

文章编号: 1007 - 1482(2005)04 - 0205 - 06

·综述·

电子背散射衍射技术及其在材料科学中的应用

刘 庆

(清华大学材料科学与工程系先进材料教育部重点实验室, 北京 100084)

摘 要: 本文介绍了电子背散射衍射 (EBSD) 分析技术的基本原理、发展历史、EBSD 系统的组成、实验条件、分辨率及 EBSD 数据处理方法等。通过多个典型的实例, 系统介绍 EBSD 技术在材料研究领域中的应用, 并就 EBSD 技术与其他相关分析技术的比较进行了讨论。

关键词: EBSD; 取向; 织构

中图分类号: TG115.23; O722⁺7

文献标识码: A

EBSD technique and its applications in materials science

LU Qing

(Metals Research Institute, Department of Materials Science and Engineering,
Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: In this paper, the basic principle of electron back-scattering diffraction (EBSD) technique is introduced. The modern EBSD system, experimental conditions, spatial resolution, angular resolution and post analysis of the data are also described in this paper. Finally, the applications of the EBSD technique in material science are discussed by using a few typical examples.

Key words: EBSD; orientation; texture

1 电子背散射衍射分析技术简介

20世纪90年代以来, 装配在扫描电子显微镜 (SEM) 上的电子背散射花样 (Electron Back-scattering Patterns, 简称 EBSP) 晶体微区取向和晶体结构的分析技术取得了较大的发展^[1-3], 并已在材料微观组织结构及微织构表征中广泛应用。该技术也被称为电子背散射衍射 (Electron Backscattered Diffraction, 简称 EBSD) 或取向成像显微技术 (Orientation Imaging Microscopy, 简称 OIM)^[4]。EBSD 的主要特点是在保留扫描电子显微镜的常规特点的同时进行空间分辨率亚微米级的衍射 (给出结晶学的数据)。EBSD 改变了以往织构分析的方法, 并形成了全新的科学领域, 称为“显微织构”——将显微组织和晶体学分析相结合。与“显微织构”密切联系的是应用

EBSD 进行相分析、获得界面 (晶界) 参数和检测塑性应变。目前, EBSD 技术已经能够实现全自动采集微区取向信息, 样品制备较简单, 数据采集速度快 (能达到约 36 万点/小时甚至更快), 分辨率高 (空间分辨率和角分辨率能分别达到 0.1 μm 和 0.5 $^\circ$), 为快速高效的定量统计研究材料的微观组织结构和织构奠定了基础, 因此已成为材料研究中一种有效的分析手段。

目前 EBSD 技术的应用领域集中于多种多晶体材料——工业生产的金属和合金、陶瓷、半导体、超导体、矿石——以研究各种现象, 如热机械处理过程、塑性变形过程、与取向关系有关的性能 (成型性、磁性等)、界面性能 (腐蚀、裂纹、热裂等)、相鉴定等。

收稿日期: 2005 - 11 - 14

基金项目: 国家自然科学基金重点项目 (No. 50231030)

作者简介: 刘庆 (1964 -), 清华大学材料系教授, 博士生导师

研究方向: 形变、再结晶; 超导材料; 微区晶体结构及取向测定技术, E-mail: qing_liu@mails.tsinghua.edu.cn

2 电子背散射衍射的工作原理

2.1 电子背散射衍射 (EBSD) 花样

在 SEM 中,入射于样品上的电子束与样品作用产生几种不同效应,其中之一就是在每一个晶体或晶粒内规则排列的晶格面上产生衍射。从晶面上产生的衍射组成“衍射花样”,可被看成是一张晶体中晶面间的角度关系图。图 1 是在单晶硅上获得的花样。

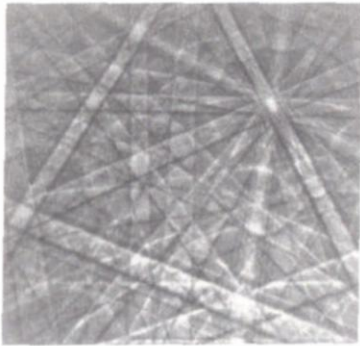


图 1 单晶硅的 EBSD 花样

衍射花样包含晶体对称性的信息,而且,晶面和晶带轴间的夹角与晶系种类和晶体的晶格参数相对应,这些数据可用于 EBSD 相鉴定。对于已知相结构的样品,则衍射花样与微区晶体相对于宏观样品的取向直接对应。

