

高 等 学 校 教 材

# 材料现代微观分析技术

## —— 基本原理及应用

李 炎 编著



MATERIAL



化 学 工 业 出 版 社

高等學校教材

# 材料现代微观分析技术

## ——基本原理及应用

李 炎 编著



化学工业出版社

· 北京 ·

本书以材料现代微观分析技术中的显微组织分析、表面形貌分析、晶体结构分析、元素分析为重点，介绍透射电镜、扫描电镜、电子衍射（包括背散射电子衍射）、X射线衍射、能谱仪、波谱仪、扫描探针显微镜的结构原理、仪器的操作使用、分析方法的物理基础、具体的试验方法以及应用实例。本书介绍普遍使用的现代分析仪器以及实验方法，对已经很少使用的分析仪器以及方法只是一带而过，书中的实例大都引用材料微观分析方面的最新成果。书末附有实验指导书以及附录。

本书可作为材料科学与工程的本科生教材或者教学参考书，也可供从事材料研究以及分析检测工作的科技人员参考。

#### 图书在版编目（CIP）数据

材料现代微观分析技术——基本原理及应用/李炎编著. —北京：化学工业出版社，2011. 7  
高等学校教材  
ISBN 978-7-122-11604-8

I. 材… II. 李… III. 工程材料-分析方法-高等学校-教材 IV. TB3

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2011）第 122907 号

---

责任编辑：彭喜英

装帧设计：关 飞

责任校对：王素芹

---

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

印 装：大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 11 1/4 字数 269 千字 2011 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

---

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686）售后服务：010-64518899

网 址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定 价：22.00 元

版权所有 违者必究

# 前　　言

本书作为学习材料微观分析技术的入门书，主要介绍材料显微组织、晶体缺陷、晶体结构、微区成分和表面形貌的分析方法，诸如透射电子显微法、扫描电子显微法、电子衍射法、X射线衍射法、能谱法和波谱法等。它可以作为工科院校材料科学与工程、物理、化学等学科本科生的课程教学教材，也可作为研究生的自学教材。

本书基本内容共分为10章。第1章概述材料宏观特性与微观检测之间的关系，现代检测仪器的种类及应用。第2章介绍电子光学基础，包括电子射线的特性、电磁透镜的原理、像差以及分辨率。第3章介绍透射电镜的结构原理、操作方法以及透射电镜的样品制备。第4章介绍电子衍射原理、电子衍射样花样的标定以及在相结构分析中的应用。第5章介绍透射电镜的图像衬度及其应用，重点介绍衍射衬度和相位衬度的原理及其应用。第6章介绍扫描电镜的结构原理、图像衬度以及在表面形貌分析中的应用。第7章介绍背散射电子衍射原理以及应用。第8章介绍元素分析仪器能谱仪和波谱仪的结构原理和分析方法。第9章介绍X射线衍射相结构分析。第10章介绍扫描探针显微镜家族中的扫描隧道显微镜以及原子力显微镜的结构原理，仪器的性能特点、使用方法以及应用举例。

本书的主要特点是，对于物理概念性的知识，避免过多的数学推导，以讲清基本原理为原则。介绍仪器以及分析方法时，注重基本原理清，实际应用会，分析有方法可依。通过本书的学习，学生能运用这些技术，综合分析材料内部的显微组织、晶体缺陷、物相组成、元素分布，并解决有关实际问题，为今后从事材料领域的研究和生产奠定必要的基础。全书特别注重各种分析方法的应用实例，并尽可能取材于科研实例以及最新的科研成果。全书体现了简单、实用的特点，不仅便于学生自学，而且对学生独立科研能力的培养也具有不可忽视的作用。

由于个人水平有限，书中难免有不当之处，诚请各界人士不吝赐教，在此深表感谢。

本教材的电子教学资源可登录化学工业出版社的网站下载，网址为 <http://www.cipedu.com.cn>。

李　炎  
2011年2月

# 目 录

<b>第 1 章 概论</b>	.....	1
1.1 材料工程与微观分析技术	.....	1
1.2 微观分析技术的发展历程	.....	2
1.3 现代微观分析仪器简介	.....	3
1.3.1 电子与物质的相互作用	.....	3
1.3.2 微观分析仪器简介	.....	4
习题	.....	5
<b>第 2 章 电子光学基础</b>	.....	6
2.1 电子射线的特性	.....	6
2.2 电子枪	.....	7
2.2.1 热电子发射型电子枪	.....	7
2.2.2 场发射型电子枪	.....	8
2.3 电磁透镜	.....	9
2.3.1 电磁透镜的结构	.....	9
2.3.2 电磁透镜的像差	.....	10
2.3.3 电磁透镜的分辨率	.....	12
2.3.4 电磁透镜的景深与焦长	.....	13
习题	.....	14
<b>第 3 章 透射电子显微镜</b>	.....	15
3.1 透射电子显微镜的分类	.....	15
3.2 透射电子显微镜的基本构成	.....	16
3.2.1 电子光学系统	.....	17
3.2.2 真空系统	.....	20
3.2.3 电源系统	.....	21
3.3 透射电子显微镜的基本操作方法	.....	21
3.3.1 合轴操作	.....	21
3.3.2 图像观察与记录	.....	24
3.4 透射电子显微镜的样品制备	.....	25
3.4.1 金属薄膜样品的制备方法	.....	25
3.4.2 纳米粉末样品的制备方法	.....	27
3.4.3 界面薄膜样品制备	.....	27
3.4.4 复型样品的制备方法	.....	28
习题	.....	28
<b>第 4 章 电子衍射</b>	.....	29

