

电子 通道 分析 技术 和 应用

廖乾初 蓝芬兰 编著 冶金工业出版社



79.871

775

电子通道分析技术 和应用

廖乾初 蓝芬兰 编著

冶金工业出版社

本书主要根据科研实践,从实际应用出发,系统地叙述了电子通道效应的理论、光路设计、实验数据的测量和注释方法。在应用上着重阐明了应用原理和分析实例。

本书可供从事扫描电镜,材料科学和表面科学等工作的研究人员、工程技术人员及大专院校有关专业师生参考。

电子通道分析技术和应用

廖乾初 蓝芬兰 编著

冶金工业出版社出版

(北京市灯市口74号)

新华书店北京发行所发行

冶金工业出版社印刷厂印刷

850×1168 1/32 印张 5 7/8 字数151千字

1983年9月第一版 1983年9月第一次印刷

印数 00,001~2,900 册

统一书号: 15062·3996 定价0.77元

绪 言

电子通道效应是在扫描电镜的使用过程中发现的一个非常重要的物理现象。它是在1967年由英国人 D.G.Coates 用扫描电镜观察Si和Ge等单晶体时发现的。这一发现很快地在材料科学的各个领域用来进行有关结晶学问题的分析,从而扩大了扫描电镜的功能和应用范围。

在扫描电镜中,电子通道效应所产生的花样和显微图像,称为电子通道花样和电子通道显微像。它是电子通道分析技术取得最必要的表面状态资料的实验基础。上述花样和显微像能够反映晶体的位向、晶体的表面状态以及晶体的不完整性等,因此,它在材料科学和金属物理中得到广泛的应用。例如,电子通道花样可以用来确定晶体结构、晶体位向、入射电子的能量、位错密度、外延层和基体的关系、析出相和基体的关系、以及横过晶界、亚晶界、形变带、折曲带和微裂纹等的错向关系,还可以研究塑性形变、超塑性、断裂、沉淀、相变、表面氧化、表面退磁场、辐照损伤和晶体缺陷等。电子通道显微像可以用来显示晶界、孪晶界、亚晶界,研究材料塑性变形的性质、亚胞的结构和性质以及直接观察晶体缺陷如位错和层错等。显然,上述这些应用对促进材料科学和金属物理研究将起很大的作用。

本书的宗旨是以尽可能小的篇幅,系统地阐述电子通道效应的理论、光路设计、实验数据的测量和注释方法。在应用上着重阐明应用原理和分析实例。希望本书能给从事扫描电镜、材料科学和表面科学工作的人员以及大专院校有关专业的师生提供较系统的入门资料。

扫描电镜的成像几何特点是:试样和图像间的等效几何关系是极射投影关系,而成像质量的控制主要是同电子束的参数有关。鉴于上述这些基础知识对正确理解电子通道花样的成像几何

关系和成像条件是十分重要的，故第一章就对这些概念加以阐述。

从电子通道分析技术的发展过程来看，其内容和应用范围在很大程度上取决于有关电子通道理论的发展，因此第二章对正在发展的电子通道理论——电子多重散射的传输理论也作了扼要的介绍，以说明这种分析技术的理论仍在不断地发展。

本书第三章比较系统地叙述了电子通道图像的最佳光路设计和光路选择的基本原则，这是扫描电镜工作者和仪器设计者所最关心的问题之一。目前国内有不少扫描电镜是属于两透镜系统，但这种仪器同样具有获得聚焦通道电子束的几何条件。

为了对电子通道花样进行分析和应用，首先必须对电子通道花样进行几何参数测量、衬度参数测量和结晶学注释，其次要阐明它对试样性质的依赖关系。这部分将在第四章和第五章中讨论，其中第四章是为第五章作理论分析的准备。