2.2 EBSD 系统组成

系统设备的基本要求是一台扫描电子显微镜和一套 EBSD 系统。EBSD 采集的硬件部分通常包括一台高灵敏度的 CCD 摄像仪和一套用来花样平均化和扣除背底的图象处理系统。图 2 是 EBSD 系统的构成及工作原理。

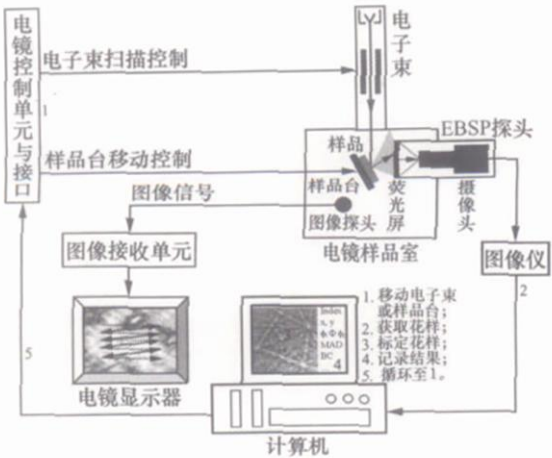


图 2 EBSD 系统的构成及工作原理

在扫描电子显微镜中得到一张电子背散射衍射花样的基本操作是简单的。相对于入射电子束,样品被高角度倾斜,以便背散射(即衍射)的信号,即 EBSD 花样被充分强化到能被荧光屏接收(在显微镜样品室内),荧光屏与一个 CCD 相机相连,EBSD 花样能直接或经放大储存图象后在荧光屏上观察到。只需很少的输入操作,软件程序可对花样进行标定以获得晶体学信息。目前最快的 EBSD 系统每一秒钟可进行近一百个点的测量。

现代 EBSD 系统和能谱 EDX 探头可同时安装在 SEM 上,这样,在快速得到样品取向信息的同时,可以进行成分分析。图 3 是 EBSD 探头和 EDX 探头同时安装在 SEM 上的一个实例。

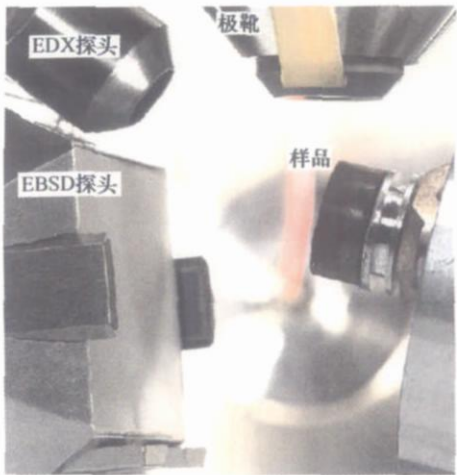


图 3 EBSD 和 EDX 同时安装在 SEM 上

2.3 EBSD 的分辨率

EBSD 的分辨率包括空间分辨率和角度分辨率。EBSD 的空间分辨率是 EBSD 能正确标定的两个花样所对应样品上两个点之间的最小距离。EBSD 的空间分辨率主要取决于电子显微镜的电子束束斑的尺寸,电子束束斑的尺寸越大则空间分辨率越小,同时也取决于标定 EBSD 花样的算法^[5,6]。降低加速电压、减小光阑和电子束的束流等都可以提高 EBSD 的空间分辨率。EBSD 在垂直于转轴方向和平行于转轴方向的空间分辨率是不一样的,前者大约是后者分辨率的 3 倍,如图 4 所示,平行于转轴方向的空间分辨率为 0.1 μm ,垂直于转轴方向上的空间分辨率为 0.03 μm 。

