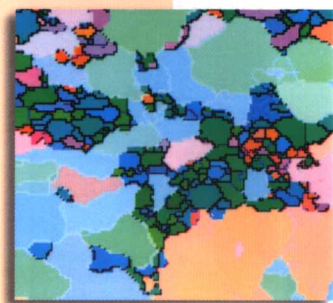
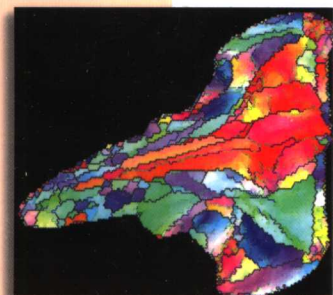
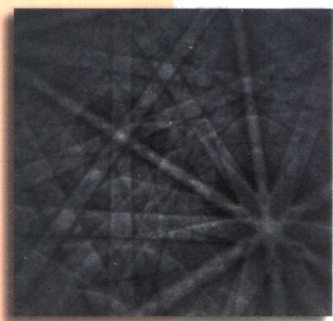


电子背散射衍射 技术及其应用

杨平 编著



冶金工业出版社

<http://www.cnmp.com.cn>

电子背散射衍射技术 及其应用

杨 平 编著

北 京
冶金工业出版社
2007

内 容 简 介

电子背散射衍射(简称 EBSD)技术是基于扫描电镜中电子束在倾斜样品表面激发出的衍射菊池带的分析确定晶体结构、取向及相关信息的方法。

本书系统地阐述了 EBSD 技术的含义、特点(或优势)及应用领域;简述了 EBSD 技术的发展过程和在我国的应用现状,以及与其他相关测试技术的比较;介绍了与 EBSD 技术相关的晶体学知识和晶体取向(织构)的基本知识;以及 EBSD 测定分析过程中涉及的原理和相关硬件,EBSD 数据的处理;总结了 EBSD 样品制备可能遇到的问题及作者应用时解决一些难题的经验。最后给出作者应用 EBSD 技术的一些例子。

本书可供从事材料、地质、矿物研究等工作的技术人员以及从事 EBSD 技术及扫描电镜分析工作的操作人员阅读,也可作为高等工科院校材料工程专业高年级本科大学生、研究生的教材,以及专业人员的培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

电子背散射衍射技术及其应用/杨平编著. —北京:冶金工业出版社,2007. 7

ISBN 978-7-5024-4320-7

I. 电… II. 杨… III. 电子衍射 - 金属晶体 - 金属分析
IV. 0721 TG115. 23

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 110274 号

出 版 人 曹胜利(北京沙滩嵩祝院北巷 39 号,邮编 100009)

责任编辑 张 卫(联系电话:010-64027930;电子信箱:bull2820@sina.com)

张爱平(联系电话:010-64027928;电子信箱:zaptju99@163.com)

美术编辑 李 心 版面设计 张 青

责任校对 王贺兰 李文彦 责任印制 丁小晶

ISBN 978-7-5024-4320-7

北京市印刷一厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2007 年 7 月第 1 版,2007 年 7 月第 1 次印刷

169mm × 239mm; 15 印张; 291 千字; 229 页; 1 - 3000 册

59.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100711) 电话:(010)65289081

(本社图书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

前 言

作者1992年到德国亚琛工业大学金属学及金属物理所(Institut für Metallkunde und Metallphysik,缩写为IMM)攻读博士学位时第一次接触到电子背散射衍射(electron backscatter diffraction,EBSD)装置。IMM是德国最早安装EBSD系统的研究单位,当时还没有整套的EBSD硬件和软件商品,EBSD探头是由挪威科学技术研究中心(SINTEF)生产并安装的。此后,IMM不断有人编制标定背散射菊池带的软件。作者以EBSD技术为主要的分析手段(同时还结合透射电子显微镜TEM下微束电子衍射(micro-beam electron diffraction,MBED)技术)完成了博士论文。作为一个EBSD技术的使用者和材料专业基础课的教师,作者觉得该技术在材料研究中非常有用。1997年初回国后一直想在国内推广该技术。读博期间,一直与协助指导教师O.Engler博士共同工作,Engler博士在EBSD技术上非常有经验并擅长编程序。Engler博士与英国的V.Randle教授合作,于2000年出版了《Introduction to Texture Analysis Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping》一书,作者曾有意将该著作译成中文,也因此与Engler博士联系过,但因种种原因未能如愿。作者多年来一直关注EBSD技术在我国的应用状况,总觉得不尽如人意。总想有机会通过学术会议或学习班推广该技术;也想通过与国内相关技术的同行交流,了解国内相应设备的现状,共同提高应用水平。现在感觉到,再直接翻译国外的EBSD相关书籍已意义不太大,重要的是对国内大多数研究生使用EBSD技术时可能遇到的相关基础问题有针对性地写一个比较通俗易懂的小册子。

