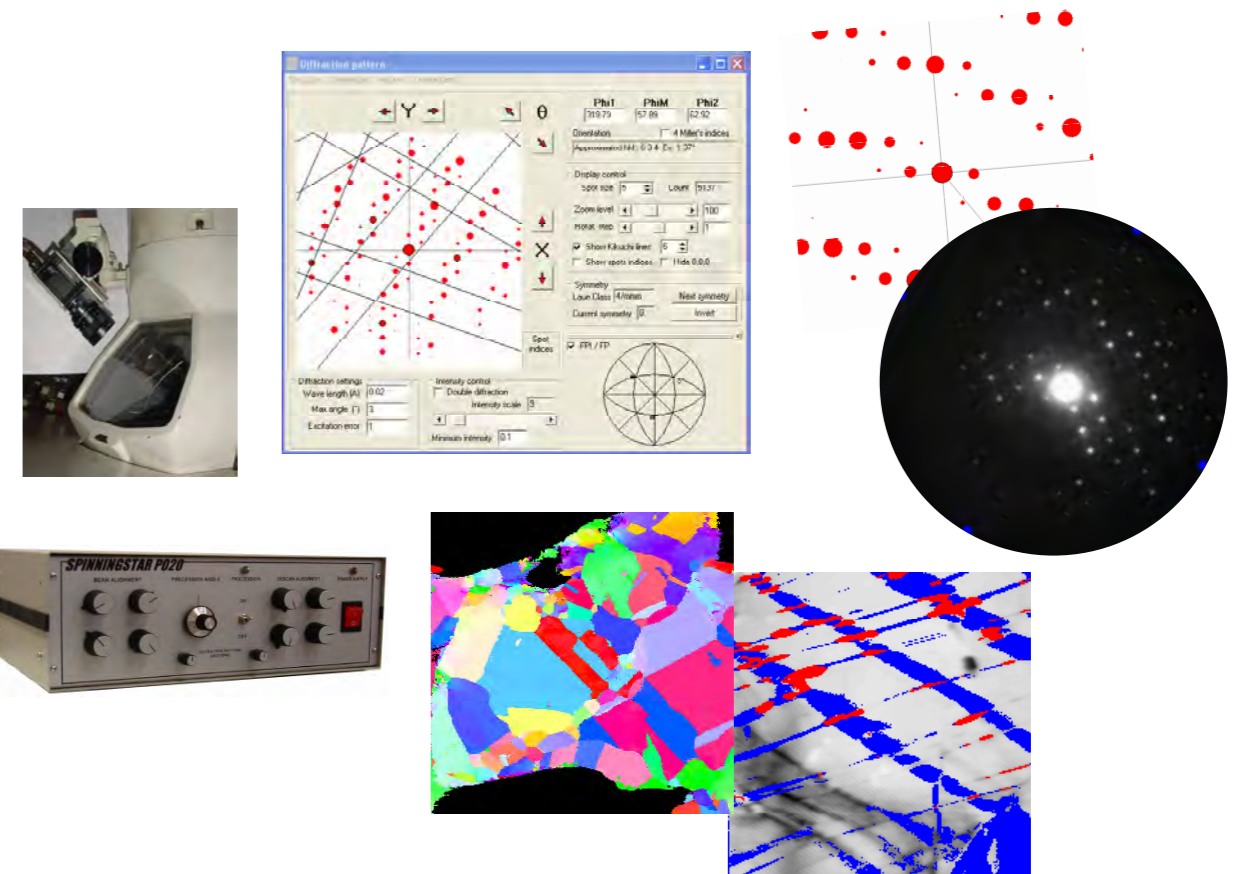
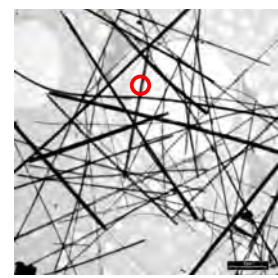