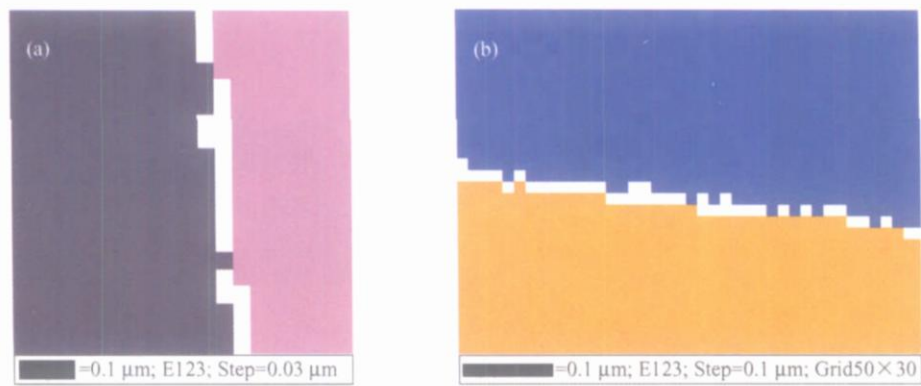


图 4 EBSD 的空间分辨率：(a) 平行于样品转轴方向，(b) 垂直于样品转轴方向

角度分辨率是表示标定取向结果的准确程度，但是目前还没有一个公认的确切的定义。目前主要有以下两种方法定义：

- 1) 用标定的取向与该点的理论取向的取向差表示角度分辨率；
- 2) 将取向转换为轴角对，用标定取向的角度与该点理论取向的角度的差表示角度分辨率。

角度分辨率主要取决于电子束的束流大小。束流越大，EBSD 花样也越清晰，标定结果也越精确，则分辨率也越高。同时也取决于样品的表面状态，样品表面状态越好，花样也越清晰，分辨率也越高。样品的原子序数越大，所产生的 EBSD 信号也越强，分辨率也越高。所以提高加速电压和增加束流可以提高 EBSD 的角度分辨率。

3 电子背散射衍射 (EBSD) 技术的应用

扫描电子显微镜中电子背散射衍射技术已广泛地成为金属学家、陶瓷学家和地质学家分析材料显微结构及组织的强有力的工具^[7-10]。EBSD 系统中自动花样分析技术的发展，从而可以通过 SEM 电子束和样品台的自动控制在试样表面进行快速的

EBSD 线或面扫描自动分析。如通过样品面扫描采集到数据可绘制取向成像图 OM (见图 5)、极图和反极图 (见图 6)，还可计算取向 (差) 分布函数 (见图 7)，这样在很短的时间内就能获得关于样品的大量的晶体学信息：晶体组织和界面取向差；晶粒尺寸及形状分布；晶界、亚晶及孪晶界性质分析；应变和再结晶的分析；相鉴定及相比计算等。EBSD 对很多材料都有多方面的应用也就是源于 EBSD 花样中所包含的这些信息。