目前,已有不少有关EBSD技术原理与应用的英文书籍和文献,但作者始终觉得初学者在了解、运用该技术时首先遇到的困难是基本概念。同时,作者在从事多年的材料专业“材料科学基础”课程教学中感到,晶体投影、对称性、织构始终是学生学习的一个难点。材料成形及控制专业的学生学习这方面的知识更少。因此,本书首先定位在完成EBSD技术应用的启蒙作用。希望读者读完此书后,不但知道EBSD技术本身,而且能够掌握相关晶体结构、对称性、取向概念等原理基础知识。关于织构分析的中、外文书籍已有不少,但较多地集中在数学处理上,特别是以往的织构书籍中多以X射线法测出的宏观织构的计算为主,与微观组织对应不上,使人觉得比较抽象、难懂,而基于EBSD技术的取向成像则是将组织形貌与结构/取向信息直接联系起来,使初学者更容

易理解。

本书不是单纯的教学用书,只介绍相关原理;也不是纯工具型手册,只介绍硬、软件的操作使用步骤和主要功能,这些可在EBSD设备操作手册中找到;本书也不是EBSD应用的个人论文集或文献综述,只讲EBSD在各方面的应用。作者希望,本书兼顾三者,同时注重相关的经验、个人体会,并结合教学中易出现的相关问题有针对性地介绍相关知识。本书的主要读者对象是研究生,不论是材料专业还是材控专业,在开发制备新材料或进行失效分析检测中,以及在涉及确定晶体结构或取向起主要作用的问题时,都可能要使用该技术。本科生在“材料科学基础”课程学习中,只是了解取向、织构的基础知识,没有涉及应用;在“材料分析方法”课程的学习中,可能对X射线衍射、扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)衍射理论有较深的了解,但对EBSD技术了解的较少(因为绝大多数教材中没有这部分内容)。在能谱分析上,给出测定结果后,基本就可理解其含义;而对测出的EBSD数据,研究者不一定能马上理解,数据中还可能有一些问题。因此,在形貌、结构/取向、成分之类信息上,对结构/取向的认识所需的专业基础知识要求最多。本书的另一类读者对象是EBSD操作人员,他们可能对SEM和X射线技术很熟悉,但对EBSD较生疏,因此在给使用者操作分析时,不利于解释及推广。目前,已有EBSD测试国家标准,实验室测出的数据要有一定的可靠性保障,这要求测试人员尽可能掌握相关的基础知识。我国相当一部分的EBSD使用者或潜在用户中,出于某种原因,没有条件细细阅读英文操作手册或专著。若能从这本书里较快找到自己需要的东西,本书就算起到了作用。

由于受各种因素限制,作者主要针对教学中学生遇到的问题,以及EBSD初期使用者出现的问题或购置EBSD设备单位使用初期遇到的一些问题为主要内容,编写此书。因作者水平有限,时间仓促(为能在第二届全国EBSD技术及应用学术会上和与会者交流),书中会存在不少概论上的问题及其他不妥之处,敬请各位读者批评指正。作者希望本书能起到抛砖引玉的作用。需要说明的一点是,因作者没有条件充分地使用各EBSD商家的产品,作者也没有能力区分各商家产品的特点,只是因作者主要使用的是HKL产品,因而较多地介绍了用该设备获取的数据。

本书共分9章。绪论介绍了EBSD技术的含义、特点或优势、应用领域、不足及建议,以及本书的定位等。第1章简述了EBSD技术发展过程,各种单个取向测定技术的比较,EBSD技术在我国应用、销售及文献发表情况。第2章介绍了与EBSD技术相关的晶体学基础知识。第3章介绍了取向(差)、织构等知识。第4章介绍了取向的计算及一些相关软件。第5章介绍了EBSD测定

分析过程中涉及的原理及相关硬件,使初学者能对硬件有全面了解。第6章涉及 EBSD 数据的处理,不仅希望读者可以用相关软件处理得到一系列用几何图表示的取向图,还能用第2、3章的基本知识看懂得到的信息图;更重要的是提醒读者对所测数据的可靠性有个正确的评价。第7章简述了 EBSD 在各方面的应用及作者应用该技术进行的一些基础研究。第8章介绍了 EBSD 在工程材料中应用的一些例子。第9章总结了 EBSD 样品制备可能遇到的问题及解决一些问题的经验。最后,给出作者使用 EBSD 技术的体会作为结语和展望。

