = R_3, [U\ V\ W] = [0001]$$



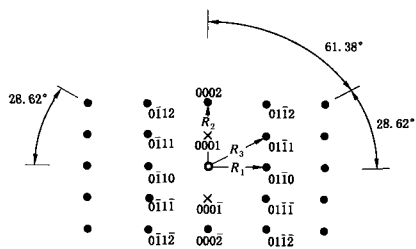
$$R_2/R_1 = 1, R_3/R_1 = 1.299, [U\ V\ W] = [01\bar{1}1]$$



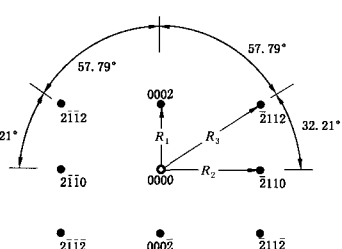
$$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.139, [\text{UVTW}] = [1213]$$



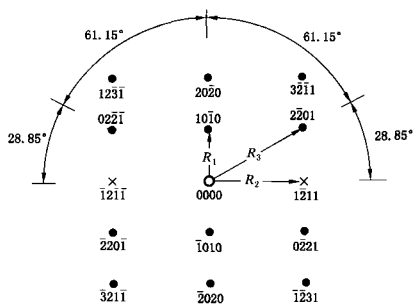
$$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.480, [\text{UVTW}] = [2423]$$



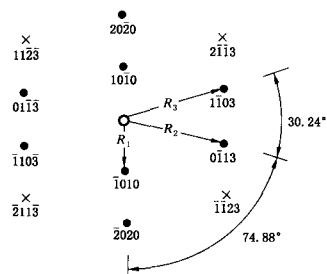
$$R_2/R_1 = 1.09, R_3/R_1 = 1.139, [\text{UVTW}] = [2110]$$



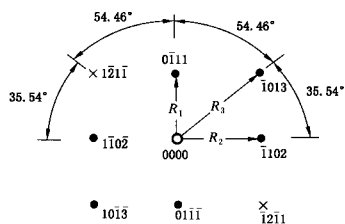
$$R_2/R_1 = 1.587, R_3/R_1 = 1.876, [\text{UVTW}] = [0110]$$



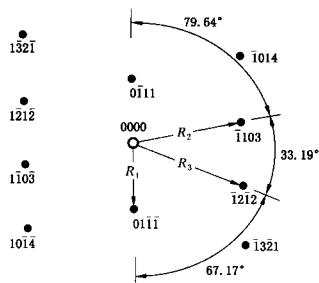
$$R_2/R_1 = 1.816, R_3/R_1 = 2.073, [\text{UVTW}] = [1216]$$



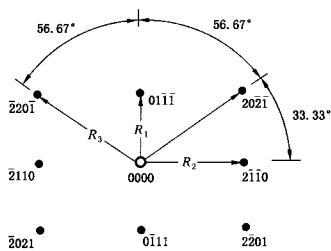
$$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.917, [\text{UVTW}] = [1211]$$



$R_2/R_1=1.299$, $R_3/R_1=1.683$, $[UVTW]=[5\bar{1}43]$



$R_2/R_1=1.684$, $R_3/R_1=1.797$, $[UVTW]=[7\bar{2}53]$



$R_2/R_1=1.520$, $R_3/R_1=1.820$, $[UVTW]=[01\bar{1}2]$

参 考 文 献

1. 郭可信、叶恒强、吴玉琨. 电子衍射图在晶体学中的应用. 科学出版社, 1983
 2. Edington, J. W. . Practical Electron Microscopy in Materials Science, Vol. II , Electron Diffraction in The Electron Microscope, Macmillan & Co Ltd, London, 1975
-