

电子背散射衍射 (EBSD) 及其在材料研究中的应用

陈绍楷, 李晴宇, 苗 壮, 许 飞

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘 要: 论述了电子背散射衍射 (EBSD) 的形成原理、花样包含的物理意义, 并给出了 EBSD 在测定晶体取向、织构、取向关系、物相鉴定、应变分布、晶格常数及晶界性质研究等方面的应用实例。

关键词: 电子背散射衍射 (EBSD); 晶体取向; 织构

中图法分类号: TG115.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2006)03-0500-05

1 前 言

电子背散射衍射 (EBSD) 的历史应追溯至 1928 年 Kikuchi 在透射电镜中观察到的条带状衍射花样, 即菊池线, 不过这种菊池线是透射电子形成的。直到 1954 年, Alam, Blackman 和 Pashley 同样利用透射电镜, 用胶片记录了解理 LiF, KI, NaCl, PbS₂ 晶体的大角度菊池花样, 这是第一次严格意义上的电子背散射衍射。1973 年, Venables 和 Harland 在扫描电镜上用电子背散射衍射花样对材料进行晶体学研究, 开辟了 EBSD 在材料科学方面的应用。20 世纪 80 年代后期, Dingley 使用荧光屏和电视相机接收与采集电子背散射衍射花样。20 世纪 90 年代, 实现了花样的自动标定。随着数码相机、计算机和软件的快速发展, 现在的商品 EBSD 实现了从花样的接收、采集到标定完全自动化^[1]。每秒能获得多于 100 帧的菊池花样及标定结果, 广泛用于地质、微电子学、材料科学等方面。

2 EBSD 的形成原理及其包含的物理含义

电子背散射衍射仪一般安装在扫描电镜或电子探针上。样品表面与水平面呈 70° 左右。当入射电子束进入样品后, 会受到样品内原子的散射, 其中有相当部分的电子因散射角大逃出样品表面, 这部分电子称为背散射电子。背散射电子在离开样品的过程中与样品某晶面族满足布拉格衍射条件 $2d\sin\theta=\lambda$ 的那部分电子会发生衍射, 形成两个顶点为散射点、与该晶面族垂直的两个圆锥面, 两个圆锥面与接收屏交截后形成一条亮带, 即菊池带。每条菊池带的中心线相当于发生布拉格衍射的晶面从样品上电子的散射点扩展后

与接收屏的交截线, 如图 1 所示。一幅电子背散射衍射图称为一张电子背散射衍射花样 (EBSP)。一张 EBSP 往往包含多根菊池带。接收屏接收到的 EBSP 经 CCD 数码相机数字化后传送至计算机进行标定与计算。值得指出的是, EBSP 来自于样品表面约几十纳米深度的一个薄层。更深处的电子尽管也可能发生布拉格衍射, 但在进一步离开样品表面的过程中可能再次被原子散射而改变运动方向, 最终成为 EBSP 的背底。因此, 电子背散射衍射是一种表面分析手段。其次, 样品之所以倾斜 70° 左右是因为倾斜角越大, 背散射电子越多, 形成的 EBSP 花样越强。但过大的倾斜角会导致电子束在样品表面定位不准, 降低在样品表面的空间分辨率等负面效果, 故现在的 EBSD 都将样品倾斜 70° 左右。

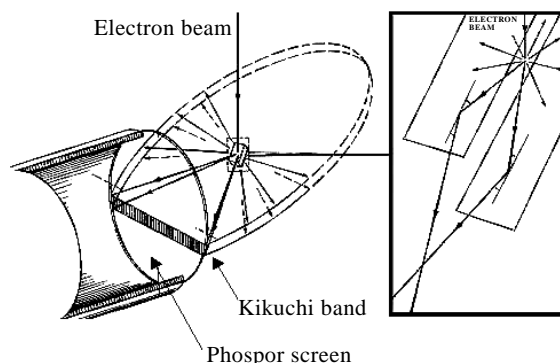


图 1 EBSD 的形成原理^[1]

Fig.1 Formation principle of EBSD^[1]

电子背散射衍射花样包含 4 个与样品有关的信息: 晶体对称性信息; 晶体取向信息; 晶体完整性信

收稿日期: 2005-03-03

作者简介: 陈绍楷, 男, 1969 年生, 博士, 西北有色金属研究院材料分析中心, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86230647, E-mail: skchen@x263.net