本书在编写过程中得到多方面的帮助。感谢我的研究生孟利、李春梅、常守海、李雪、解清阁等完成 EBSD 实验及相关的计算工作,特别是孟利进行了大量的文献检索和图形文字处理工作。感谢各 EBSD 商家(Oxford Instrument-HKL 的康伟工程师,孟均经理;EDAX-TSL 公司的雷运涛经理)提供各方面的信息。感谢毛卫民教授、余永宁教授多方面的指导。感谢 O. Engler 博士授权使用 Auswert 软件。感谢德国亚琛工业大学金属及金属物理所,正是在那里我有机会对晶体织构及 EBSD 技术进行研究和使用的。感谢国家自然科学基金的资助(项目号:50171009,50571009)。最后感谢在 EBSD 应用、交流中结识的诸多 EBSD 应用学者,让我们互相学习、互相促进、互相提高。

作 者

2007年3月29日

目 录

绪论	1
1 电子背散射衍射技术的发展及在我国应用的现状	5
1.1 EBSD 技术的发展过程	5
1.2 EBSD 技术与其他相关技术的比较	8
1.2.1 浸蚀法	9
1.2.2 SEM 下的单个取向分析技术	10
1.2.3 TEM 下的取向测定技术	12
1.3 EBSD 技术在我国应用的现状	14
1.4 有关 EBSD 技术应用的文章发表情况	15
1.5 EBSD 系统在我国的销售情况	16
1.6 相关教材	16
参考文献	17
2 晶体学及晶体结构基础	20
2.1 晶体的对称性及对称操作	20
2.1.1 晶体的宏观对称性与微观对称性	21
2.1.2 对称变换(操作)	24
2.2 晶体结构、符号与原子占位	27
2.2.1 晶体结构简述	27
2.2.2 晶体结构符号	29
2.2.3 原子位置及位置的对称性(等效点系)	30
2.3 晶体投影与标准投影图	32
2.3.1 晶体投影	32
2.3.2 标准投影图	33
2.4 晶体内部的界面及结构	37
2.4.1 晶界类型	37
2.4.2 小角度晶界	38
2.4.3 重合位置点阵 CSL 及 CSL 晶界	43
2.4.4 相界面结构及晶体学	46
参考文献	49

3 晶体取向(差)、织构及界面晶体学	51
3.1 晶体取向及其表示法	51
3.1.1 晶体取向的概念	51
3.1.2 取向的各种表示方法	54
3.2 织构的概念及表达	65
3.2.1 织构存在的普遍性	65
3.2.2 织构的表示法	67
3.2.3 由 EBSD 数据算出的织构与 X 射线法获得的织构之间的差异	72
3.3 取向差、取向关系及界面晶体学	73
3.3.1 同种晶粒间的取向差或角/轴对关系	73
3.3.2 不同相之间的取向关系	76
3.3.3 界面法线晶面指数的测定	77
参考文献	80
4 取向运算及一些取向/织构分析软件	82
4.1 取向运算的例子	82
4.1.1 六方结构取向的运算	82
4.1.2 立方结构和六方结构晶体孪生过程取向运算	85
4.1.3 滑移及孪生过程的 Schmid 因子运算	88
4.1.4 晶界面指数的确定	90
4.2 几个晶体学及织构分析(小)软件	91
4.2.1 CaRine Crystallography 晶体学软件(法国)	91
4.2.2 PAN 取向计算器	95
4.2.3 ResMat-Textools/TexViewer 织构分析软件	97
4.2.4 Auswert 软件	101
4.2.5 LaboTex 织构计算软件	104
4.2.6 HKL-EBSD Simulator 演示软件	106
4.2.7 HKL-Channel 软件包	107
4.2.8 EDAX-TSL EBSD 分析软件	108
参考文献	111
5 电子背散射衍射的硬件技术及相关原理	112
5.1 电子背散射衍射(EBSD)装置的基本布局	112
5.2 EBSD 系统硬件	114
5.3 EBSD 数据获取过程涉及的主要原理	117
5.3.1 菊池带的产生原理	117