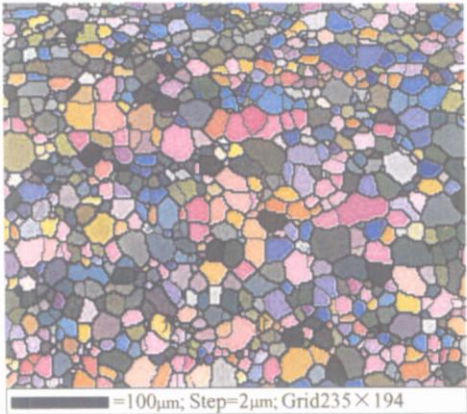


图 5 无取向硅钢样品的取向成像图

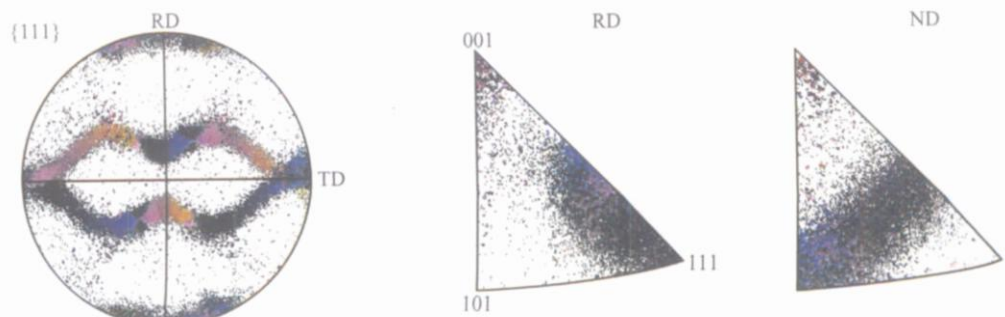


图 6 高纯镍的 {111} 极图和反极图

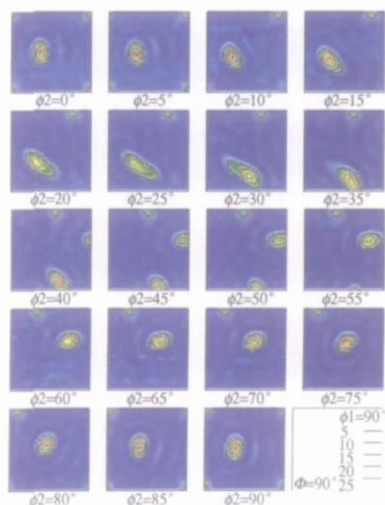


图 7 高纯镍的 ODF 截面图 ($\phi_2 = \text{const}$)

3.1 组织及取向差分析

EBSD 不仅能测量宏观样品中各晶体取向所占的比例,还能知道各种取向在样品中的显微分布,这是不同于 X 射线宏观结构分析的重要特点。图 8 是无取向硅钢 300 退火后 Goss 织构 (蓝色表示) 的分布, Goss 织构占整个区域面积的 4.6%。

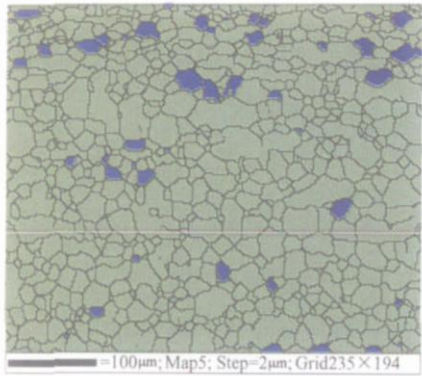


图 8 无取向硅钢 Goss 织构的分布

EBSD 可应用于取向关系测量的范例有:确定第二相和基体间的取向关系、穿晶裂纹的结晶学分析、单晶体的完整性、微电子内连使用期间的可靠性、断口面的结晶学、高温超导体沿结晶方向的氧扩散、形变研究、薄膜材料晶粒生长方向测量。

EBSD 测量的是样品中每一点的取向,那么不同点或不同区域的取向差异也就可以获得,从而可以研究晶界或相界等界面,如在图 8 中任意画一条线,就可得到沿此线的取向差分布 (见图 9)。

3.2 晶粒尺寸及形状的分析

传统的晶粒尺寸测量依赖于显微组织图象中晶界的观察。自从 EBSD 出现以来,并非所有晶界都

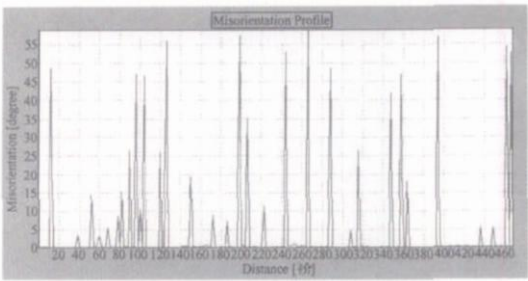


图 9 图 8 中线的相邻点的取向差

能被常规浸蚀方法显现这一事实已变得很清楚,特别是那些被称为“特殊”的晶界,如孪晶和小角晶界。因为其复杂性,严重孪晶显微组织的晶粒尺寸测量就变得十分困难。由于晶粒主要被定义为均匀结晶学取向的单元,EBSD 是作为晶粒尺寸测量的理想工具。

3.3 晶界、亚晶及孪晶性质的分析

在得到 EBSD 整个扫描区域相邻两点之间的取向差信息后,可对所有界面的性质进行确定,如:亚晶界、相界、孪晶界、特殊界面 (重合位置点阵 CSL 等)。图 10 是 EBSD 扫描区域中的孪晶界 (红线表示) 的分布图。

