



中华人民共和国国家标准

GB/T 20724—2006

薄晶体厚度的会聚束电子衍射测定方法

Method of thickness measurement for thin crystal by
convergent beam electron diffraction



2006-12-25 发布

2007-08-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
薄晶体厚度的会聚束电子衍射测定方法
GB/T 20724—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2007年6月第一版 2007年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-29497 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

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。

本标准起草单位：北京科技大学。

本标准主要起草人：柳得櫓。

本标准为首次制定。

薄晶体厚度的会聚束电子衍射测定方法

1 范围

本标准规定了用透射电子显微镜测定薄晶体试样厚度的会聚束电子衍射方法。本方法适用于测定线度为 10^{-9} m~ 0.1×10^{-3} m、厚度在几十至几百纳米范围的薄晶体厚度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 18907—2002 透射电子显微镜选区电子衍射分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

会聚束电子衍射 convergent beam electron diffraction (CBED)

一种电子衍射方法,由电子枪发射的高能电子束被会聚成直径很小而孔径角较大(通常大于 10^{-3} 弧度)的照明束照射试样,所得到的衍射图由具有一定尺寸的衍射圆盘与直射圆盘组成,在衍射盘内出现衍射条纹衬度。

3.2

薄晶体试样 thin crystal specimen

能够置放在透射电子显微镜试样台上并对高能照明电子束透明的晶体试样。

3.3

萃取复型试样 extraction replica specimen

应用化学或电化学方法将固态试样表面形貌或显微组织复制在复型材料上,同时把试样中的第二相颗粒萃取在该复型上的一种试样。

3.4

Kossel-Möllenstedt 衍射图 Kossel-Möllenstedt pattern

衍射盘与直射盘没有重叠,而且盘内呈现衍射衬度的一种会聚束电子衍射图。

3.5

双束近似 two beam approximation

进行电子衍射实验时,使晶体试样仅有一列晶面(hkl)满足布拉格反射条件的一种近似条件。

4 原理

在透射电子显微镜中的薄晶体试样被会聚电子束照射时,产生会聚束电子衍射图。利用双束近似条件下衍射盘内的 Kossel-Möllenstedt 条纹可精确测定薄晶体试样微区的厚度 t 。在双束近似条件下晶面(hkl)衍射盘内的强度分布 I_{hkl} 按式(1)计算:

$$I_{hkl} = \frac{1}{1 + (S\xi_{hkl})^2} \sin^2 \left(\pi t \frac{\sqrt{1 + (S\xi_{hkl})^2}}{\xi_{hkl}} \right) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S —— hkl 衍射的偏离矢量值,单位为每纳米(nm^{-1});

ξ_{hkl} —— hkl 晶面的消光距离,单位为纳米(nm);

t ——晶体试样厚度,单位为纳米(nm)。

第 i 条暗条纹出现的条件($I_{hkl}=0$)如式(2)所示:

$$\left(t \frac{\sqrt{1+(S_i \xi_{hkl})^2}}{\xi_{hkl}} \right) = n_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: n_i 为整数, S_i 为(hkl)衍射盘内第 i 个强度极小值处对布拉格条件的偏离值,由此可得式(3):

$$\left(\frac{S_i}{n_i} \right)^2 + \left(\frac{1}{\xi_{hkl}} \right)^2 \left(\frac{1}{n_i} \right)^2 = \frac{1}{t^2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

在 hkl 衍射盘内测出三条以上暗条纹的 S_i 值,并用最小二乘法拟合做出 $(S_i/n_i)^2 \sim (1/n_i)^2$ 直线,得出试样沿入射电子束方向的厚度 t 。

5 仪器设备

5.1 透射电子显微镜(配备双倾试样台或倾动转动试样台)。

5.2 误差限为 0.1 mm 的长度测量设备。

6 试样

6.1 薄晶体试样,在电子束辐照下保持稳定。

6.2 试样须制备成可满足透射电子显微镜观察的尺寸,萃取复型或粉末试样则制备在有支持膜的支持网上。

6.3 试样应清洁、干燥、无污染或氧化层,分析区无晶格畸变。

7 实验步骤

7.1 按照 GB/T 18907—2002 中 6.1、6.2 的规定,从薄晶体试样的选定分析区记录一个选区电子衍射图,标定其晶带轴指数 $[uvw]$ 。

7.2 选择一个指数为 hkl 的衍射斑,倾转试样获得该衍射斑点与中心直射斑点的双束近似条件。

7.3 调整入射电子束的会聚角,形成双束条件下的会聚束电子衍射图,并使直射盘与衍射盘之间不重叠,应在衍射盘内观察到明暗相间的平行条纹,即 Kossel-Möllenstedt 条纹。

7.4 选择适当的衍射相机长度,记录上述会聚束电子衍射图。

7.5 按照 GB/T 18907—2002 第 7 章的方法,对选区电子衍射图进行指数标定,并以此为依据确定双束会聚束电子衍射图中衍射盘的指数 hkl 。

7.6 在所记录的会聚束电子衍射图上测量出直射盘 000 中心与衍射盘 hkl 中心的距离 R_{hkl} (mm)(正比于该 hkl 衍射的布拉格用 θ_{hkl} 之 2 倍),并依次测量出 hkl 衍射盘内第 i 个强度极小值到衍射盘中心的距离 Δ_i (mm), i 为正整数(参见图 1 的实例)。