5.3.2	取向标定原理	119
5.3.3	菊池带的自动识别原理	123
5.3.4	相结构鉴定及取向标定用晶体学库文件	124
5.3.5	EBSD 分辨率	127
5.3.6	取向显微术 (orientation microscopy) 及取向成像 (orientation mapping)	129
5.3.7	花样 (或图像) 质量 IQ 、花样衬度 BC 与置信指数 CI	130
5.3.8	EBSD 系统绝对取向的校正	131
5.4	EBSD 的操作过程	134
5.5	EBSD 分析测定时可调整的一些参数	138
5.6	EBSD 测定时可能出现的一些问题	138
	参考文献	139
6	电子背散射衍射数据的处理	141
6.1	EBSD 数据所包含的基本信息及可能的用途	141
6.2	用于取向、织构分析的 EBSD 数据处理	143
6.3	取向关系数据 (取向差及转轴) 的统计分布	147
6.4	与组织相关的取向 (差)、微织构及晶界特性分析 (取向成像分析) ...	150
6.5	如何评价所测数据	153
6.6	其他方面的分析 (Schmid 因子, Taylor 因子分布)	157
	参考文献	159
7	电子背散射衍射技术的应用 I ——基础研究	160
7.1	EBSD 技术在晶体材料各领域的应用	160
7.2	EBSD 技术在基础研究中的应用	165
7.2.1	EBSD 技术在分析金属形变时内部存在的形变不均匀性 中的应用	165
7.2.2	EBSD 技术在金属静态再结晶过程分析中的应用	169
7.2.3	EBSD 技术在金属动态再结晶过程中的应用	173
7.2.4	EBSD 技术在孪晶分析中的应用	177
7.2.5	高锰钢中两相组织的鉴别	184
	参考文献	187
8	电子背散射衍射技术的应用 II ——工程材料	189
8.1	bcc 结构低碳钢热压缩动态再结晶细化晶粒的效果分析	189
8.2	形变强化相变细化低碳钢铁素体晶粒时的取向特点	193
8.2.1	形变强化相变初期 (小应变变量) 晶界及形变带上形成的铁	

素体的取向	193
8.2.2 奥氏体转变中、后期(大应变量下)铁素体晶粒的取向	195
8.3 银薄膜中的晶粒异常生长现象的分析	198
8.4 镁合金中压缩孪晶的 EBSD 分析	201
8.5 利用 EBSD 技术确定镁合金中形变孪晶量与应变量的定量关系	204
8.6 利用 EBSD 技术分析 fcc 铝合金中立方取向晶粒的特点	205
8.6.1 热轧板中立方取向晶粒的特点	205
8.6.2 冷轧板再结晶初期立方晶粒的形核	205
8.6.3 高纯铝再结晶后立方织构的相对量	206
8.6.4 1050 铝合金中制耳率与立方织构相对量的关系	207
8.7 EBSD 技术在微电子封装中金线键合性能评价时的应用	209
8.7.1 金丝键合时不同加工阶段的组织与微织构特点	210
8.7.2 工艺参数对金丝键合组织与微织构的影响	212
8.7.3 工艺参数对倒装键合后组织与微织构的影响	213
参考文献	214
9 EBSD 分析用样品的制备	216
9.1 样品制备可能出现的问题及对样品的基本要求	216
9.2 一般的样品制备方法	217
9.3 特殊的样品制备方法	218
9.3.1 小样品的处理	218
9.3.2 表面喷碳、金	218
9.3.3 离子轰击	220
9.3.4 聚焦离子束(FIB)技术	221
9.4 一些材料的 EBSD 样品制备方法	223
参考文献	224
结语与展望	225
术语索引	227

绪 论

电子背散射衍射(electron backscatter diffraction,简称 EBSD)技术是基于扫描电镜中电子束在倾斜样品表面激发出并形成的衍射菊池带的分析从而确定晶体结构、取向及相关信息的方法。入射电子束进入样品,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个点源。由于其能量损失很少,电子的波长可认为基本不变。这些电子在反向出射时与晶体产生布拉格衍射,称为电子背散射衍射。大家知道,晶体材料的微观组织形貌、结构与取向分布、成分分布是表征和决定材料各类性能的关键,缺少一类信息就有可能使我们难以解决某一材料问题。基于 EBSD 技术的取向成像分析使我们获得更加丰富的材料内部信息。从一张组织形貌图像中,我们仅能获得晶粒大小、形状及分布的信息,见图 1a。即使经图像分析系统处理,也只能得到与形貌相关的定量信息。而取向成像可提供远多于这些的信息,除各种形貌类信息外,还有各晶粒的取向、不同相的分布、晶(相)界的类型甚至位错密度的高低等定量信息,见图 1b,c。因此,EBSD 技术能揭示出很多直接观察难以得到的信息,它对我们全面认识材料制备过程机理和本质至关重要。