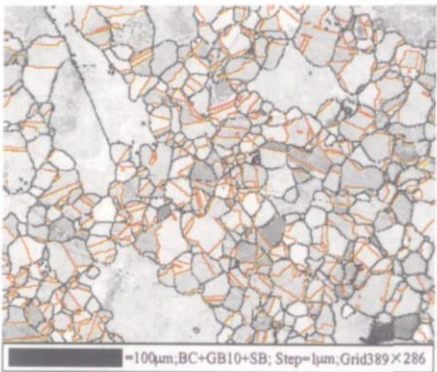


图 10 Ni 基超合金中的孪晶

3.4 相鉴定及相比计算

就目前来说,相鉴定是指根据固体的晶体结构来对其物理上的区别进行分类。EBSD 技术的发展,特别是与微区化学分析相结合,已成为进行材料微区相鉴定的有力工具^[11]。EBSD 技术最有效的是区分化学成分相似的相,如,在扫描电子显微镜中很难在能谱成分分析的基础上区别某元素的氧化物、碳化物或氮化物,但是,这些各种相的晶体结构有很大差异,能很方便地用 EBSD 技术给予区分。如 M_7C_3 和 M_3C 相 (M 大多是铬) 已被从二者共存的合金中鉴别出来,因为它们分别属于六方晶系和四方晶系,

具有完全不同特征的 EBSD 花样。类似地,已用 EBSD 区分了赤铁矿、磁铁矿和方铁矿。同样,在实践中经常碰到的例子里区分体心立方和面心立方的铁,因为用元素的化学分析方法是无法办到的,如钢

中的铁素体和奥氏体。在相鉴定和取向成像图绘制的基础上,很容易地进行多相材料中相百分含量的计算。

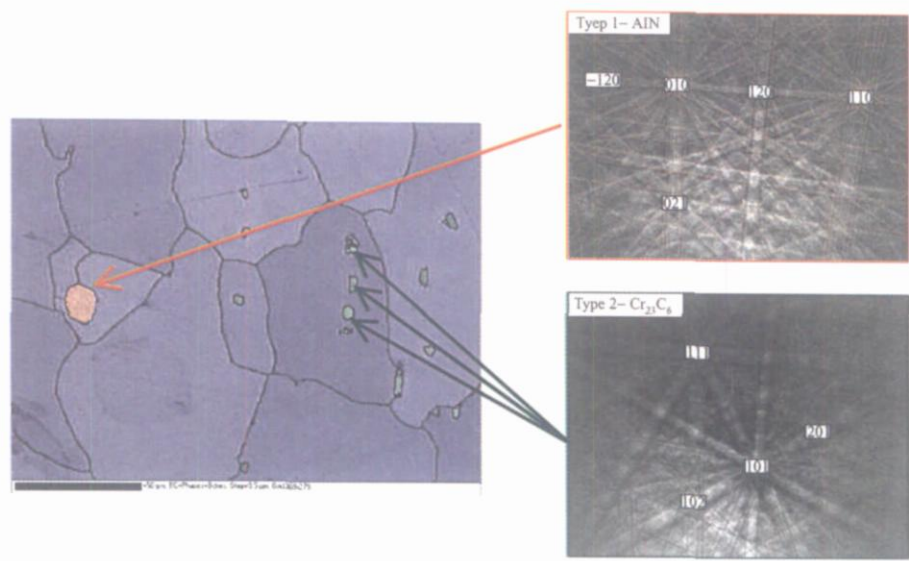


图 11 合金钢中析出相的相鉴定

3.5 应变测量

花样中菊池线的清晰程度反映了晶体结构完整性的差异,因此从 EBSD 花样质量可直观地定性或半定量地评估晶格内存在的塑性应变。

用 EBSD 进行应变测量的一些例子如下:

- 1) 在部分再结晶的显微组织中辨别有无应变晶粒;
- 2) 陨石中的固溶诱导应变;
- 3) 测定锆离子束注入硅中产生的损伤。

4 EBSD 与其他衍射技术的比较

对材料晶体结构及晶粒取向的传统研究方法主要有两个方面:一是利用 X 光衍射或中子衍射测定宏观材料中的晶体结构及宏观取向的统计分析;二是利用透射电镜中的电子衍射及高分辨成像技术对微区晶体结构及取向进行研究。前者虽然可以获得材料晶体结构及取向的宏观统计信息,但不能将晶体结构及取向信息与微观组织形貌相对应,也无从知道多相材料和多晶材料中不同相及不同晶粒取向在宏观材料中的分布状况。EBSD 技术是在 SEM 中进行微区的晶体结构及取向分析,并且可以将微区晶体结构及取向信息与微观组织形貌相对应。而透射电镜的研究方法由于受到样品制备及方法本身耗