第六章介绍了电子通道显微术，第七章介绍了奇异花样的发现，后者有可能扩大电子通道分析技术的应用范围。

电子通道分析技术的应用范围很广，由于篇幅有限，在第八章中仅介绍了电子通道分析技术在材料科学方面的应用，并在取材上选择具有代表性的分析例子。

本书的部分内容是以我们近年来的工作为依据的，这些工作（特别是第七章）是我们同王洪君和王云两位同志共同合作的结果。在此，我们向这两位同志深表谢意。

此外，由于我们水平所限，书中缺点一定很多，希望读者不吝批评指正。

作 者

1982年1月

目 录

绪言

第一章 扫描电镜的基本原理	1
一、什么是扫描电镜	1
二、入射电子与物质的交互作用	2
三、扫描电镜的工作原理	8
3.1 扫描电镜的基本结构	8
3.2 成像系统流程	10
3.3 描述电子束的基本参数	11
四、扫描电子像的成像性质	13
4.1 成像的等效几何关系	13
4.2 衬度效应来源	15
4.3 影响扫描电子像质量的因素	18
五、扫描电镜的特点和应用前景	21
5.1 扫描电镜的特点	21
5.2 扫描电镜的应用前景	24
六、小结	26
参考文献	27
第二章 晶体中的电子通道效应及其机制	28
一、电子通道花样的发现经过及其基本性质	28
二、定性模型——双光束模型	31
三、FB模型——多光束模型	32
四、多重散射模型——蒙特卡罗方法	36
五、电子多重散射的传输模型	39
六、小结	44
参考文献	45
第三章 观察电子通道花样的最佳光路设计和实验指导	46
一、观察电子通道效应的条件和类型	46
1.1 观察电子通道效应的电子光学必要条件	46

1.2 电子通道效应的成像类型	47
1.3 各种图像观察条件的比较	49
二、基本的电子光学光路和控制参数	50
三、标准扫描光路	53
四、选区扫描光路	56
五、实验指导	58
5.1 试样条件	58
5.2 扫描电镜的工作条件	60
5.3 获得电子通道花样的实验程序	62
六、小结	64
参考文献	66
第四章 电子通道花样的成像几何关系分析	67
一、有关定义和基本概念	67
1.1 电子束的扫描方式和成像关系	67
1.2 等效投射距离	69
1.3 等效几何关系	70
二、普遍几何关系式推导	71
三、描述电子通道带宽度的基本关系	75
3.1 普遍关系	75
3.2 通道带宽 W 和衍射角 θ_1 的关系	76
3.3 通道带宽和测量位置的关系	78
四、描述电子通道带间夹角的基本关系	79
五、各种立方晶体的理想电子通道图	82
5.1 基本概念	82
5.2 绘制理想电子通道图的方法和步骤	83
5.3 理想电子通道图的性质和运用	85
六、小结	89
参考文献	90
第五章 电子通道花样的测量和注释	91
一、测量的意义和内容	91
二、电子通道花样的几何测量	92
2.1 投射原点位置的确定	92

2.2 晶带轴极点位置的确定	93
2.3 等效投射距离的确定	94
2.4 电子通道带间角度关系的测量问题	97
2.5 电子通道带宽度的测量	98
三、电子通道花样的衬度测量	101
3.1 真实衬度测量	101
3.2 本征衬度的相对测量——临界电流法	102
四、电子通道花样的结晶学注释	104
4.1 结晶学注释的目的和意义	104
4.2 比较法	104
4.3 解析法	105
4.4 相似原理分析法	110
五、电子通道带和晶面投射极点的关系	116
六、小结	123
参考文献	124
第六章 电子通道显微术	125
一、结晶学衬度和电子通道显微术	125
1.1 什么叫结晶学衬度	125
1.2 产生结晶学衬度的简单模型	126
1.3 电子通道显微像的基本性质	126
二、电子通道显微术的观察条件和光路	128
2.1 必要条件	128
2.2 标准扫描光路	129
2.3 单偏转摇摆欠聚焦扫描光路	129
2.4 两种光路的应用比较	131
三、多晶材料的电子通道显微像	131
四、晶体缺陷的直接观察	135
4.1 晶体缺陷的成像原理	135
4.2 观察晶体缺陷条件的分析	137
五、小结	138
参考文献	139
第七章 电子通道效应的叠加效应——奇异花样	140