ASTAR

透射电镜晶体取向和晶相分布自动分析系统



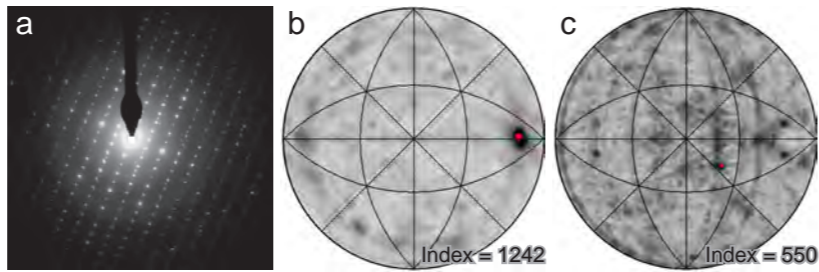
- 在透射电镜上实现类似于扫描电镜EBSD(背散射电子衍射花样)的功能;
- 在纳米尺度对样品进行细致的晶体取向分析, 晶体取向分辨率 $\leq 1^\circ$;
- 以纳米数量级分辨率对样品的晶相分布进行分析, 空间分辨率 $< 5\text{nm}$ (场发射TEM)或 $< 25\text{nm}$ (LaB₆ TEM);
- 对所有晶系的晶体样品进行分析, 如金属、陶瓷、半导体等; 适用于变形晶体, 无需繁杂的样品表面处理;
- 使用外置CCD相机实现高速的数据采集;
- 结合旋进电子衍射技术获得精确的晶体取向和晶相分布图;
- 可方便地安装在所用型号的透射电镜(100-300kV)上, 无需STEM附件。



石棉颗粒快速相鉴定

石棉颗粒是一种对人体有害的材料, 对于健康检验实验室来说一个快速可靠的分析技术是非常重要的, 目前一般使用的分析技术是在透射电镜和扫描电镜上进行常规的能谱分析。但对于石棉颗粒来说, 由于样品中可能存在几个复杂的相(温石棉、青石棉、铁石棉等), 它们具有不同的晶体结构, 使用能谱与标准的谱图进行对比进行相鉴定并不完全可靠, 而且速度很慢。

将样品的实验旋进电子衍射花样(a)与所有可能的青石棉和温石棉的晶体取向模板(b和c)进行比对, 在不到一分钟的时间内, 完成晶相鉴定, 确定样品为青石棉。



即使对样品中一个区域进行扫描, 然后进行分析, 也只需要几分钟到十几分钟的时间。

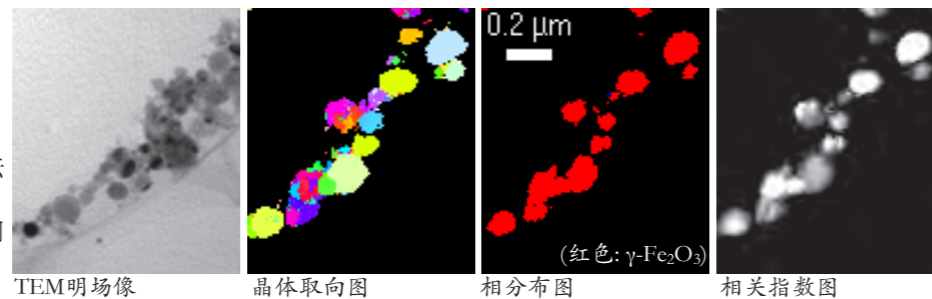
氧化铁纳米颗粒相鉴定

氧化铁纳米颗粒可能的相有2种:

- Fe₃O₄ 立方晶系 Fd $\bar{3}$ m, a=8.32Å
- γ -Fe₂O₃ 立方晶系 P4₁32, a=8.32Å

使用常规选区电子衍射和能谱分析等方法都无法快速正确地鉴别晶相类型。

使用ASTAR可以准确地得到晶体取向和相分布图。



相变诱发塑性(TRIP)奥氏体不锈钢分析

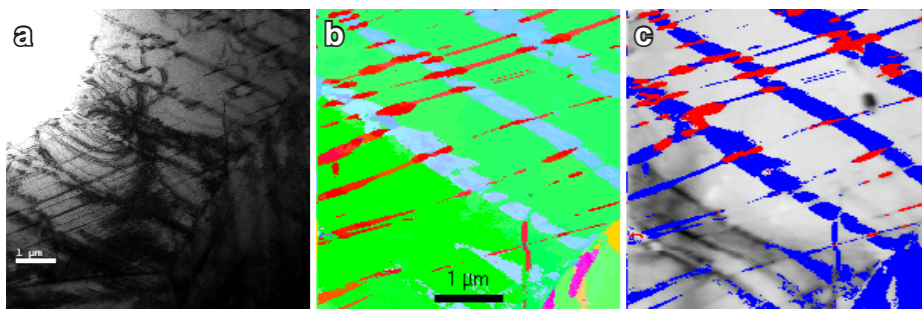
样品中以下三个不同的晶相共存, 之前还没有一种比较好的方法对它们的分布进行细致的分析。

- 奥氏体基体(γ 相, 面心立方, a=0.358 nm)
- 堆垛层错带导致的 ϵ 六方结构(a=0.257 nm, c=0.408 nm)
- 层错带的相互交叉区形成的 α' 马氏体(伪体心立方, a=0.287nm)

使用ASTAR结合旋进电子衍射技术, 方便快速地得到了令人满意的晶体取向和相分布图(图b, c)。密排六方晶体结构的延展带在相分布图中明显可见(图c

中蓝色区域)。从图可知所有的带具有近似相同的厚度, 但一些带倾斜于样品使得看起来比较宽。十分重要的是, 这些带相应的衍射花样是密排六方结构和面心立方结构的花样叠加而成的, 这些带还是被正确地标注出来了。与预想的一样, 体心立方马氏体在堆垛层错带交叉的地方检测到(图c中红色区域)。

左图:
使用ASTAR在旋进电子衍射模式下得到的(a)虚拟明场像、(b)晶体取向图和(c)相分布图。电子束扫描步长22nm, 旋进角 0.4° , 花样采集时间1小时9分。



制造商:

NanoMEGAS
Advanced Tools for electron diffraction

NanoMEGAS SPRL
Boulevard Edmond Machtens 79
1080 Brussels, Belgium

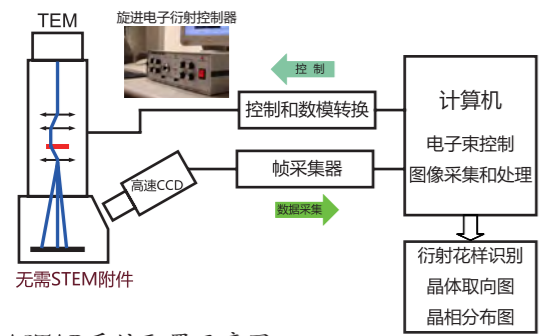
www.nanomegas.com

中国地区代理商:

Yu Feng International Trade Co., Ltd.
育丰国际贸易有限公司
上海市莘建东路58弄2号A座609室
Tel: 021-64136751 Fax: 021-64132465

YieB Tec Company Limited
Flat 8, 12/F, Hung Tai Ind. Bldg., 37-39 Hung To Rd.,
Kwun Tong, Hong Kong
Tel: +852.23412701 Fax: +852.23428902

ASTAR技术

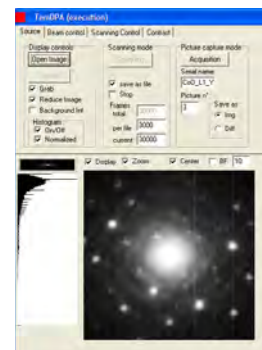


使用SPINNING STAR旋进电子衍射控制器控制TEM电子束的扫描和旋进,对样品中感兴趣的区域进行扫描;使用CCD相机采集每一个扫描点的电子衍射点花样;通过互相关算法比较所记录的衍射花样和所有可能取向和/或相的模拟计算花样(模板),以标定当前点的晶体取向和/或相。透射电镜不需要一定安装有STEM单元。

衍射花样的采集可以使用在线的CCD相机,但推荐使用安装在TEM荧光屏前面的专门的外置CCD相机(8位,250×250像素图像尺寸),因为它的采集速度更快(每秒采集>100个衍射花样,比在线CCD相机的快约10倍)。右图:安装在JEOL 3010 TEM上的高速CCD相机。



