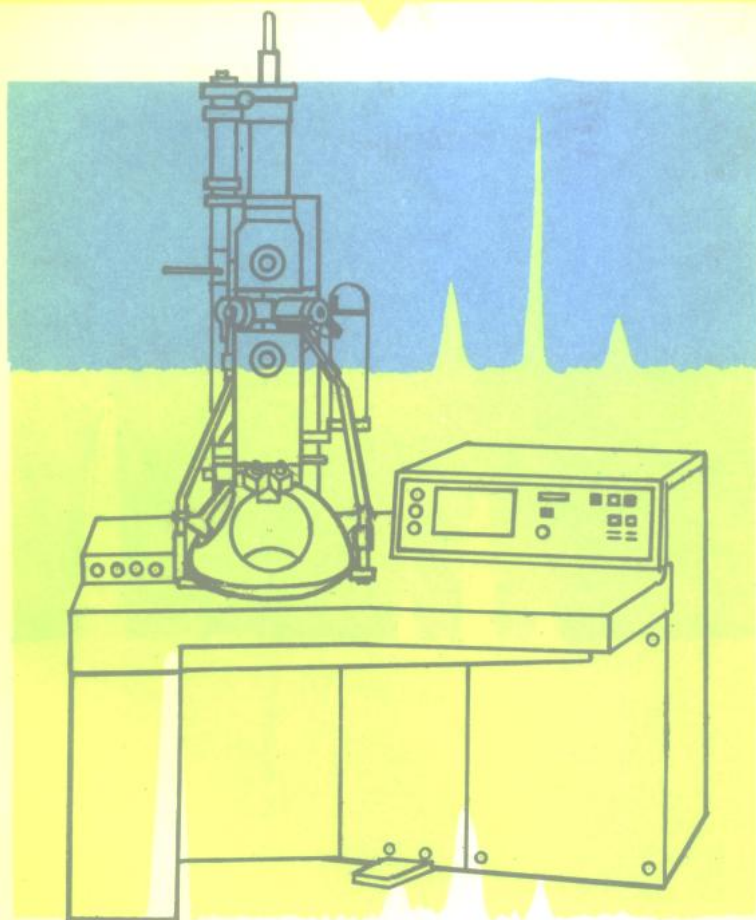


哈尔滨工业大学研究生教材

ELECTRON MICROSCOPY
TECHNIQUE OF MATERIALS



洪班德 崔约贤 主编

材料电子显微分析 实验技术

哈尔滨工业大学出版社

362883

研究生教材

材料电子显微分析实验技术

Electron Microscopy Technique of Materials

洪班德 崔约贤 主编

哈尔滨工业大学出版社

内 容 提 要

本书共包括11个实验,着重介绍材料科学领域几种常用电子显微分析仪器—透射电镜、扫描电镜、电子探针及X射线能谱仪的结构、性能、实验操作方法及其在材料微观组织结构和成分分析中的应用,以帮助读者理解各种常规的及新近发展的电子显微分析方法的基本概念和原理,掌握样品制备方法 & 实验参数的选择,并学会对各种电镜图像及信息进行识别、计算和分析。

本书可作为大专院校材料学科(金属材料、复合材料、陶瓷材料及半导体器件等专业)的研究生和本科生学习电子显微分析课程的实验指导教材,也可供科研单位及生产部门有关人员参考。

120.07

材料电子显微分析实验技术

洪班德 崔经纬 编

哈尔滨工业大学出版社出版

新华书店首都发行所发行

哈尔滨工业大学印刷厂印刷

*

开本 787×1092 1/16 印张 9.75 字数 162 000

1990 年 12 月第 1 版 1990 年 12 月第 1 次印刷

印数 1—5000

ISBN 7-5603-0272-6 /TG·17 定价 2.35 元

前 言

现代科学技术的迅速发展,要求材料工作者能够及时提供具有良好力学性能的结构材料,以及具有各种特定物理或化学性能的功能材料。而材料的性能往往取决于它的微观结构及成分分布。因此,为了改善现有材料的性能和研制新材料,必须以尽可能高的分辨能力观测和分析材料在加工及使用条件下微观结构及微区成分的变化,进而揭示材料成分-工艺-微观结构-性能之间关系的规律,建立和发展材料科学基本理论。电子显微分析技术,包括透射电镜术、扫描电镜术、电子探针及各种微区微量成分分析方法,能以比其它仪器更高的放大倍率和分辨能力,提供有关材料微观结构、晶体缺陷、断口形貌及成分分布等信息。因而电子显微分析技术已成为材料研究与生产中不可缺少的工具,并被列为“材料物理”、“金属材料及热处理”和“电子材料及半导体器件”等专业硕士研究生的必修课程。