一、奇异花样的发现经过	140
二、奇异花样的几何特征和结晶学性质	144
三、奇异花样的衬度效应来源和定性分析	144
四、展望	149
参考文献	150
第八章 电子通道分析技术在材料科学中的应用	151
一、应用原理	151
二、入射电子探针能量的测定	152
三、晶体中位错密度的测定	155
四、在结晶学分析方面的应用	157
4.1 单晶位向分析	157
4.2 多晶位向分析	159
4.3 孪晶位向分析	160
4.4 两相位向分析	161
4.5 晶界位向分析	163
4.6 晶格常数的测定	166
4.7 小结	166
五、在表面科学研究方面的应用	167
六、在辐照损伤研究方面的应用	168
七、在塑性变形研究方面的应用	170
八、在断裂研究方面的应用	173
九、在相变研究方面的应用	175
十、展望	176
参考文献	177

第一章 扫描电镜的基本原理

一、什么是扫描电镜

为了了解和研究自然现象，通常第一步是用肉眼进行观察。但是肉眼观察的能力是有限的，为了把人的视力范围扩大到微观领域，必须借助于一种观察仪器，把微观形貌放大到几十倍到几十万倍，以适应人眼的分辨能力，通常把这类仪器称为显微镜。

随着科学技术的进步，显微镜的类型和用途也不断更新和发展。但不管哪种类型的显微镜，其基本的工作原理都是相同的，即采用一种照明源，把照明源缩小成极细的照明束，以一定方式照射到被观察的试样上。根据照明束与被观察试样物质的相互作用，再把这种相互作用所发回的信息，通过成像放大系统，构成放大像，然后由人用肉眼进行观察。

根据照明源的性质、照射方式，以及从被观察对象所收回信息的性质和对信息的相应放大处理方法，通常可以分为光学显微镜（OM）、透射电子显微镜（TEM）、场离子显微镜（FIM）、场发射显微镜（FEM）和扫描电子显微镜（SEM）等。

扫描电子显微镜是一种电子光学显微镜，它是以电子束作为照明源，把聚焦到很细的电子束以扫描方式照射到试样的一个微小区域上，产生各种不同信息，然后分别加以收集和处理，从而得出该分析区域的微观形貌、结构和成分等资料的一种微观分析仪器。

扫描电镜的设计思想和工作原理，早在1935年便已提出，但由于受到当时技术水平的限制，特别是电子工业技术水平的限制，一直到1965年以后才有商品生产。由于这种显微镜是属于一种反射型和焦深大的显微镜，能直接观察厚块试样的粗糙表面，而且放大倍数范围很宽（从几倍到几十万倍连续可调），图像的分

分辨率又很高（当时是100埃，但近年作为商品生产的扫描电镜，已能达到30埃，实验室已能达到10埃），故它的商品一出现便立即受到生物学、地质学、冶金学和半导体技术等各个学科的重视。1969年，人们又相继在扫描电镜上发现了电子通道效应，并成功地结合电子探针微区域成分分析技术，使扫描电镜在观察表面形貌的同时，还能进行晶体结构分析和成分分析，因此，扫描电镜是近代最有用途的综合显微分析仪器之一。

近年来，扫描电镜正向综合性和多功能方向发展，这一方面是由于材料科学研究的需要，另一方面是由于我们对入射电子与物质的交互作用有了更深的了解，而后者正是它在各方面应用的物理基础。因此，下面我们先讨论入射电子与物质的交互作用，然后再讨论其应用原理。

二、入射电子与物质的交互作用

在扫描电镜中，照明电子束的能量范围一般在5到30千电子伏特之间。对于这种能量范围的电子束，当它沿一定方向入射到试样内时，由于受到物质中晶格位场和原子库仑场的作用，其入射方向将会发生改变，这种现象称为散射。如果在散射过程中，入射电子只改变方向，但其总动能基本上无变化，则这种散射称为弹性散射。如果在散射过程中，入射电子的方向和动能都发生改变，则这种散射称为非弹性散射。