ASTAR系统配置示意图

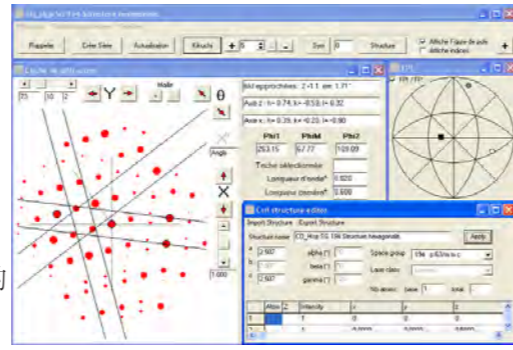


左图: 衍射花样自动采集软件用户界面

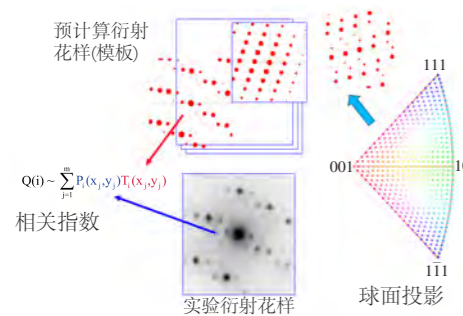
首先设定样品中电子束扫描区域,然后系统高速自动采集衍射花样。典型情况下,可以在5-15分钟内采集成千上万个衍射花样,最大采集速度可达175幅/秒。空间分辨率可达电子束束斑尺寸的一半(取决于电镜电子枪类型)。

右图: 衍射花样模板生成器用户界面

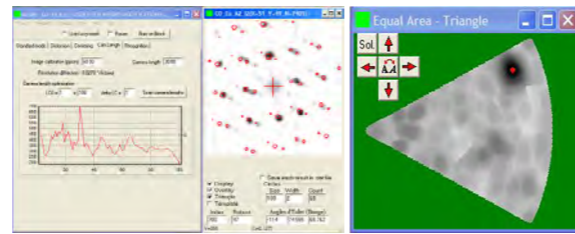
使用Cell structure editor可以将所有可能的晶相都包括进来。



使用互相关技术标定实验衍射花样: 将每一个实验采集的衍射花样与预先计算的所有衍射花样模板进行比对,从最佳匹配花样得到晶体取向和/或晶相,标定速度可达每秒100个花样。当然也可以对一个或多个衍射花样进行单独的标定。



比对所需的模板数量取决于所希望的晶体取向角分辨率和晶系。在角分辨率为1°时,立方晶系所需要的模板数量为约2000个,对于单斜或四方等复杂晶系,所需要的模板数量可多达3-4倍。



互相关技术比对软件用户界面

一旦完成所有实验衍射花样的标定,可以同时生成如下图像:

- 晶体取向图OM / 相分布图
- 虚拟明场像(VBF)
- 关联指数图Index Map
- 可靠性指数图Reliability Index Map

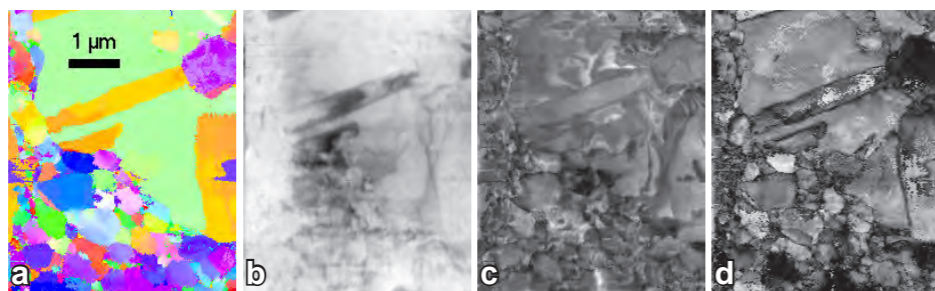
虚拟明场像(VBF)是通过测量中心束斑的强度变化而得到的,它类似于STEM的明场衬度,与OM图上的每一点都一一对应。

