



中华人民共和国国家标准

GB/T 20724—2021

代替 GB/T 20724—2006

微束分析 薄晶体厚度的 会聚束电子衍射测定方法

Microbeam analysis—Method of thickness measurement for thin crystals
by convergent beam electron diffraction

2021-12-31 发布

2022-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法概述	3
5 仪器设备	4
5.1 主要设备	4
5.2 数据的记录与测量方式	4
6 试样	4
6.1 一般要求	4
6.2 薄晶体试样	4
6.3 萃取复型或粉末试样	4
7 实验步骤	4
7.1 仪器准备	4
7.2 获取双束会聚束电子衍射花样	5
7.3 数据测量与计算	6
8 测定结果的不确定度	7
9 实验报告	8
附录 A (资料性) 硅薄晶体厚度的会聚束电子衍射技术测定示例	9
A.1 试样	9
A.2 实验条件及参数	9
A.3 实验结果与数据分析	9
A.4 测量结果	15
参考文献	16

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 20724—2006《薄晶体厚度的会聚束电子衍射测定方法》，与 GB/T 20724—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了部分术语和定义(见第 3 章)；
- b) 增加了仪器准备要求(见 7.1)；
- c) 更改了用 TEM 模式进行实验测定的步骤(见 7.2.1, 2006 年版的 7.2)；
- d) 增加了选区电子衍射花样及其指数标定的示例图(见 7.2.1 图 2)；
- e) 增加了获取会聚束衍射花样的 STEM 模式(见 7.2.2)；
- f) 更改了数据测量与计算的方法(见 7.3, 2006 年版的 7.6)；
- g) 更改了用线性拟合法求薄晶体厚度的方法(见 7.3.3、7.3.4, 2006 年版的第 8 章)；
- h) 删除了实验报告格式的要求(见 2006 年版的第 9 章)；
- i) 增加了不确定度分析(见第 8 章)；
- j) 更改了实验报告内容的要求(见第 9 章, 2006 年版的第 9 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本文件起草单位：北京科技大学、中国航发北京航空材料研究院。

本文件主要起草人：柳得橹、娄艳芝。

本文件于 2006 年首次发布为 GB/T 20724—2006，本次为第一次修订。

引 言

大量新材料的研制开发以及性能特征评估和控制等都需要在微米、纳米尺度上对其显微组织特征进行分析测定,特别是薄晶体试样或纳米尺度粉体、颗粒等材料厚度的测定。薄晶体厚度的测定方法有若干种,目前会聚束电子衍射(CBED)方法在适当工作条件下测定薄晶体厚度的相对标准偏差可以达到约2%,是材料分析中非常重要的方法。现在我国在科研院所、高等院校、大型企业和各省市分析测试中心等处的实验室都装备了许多透射电子显微镜/扫描透射电子显微镜(TEM/STEM),电子衍射技术广泛应用于对各种材料尤其是新材料和纳米材料的分析研究中。

为了规范应用会聚束电子衍射技术测定材料薄晶体厚度的方法,2006年发布了GB/T 20724—2006,该标准已经实施十几年,在此期间,材料研究水平以及分析技术和仪器设备均有很大发展与进步,尤其是新材料的开发应用对微束分析方法提出了更高的要求。为了适应我国科学技术以及工业化发展趋势对材料科学与微观分析的需求,对GB/T 20724—2006进行了修订。

微束分析 薄晶体厚度的 会聚束电子衍射测定方法

1 范围

本文件描述了用透射电子显微镜/扫描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。

本文件适用于测定线度为几十纳米至几百微米、厚度在几十纳米至几百纳米范围内的薄晶体试样厚度。

注：由于透射电子显微镜薄试样的厚度往往不均匀，用会聚束衍射方法测定的是试样被电子束照明区的局域厚度。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

GB/T 18907—2013 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

GB/T 27418—2017 测量不确定度评定和表示

ISO 15932:2013 微束分析 分析电子显微术 术语 (Microbeam analysis—Analytical electron microscopy—Vocabulary)

3 术语和定义

ISO 15932:2013 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

会聚束电子衍射 convergent beam electron diffraction; CBED

应用会聚的电子束获得衍射花样的技术。

注：由于入射电子束的孔径角较大（通常大于 10^{-3} rad）导致衍射花样由具有一定尺寸的衍射圆盘与直射圆盘组成，在衍射盘内出现条纹衬度。

[来源：ISO 15932:2013, 8.3.6, 有修改]

3.2

薄晶体试样 thin crystal specimen

可安置在透射电子显微镜试样台上，入射电子束能穿透的晶体试样。

3.3

选区电子衍射 selected area electron diffraction; SAED

透射电子显微镜中应用位于中间镜前方的选区光阑选择试样区域获得衍射花样的技术。

[来源：ISO 15932:2013, 8.3.4, 有修改]

3.4

布拉格衍射 Bragg diffraction

由相长干涉导致入射电子束在相对于晶体原子平面特定角度发生的衍射。