本书是根据编者近10年来为哈尔滨工业大学金属材料及工艺系本科生和研究生讲授的“金属电子显微分析”课程中实验部分的内容编写的。书中着重介绍几种常用电子显微分析仪器的结构、性能、实验操作方法,并说明它们在材料微观组织结构和成分分析中的应用,使学生在学电镜课的过程中,进一步理解各种电子显微分析方法的基本概念和原理,熟悉仪器结构,掌握样品制备方法及实验参数的选择,并学会对各种电镜图像及信息进行识别、计算和分析。

本书可作为大专院校有关专业本科生及研究生电子显微分析课程的实验指导,也可供科研单位及生产部门有关人员参考。

本书由哈尔滨工业大学分析测试中心洪班德、崔约贤主编,王典亮、蒋大鸣、孟庆昌及刘庆参加编写。本书的第一版《金属电子显微分析实验指导》曾于1984年由哈尔滨工业大学出版社出版发行4000册,为国内数十所院校采用。此次再版前,编者对大部分实验进行了改写,并补充了一些新的实验技术。限于编者水平,错误与不当之处在所难免,敬希读者指正。

编 者

1990年1月

目 录

实 验 一	表面复型和萃取复型技术及其应用	(1)
实 验 二	透射电镜薄膜样品制备及典型组织观察	(10)
实 验 三	选区电子衍射及相机常数和磁转角标定	(18)
实 验 四	薄晶体样品倾转技术及其应用	(30)
实 验 五	晶体取向关系的测定	(36)
实 验 六	晶体缺陷的几何参量分析	(47)
实 验 七	弱束暗场技术及其应用	(59)
实 验 八	会聚束电子衍射及其应用	(65)
实 验 九	扫描电镜结构、原理及应用	(77)
实 验 十	电子探针结构、原理及应用	(89)
实验十一	能谱仪结构、原理及应用	(109)
参考文献		(133)
附 录表 1	立方晶体的晶面或晶向夹角表	(134)
表 2	可能出现重叠峰的元素和线系	(143)
表 3	常见合金相、夹杂物的晶体学数据	(144)
表 4	立方晶系 $\sqrt{N_2}/\sqrt{N_1}$ 表	(146)
表 5	元素特征X射线的波长(λ , Å)和能量(E , keV)	(148)

实验一 表面复型和萃取复型技术及其应用

一、实验目的

1. 掌握表面复型和萃取复型技术。
2. 利用选区电子衍射技术进行物相鉴定。

二、复型样品成像原理

复型样品是一种间接试样，是用中间媒介物（碳、塑料薄膜）把样品表面浮雕复制下来，通过对浮雕的观察间接地得到样品表面组织形貌。

一定能量的入射电子照射到样品上要受到样品内原子核与核外电子的作用，产生弹性散射与非弹性散射。非晶体复型样品成像主要取决于入射电子与试样中原子相互作用所产生的电子散射。电子束穿过样品时在样品厚的区域或原子序数大的区域受散射程度大，反之则小。这就是所谓的质厚衬度效应。如果在样品下方加一光阑，那么散射角大于光阑孔径角的电子被光阑挡住或吸收，而不能穿过光阑孔参与成像。散射角小于或等于光阑孔径角的电子就能穿过光阑孔参与成像，因此在荧光屏上就形成了明暗不同的衬度，产生了样品的图像。图 1-1 为复型样品成像示意图。