4.1 电子衍射实验	29
4.2 电子衍射原理	30
4.2.1 布拉格定律	30
4.2.2 埃瓦尔德球图解	31
4.2.3 倒易点阵	32
4.2.4 电子衍射基本公式	33
4.2.5 结构因素与结构消光	34
4.2.6 晶带定律和零层倒易面	37
4.2.7 偏离矢量以及影响倒易点形状的因素	38
4.3 单晶电子衍射谱的标定	41
4.3.1 单晶电子衍射谱的对称性	41
4.3.2 单晶电子衍射谱的标定方法	42
4.4 多晶电子衍射谱的标定	48
4.4.1 多晶电子衍射谱的形成	48
4.4.2 多晶电子衍射谱的标定方法	49
4.5 复杂电子衍射谱	51
4.5.1 高阶劳埃斑	51
4.5.2 超点阵斑点	51
4.5.3 二次衍射	52
4.5.4 孪晶斑点	53
4.5.5 菊池花样	55
习题	56
<b>第5章 透射电镜的图像衬度及其应用</b>	58
5.1 质厚衬度	58
5.1.1 质厚衬度成像原理	58
5.1.2 质厚衬度的应用实例	59
5.2 衍射衬度	60
5.2.1 衍射衬度成像原理	60
5.2.2 衍射衬度的应用	60
5.3 相位衬度	67
5.3.1 相位衬度成像原理	67
5.3.2 相位衬度像的种类	68
5.3.3 相位衬度像的应用	68
5.4 成像模式的相互关系	73
习题	75
<b>第6章 扫描电子显微镜</b>	76
6.1 扫描电子显微镜的结构原理	76
6.1.1 电子光学系统	77
6.1.2 信号检测放大系统	77
6.1.3 图像显示记录系统	78
6.1.4 真空系统	78

6.1.5 电源系统	78
6.2 扫描电子显微镜的主要性能	78
6.2.1 扫描电子显微镜的分辨率	78
6.2.2 扫描电子显微镜的放大倍数	79
6.2.3 扫描电子显微镜的景深	80
6.3 扫描电子显微镜的样品制备	80
6.4 扫描电子显微镜的图像衬度及应用	81
6.4.1 表面形貌衬度及应用	81
6.4.2 原子序数衬度及应用	84
习题	87
<b>第7章 背散射电子衍射</b>	88
7.1 背散射电子衍射仪的工作原理	88
7.1.1 背散射电子衍射仪的基本构成	88
7.1.2 背散射电子衍射仪的工作原理	89
7.2 背散射电子衍射的应用	90
7.2.1 晶粒尺寸及形状的分布	90
7.2.2 材料织构分析	90
7.2.3 晶粒之间取向差分析	91
7.2.4 物相鉴定及相比率计算	91
7.2.5 应变测量	92
习题	93
<b>第8章 成分分析</b>	94
8.1 特征X射线的产生	94
8.2 波谱仪工作原理	96
8.3 能谱仪工作原理	96
8.4 波谱仪和能谱仪比较	97
8.5 X射线谱仪的分析方法及其应用	98
习题	99
<b>第9章 X射线衍射</b>	100
9.1 X射线物理学基础	100
9.1.1 X射线的本质	100
9.1.2 X射线的产生	100
9.1.3 X射线谱	101
9.1.4 X射线与物质的相互作用	102
9.1.5 X射线的防护	103
9.2 X射线衍射原理及衍射强度	103
9.2.1 X射线衍射原理	103
9.2.2 X射线衍射强度的处理过程	103
9.2.3 多晶体的X射线衍射强度	104
9.3 X射线衍射仪	105
9.3.1 X射线衍射仪的结构原理	105

9.3.2 X射线衍射仪的样品制备	107
9.3.3 X射线对物质的衍射谱	107
9.4 X射线衍射定性物相分析	108
9.4.1 定性分析的基本原理	108
9.4.2 PDF卡片的组成	109
9.4.3 PDF卡片索引	110
9.4.4 物相分析方法	110
9.4.5 物相分析时应注意的问题	113
习题	114
<b>第10章 扫描探针显微镜</b>	115
10.1 扫描隧道显微镜	115
10.1.1 隧道效应	115
10.1.2 扫描隧道显微镜的工作原理	116
10.1.3 扫描隧道显微镜的结构	116
10.1.4 扫描隧道显微镜的工作模式	119
10.1.5 扫描隧道显微镜的特点	119
10.1.6 扫描隧道显微镜的应用举例	120
10.2 原子力显微镜	122
10.2.1 原子之间的作用力	122
10.2.2 原子力显微镜的结构及工作原理	123
10.2.3 原子力显微镜的工作模式	124
10.2.4 原子力显微镜的特点	124
10.2.5 原子力显微镜的应用举例	124
习题	128
<b>实验指导书</b>	129
实验一 材料显微组织与相结构的TEM分析	129
实验二 材料显微组织以及微区成分分析	133
实验三 多相物质X射线衍射物相分析	138
关于Jade软件	143
<b>附录</b>	146
附录1 物理常数、换算系数和电子波长等	146
附录2-1 常用材料的化学减薄液	147
附录2-2 常用材料的电解减薄液	148
附录3 常用材料的电解抛光液	148
附录4 常见晶体标准电子衍射花样	149
附录5 立方晶体晶面(或晶向)夹角表	156
附录6 常用晶体学公式	162
附录7 常见晶体的晶面间距	164
附录8 钢中相的电子衍射谱标定用数据表	166
附录9 特征X射线的波长和能量表	167
<b>参考文献</b>	170