关联指数图Index Map主要用来强调结构细节,例如具有不同取向的晶体,但它也对样品厚度变化比较敏感。

可靠性指数reliability index (类似于EBSD中的可靠指数confidence index)定义为:当具有一种以上的可能结果时其数值小,而当指定的结果指数远远高于其它可能的取向或相时其数值就大。这种可靠性图清晰地揭示了晶界,而且其分辨率也优于束斑尺寸。

剧烈变形铜合金样品分析

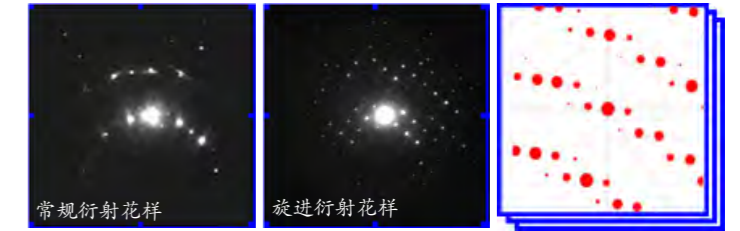
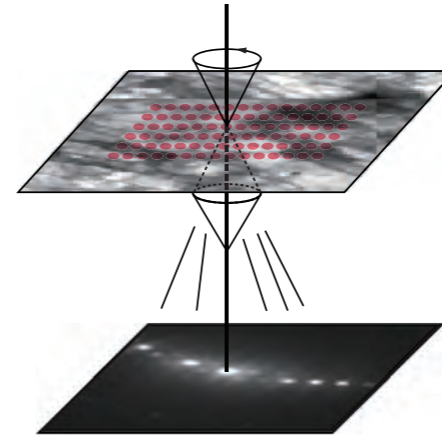
在大约5分的时间内采集了200×250个衍射花样,电子束扫描步长20nm。右图: (a)彩色图表示出了晶粒和孪晶的晶体取向, (b)虚拟明场像, (c)匹配关联指数图, (d)可靠性图。