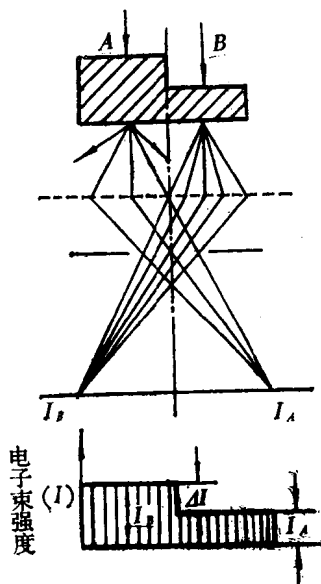


图 1-1 复型样品成像示意图

三、复型样品制备技术

1. 对金相试样的要求

电镜的高分辨本领使它能够显示出金属组织的微细特征。为使组织微细特征不在制备试样时失真，对金相试样的制备要求严格。否则会造成假像影响对观察结果的分析。试样要细心磨制，仔细抛光，力求避免产生微小的磨痕及变形层。浸蚀剂与做金相试样时所用的浸蚀剂相同，浸蚀应浅些，这样可保留组织细节。如果浸蚀过重就可能引起相界、晶界的过浸蚀，导致失真、脱落，甚至会出现腐蚀坑等假象。

2. AC纸的制作

AC 纸就是醋酸纤维素薄膜，是用 6 % 醋酸纤维素丙酮溶液制作的塑料薄膜。为了使 AC 纸质地柔软、渗透性强并具有蓝色，在所配制的溶液中再加入 2 % 磷酸三苯脂和几粒

甲基紫。

待醋酸纤维素在丙酮中溶解后将其倒在干净、平滑的玻璃板上，倾斜转动玻璃板，使溶液均匀展开。然后用玻璃钟罩扣上，让钟罩下边与玻璃板间留有一定间隙以便于丙酮挥发。大约经过24小时后AC纸干透，用小刀片轻划AC纸边缘，小心揭下即可。

3. 塑料—碳二级复型

塑料—碳二级复型由于其制备过程不损坏金相试样表面，重复性好，供观察的第二级复型—碳膜导电、导热性好，在电子束照射下较为稳定，因而得到广泛的应用。具体制备工艺如下：

1) 在样品表面滴一滴丙酮，然后贴上一片与样品大小相近的AC纸。注意不要留下气泡或皱折。待AC纸干透后小心揭下，反复贴AC纸3~4次以去除腐蚀产物，将最后一块AC纸留下。这块AC纸就是所需要的塑料一级复型，见图1-2(a)。

2) 将AC纸复型面朝上平整地贴在衬有纸片的胶带纸上，见图1-2(b)。

3) 将复型放入真空镀膜机真空中，让投影重金属的蒸发源与复型成一定角度，角度视表面凸凹而定，通常在 $15^{\circ}\sim 45^{\circ}$ 之间。常用的投影材料有铬、锗、金、铂、钨以及铂—钯合金。投影的目的是提高质厚衬度效应增加立体感。投影后再沿垂直方向喷镀一层碳，见图1-2(c)。为估量投影及喷碳的厚度可将滴有扩散泵油的白瓷片放入真空中，当无油处白色瓷片变成浅褐色时为宜。

4) 将醋酸纤维素—碳复合膜剪成小于 $\phi 3\text{mm}$ 小片投入丙酮中见图1-2(d)。待醋酸纤维素溶解后，用镊子夹住铜网将碳膜捞起。如果碳膜卷曲，可将其捞入蒸馏水中，靠水的表面张力把卷曲的碳膜展开，然后再用铜网捞起放到滤纸上吸干水分为止，见图1-2(e)。