# 第1章 概论

材料的宏观特性是由材料自身的微观结构决定的，对新材料的开发和已有老材料的改性的关键问题就是要搞清材料内部的微观结构，而《材料微观分析》就是材料宏观特性与材料微观结构之间的桥梁。《材料微观分析》这门课程主要介绍材料显微组织、晶体结构、微区成分和表面形貌的分析方法，诸如透射电子显微法、扫描电子显微法、电子衍射法、X射线衍射法、能谱法和波谱法等。

本章主要介绍材料工程与微观分析技术的关系，微观分析技术发展的四个阶段以及现代微观分析仪器简介。

## 1.1 材料工程与微观分析技术

目前世界上已发现有 100 多种元素，这些元素由单质或者互相组合就能构成不同用途的材料。如果把材料进行粗略分类的话可以用一个等边三角形来表示（图 1-1），三个顶点分别代表高分子材料、陶瓷材料和金属材料，这三种是主体材料。与三角形三条边相切做一个圆的话，这就是三种主体材料的互相掺杂构成了杂化材料。如果材料按原子排列方式来分类的话就有了非晶体材料、晶体材料、准晶体材料。材料的制备是从成分设计开始的，包括选元素和确定各元素用量。成分定下来之后，就是熔炼、浇注、锻造、轧制以及各种冷、热处理等。得到材料之后要进行力学性能测试，包括材料的韧性、塑性、强度、硬度等；有时要进行物理性能测试，包括材料的熔点、密度、导电性、导热性、磁性等。只有这样才能根据材料的性能决定它的用途。

实验表明，在纯金属中加入微量异类元素就能改变其力学性能，例如，在硬度低而韧性好的纯铜中加入微量的铬或者银就能大幅度提高其硬度，为什么？同种元素构成的材料热处理工艺不同就能表现出不同的性能，例如，同一碳钢，淬火后硬度就会变高、韧性变差，而退火后硬度就会变低、韧性变好，为什么？同样是碳元素，有的具有高硬度可以用来做刀具，而有的只能做铅笔芯，为什么？要解决这些“为什么”，就要对材料进行微观分析。

材料微观分析的主要内容有以下四个方面。

(1) 晶体结构分析 判断材料是晶体、非晶体还是准晶体；材料是单相还是多相，各相之间的位向关系如何；材料的晶体类型是面心立方、体心立方还是密排六方等。

(2) 显微组织分析 晶粒大小，晶粒形态，有无第二相，第二相的大小、形态与分布情况。

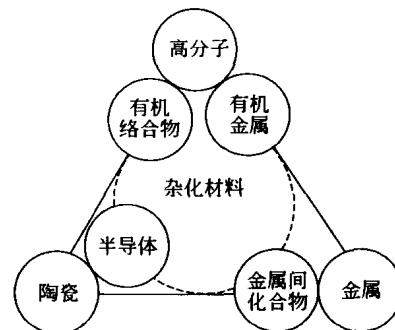


图 1-1 材料分类三角形

(3) 晶体缺陷分析 位错以及位错密度大小, 层错以及层错面, 孪晶以及孪晶面, 界面等。

(4) 元素分布分析 基体与析出相的元素种类, 晶界有无成分偏析等。

材料的宏观性能是由材料自身微观结构决定的。材料的化学成分, 元素分布, 组成相的晶体结构、大小、形态、界面状况以及晶体缺陷等, 都直接影响到材料的宏观性能。因此, 材料微观分析能更深刻地揭示材料特性的本质, 为已有材料潜力的开发和研制新材料、新工艺等提供理论上的指导。

在 20 世纪, 人类材料科学史上发生了空前的变化, 准晶体的发现, 纳米材料的兴起, 仿生材料, 自组装、自修复材料的研究, 以及人们对分子、原子的直接观察和操纵, 所有这些都依赖于微观分析技术的发展和进步。可以毫不夸张地说, 没有分析科学、分析方法和分析仪器就没有现代工业, 没有现代科学技术。