息; 晶格常数信息。图 2 为作者获得的一张典型 EBSD 花样。花样上包含若干与不同晶面族对应的菊池带。只有结构因子不为零的晶面族才会发生布拉格衍射形成菊池带, 而结构因子为零的晶面族由于衍射强度为零而不形成菊池带。不同的菊池带相交形成菊池极。由于菊池带与晶面族相对应, 故菊池极相当于各相交菊池带所对应各晶面族的共有方向, 即晶带轴方向。从图 2 可以看出, 菊池极具有旋转对称性。这种旋转对称性与晶体结构的对称性直接相关。具体地说, 相当于相应晶带轴旋转对称性加上了中心对称性即 2 次旋转对称性。如立方晶体[111]方向为三次旋转对称, 而 EBSD 花样上[111]菊池极呈 6 次对称。晶体结构依对称性可分为 230 种空间群。由布拉格衍射形成的电子背散射衍射花样不能区分空间群中的平称操作分量, 同时由于 (h,k,l) 与 $(-h,-k,-l)$ 的结构因子相同, 衍射强度相同而引入了二次旋转对称性, 故 EBSD 不能区分 32 种点群, 只能区分其中具有二次旋转对称的 11 种劳厄群。换句话说, EBSD 花样只可能具有 11 种不同的旋转对称性。

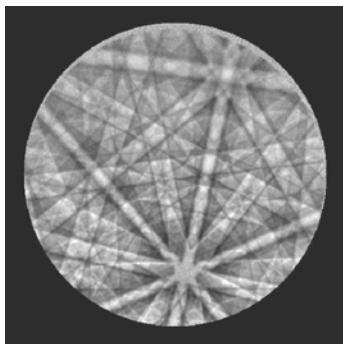


图 2 Ni 的典型 EBSD 花样

Fig.2 Typical EBSD of Ni

如前所述, 每条菊池带的中心线相当于样品上受电子束照射处相应晶面扩展后与接收屏的交截线, 每个菊池极相当于电子束照射处相应晶面延长后与接收屏交截形成的, 因此, EBSD 包含了样品的晶体学取向信息。在样品的安放、入射电子束位置、接收屏三者的几何位置已知的情况下, 可以采用单菊池极或三菊池极法计算出样品的晶体学取向^[2,3]。

晶格的完整性与 EBSD 花样质量有明显的关系。晶格完整时, 形成的 EBSD 花样中菊池带边缘明锐, 甚至可观察到高阶衍射 (如图 2); 晶格经受严重变形导致晶格扭曲、畸变, 存在大量位错等缺陷时, 形成的菊池带边缘模糊、漫散 (如图 3)。究其原因是因为菊池带由布拉格衍射形成, 反映的是原子周期性排列

信息, 晶体越完整, 布拉格衍射强度越高, 形成的菊池带边缘越明锐。

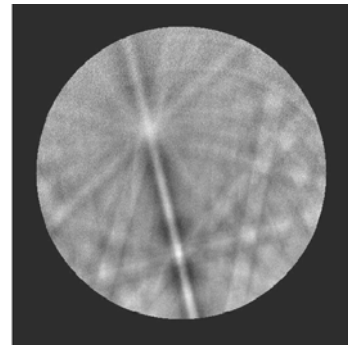


图 3 变形钛合金的 EBSD 花样

Fig.3 EBSD of a deformed Ti alloy

从图 1 可以看出, 菊池带宽度 W 与相应晶面族晶面间距 d 间有如下关系:

$$W = R \cdot \theta \quad (1)$$

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2)$$

其中 R 为接收屏上菊池带与样品上电子束入射点之间的距离, λ 为入射电子束的波长。

3 EBSD 在材料研究中的应用

3.1 晶粒取向、晶粒取向分布 (微区织构)、取向关系及惯习面测定等

EBSD 荧光屏接收到的花样经 CCD 数码相机采集后传送至计算机, 计算机将花样进行 Hough 变换以探测各菊池带的位置, 并计算菊池带间的夹角, 然后与产生该花样相的各晶面夹角理论值进行比较, 从而对各菊池带和菊池极加以标定。图 4 为一张已标定的 EBSD 花样。图中“十”表示接收荧光屏中心, 即电子束在样品上的入射位置与接收荧光屏垂线在荧光屏上的交点。如果已知电子束在样品上的入射位置与荧光屏的垂直距离, 就可以用单菊池极或三菊池极法计算出晶粒的晶体学取向。通过仔细地设定测试条件, EBSD 测定晶体取向的绝对准确度可以达到 $\leq 0.25^\circ$ 。若电子束在样品上每隔一定距离作一点的 EBSD 花样, 在样品表面一定面积上作 mapping, 可以测定多晶样品中各晶粒的取向, 经统计计算, 可以测定晶体取向的统计分布——即织构。由于 CCD 相机、计算机和软件的快速发展, 新型 EBSD 可以以极快的速度测定 EBSD 花样并给出晶粒的取向结果。如英国牛津公司的 Crystal 每秒可采集多于 100 帧的 EBSD 花样并给出取向结果。在样品的一个视场最多可测定 512×384 个点的取向。通过改变放大倍数, 可测定样品上从 mm^2

至 μm^2 面积上的织构。EBSD 的空间分辨率一般为 0.5 μm 左右,若安装在场发射扫描电镜上时,空间分辨率可以小于 10 nm。因此,用 EBSD 可以测定 nm 晶粒的取向。在高放大倍数下测定的织构常被称为微区织构。同时,EBSD 也可用于测定大面积的宏观织构。一般是在低放大倍数下测定邻近区域的织构后,用蒙特奇方法将不同区域拼接起来获得大面积的织构。如 HKL 公司的 CHANNEL5 在电镜自动样品台配合下可测定 20 mm \times 20 mm 范围的织构。

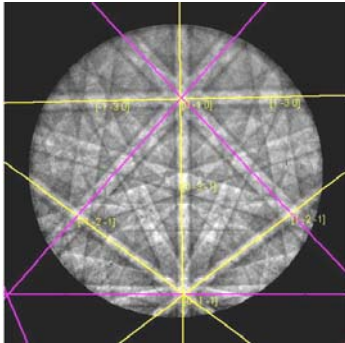


图 4 已标定的 Ni 的 EBSD 花样

Fig.4 An indexed EBSD of Ni

EBSD 测定的织构可以用多种形式表达出来,如极图、反极图、ODF 等(见图 5)。同 X-ray 衍射测织构相比,EBSD 具有能测微区织构、选区织构并将晶粒形貌与晶粒取向直接对应起来的优点。另外,X 射线测织构是通过测定衍射强度后反推出晶粒取向情况,计算精确度受选用的计算模型、各种参数设置的影响,一般测出的织构与实际情况偏差 15%以上。而 EBSD 通过测定各晶粒的绝对取向后进行统计来测定织构,可以认为 EBSD 是目前测定织构最准确的手段。当然与 X-ray 比,EBSD 存在制样麻烦等缺点。

用 EBSD 同时测定两个相的晶体学取向时,可以确定两个相之间的晶体学关系。为了确定两相间的晶体学关系,一般需要测定 30 处以上两相各自的晶体学取向。并将所有测定结果同时投影在同一极射赤面投影图上进行统计,才能确立两相间的晶体学关系^[3]。与透射电镜和 X-ray 相比,采用 EBSD 测定两相间晶体学取向关系具有显著的优越性。用于 EBSD 测试的样品表面平整、均匀,可以方便地找到 30 个以上两相共存的位置。同时晶粒取向可以用软件自动计算。而透射电镜由于样品薄区小的关系,难于在同一样品上找到 30 个以上两相共存位置。另外,其晶粒取向需手动计算。X-ray 一般由于没有成像装置,难于准确将 X-ray 定位在所测定的位置上,当相尺寸细小时,采