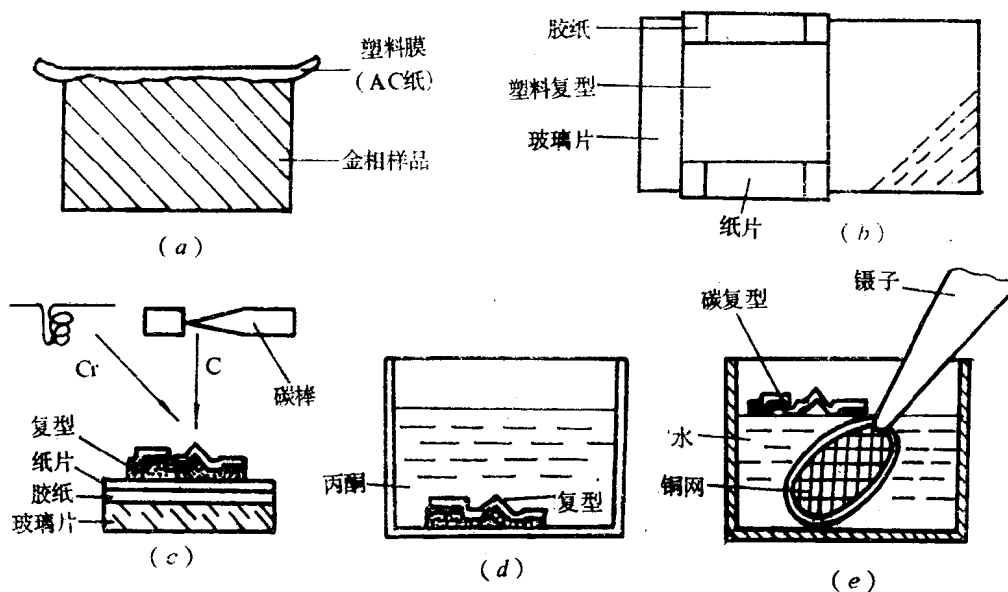


图 1-2 塑料—碳二级复型制备方法示意图

四、复型在金相分析中的应用

1. 钢中典型组织的观察

1) 屈氏体 屈氏体是铁素体和渗碳体两相层片状混合物。在光学显微镜下呈黑团状，分不出层片。复型样品图像中层片状十分清晰，可用来准确地测量渗碳体片间距，见图 1-3。

2) 上贝氏体 上贝氏体由条状铁素体以及分布在其间的断断续续细杆状渗碳体组成。渗碳体分布的方向大体上与铁素体生长轴平行。光学显微镜下看不到贝氏体中碳化物形态，而复型样品碳化物形态清晰可见，见图 1-4。

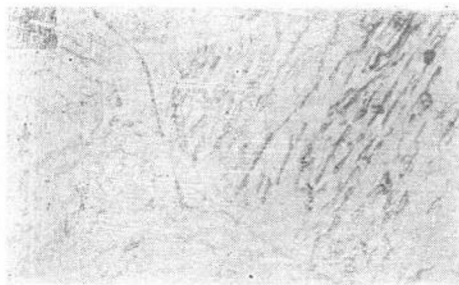
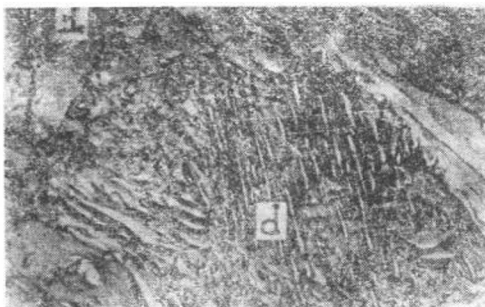


图 1-3 20钢显微组织屈氏体(P)和铁素体(F)7300× 图 1-4 28Cr₃SiNiMoWVA940°C奥氏体化空冷 7200×

3) 下贝氏体 下贝氏体由铁素体和碳化物组成，呈片状。光学显微镜下呈黑针状。观察复型组织碳化物呈细片状、颗粒状排列成行与铁素体长轴相交成55°~60°，见图 1-5。

4) 板条马氏体 板条马氏体是在低碳钢、中碳钢、马氏体时效钢、不锈钢等铁系合金中生成的一种典型马氏体组织。光学显微镜下的组织特征是尺寸大致相同平行排列的板条马氏体群组成。复型观察一束束板条清晰可见，由此可以测量板条马氏体板条的宽度和长度，见图 1-6。

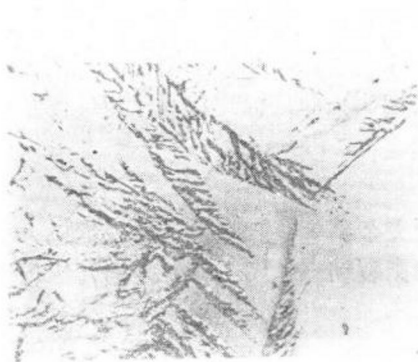


图 1-5 GCr15 1050°C奥氏体化，320°C等温30分
淬水 2000×



图 1-6 40Cr1250°C加热、1200°C锻造、
75%形变、840°C保温1小时淬水 10000×

2. 化学热处理渗层组织观察

在电镜下观察化学热处理零件的渗层组织与测量其层深是十分有效的。但由于复型样品边缘碳膜折迭、破碎、卷曲，往往不容易得到完整的表层复型。为了得到较为完整的渗层复型，在制备金相试样时将表层紧紧贴夹铜片、镍片或环氧树脂，然后磨、抛