## 1.2 微观分析技术的发展历程

人眼可以分辨 1/60 度视角的物体, 明视距离下的分辨本领为 0.1mm。17 世纪英国学者罗伯特·虎克 (Robert Hooke) 发明了光学显微镜, 使人们观察到了细胞、看到了物质的微米细节。1872 年德国科学家阿贝 (Abbe) 在物镜和载物台之间滴上油制成油浸透镜, 提高了放大倍数, 但是所观察到的细节清晰度没有随放大倍数的增大而提高。1876 年阿贝从理论上证明了显微镜的分辨本领极限为照明光源的半波长 (即  $\lambda/2$ )。光学显微镜用可见光照明, 可见光的波长为 390~760nm, 所以 200nm 是光学显微镜的极限分辨本领。光学显微镜是最常用也是最简单的材料显微组织分析的工具, 它可以显示材料微米数量级的细节, 诸如常规材料的晶粒大小、晶粒形态、珠光体或是马氏体、夹杂物形貌等。

要探索更微观的世界, 就要寻找波长更短的光源。1895 年德国物理学家伦琴 (W. C. Röntgen) 在研究阴极荧光时发现了一种波长  $10\sim0.05\text{ Å}$  ( $1\text{ Å}=0.1\text{ nm}$ , 下同) 的未知射线, 取名为 X 射线。1897 年英国物理学家汤姆森 (Joseph John Thomson) 发现了比原子更小的粒子——电子。1912 年德国物理学家劳埃 (M. Von. Laue) 发现了 X 射线在晶体中的衍射现象, 不但使微观分析技术从微米数量级提高到纳米数量级, 同时也发现了物质是由原子、或者分子、或者原子团在三维空间有序堆垛而成的。

光学显微镜和用 X 射线做光源的衍射仪在材料微观分析中发挥了重要作用。但是光学显微镜分辨率低、放大倍数小, 可观察的细节有限; 而 X 射线信息弱, 聚焦成像困难, 只能给出总体和平均的结果, 限制了它的应用。

1924 年, 法国物理学家德布罗意 (De Broglie) 发现高速运动的电子波长很短 ( $\lambda=0.05\text{ Å}$ ), 两年后的 1926 年, 布施 (Busch) 提出用轴对称的电场或者轴对称的磁场来聚焦电子线。从而为电子显微镜的电子光学设计提供了理论基础。1931—1933 年, 德国鲁斯卡 (Ernest Ruska) 等人设计制造了第一台电子显微镜, 1934 年电镜的分辨率达到 50nm, 1939 年德国西门子公司的第一台电镜投放市场, 其分辨率已优于 10nm, 用它可以观察到比细胞更小的病毒、可以看到材料中的原子排列、晶体缺陷等, 电镜的出现开创了探讨微观世界的新篇章。1982 年德国物理学家宾尼格 (G. Binnig) 和瑞士物理学家罗勒 (H. Rohrer) 发明了扫描隧道显微镜 (STM), 这种仪器具有超高分辨率, 主要用于观察原子和操纵原子。1986 年宾尼格 (G. Binnig) 研究组又发明了原子力显微镜 (AFM), 用于观察材料的三

维表面形态以及测量材料的一些表面物性。扫描隧道显微镜和原子力显微镜统称为扫描探针显微镜。在 21 世纪的第一个十年中，电子显微镜引入了球差校正器和色差校正器，使得原子分辨的坐标和像素质量均可达到  $0.05\text{nm}$ 。

总结微观分析技术的发展历程大致经历了四个阶段：①光学显微镜；②X 射线衍射；③电子显微镜；④扫描探针显微镜。现在人们可以自由地在原子数量级上探索微观世界，研究材料结构。

## 1.3 现代微观分析仪器简介

现代微观分析仪器除扫描探针显微镜之外，都是以电子束为光源的，所以本节先介绍电子与物质相互作用时所产生的物理信号，再介绍为分别检测这些信号而制作的微观分析仪器以及它们的特点和应用范围。

### 1.3.1 电子与物质的相互作用

当高能电子束与物质相互作用时，在作用区域会产生如图 1-2 所示的各种物理信号。包括二次电子、背散射电子、俄歇电子、特征 X 射线、阴极荧光、吸收电子、弹性散射电子和非弹性散射电子。如果物质样品足够的薄，高能电子束还可以穿过样品成为透射电子。

**二次电子**是指被入射电子轰击出来的试样原子的核外电子。由于原子核和外层价电子间的结合能很小，当原子的核外电子从入射电子获得了大于相应的结合能的能量后，可脱离原子成为自由电子。如果这些电子在比较接近样品表层处，那些能量大于材料逸出功的自由电子可从样品表面逸出，变成真空中的自由电子，即二次电子。二次电子来自表面  $5\sim10\text{nm}$  的区域，能量为  $0\sim50\text{eV}$ ，它对试样表面状态非常敏感，能有效地显示试样表面的微观形貌。

**背散射电子**是被试样原子反射出来的入射电子，又叫反射电子。它的能量很高，接近入射电子能量，在试样中产生的范围大，所以用背散射电子成像的分辨率低。背散射电子的产额随着试样原子序数的增大而增多。入射电子束在试样中的作用体积随入射束能量增加而增大，但背散射电子的产额变化不大。

**特征（标识）X 射线**是试样原子体系中内层的某些电子被击出或跃迁到外部壳层后，而在内层留下空位，这是处在外层高能态的电子向内层低能态跃迁过程中多余能量的一种释放方式，即发射出具有特定波长的特征 X 射线。元素不同，特征 X 射线的能量和波长不同，因此可以用特征 X 射线进行微区元素分析。