用 X-ray 难于确定相间晶体学关系。

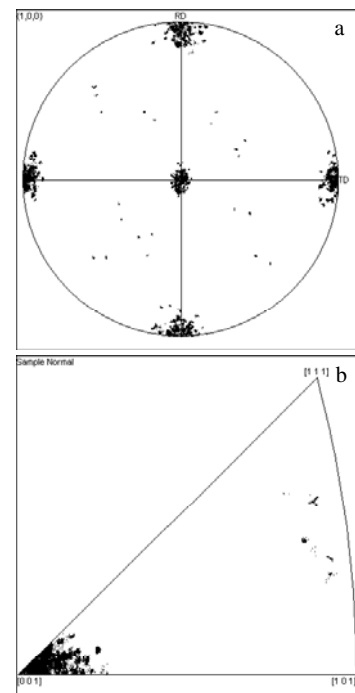


图 5 高纯 Ni 基带的极图和反极图

Fig.5 Pole figure (a) and inverse pole figure (b) of the high pure Ni substrate

另外,当第二相与基体间的惯习面、孪生面、滑移面等在样品表面留下迹线,尤其在两个以上晶粒表面留下迹线时,可以采用 EBSD 确定这些面的晶体学指数。

3.2 物相鉴定

EBSD 用于物相鉴定是 1999 年后 CCD 数码相机发展的结果。物相鉴定要求相机具有足够多的灰度级数和足够高的空间分辨率,以便能探测到强度很弱的菊池线。现在的 CCD 相机一般具有 12bit 灰度,即 2^{12} 级灰度,且空间分辨率能达 1300 \times 1024,能满足物相鉴定的要求。用 EBSD 鉴定物相必需借助能谱 EDS 的帮助。一般先用能谱测定出待鉴定物相由哪些元素组成,然后采集该相的 EBSD 花样。用这些元素可能形成的所有物相对花样进行标定,只有完全与花样相符合的物相才是所鉴定的物相(见图 6)。

需要指出的是 EBSD 的物相鉴定与 TEM 和 X-ray 衍射进行物相鉴定的原理是不同的。EBSD 主要是根据晶面间的夹角来鉴定物相,因为一张 EBSD 上包含约 70°范围内的晶体取向信息,而 TEM 则是依据晶面间距及晶面夹角来鉴定物相,X-ray 是根据晶面间距和各晶面相对衍射强度来鉴定物相。由于 X-ray 能准确测定晶面间距,故 X-ray 进行物相鉴定不需要事先

知道物相成分; 而 EBSD 和 TEM 在测定晶面间距方面误差较大, 必需先测定出待鉴定相成分以缩小候选范围。尽管如此, 3 种衍射手段关于某一晶面是否发

生衍射的条件方面是相同的, 即该晶面的结构因子必需不为零。

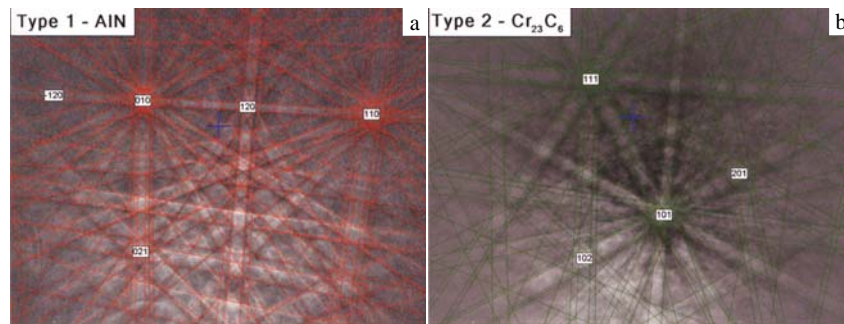


图6 不锈钢中 AlN 和 Cr_{23}C_6 的 EBSD 及其标定结果^[2]

Fig.6 EBSD's and the corresponding indexed results of AlN (a) and Cr_{23}C_6 (b) in stainless steel^[2]

3.3 EBSD 应变分布测定方法

3.3.1 EBSD 花样质量图法

在 EBSD 中, 每一张衍射花样根据其明锐程度用一花样质量数值来表示, 且可用于作图。明亮的点对应高花样质量, 暗的点对应低花样质量。低花样质量意味着晶格不完整, 存在大量位错等缺陷。花样质量图法适合于单个晶粒内应变分布的测量, 不适合于具有不同晶体取向的各个晶粒或不同相之间应变分布的测定, 因为即使不存在应变, 不同晶体取向的晶粒或不同相均具有不同的花样质量数值。

3.3.2 晶界分布图

其依据是变形区具有大量的低角度晶界 (如错配度为 $2^\circ \sim 10^\circ$ 的晶界)。

3.3.3 局部错配图

计算每个测量点与其周围 8 个近邻间错配角的平均值, 计算时不考虑高角度晶界 (例如 $>5^\circ$ 的晶界)。这种图能突出局部应变变化, 而与晶粒尺寸无关。

3.3.4 晶内错配图

在每个晶粒内, 计算出错配角梯度最小的点 (即变形最小的点)。以此点的取向作为参考取向, 计算出晶内所有其它点相对于此点的错配角。这种图能清楚地显示应变最大的晶粒。

