



中华人民共和国国家标准

GB/T 18907—2013/ISO 25498:2010
代替 GB/T 18907—2002

微束分析 分析电子显微术 透射电镜选区电子衍射分析方法

Microbeam analysis—Analytical electron microscopy—Selected-area electron
diffraction analysis using a transmission electron microscope

(ISO 25498:2010, IDT)

2013-07-19 发布

2014-03-01 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

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、符号和定义	1
4 原理	2
5 仪器设备	6
6 试样	6
7 标准物质	6
8 试验方法	7
9 SAED 谱的测量和标定	9
10 180° 不确定性	11
11 不确定度评估	11
附录 A (资料性附录) 纯金与纯铝的晶面间距表	13
附录 B (资料性附录) 结构为 BCC、FCC 和 HCP 的单晶体斑点衍射谱	14
参考文献	24

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20000.2—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 18907—2002《透射电子显微镜选区电子衍射分析方法》。

本标准与 GB/T 18907—2002 相比主要技术内容变化如下：

- 修改了适用范围的内容(见第 1 章)；
- 增加了引用标准(见第 2 章)；
- 增加了术语、定义和符号(见第 3 章)；
- 增加了插图来说明相关的原理和方法(见 4.2)；
- 增加了对单晶体的斑点衍射、菊池图和多晶体衍射谱的说明(见 4.2、4.3、4.4)；
- 增加了布拉格公式的更精确形式以及应用菊池线对间距的相应公式(见 4.2、4.3)；
- 增加了去除试样表面污染的要求和方法(见 6.4)；
- 增加了对纯元素标准物质(如金或铝)的质量分数要求(见第 7 章)；
- 增加了按 GB/T 27025 进行实验室能力认证的要求(见 8.1.1)；
- 增加了减缓试样污染的操作要求(见 8.1.2)；
- 增加了关于获得第二个及更多衍射谱的方法(见 8.2.11)；
- 增加了利用暗场像技术和微区化学分析方法确定物相的要求(见 8.2.11)；
- 修改了衍射常数的测定方法与步骤(见 8.3)；
- 修改了单晶体衍射谱指数标定的方法、步骤(见第 9 章)；
- 增加了对选区电子衍射谱 180°不确定性的说明与解决方法(见第 10 章)；
- 增加了对选区电子衍射分析结果的不确定度评估(见第 11 章)；
- 修改了附录 B 衍射斑点图谱的表征方法和编排顺序。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 25498:2010《微束分析 分析电子显微术 透射电子显微镜选区电子衍射分析方法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025:2005, IDT)

本标准做了下列编辑性修改：

- ISO 25498:2010 中 3.1~3.4、3.6~3.8 只有定义内容而没有术语,本标准增加了术语及英文对照。
- 增加了 4.1 以适应国家标准要求,将原文的 4.1、4.2、4.3 分别改为 4.2、4.3、4.4。
- 将 ISO 25498:2010 的 4.1 中图 1~图 3 调整到 4.2 相对应的位置。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:北京科技大学、北京航空材料研究院、宝钢集团中央研究院。

本标准主要起草人:柳得橹、姜艳芝、柏明卓。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18907—2002。

引 言

电子衍射技术广泛应用于透射电子显微术(TEM)中,其应用包括物相鉴定、晶体点阵类型和点阵常数测定、晶体取向和两相间取向关系分析、相转变、惯析面和晶体缺陷、孪晶和界面以及晶体的择优取向关系(织构)等研究。尽管已经发展了几种与之互补的衍射技术例如微衍射、会聚束衍射和反射式衍射等,选区电子衍射(SAED)仍是最常用的技术。用选区电子衍射方法可以直接分析试样的微小区域(微细薄层、晶粒、析出相粒子等),而且用于各种晶体材料薄试样的常规分析。在获取高分辨像、进行微衍射或会聚束衍射分析时,SAED技术也是一项补充技术。所获得的数据广泛应用于研究材料的结构/性能关系,以及检测和质量控制。

本标准说明了电子衍射谱的形成机制、选区电子衍射的实际操作方式以及衍射谱的指数标定和不确定度分析。

微束分析 分析电子显微术

透射电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(TEM)对薄晶体试样的微米和亚微米尺寸区域进行选区电子衍射分析的方法。被测试样可以从各种金属或非金属材料薄切片获得,也可以采用细微的粉末或萃取复型试样。应用本方法可分析的最小试样选区直径取决于显微镜物镜的球差系数,对于现代 TEM,试样的最小选区直径一般可达到 $0.5\ \mu\text{m}$ 。

当被分析试样区的直径小于 $0.5\ \mu\text{m}$ 时仍然可以参照本标准的分析方法,但是由于球差的影响,衍射谱上的部分信息有可能来源于由选区光阑限定的区域之外,在这种情况下,如条件允许,最好采用微(纳)衍射或者会聚束电子衍射方法。

选区电子衍射方法的成功应用取决于对所获得的衍射谱指数标定正确与否,而不论试样的哪个晶带轴平行于入射电子束,因而,这样的分析往往需要借助试样的倾转和旋转装置。

本标准适用于从晶体试样上获取 SAED 谱、标定衍射谱的指数以及校准电镜的衍射常数。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO/IEC 17025 检测和校准实验室能力的通用要求 (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)

3 术语、符号和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

晶面指数 index of crystalline plane

(hkl)

表示一系列特定晶体平面的密勒指数(Miller indices)。

3.2

晶面族指数 indices of plane family

$\{hkl\}$

表示一族晶体平面的密勒指数。

3.3

晶向指数 index of zone axis

$[uvw]$

表示一个特定晶体学方向或晶带轴的密勒指数。

3.4

晶向族指数 indices of zone axis family

$\langle uvw \rangle$