**俄歇电子**是试样原子体系中高能态电子向低能态跃迁过程中多余能量的另一种释放方式，它不发射特征 X 射线，而是用该能量将同壳层的相邻电子击出原子体系，这种电子叫做俄歇电子。由于每一种原子都有自己特定的壳层能量，所以元素不同，俄歇电子能量也各

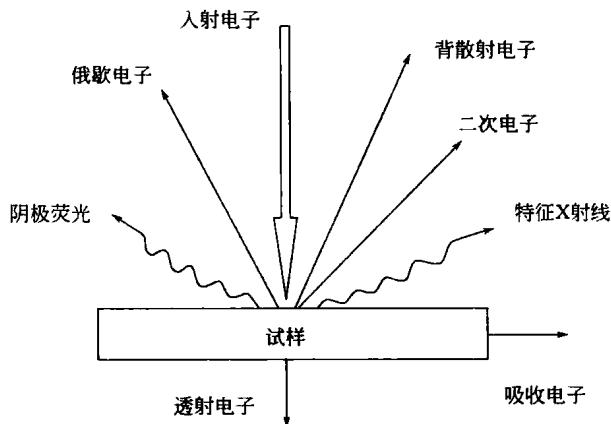


图 1-2 电子束与物质相互作用时产生的物理信号

有特征值，其能量在 50~1500eV 范围内。俄歇电子是从试样表面极有限的几个原子层中激发出来的，因此俄歇电子信号可用于表层成分分析。

阴极荧光是入射电子束轰击到样品上，激发样品中的发光物质产生荧光。

吸收电子是入射电子进入试样后，经多次非弹性散射，能量损失殆尽，最终被试样所吸收。

透射电子是当试样厚度较小时（一般 200kV 加速电压可穿透 200nm 厚的试样，3000kV 加速电压可穿透 500nm 厚的试样）穿透试样的那部分电子。

弹性散射电子是入射电子与试样原子核或被原子核紧密束缚的核外电子相碰撞，仅改变了电子的运动方向，而能量基本上没有改变的电子。

非弹性散射电子是入射电子与试样原子核外的电子相碰撞，不仅改变了电子的运动方向，同时能量也发生改变的电子。

## 1.3.2 微观分析仪器简介

透射电子显微镜（Transmission Electron Microscope，缩写为 TEM）检测透射电子成像，它具有高分辨率、高放大倍数，点分辨率可达 0.12nm，晶格分辨率约 0.1nm，能直接放大 150 万倍，可以看到原子或原子团。主要用于显微组织分析（各组成相晶粒的形态、大小、分布，晶体缺陷、位错、层错、孪晶、界面等），原子像观察，晶体结构确定以及取向关系分析等。

透射电镜所观察的样品称为薄膜，它是直径为 3mm，中心厚度为 200nm 左右的小圆片，这么薄的样品必须用专用设备（电解抛光仪或者离子减薄仪）制备。也可以把粉末分散后涂布在支持膜上制备成粉末样品进行观察。

现代透射电镜通常还配有能谱、能量损失谱等附件，在进行显微组织、晶体结构分析时还可以同时进行元素分析，达到综合分析的目的。

扫描电子显微镜（Scanning Electron Microscope，缩写为 SEM）检测二次电子或者背散射电子成像。它具有较高分辨率和较高放大倍数，二次电子像分辨率可达 1nm，放大倍数可以从 50~50 万倍连续可调。扫描电子显微镜的景深很大，能清晰地显示粗糙表面，所以它主要用于观察断口，进行失效分析，还可以进行显微组织分析。

扫描电子显微镜样品制备非常简单，可以直接观察大块试样，诸如断口、金相试样等，还可以观察粉末样品。对于不导电的样品可以通过蒸镀导电层进行观察。

现代扫描电镜通常配有能谱附件、波谱仪和背散射电子衍射附件，这样不仅能做表面形貌分析，还可以进行微区成分分析、晶体结构以及织构分析。

电子探针显微分析仪（Electron Probe X-ray Microanalysis，缩写为 EPMA）检测特征 X 射线的波长或能量，对试样微区进行定性和定量的成分分析。分析的元素范围从硼(B)~铀(U)，分析精度在万分之一到万分之五。分析区域小到微米数量级。

电子探针通常配有二次电子探头和背散射电子探头，除检测微区成分外，还可以观察显微组织。

俄歇电子能谱仪（Auger Electron Spectrometer，缩写为 AES）检测俄歇电子。主要用于试样表层成分分析，分析精度与 EPMA 相当，分析区域可小至纳米数量级。

X 射线衍射仪（X-ray Diffractometer）是利用高速运动的电子撞击靶材（靶材元素为 Cu、Cr、Co 等）产生具有一定波长的 X 射线，用此 X 射线照射到试样上时，试样晶体的晶面与 X 射线作用，当满足布拉格方程  $2dsin\theta=\lambda$  时，会产生特有的衍射现象。在  $2dsin\theta=\lambda$

式中,  $\lambda$  是 X 射线的波长 (已知数),  $\theta$  是衍射角 (试验条件),  $d$  是晶面间距。由公式可以求得晶面间距, 进而确定晶体结构。