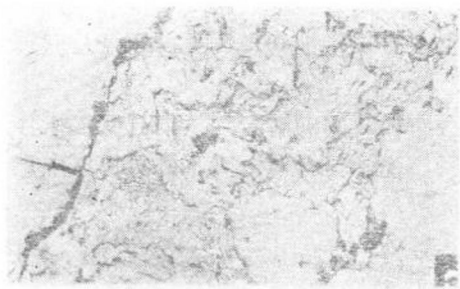


图 1-7 30CrMnTi 碳氮共渗黑色组织 3570×

光、腐蚀并其将制成复型样品。在观察时只要找到铜或镍的复型就可找到渗层的最表层，因而能够观察从表面到心部组织变化和测量其层深，见图 1-7。图中箭头所指边缘即为 Cu 片与渗层最表面交界面。

3. 大型零件组织的复型观察

大型零件出故障后，为了分析原因找出补救措施，可在现场做复型。把零件局部抛光、腐蚀、贴AC纸，取下复型后拿回实验室做投影喷碳、制成样品，观察组织分析故障原因。这种方法既方便，又不损坏零件。

五、典型断口的形貌观察

尽管扫描电子显微镜在断口分析中得到了广泛的应用，但由于分辨率的限制使得许多细节模糊不清。而复型样品可清晰地反映微细组织，为更深入地认识断口特征、性质，揭示断裂过程机制提供了更多信息。断口复型样品的制备方法与金相复型相同，但AC纸要稍厚，投影角度稍大（ $30^{\circ}\sim 45^{\circ}$ ）。

1. 解理断裂断口

河流花样是解理断口的微观特征。金属与合金的解理断裂不是沿一个解理面，而是沿着互相平行的许多解理面扩展。不同解理面间的台阶形成的条纹象河流状，因而被称为河流花样，见图 1-8。图中A为解理台阶，B为河流花样，C为倾斜晶界。

2. 准解理断口

准解理断口是介于解理断口与韧窝断口之间的一种断口。它近似于解理断口，具有解理舌、台阶、脊线等，但又具有较大的塑性变形。在具有河流花样小平面的周围有撕裂岭，见图 1-9。图中大箭头所围区域为准解理，小箭头指的是河流花样，裂纹源位于准解理断面中央的右下侧。

3. 韧窝断口

韧窝断口微观形貌是韧窝，在韧窝内经常可看到夹杂物等第二相粒子。根据应力状态的不同呈现三种形状韧窝：等轴韧窝，剪切韧窝和撕裂韧窝。图 1-10 是通常出现于拉伸断口剪切唇上的剪切韧窝。