时的限制往往只能获得材料非常局部的微区晶体结构及晶体取向信息^[12]。

因此,EBSD 技术具有不同于 X 射线衍射和透射电子显微镜进行晶体结构及取向分析的特点。

5 总结

EBSD 技术是近十几年来逐渐发展起来的一项在 SEM 中对材料进行快速微区晶体结构及取向测定的强有力的分析工具。该技术对晶体取向测定的角度分辨率为 0.5 度;空间分辨率为 0.5 μm (钨灯丝 SEM)或 0.1 μm (FEG-SEM)。

归纳起来,EBSD 技术具有以下四个方面的特点:(1)对晶体结构分析的精度已使 EBSD 技术成为一种继 X 光衍射和电子衍射后的一种微区物相鉴定新方法;(2)晶体取向分析功能使 EBSD 技术已成为一种标准的微区织构分析技术;(3)EBSD 方法所具有的高速(每秒钟可测定 100 个点)分析的特点及在样品上自动线、面分布采集数据点的特点已使该技术在晶体结构及取向分析上既具有透射电镜方法的微区分析的特点又具有 X 光衍射(或中子衍射)对大面积样品区域进行统计分析的特点;(4)进行 EBSD 分析所需的样品制备相对于 TEM 样品而言大大简化。由于以上几方面的特点,EBSD 技术已在材料科学研究中得到广泛的应用。

参考文献:

- [1] Schmidt N H. Band positions used for online crystallographic orientation determination from electron back scattering patterns [J]. Scanning Microscopy, 1991, 5: 637.
- [2] Dingley D J, Randle V. Microtexture determination by electron back-scatter diffraction [J]. J Mater Sci, 1992, 27: 4545 - 4566.
- [3] Wright S I, Adams B L. Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns Metall [J]. Trans A, 1992, 23A: 759 - 767.
- [4] Adams B L, Dingley D J, Kunze K, et al. Orientation imaging microscopy: new possibilities for microstructural investigations using automated BKD analysis [J]. Materials Science Forum, 1994, 157 - 162: 31 - 42.
- [5] Humphreys F J, Brough I. High resolution electron backscatter diffraction with a field emission gun scanning electron microscope [J]. Journal of Microscopy-Oxford, 1999, 195: 6 - 9.
- [6] Humphreys F J, Bate P S, Hurley P J. Orientation averaging of EBSD data [J]. J Mat Sci, 2001, 36: 3833 - 3854.
- [7] Jensen D J. Applications of orientation mapping by scanning and transmission electron microscopy [J]. Ultramicroscopy, 1997, 67 (1 - 4): 25 - 34.
- [8] Humphreys F J. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction [J]. Journal of Microscopy, 1999, 195: 170 - 185.
- [9] Li B L, Godfrey A, Liu Q. Subdivision of original grains during cold-rolling of interstitial-free steel [J]. Scripta Materialia, 2004, 50 (6): 879 - 883.
- [10] Cao W Q, Godfrey A, Liu Q. EBSD investigation of microstructure and texture evolution during equal channel angular pressing of aluminium [J]. Materials Science and Engineering, 2003, A361 (1 - 2): 9 - 14.
- [11] Nowell M M, Wright S I. Phase differentiation via combined EBSD and XEDS [J]. Journal of Microscopy, 2004, 213: 296 - 305.
- [12] Liu Q. A Simple and rapid method for determining orientations and misorientations for crystalline specimens in TEM [J]. Ultramicroscopy, 1995, 60 (1): 81 - 89.

· 动态与信息 ·

部分全国性学会“十一五 网络和资源数据库建设座谈会召开

12月6日,部分全国性学会“十一五 网络和资源数据库建设座谈会在中国科技会堂召开。中国电子学会、中华医学会、中国地理学会、中国海洋学会、中国土木工程学会、中国农学会和中国航空学会等13个全国性学会、协会、研究会的有关负责人,中国科协办公厅、学术学会部、信息中心等单位有关负责人等参加了座谈会。

会议介绍了中国科协“十一五 发展规划5个专项计划之一——《网络和资源数据库建设》的有关内容,学会有关负责人就网络和资源数据库建设和为学会信息化建设提供服务等问题提出了意见建议。

(中国科协信息中心 供稿)