入射电子经过多次弹性和非弹性散射后，最后可能出现如下三种情况：

（1）部分入射电子在上述弹性和非弹性散射后，其散射角大于 90° 时，重新从试样表面逸出，这部分电子称为背散射电子。

（2）部分入射电子经过多次非弹性散射后能量损失殆尽，不再产生其它效应，被试样吸收，这部分电子称为吸收电子。

（3）部分入射电子穿透试样，从另一表面射出，这部分电子称为透射电子。

根据系统的研究表明, 在入射电子的弹性和非弹性散射过程中还会产生各种信息, 现分别说明如下:

1. 卢瑟福散射

当入射电子从距离原子核附近经过时, 由于原子核的正电荷 Ze 的库仑电场作用 (Z 是原子序数, e 是电子电荷), 入射电子偏离入射方向, 但其动能仍然不变, 如图 1 所示。

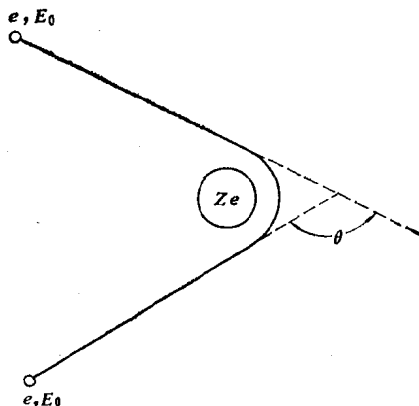


图 1 卢瑟福散射示意图

E_0 —入射电子的能量; θ —散射角

原子序数愈大, 入射电子的能量愈小, 距离愈近, 则散射角愈大。这种原子核对入射电子的弹性散射现象称为卢瑟福散射, 它是电子衍射及其成像的基础。

根据卢瑟福的散射模型, 可以证明它的散射截面可以用下式来描述:

$$\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega} = \frac{z^2 e^4}{4E^2 (1 - \cos\theta + 2\beta)} \quad (1)$$

式中 $d\sigma(\theta)$ ——为一个电子散射到散射角等于 θ 的 $d\Omega$ 立体角内的几率;

E , e ——入射电子的能量和电子电荷;

z ——原子序数;

β ——屏蔽参数。

由此可见，随着试样的原子序数增加，发生卢瑟福散射的几率也增加。

2. 轫致辐射

当入射电子穿过原子核的库仑电场时，入射电子不但方向改变，而且有不同程度的能量损失，因此速度减慢，损失的能量转变为连续X射线，这种原子核对入射电子的非弹性散射现象，称为轫致辐射。

3. 价电子激发

当入射电子和原子中的价电子发生非弹性散射作用时，会损失部分能量（几十电子伏特）。这部分能量激发价电子脱离原子，从而使原子在失掉一个电子后变成离子。这种过程，称为价电子激发，而这个脱离原子的价电子称为二次电子。在扫描电镜中，二次电子是用来产生形貌像的主要信息之一。

4. 芯电子激发

当入射电子和原子中内层电子发生非弹性散射作用时，会损失部分能量（几百电子伏），这部分能量将激发内层电子发生电离，从而使一个原子失去一个内层电子而变成离子，这种过程称为芯电子激发，而这个脱离原子内层的电子也称为二次电子。

因为内层电离使原子处于较高的能量激发态，它是一个不稳定的状态，外层电子会立即填补内层电子空位而使能量降低。如果电子空位是在K层，如图2a所示，则外层（如L₂层）电子将填补这个空位，并释放出能量 $E_K - E_{L_2}$ （ E_K ——K层电子的电离能， E_{L_2} ——L₂层电子的电离能）。这种K层电子复位过程所释放出的能量有两种方式。一种是以光量子的方式释放，即转变为该元素的特征X射线，例如图2b所示。它将放出特征能量为 $E_K - E_{L_2}$ 的K α 辐射。另一种方式是使原子继续产生电离，使同一壳层（例如L₂层）或其它更高能级壳层的电子脱离原子而变成具有特征能量的二次电子，称为俄歇电子，如图2c所示，其能量近似等于 $E_K - E_{L_2} - E_{L_2}$ ，称为该元素的KL₂L₂俄歇电子。