X 射线衍射仪主要用于试样晶体结构分析、织构分析、残余应力分析等。由于 X 射线衍射强度较弱, 给出的是试样上总体的和平均的结果。

X 射线衍射仪的样品为块状、薄板状、粉末、胶体等。

**扫描探针显微镜** (Scanning Probe Microscope, SPM) 是扫描隧道显微镜 (STM)、原子力显微镜 (AFM)、磁力显微镜 (MFM) 等的统称。扫描探针显微镜是不用透镜的显微镜, 像它的名字一样, 使用尖端非常细小的探针, 在试样表面扫描, 通过检测探针和试样之间的相互作用, 从而在三维空间、纳米尺度上探测试样表面的形态, 物理性质和化学性质。

扫描探针显微镜具有极高的分辨率。水平分辨率小于  $0.1\text{nm}$ , 垂直分辨率小于  $0.01\text{nm}$ 。可以在大气、高真空、液体等环境中检测导体、半导体、绝缘体以及生物样品的三维形貌、尺寸等。也可以在纳米尺度测量材料的机械性能, 例如粗糙度、黏滞、摩擦、润滑等。

扫描探针显微镜的样品为洁净的平整表面。

## 习 题

1. 电子束与物质相互作用时能产生哪些物理信号?
2. 微观分析技术在材料研究中起什么作用?
3. 简述常用微观分析仪器的种类以及主要用途。

# 第2章 电子光学基础

本章主要介绍电子射线的特性；电子波长与加速电压的关系；发射电子束的装置——电子枪，电子枪的种类以及结构原理；汇聚电子束的装置——电磁透镜，电磁透镜的结构、像差与分辨率。

## 2.1 电子射线的特性

电子是具有一定质量、带有一定电荷的基本粒子，和可见光相似，运动的电子具有粒子性与波动性。

根据德布罗意的观点，每一运动着的微观粒子都有一个波与之相对应，这个波的波长 $\lambda$ 与粒子运动速度 $v$ 、粒子质量 $m$ 之间存在着如下关系：

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (2-1)$$

式中  $h$ ——普朗克常数。

公式表述了粒子的波动性和粒子性之间的关系，这个波叫物质波或叫德布罗意波。电子波就是其中的一种。

由公式(2-1)可知，波长 $\lambda$ 是速度 $v$ 的函数，速度越大，波长越短。电子波的波长 $\lambda$ 取决于电子运动速度 $v$ ，而电子运动速度 $v$ 受加速电子运动的电压 $U$ 所控制。

若一个初速为0的电子，在加速电压 $U$ 作用下获得了运动速度 $v$ ，加速电压 $U$ 和运动速度 $v$ 之间的关系为

$$eU = \frac{1}{2}m_0 v^2 = E$$
$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m_0}} \quad (2-2)$$

把式(2-2)代入式(2-1)，得电子波长 $\lambda$ 为

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2em_0 U}} \quad (2-3)$$

式中  $h$ ——普朗克常数， $h = 6.6254 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$  (焦耳·秒)；

$e$ ——电荷的电量， $e = 1.60 \times 10^{-19} \text{ C}$  (库仑)；

$m_0$ ——电荷静止时的质量， $m_0 = 9.11 \times 10^{-31} \text{ kg}$ 。

代入式(2-3)整理得：

$$\lambda = \frac{12.26}{\sqrt{U}} \quad (2-4)$$

式中， $U$ 的单位为伏特(V)， $\lambda$ 的单位为埃(Å)。公式(2-4)适用于加速电压 $\leq 30 \text{ kV}$ 。

公式(2-4)说明：电子波长与加速电压的平方根成反比，加速电压越高，电子波长越

短。这就是现代电镜提高电压，向超高压发展的原因。电压越高，波长越短，分辨率越高。

当加速电压高达 30kV 以上时（即  $U > 30\text{kV}$ ），电子运动速度接近光速 ( $c$ )，即  $v \approx c$ ，此时电子质量  $m$  随着运动速度的增加而增大， $m \neq m_0$ 。

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \left(\frac{v}{c}\right)^2}} \quad (2-5)$$

而相应的电子能量  $E$  为

$$E = eU = mc^2 - m_0 c^2 = m_0 c^2 \left[ \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{v}{c}\right)^2}} - 1 \right] \quad (2-6)$$

由式(2-6) 求出

$$v = \frac{c \sqrt{e^2 U^2 + 2eU m_0 c^2}}{eU + m_0 c^2} \quad (2-7)$$

把式(2-5) 和式(2-7) 代入式(2-1)，整理得

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2em_0 U \left(1 + \frac{eU}{2m_0 c^2}\right)}} \quad (2-8)$$

式中， $\sqrt{\left(1 + \frac{eU}{2m_0 c^2}\right)}$  是相对论修正系数。

把  $h$ 、 $e$ 、 $m_0$ 、 $c$  的值代入式(2-8) 整理得

$$\lambda = \frac{12.26}{\sqrt{U(1 + 0.979 \times 10^{-6}U)}} \quad (2-9)$$

式中  $U$ ——加速电压，V；

$\lambda$ ——电子波长，Å。

此公式适用于电压  $U > 30\text{kV}$ 。用公式(2-9) 计算的加速电压与电子波长关系的数据如表 2-1 所示。

表 2-1 加速电压与电子波长关系数据表 (经相对论修正)