长期以来,对 EBSD 技术的应用还存在一些误区。一些人认为,自己不搞织构研究,所以用不上 EBSD 技术;另外一些人认为,自己不做材料的基础研究,也用不上这些“点缀性”的分析方法;再有一些人说,织构的概念太抽象,难以理解,只好对它敬而远之。其实,EBSD 系统与能谱仪(EDS)相似,是扫描电镜上的两个附件,它们使扫描电镜除了获取形貌信息外,还具备了获取微区取向、结构和成分分布信息的能力。但 EBSD 的应用需要较多的晶体学基础知识,这点是制约该技术推广的一个重要原因。

既然该技术用于结构、取向分析,它便可用于各种晶体材料(如金属、陶瓷、地质、矿物)的分析,解决在结晶、薄膜制备、半导体器件、形变、再结晶、相变、断裂、腐蚀等过程中的问题。

EBSD 技术有以下特色:

- (1) 同时展现晶体材料微观形貌、结构与取向分布;
- (2) 高的分辨率(纳米级),特别是与场发射枪扫描电子显微镜(FEG-SEM)配合使用时;

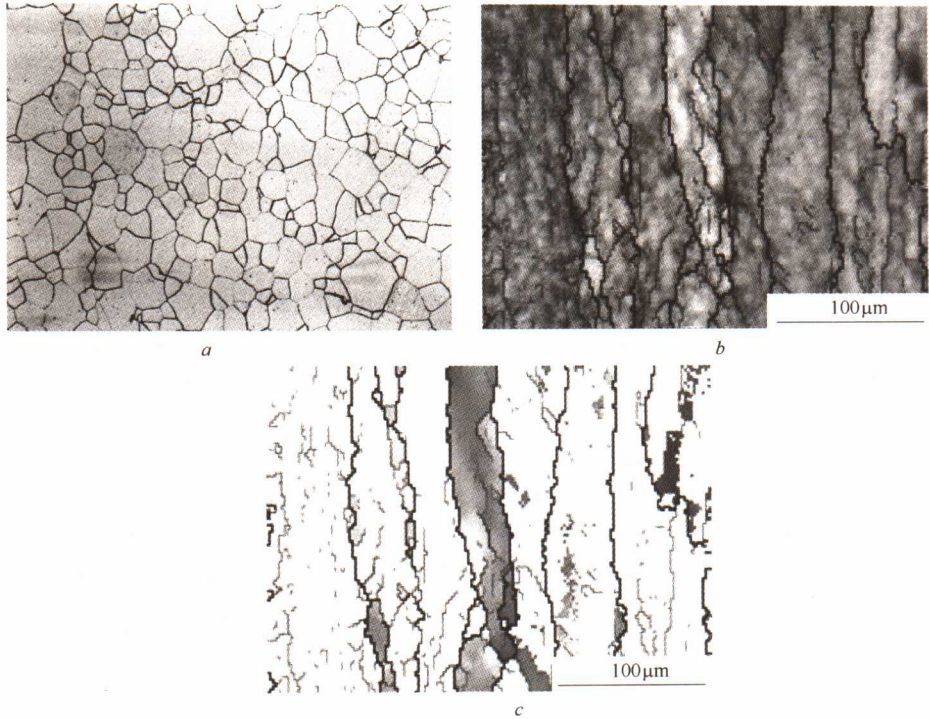


图1 光学镜组织照片与 EBSD 取向成像图的比较

a—纯铁的光学镜照片, ×200; b—热轧铝的 EBSD 取向成像图(菊池带质量图), 显示组织及晶体缺陷的相对差异; c—图 b 数据的另一种表示; 深灰色晶粒为立方取向, 浅灰色为 S 取向晶粒(具体含义见后续各章介绍)

- (3) 与透射电子显微镜(TEM)相比, 样品制备简单, 可直接分析大块样品;
- (4) 统计性差的不足可由计算机运算速度的不断加快来弥补, 现在可达每秒 150 个取向的测定速度。

EBSD 技术商品化主要在 20 世纪 90 年代初, 相应地也陆续出版了一些专著, 如 V. Randle 教授的《Microtexture Determination and Its Applications》^[1], V. Randle 教授和 O. Engler 博士的《Introduction to Texture Analysis Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping》^[2]。但到目前为止, 相关的中文书籍还没有。有关 EBSD 技术的综述文章也很多, 如文献[3~7]。有些高水平的 EBSD 应用书籍(论文集), 如 A. Schwartz 等编著的《Electron Backscatter Diffraction in Materials Science》^[8], 并不太适合初学者的学习。目前, 我国现有的设备平均来讲还处在利用率较低的水平, 有些 EBSD 系统面临尚未真正使用就已过时的局面。主要问题是由于潜在的使用人员(特别是研究生)对相关知识了解较少而造成的。研究生是应用该技术的主体, 研究生课程中应增加相应的选修课。在目前 EBSD 设备不多、