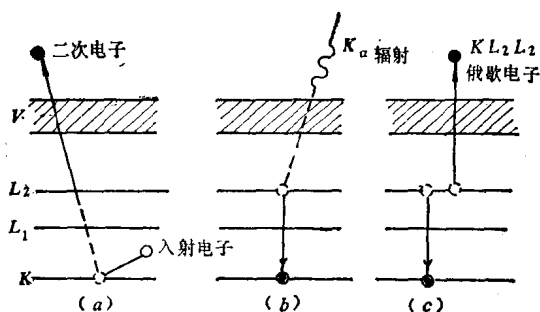


图 2 芯电子激发过程示意图

(a) K激发态的原子；(b) 产生 K_{α} 射线过程，结果在原子内部留下个电子空位；(c) 产生 KL_2L_2 俄歇电子过程，结果在原子内部留下两个电子空位

综上所述，芯电子激发及其复位过程所释放出的能量，或者产生该元素的特征X射线，或者给出俄歇电子，这两个过程是互斥事件。如果产生特征X射线的机率是 ω_x ，产生俄歇电子的机率是 ω_A ，则有如下关系存在：

$$\omega_x + \omega_A = 1 \quad (2)$$

因为特征x射线和俄歇电子均具有特征能量，且随元素而异，故我们可以利用这种信息的能谱来进行成分分析。由于 ω_x 随着原子序数的减小而减小，如图3所示，相应 ω_A 随着原子序数减小而增加故利用俄歇电子能谱分析轻元素有明显优点。与此相反，X射线能谱宜于用来分析重元素。

5. 声子激发

入射电子和晶格发生非弹性散射作用时也会损失部分能量（约0.1电子伏特的数量级），这部分能量被晶格吸收，结果，使晶格原子的振动频率增加。当晶格回复到原来状态时，将以声子的形式把这部分能量放出，这种过程，称为声子激发。在下面将要讨论到，这种非弹性散射效应是电子通道效应的主要衬度来源。

6. 等离子体激发

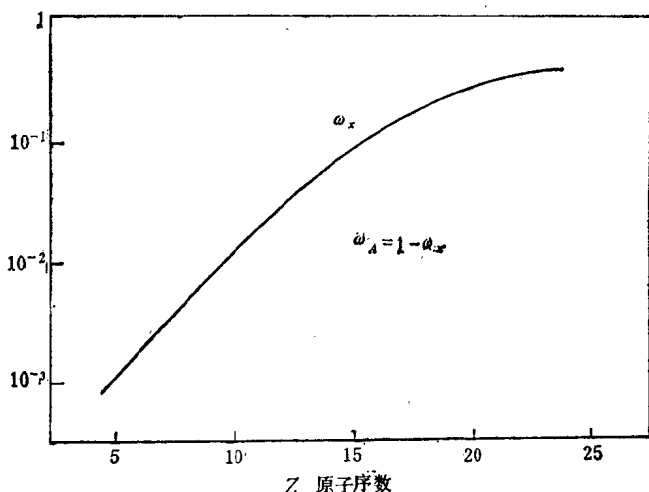


图 3 ω_x 随原子序数变化

原子在晶体内分布是长程有序的，因此，我们可以把晶体看作是一种等离子体，即一些正离子在基体上处于晶体点阵的固定位置，而价电子构成流动的电子云，漫布在整个晶体空间中，并且，在晶体空间中正离子与电子云的分布基本上能保持电中性。

当入射电子通过晶体空间时，在它的径迹周围就会破坏那里的电中性，使电子云受到排斥作用，而在垂直于径迹方向作径向发散运动。当这种径向发散运动超过电中性要求的平衡位置时，则在入射电子的径迹周围变成正电性，又会使电子云受到吸引力，向相反方向作径向的向心运动。当超过其平衡位置时，又再度产生负电性，迫使入射电子周围的电子云再作一次径向发散运动，如此往复不已，造成电子云的集体振荡现象，称为等离子激发。

入射电子导致晶体的等离子激发，也会伴随着损失部分能量（约几十电子伏特），并且这种能量损失有固定值，并随元素及成分不同而异。如果利用这种具有特征能量损失的电子成像，则称为能量选择电子显微术。