加速电压/kV	75	100	150	200	500	1000
电子波长/Å	0.043	0.037	0.030	0.025	0.014	0.007

## 2.2 电子枪

电子枪是产生电子束的装置，电子枪大致可以分为热电子发射型和场发射型两种类型。热电子发射型又分发夹式钨灯丝和高亮度  $\text{LaB}_6$  单晶灯丝两种。场发射型也分冷阴极和热阴极两种方式。与热电子发射型相比，场发射型有更高的亮度和更好的相干性。电子显微镜就是用电子枪作为照明光源的。

### 2.2.1 热电子发射型电子枪

电子枪由阴极（灯丝）、控制极（栅极）、阳极（加速管）组成，这三个极构成了一个静电透镜，图 2-1 是热电子发射型电子枪的框图 [图 2-1(a)] 和电子枪剖面示意图 [图 2-1(b)]。三极电位关系为阴极上加负高压（负几十 kV~负几百 kV），栅极比阴极更负（负 100V~负

500V)，阳极是零电位。当加热电源把阴极加热到2200℃以上时，电子就会从阴极尖端区域表面逸出，即发射热电子。由于阴极与阳极之间有很高的电位差，电子在高压作用下以极快的速度奔向阳极。此时，从阴极射出的电子动能很大，具有一定的发散性，栅极具有比阴极更负的电压，栅极排斥电子，使得电子通过栅极孔时向轴心会聚，从而在栅极与阳极之间形成一个最小电子束截面以后又发散。这个最小电子束截面叫“电子枪交叉点”，通常把它叫做“有效光源”。

通常，在栅极与阴极之间有一个偏压电阻〔如图2-1(a)所示〕，构成自偏压回路。自偏压与阴极发射的电子多少成正比。当阴极发射的电子增多时，自偏压值升高，栅极更负，排斥电子通过栅极孔能力增强，使得束流减小。当阴极发射电子减少时，自偏压值下降，栅极负值变小，排斥电子通过栅极孔能力减弱，束流增大。通过自偏压回路的调节使阴极发射的电子束流保持稳定。

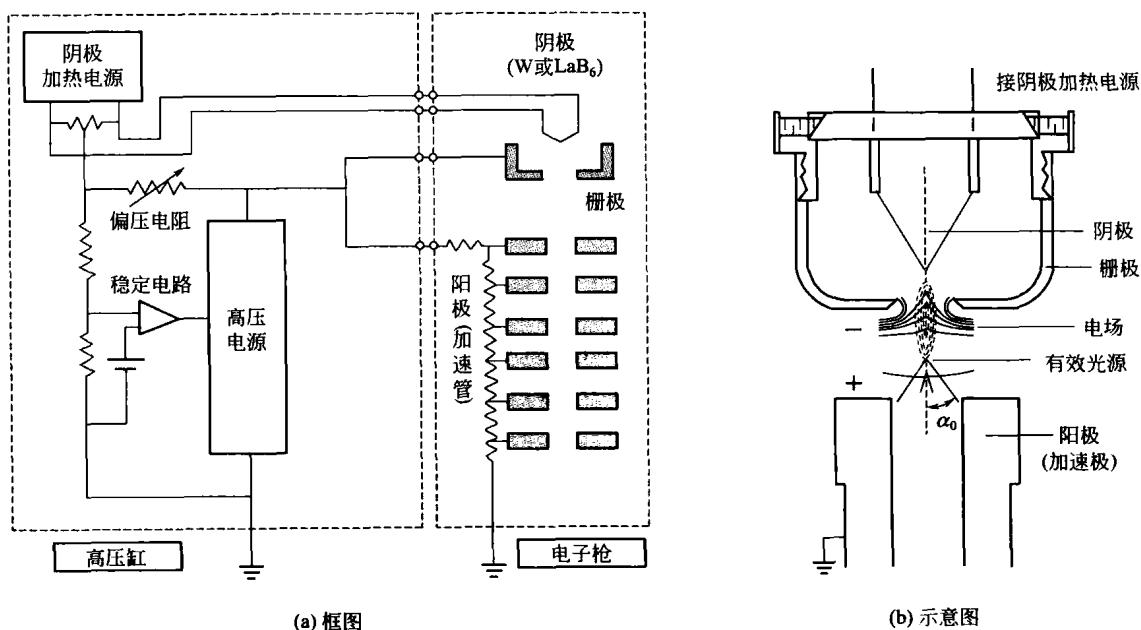


图2-1 热电子发射型电子枪剖面

## 2.2.2 场发射型电子枪

如果在金属表面加一个强电场，金属表面的势垒就变浅，由于隧道效应，金属内部的电子穿过势垒从金属表面发射出来，这种现象叫场发射。新型电镜一般采用场发射型电子枪，图2-2(a)为场发射型电子枪工作原理示意图。场发射型电子枪不用栅极，而是由一个阴极和两个阳极所组成，第一阳极施加一个低电压(相对于第二阳极来说)，只有几千伏，用以将阴极上的自由电子吸引出来，第二阳极上施加极高电压，100kV甚至更高，将自由电子加速到发射电子束流的程度。为了使阴极的电场集中，场发射阴极尖端的曲率半径小于0.1μm。与LaB<sub>6</sub>热阴极电子枪相比，场发射电子枪的亮度要高出100倍，且光源尺寸小，电子束的相干性好。场发射型电子枪有冷阴极场发射型和热阴极场发射型两种。