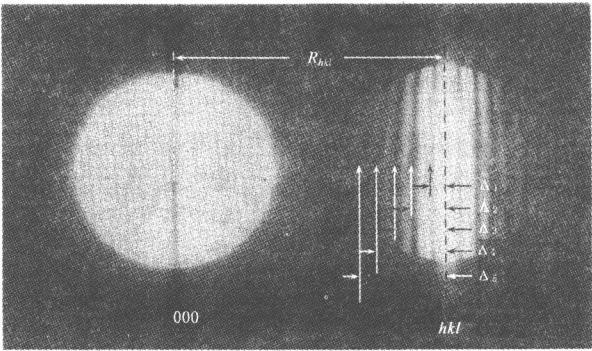


图 1 薄晶体试样的双束会聚束衍射图实例(Si 晶体,图中的指数 hkl 为 220)

8 厚度的计算

8.1 将测得的 $\Delta_1, \Delta_2, \Delta_3, \dots$ 等分别代入式(4), 计算出对应的偏离矢量值 S_i 。

$$S_i = \frac{\Delta_i}{R_{hkl}} \cdot \frac{\lambda}{d_{hkl}^2} \quad (\text{nm}^{-1}) \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

λ ——入射电子束的波长, 单位为纳米(nm);

d_{hkl} —— hkl 衍射对应的晶面间距, 单位为纳米(nm)。

8.2 将上述 S_i 值分别除以所对应整数 n_i (例如 $n_i = 1, 2, 3, 4, \dots$), 计算出 $(S_i/n_i)^2 (\text{nm}^{-2})$ 的值, 例如: $(S_1/1)^2, (S_2/2)^2, (S_3/3)^2, (S_4/4)^2$ 等。

8.3 以 $(S_i/n_i)^2$ 为纵坐标、 $(1/n_i)^2$ 为横坐标, 采用最小二乘法拟合出 $(S_i/n_i)^2 \sim (1/n_i)^2$ 的直线关系。如果所得结果在误差范围内不是线性关系, 表明第一极小值被中心强度掩盖, 需要相应改变 n_i 。例如: $(S_1/n_1)^2 = (S_1/2)^2, (S_2/n_2)^2 = (S_2/3)^2, (S_3/n_3)^2 = (S_3/4)^2$ 等, 重新作图, 直到得出线性关系。由图 1 所示的衍射图实例可得到如图 2 所示的计算结果, 其中直线为 $y = -0.987 \times 10^{-5} x + 3.13 \times 10^{-5}$ 。这里 $y = 1/t^2, x = (1/n_i)^2$ 。

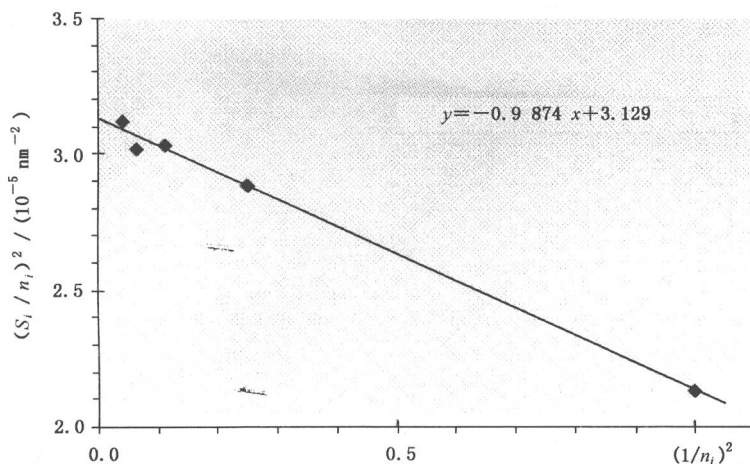


图 2 用作图法求薄晶体厚度 t 和消光距离 ξ_{hkl} 的示例图

8.4 由直线的截距 $1/t^2$ 可计算出试样沿入射电子束方向的厚度 t , 由直线的斜率 $1/\xi_{hkl}^2$ 计算出消光距离 ξ_{hkl} 。

8.5 从试样台的倾角可得出试样膜面法线 N 与入射电子束方向的夹角 φ , 则试样的实际厚度 $t_0 = t \cos \varphi$ 。

9 实验报告格式

名称: 用会聚束电子衍射技术测定薄晶体厚度和消光距离

(1) 试样名称及编号:

(2) 底片编号:

(3) 实验条件及参数:

电子显微镜加速电压 = _____ kV; 入射电子束波长 = _____ nm;

入射束直径 = _____ nm; 入射束会聚角 = _____ mrad。

(4) 衍射盘数据:

试样衍射盘指数 hkl _____; (hkl) 晶面间距 $d_{hkl} =$ _____ nm;

透射盘与 (hkl) 衍射盘间距 $R_{hkl} =$ _____ mm;

衍射常数 $L\lambda =$ _____ mm · nm。

(5) 测量和计算：

表 1 用会聚束电子衍射技术测定薄晶体试样厚度实验数据

i	1	2	3	4	5
Δ_i (mm)					
$S_i = (\lambda/d_{hkl}^2)(\Delta_i/R_{hkl})$ (nm ⁻¹)					
n_i					
$(S_i/n_i)^2$ (×10 ⁻⁹ nm ⁻²)					
$(1/n_i)^2$					

(6) 测定结果：

试样的厚度： $t =$ _____ nm； $t_0 = t \cos \varphi =$ _____ nm；

hkl 衍射的消光距离 $\xi_{hkl} =$ _____ nm。

分析人姓名：

审核人姓名：

分析日期： 年 月 日

报告书共 页



GB/T 20724-2006

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 • 1-29497

定价： 10.00 元