3.3.5 等应变图

计算每一晶粒内的取向分布, 并根据晶粒尺寸给予一定权重。然后, 用一平滑因子加以平滑, 得到整个区域的等应变分布图, 这种图能突出高应变区 (见图 7)。

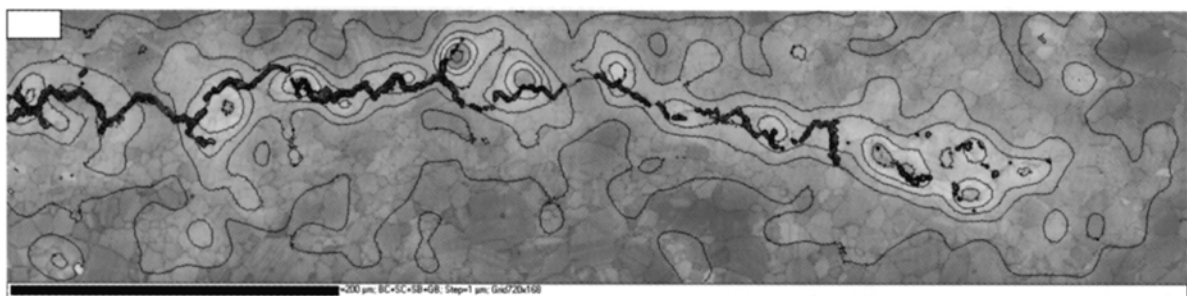


图7 裂纹附近应变分布^[2]

Fig.7 Strain distribution around a crack^[2]

3.4 晶界性质研究

在测定各晶粒晶体学取向的情况下, 可以方便地计算出晶粒间错配角, 区分大角度晶界、小角度晶界、亚晶界等, 并能根据重合点阵模型 (CSL's) 研究晶界

是否为共格晶界。如 $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$ 等重合点阵晶界一般为孪晶界。此外, 可以研究各种错配角所占比例。

3.5 晶格常数测定

通过测量菊池带宽度, 可以计算出相应晶面族的

晶面间距。需要指出的是, 每条菊池带的边缘相当于两根双曲线, 因此在菊池带不同位置测得的宽度值不同。一般应测菊池带上最窄处的宽度值来计算晶面间距。由于测量过程中存在误差, 用 EBSD 测晶面间距误差一般达 1.5% 左右。故 EBSD 并不是测量晶格常数的专门方法。

除上述用途外, 由于 EBSD 能准确测定不同晶粒晶向, 在金相等测定样品晶粒有困难的情况下, 可用 EBSD 测定样品中晶粒的真实分布及晶粒尺寸的分布情况。

4 结 语

电子背散射衍射 (EBSD) 技术目前已很成熟, 可广泛用于晶粒取向、微区织构、取向关系、惯习面测定及物相鉴定、应变分布测定、晶界性质研究和晶格常数等测定。与常用的 X-ray 衍射、TEM 中的选区电

子衍射相比具有其自身的特点。尤其是安装在扫描电镜上时, 使扫描电镜具有形貌观察、结构分析和成分测定 (配备能谱和波谱) 的功能, 成为一种综合分析仪器。

参考文献 References

- [1] HKL Technology Group. 2003 *EBSD Applications Catalogue* [C], Denmark: HKL Technology, 2003
- [2] Ge Kexin(郭可信), Ye Hengqiang(叶恒强), Wu Yukun(吴玉琨). *Applications of Electron Diffraction Patterns in Crystallography*(电子衍射图在晶体学中的应用)[M]. Beijing: Science Press, 1983
- [3] Huang Xiaoying(黄孝瑛). *Transmission Electron Microscopy* (透射电子显微学)[J], Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1987

EBSD and Its Applications in Materials Research

Chen Shaokai, Li Qingyu, Miao Zhuang, Xu Fei

(Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The formation principal and its physical meanings of the EBSP (Electron Back-Scattered Diffraction Pattern) have been introduced in the present paper. Some application examples on the determination of crystal orientation, micro-texture, crystallographic orientation relationship, stress distribution, lattice parameters, phase identification and boundary nature study with EBSD have been given.

Key words: electron back-scattered diffraction (EBSD); crystal orientation; texture

Biography: Chen Shaokai, Ph. D., Analysis Center for Materials, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86230647, E-mail: skchen@x263.net