### 2.2.2.1 冷阴极场发射型电子枪

将钨(W)的(310)面作为发射极，不加热，在室温下使用，因为没有热能给发射出的电子，所以，能量分辨率高(能量发散仅为0.3~0.5eV)。但是，由于在室温下发射电

子，发射板上易产生残留气体分子的离子吸附，这是发射噪声产生的主要原因。同时，伴随着吸附分子层的形成，发射电流会逐渐降低，因此，必须定期进行闪光处理（即在阴极尖端上瞬时通过大电流），以除去尖端表面的吸附分子层。

### 2.2.2.2 热阴极场发射型电子枪

在施加强电场的状态下，将发射极加热到 $1600\sim1800K$ ，电子越过势垒发射出来（这称为肖特基效应）。由于加热，电子能量的发散为 $0.6\sim0.8eV$ ，比冷阴极方式稍有增大，但是，其发射极不产生离子吸附，大大地降低了发射噪声，也不需要闪光处理。可以得到稳定的发射电流。图2-2(b)是热阴极场发射型电子枪框图。

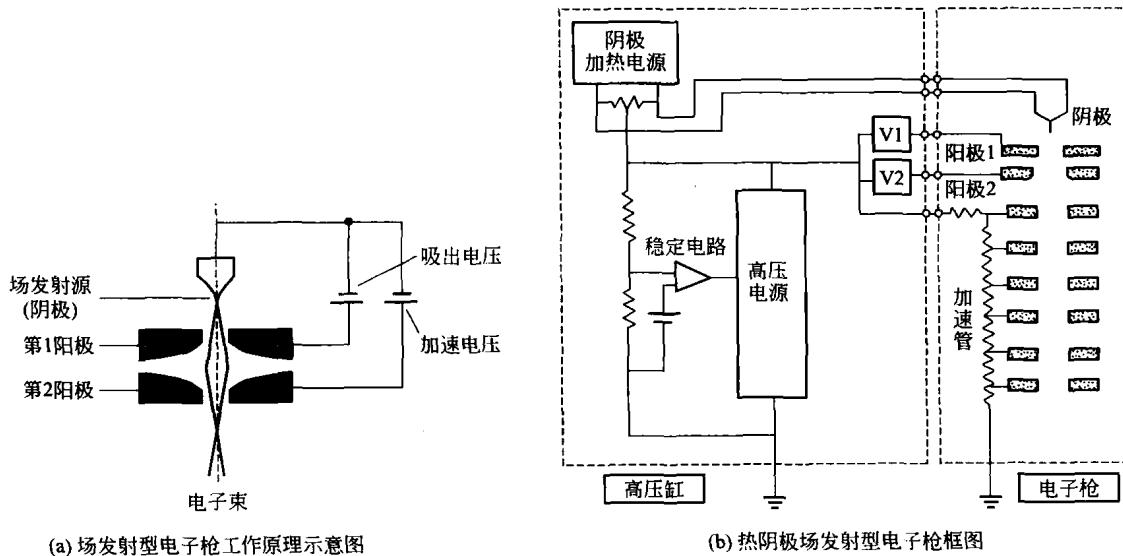


图 2-2 场发射型电子枪

## 2.3 电磁透镜

电子是带负电的粒子，运动着的电子在电场或者磁场中会受到电场力或者磁场力的作用发生偏折，从而达到会聚电子束的作用。用通电线圈产生磁场使电子束聚焦成像的装置叫电磁透镜。在电子显微镜中用电磁透镜做聚光镜、物镜、中间镜、投影镜，以获取高放大倍数、高分辨率的电子显微像。

### 2.3.1 电磁透镜的结构

首先看一下电子在匀强磁场中的运动。

图2-3(a)为电子在匀强磁场中的运动轨迹。一根无限长通电螺线管内产生匀强磁场。如果以速度 $V$ 平行于磁力线发射一束电子( $e$ )，那么，电子在匀强磁场中做匀速直线运动；如果以速度 $V$ 垂直于磁力线发射一束电子( $e$ )，那么，电子在匀强磁场中做匀速圆周运动，经过时间( $t$ )后，电子会回到发射点；如果在 $P$ 点发射一束电子，与匀强磁场既不平行也不垂直，电子运动速度 $V$ 与磁力线成 $\alpha$ 角，此时，运动速度 $V$ 分解成平行于磁力线的 $V_x$ 和垂直于磁力线 $V_y$ ， $V_x$ 使电子沿磁力线做匀速直线运动，而 $V_y$ 则使电子垂直于磁力线做匀速圆周运动，它们共同作用的结果使得电子在匀强磁场中做圆锥螺旋线运动，从 $P$ 点发射