应用者有限的情况下,制作一门网上课程及出版一本普及型书籍是十分必要的。同时,各 EBSD 商家、用户和学会间的交流也是不容忽视的。我国是一个 EBSD 设备的巨大商业市场,EBSD 的应用还会以较高的速度发展。

本书的编写是基于以下几方面的考虑:(1) 目前,有关 EBSD 技术的介绍只有英文专著,还缺乏中文专门的书籍。涉及 EBSD 基本理论且比较系统论述的只有上面提到的 V. Randle 的两本书^[1,2],其他都是 EBSD 应用方面的文献;即使是一些综述性的 EBSD 文献,也很少涉及相关的基本理论。(2) 就我国现状而言,相当一部分材料研究人员不了解该技术;有关物理测试技术教材中很少有较详细的介绍。(3) 我国是一个 EBSD 应用的大市场,但一些 EBSD 设备应用得很不理想,甚至处在瘫痪状态。(4) 虽有很详细的英文 EBSD 使用手册,但基本理论方面欠缺,应用方面的例子也较少。这使一些人会用此设备,但又不知如何解释材料问题。只有再去阅读应用方面的书籍文献才能达到应用的目的。(5) 作为材料专业基础课程任课教师,常看到学生在相关概念的理解上一直存在很大问题。因此,本书定位在对该技术不太了解的人,希望看完此书后对相关原理有较全面的了解,基本会使用 EBSD 技术,能用测定的数据解决一些问题。本书尽量将 X 射线织构分析技术分离出去,以减少读者在织构理论上花过多的时间。同时本书兼有教材的特点,如用一些例题来说明基本理论。希望本书集中文、原理、工具、实用及应用多目标为一体,对 EBSD 技术的推广起到一定的促进作用。

组织形貌、结构与取向、微区成分是材料三个最基本的信息,EBSD 技术可同时获取前两个信息,并且目前 EBSD 与 EDS 已集成在一起,可同时获取三种基本信息。因此,EBSD 技术不仅仅是织构研究者的工具。目前绝大部分 SEM 都配备了能谱,而我国的 EBSD 设备总共只有约 80~90 套,这说明,很多人还未将自己的研究与结构/取向联系起来,甚至还不清楚有这类设备,或受设备限制而不能充分了解该技术。

作者希望本书有如下特点:

- (1) 中文阅读方便;国外相关书籍不少,但对初学者适用性不强。
- (2) 没有英文说明书/使用手册也能较详细地了解认识 EBSD 技术(而不单单是原理);有较高的实用性;含有作者使用 EBSD 技术的一些体会。
- (3) 定位在研究生和新购置 EBSD/扫描电镜设备的操作人员。使读者不但能认识相关原理,还能逐渐深入研究下去。虽然国外 EBSD 技术专家有很高的水平和丰富的经验,但不可能长时间与初学者交流。
- (4) 区别于教材的过于简单、科普或不够实用;区别于以 X 射线织构分析的书籍,本书注重单个晶粒取向的操作;区别于 EBSD 工具书或操作手册(况且这些手册是英文的),避免过于具体的操作步骤有时令人产生枯燥乏味的感觉,缺少解决具体材料问题的乐趣。

作者期望达到的目标是:

- (1) 希望读者对 EBSD 实测技术有清楚的了解,对相关硬、软件较清楚;
- (2) 希望读者熟练掌握取向概念,并能用取向软件对取向数据加以处理;
- (3) 希望读者清楚 EBSD 技术与 X 射线衍射织构分析技术各自的特点;
- (4) 希望读者读完此书后进行自我评价:原来处在哪个水平,现在处在哪个水平。

2005 年 8 月在秦皇岛举办了全国首届 EBSD 技术及其应用学术会议,获得热烈反响。希望今后能将该系列会议持续下去。

参考文献

- 1 Randle V. Microtexture determination and its applications. London:Institute of metals,1992
- 2 Randle V,Engler O. Introduction to texture analysis macrotexture, microtexture and orientation mapping. Gordon and breach science publishers,2000
- 3 Schwarzer R A. Crystallography and microstructure of thin films studied by X-ray and electron diffraction. Materials Science Forum,1998,287 ~ 288;23 ~ 60
- 4 Dingley D J,Field D P. Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy. Mater. Sci. & Tech. ,1997,13:69 ~ 78
- 5 Mason T A,Adams B L. The application of orientation imaging microscopy. JOM,1994,46:43-45
- 6 Dingley D J,Randle V. Microtexture determination by electron back-scatter diffraction (review). J. mater. Sci. ,1992,27:4545 ~ 4566
- 7 Dingley D J. A comparison of diffraction techniques for the SEM. Scanning electron microscopy. 1981, IV :273 ~ 286
- 8 Schwartz A J,Kumar M,Adams B L. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Kluwer Academic/Plenum Publishers,2000