此外，对于一些半导体、磷光体和绝缘体，当入射电子进入

这些物质中，也会发生内层电子的被激发游离。这个电子在激发过程中还可以通过碰撞电离，使满带电子激发到导带中去，这样就在满带和导带内产生大量电子和空穴等自由载流子。这些自由载流子又会产生阴极发光，电子束电导和电子生伏特效应（即电动势）等。

综上所述，入射电子与物质的交互作用所产生的信息种类，可以归纳如图 4 所示。

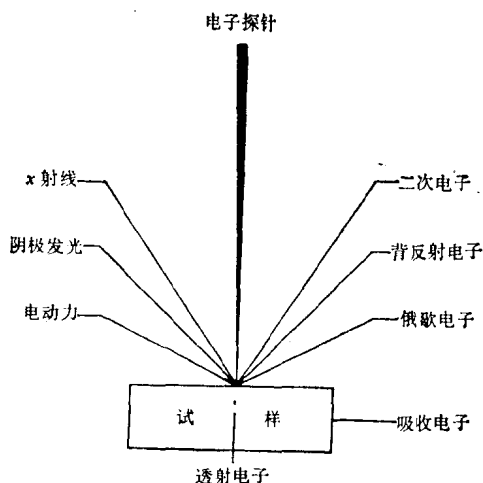


图 4 入射电子与物质交互作用所产生的信息种类

从图 4 可以看出，从试样表面逸出来的电子信息有三种，即二次电子，背反射电子和俄歇电子。其中二次电子是来源于物质中原子被激发（例如价电子激发或芯电子激发）而被电离出来的电子；背反射电子是来源于原来入射电子被物质中原子散射后又重新逸回表面的电子。因入射电子激发试样所产生的二次电子是一种级联过程，如果初生的二次电子能量比较大，则它还可以激发其它原子产生二次电子，直到最后二次电子的能量很低（30到50电子伏特之间），不足以维持此过程为止。因此，二次电子的能

量大多数是小于50电子伏特。为了实际收集不同种类的电子信息方便起见，人们通常把能量低于50电子伏特的电子归属于二次电子，而把能量大于50电子伏的电子归属于背反射电子。实际上，也存在能量大于50电子伏的二次电子，或能量小于50电子伏的背反射电子。因此，这是人为的划分，并不严格。

如果按背反射电子的角分布和能量来分，又可以分为大角度散射电子，小角度散射电子和低能损失电子。由于低能损失电子直接同入射电子与晶格相互作用的过程如声子激发过程等有关，因此，它是电子通道衬度效应的主要来源。

三、扫描电镜的工作原理

3.1 扫描电镜的基本结构

扫描电镜的基本结构如图5所示。

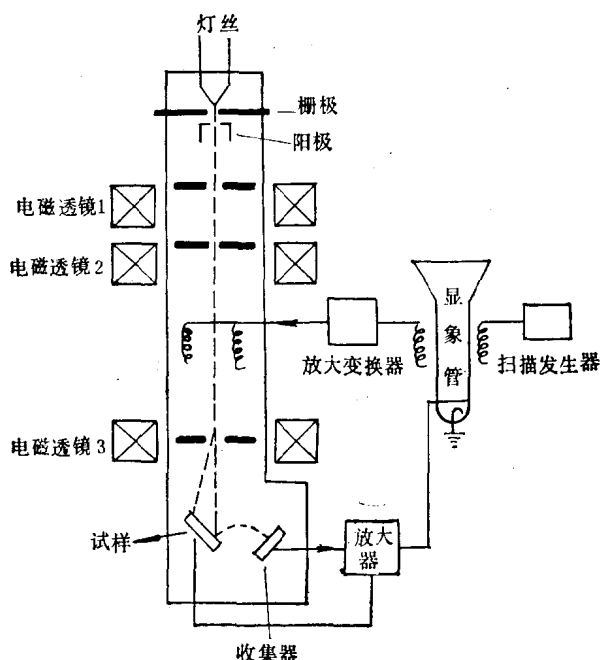


图5 扫描电镜的结构原理方框图