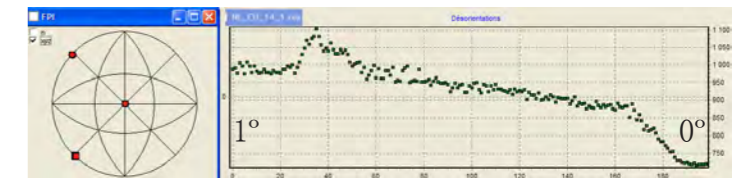
使用旋进电子衍射技术改善电子衍射花样的质量,提高衍射花样鉴别的准确性

电子束扫描过程中,在每一个扫描点上,同时叠加电子束旋进。一般情况下,旋进倾角在0.2-0.5°即可大幅度提高电子衍射花样鉴别的准确性和可靠性。

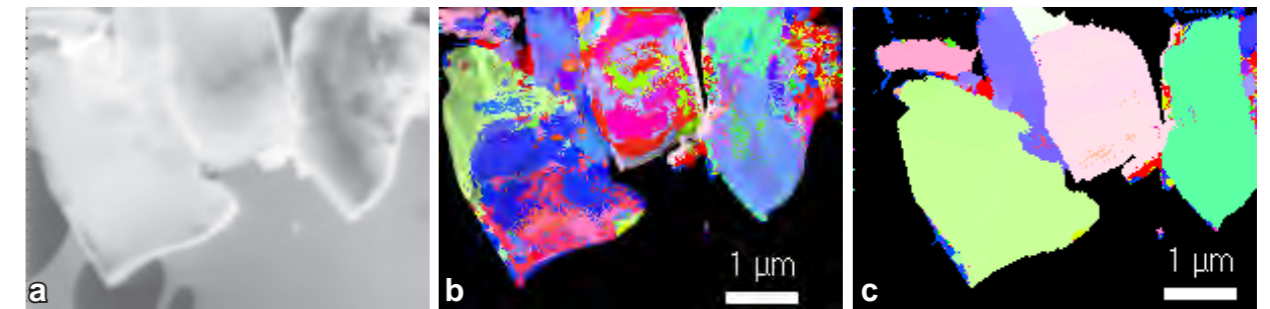
SPINNING STAR旋进电子衍射控制器同时完成电子束的扫描和旋进。



使用旋进电子衍射以后,衍射斑点的质量和数量显著提高,在和模拟衍射花样模板进行比对匹配时,准确性和可靠性大幅度提高。



钙铝石(Mayenite $Ca_{12}Al_{14}O_{33}$)晶体,在固定电子束位置和晶体取向条件下,关联指数随旋进角度减小(从1°到0°)的变化。



钙铝石晶体取向分析

样品: Mayenite 钙铝石($Ca_{12}Al_{14}O_{33}$)晶体,正六四面体,空间群 I 43d。JEOL 3010 TEM,电子束扫描步长 28 nm。

上图: (a)虚拟明场像, (b)使用常规电子衍射技术得到的晶体取向图, (c)使用旋进电子衍射(旋进角0.35°)的晶体取向图。

晶体取向图的质量由于采用了旋进电子衍射技术而得到显著提高,与(b)中产生许多错误的晶体取向识别相比, (c)中描绘出了每一个晶粒中真实一致的晶体取向。

430不锈钢析出相分析

采用旋进电子衍射技术后相分布图的质量也可以得到明显改善。在左图中,可以看到从430不锈钢萃取复型得到的样品包含了不同类型的析出相。具有两种析出相:

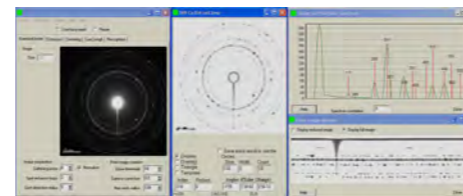
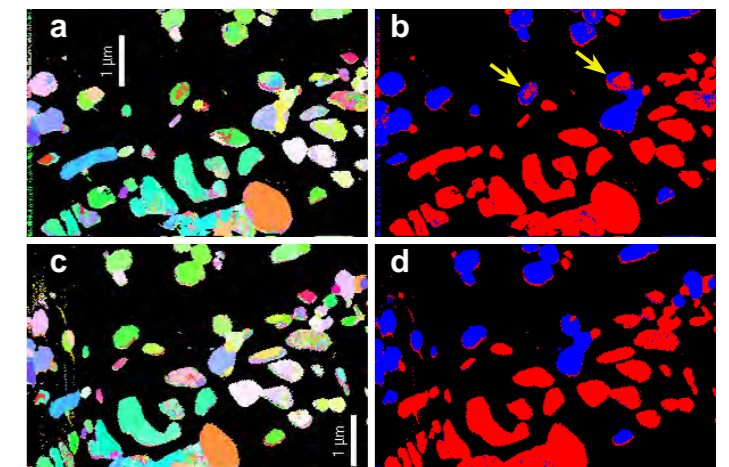
- 碳化物 $M_{23}C_6$ 析出相,面心立方结构($a=1.062nm$)
- 氮化物 Cr_2N 析出相,六方晶系($a=0.483 nm, c=0.451 nm$)

它们同时存在,无法从形状和大小把二者区别开来。在不使用旋进电子衍射技术的相分布图上,对其中两个析出相表现出模棱两可的鉴定结果(图b中一半红色、一半蓝色)。与之相比,采用旋进电子衍射技术的相分布图得到了所有析出相清晰的鉴定结果(图d)。

左图: 含有析出相的430不锈钢萃取复型TEM像。

下图: 使用常规电子衍射得到的(a)取向图和(b)相分布图(花样采集时间23分21秒)。

使用旋进电子衍射得到的(c)取向图和(d)相分布图(花样采集时间1小时43分)。 (d)中清晰地表示出碳化物(蓝色)和氮化物(红色)析出相。旋进角0.3°,扫描步长22nm,200×300像素。



其它功能:

- 相机常数测定
- 衍射花样中心斑点测定和优化
- 图像畸变矫正向导
- 衍射斑点增强模块
- 衍射谱拟合模块(对衍射环花样)