

(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>i</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



中华人民共和国国家标准

GB/T 20724—2006

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

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 $y = 1/t^2, x = (1/n_i)^2$ 。

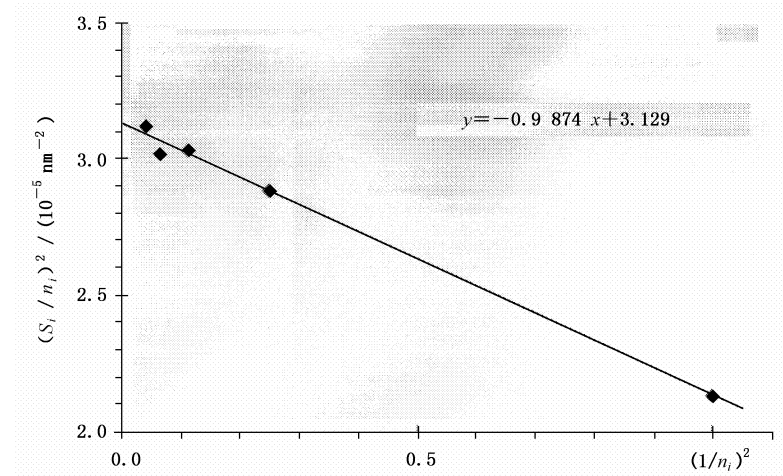


图 2 用作图法求薄晶体厚度 t 和消光距离 ξ_{hkl} 的示例图

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。

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

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:

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

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):

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

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)。

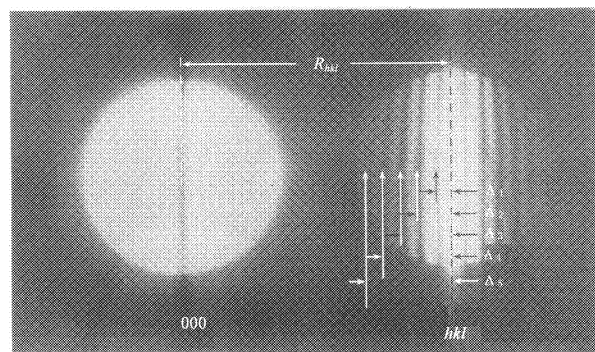


图 1 薄晶体试样的双束会聚束衍射图实例(Si 晶体,图中的指数 hkl 为 220)

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:柳得楷。
 本标准为首次制定。