1 电子背散射衍射技术的发展 及在我国应用的现状

本章导读

EBSD 技术最原始的功能是确定晶体材料某一微区的取向,我们称之为单个晶粒取向测定技术。能完成此项工作的还有一些其他的技术或方法,如:(1)基于浸蚀坑或侵蚀图案(花样)的侵蚀法;(2)基于 X 射线的衍射法,如劳厄法以及在扫描电镜下电子束激发出的 X 射线产生的衍射花样(Kossel 法)(不是指 X 射线仪上通过测极图得到的晶粒取向分布);(3)基于电子束产生的衍射法等(中子衍射因过强的穿透能力而不适合进行单个取向分析)。因此,本章的中心是介绍 EBSD 技术发展的各个阶段,以及每一阶段某一重大的改进所产生的重要意义。同时也不可避免地涉及到其他单个取向测定方法的发展或被淘汰的过程。因而也就涉及各个单个取向测定方法的比较,从中可清楚地看到 EBSD 技术的突出优势。本章将对其他单个取向测定方法的原理和特色作简单介绍,以后各章将集中详细讨论 EBSD 技术。此外,本章对 EBSD 技术在我国的应用做一简单介绍。

1.1 EBSD 技术的发展过程

提到电子背散射衍射技术,就离不开菊池带(kikuchi bands)的分析。而谈到菊池带,人们就联想到透射电镜(TEM)。其实,菊池带是日本学者 Kikuchi 于 1928 年在研究方解石(calcite)荧光发射时观察到的^[1](也有报道是在云母上得到的),那时还没有商用透射电镜(一般认为对金属薄膜的 TEM 分析始于 1950 年^[2])。背反射条件下得到的类似衍射花样是在 1954 年报道的^[3]。但人们的确借助了大量的 TEM 下对菊池带的认识和理论分析 EBSD 的菊池花样。没有对菊池带的认识,也就没有 EBSD 花样分析。在该技术的发展中,相关的名称也有所变化,如 EBSP(electron backscatter pattern);BEKP(backscatter electron kikuchi pattern);BKD(backscatter kikuchi diffraction)。而自动取向分析系统的商业名称有:OIMTM(orientation imaging microscopy);ACOM(automated crystal orientation mapping);COS(crystal orientation system);ORKID(orientation from kikuchi diffraction)。

EBSD 的发展大致经历了以下五个阶段。

一是 20 世纪 70 年代,Venables 等在扫描电镜下观察到背散射电子衍射菊池

带^[4](第一台扫描电镜产品出现在1965年,而Coates于1967年第一次报道SEM下观察到的菊池带^[5]),即所谓的高角菊池带(以区别于TEM下的“低角”菊池带)。这个发现开创了新的取向结构分析技术,当时没有人能准确预测它能发展到什么程度。Dingley回忆起^[6],1973年他在英国Newcastle大学听Venables教授作关于EBSD的报告时,并未意识到该技术的发展潜力,直到他受邀请写一篇比较不同衍射技术(Kossel衍射、扫描通道花样衍射SACP和EBSD)的文章时,才认识到其优势并从研发Kossel衍射技术转而开发EBSD技术。

二是20世纪80~90年代,Dingley^[7,8]及Hjelen^[9]等人在英国和挪威开发出能用计算机标定取向的EBSD设备,并成功地将EBSD技术商品化。大约在1991年,挪威最大的研究机构SINTEF(缩写来源为The Foundation for Scientific and Industrial Research at the Norwegian Institute of Technology(NTH))为德国亚琛工业大学金属所制造安装了德国第一套EBSD系统。1982年,Dingley在英国的Bristol大学Wills物理实验室开发了计算机标定EBSD系统,并于1984年首先报道采用摄像机观察菊池花样^[8]。Hjelen是很早研究EBSD技术的人员,在自己的公司NORDIF开发了EBSD硬软件。这一阶段的重要意义在于,计算机的应用不但加快标定速度,节省人力,而且使取向数据电子化,便于处理及表达。人们虽然只能以手动方式通过标出几个晶轴完成单个取向的测定,但是因SEM下样品制备的方便已能解决许多以前很难解决的问题,这显示了EBSD相对于其他单个取向测定方法特有的生命力。1984年第一套商品化的EBSD系统还不是自动识别EBSD的。

三是20世纪90年代初在人工手动确定菊池带的基础上,人们先后成功研究出自动计算取向、有效图像处理以及自动逐点扫描技术来确定菊池带位置和类型(包括Hough变换利用成功、1992年OIMTM注册商标化、ACOM的出现)^[10-12]。早期取向标定是用选区轴来完成的。1989年Schmidt等^[13]及1990年Juul-Jensen^[14]报道了自动标定菊池带的方法。1992年Wright等^[15]报道用Burns图形变换自动识别菊池带。1992年Krieger-Lassen等^[16]以及Russ等^[17]报道了用Hough变换自动识别菊池带的方法,这是目前使用最多且各EBSD厂家普遍使用的方法。1993年Kunze等^[12]报道了全自动EBSD标定系统。1994年TexSEM Lab成立并发布OIM产品。这一阶段的重要意义在于,测定过程已无需人员在场,节省了大量的时间,人们可以在晚上放上一块试样,自动测定,第二天早上来取结果进行分析。更重要的是,取向成像图不仅包含形貌的所有信息,形貌、取向、结构信息的全部量化,还揭示了晶界类型、应变大小分布,各晶粒形变难易程度和晶粒间形变协调性的好坏,甚至可以算出诸如磁性、电性等物理性能。这使得EBSD技术优于其他测定技术,也促使人们更集中精力进一步拓展其应用。

图1-1是EDAX-TSL公司给出的EBSD标定速率随年代发展的变化曲线。2006年推出了更高抓图速率的Hikari高速EBSD探头。

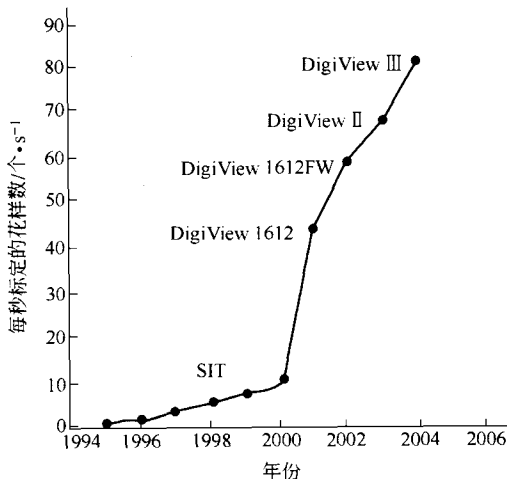


图 1-1 EDAX-TSL 公司给出的 EBSD 标定速率随年代发展的变化曲线^[18]

四是 90 年代后期, 能谱分析与 EBSD 分析的有效结合集成化^[19], 使相鉴定更加有效和准确。2002 年 Wright 等^[19,20] 报道了将能谱与 EBSD 系统成功集成的工作。这大大促进了 EBSD 系统相鉴定的能力。由此引起各 EBSD 商家程序的大变动。取向成像概念早就有, 例如 TEM 下的暗场像、光学镜下的偏光照片、特殊浸蚀剂下的浸蚀坑图像、背散射电子探头获取的通道衬度图像都有取向信息, 都可算取向图, 但都没有定量数据。只有由 EBSD 系统获取的取向图才有全定量数据。近几年, 各 EBSD 公司都先后实现了与能谱分析软件的集成, 即可在旋转 70° 的条件下同时进行微区的取向、结构与成分的分析, 即成分和结构(取向)的面扫描。这大大促进了 EBSD 系统的相鉴定功能。由此, EBSD 软件都新设置了相鉴定专栏 (Phase ID)。这对完全未知相的分析起到极大的促进作用。先测成分, 缩小可能相的范围, 然后进行精细的 EBSD 相鉴定。HKL 公司的 Channel 5 的 Flamenco 软件专门开辟了 Phase ID 程序化。相鉴定要求确定晶体结构和点阵常数, 因此不像确定取向那么简单。1993 年 Michael^[21] 等报道了通过面夹角和面间距自动相鉴定过程。1997 年 TSL 公司在其 EBSD 软件产品中加入专门的相鉴定功能并与能谱软件集成。这一阶段的重要意义在于, 不仅使人们很方便地得到全面的材料定量信息, 而且大大促进了相鉴定的完成, 扩大了 EBSD 的使用人群, 同时也加速了取向、形貌、成分电子定量数据的融合。相信将来的软件处理功能会完成这项工作。

在 EBSD 技术的两大功能(取向测定和相结构鉴定)中, 在相鉴定上的应用一直不如取向分析应用得心应手。人们常抱怨未知相的鉴定不那么容易。其实, 用其他方法, 如 X 射线和 TEM 进行同样问题的分析, 也并非易事。又因为微区成