4. 疲劳断口

疲劳断口由疲劳源区、疲劳扩展区与瞬时断裂区组成。疲劳扩展区的主要微观特征是疲劳条纹。在铝合金中具有明显的条纹特征。在体心立方与密堆六角系金属的疲劳断口

上不大容易看到疲劳条纹。在疲劳断口上有时还可看到轮胎花样等微观特征。图1-11为疲劳辉纹。

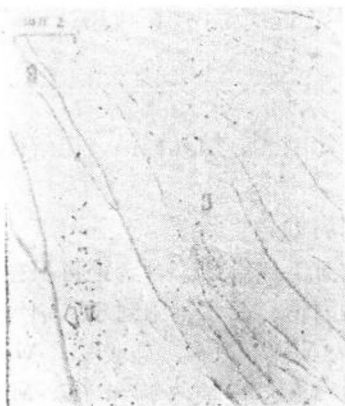


图 1-8 解理断裂断口



图 1-9 AISI410不锈钢准解理断口

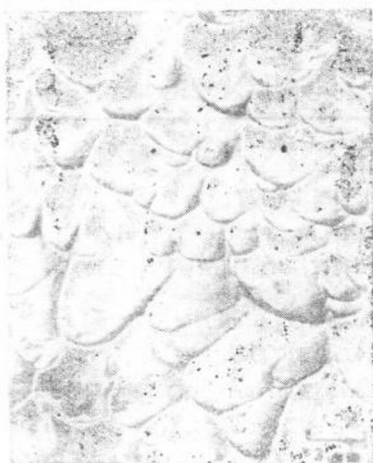


图 1-10 低合金钢剪切韧窝断口 3800×

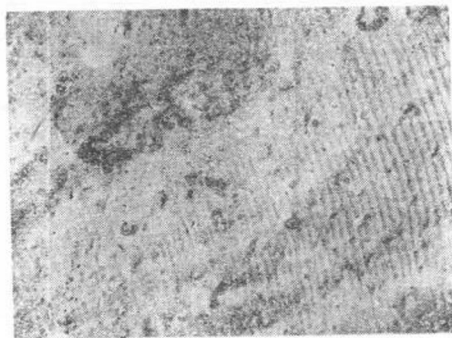


图 1-11 LC4T6疲劳断口淬火+120°C时效24小时 10000×



图 1-12 37SiMnCrMoV沿晶断口 6500×

5. 沿晶断口

沿晶断裂多属脆性断裂，晶粒细小时宏观断口为结晶状，粗大时为颗粒状。微观断口为冰糖状，象棱面清楚的石粒，具有明显的多面体特征，见图 1-12。

六、萃取复型技术及其应用

1. 萃取复型的特点

萃取复型就是用复型材料（如碳等）在复制基体组织形貌的同时，把第二相或夹杂物直接拔取下来，这样不仅可以通过复型样品上的凸凹不平反映基体组织，而且还能直接观察夹杂物或第二相粒子大小、形貌、分

布以及通过衍射研究它们的点阵类型和晶体结构。由于是直接观察复型上的实物，因此分辨本领有很大提高；同时由于实物部分和复型部分之间电子散射能力相差很大，所以极大地提高了像的衬度。因此萃取复型技术在物相研究中得到了广泛应用。

2. 萃取复型技术

1) 喷碳萃取复型技术

(1) 制备金相试样：按一般金相样品的制备方法磨光、抛光样品。电解抛光规范见表 1-1。

(2) 按合金的种类不同选择适当浸蚀剂进行深腐蚀。

常用的腐蚀方法有两种：化学腐蚀与电解腐蚀。对于碳素钢、合金钢可根据具体情况选用一般常用的金相腐蚀剂，如硝酸酒精、苦味酸酒精、王水、维列尔试剂等。对于稳定夹杂物（包括 Al_2O_3 ， $\text{FeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ， Cr_2O_3 ， $\text{FeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{NiO}$ ，硅酸盐， AlN ， NbS 等）用 $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_3\text{PO}_4 : \text{H}_2\text{O} = 1:3:1$ 的试剂；对于不稳定性夹杂物如 $(\text{Fe} \cdot \text{Mn})\text{O}$ ，

$(\text{FeMn})\text{S}$ 等，可选用中性电解液。表 1-1 给出一些材料的具体电解腐蚀规范。电解腐蚀法常使晶界腐蚀过深，对以后操作不利，使用时必须严加注意，在观察晶界析出物时尽量不采用此法。

表 1-1 萃取复型用的金属材料的电解腐蚀规范

材 料	保 留 相	电 解 腐 蚀 液
Ni 基合金	r'	(1) 20% 磷酸水溶液 (2) 5ml 氢氟酸 10ml 甘油 85ml 乙醇 (3) 12ml 磷酸 47ml 硫酸 41ml 硝酸
	微量相 TiN M_{23}C_6 等	(1) 33ml 氢氟酸 67ml 甘油 (2) 10% 无溴水甲醇溶液 (3) 100ml 总量中：5ml 氢氟酸 10ml 甘油 10~50ml 乙醇，余量为水 (4) 3份甘油 2份氢氟酸，1份硝酸 (5) 2ml 硫酸 98ml 水 (6) 5~10% 磷酸水溶液
Fe-Ni 基合金	$(\text{Ti Cr W})\text{C}$, AB_2	50ml 盐酸 1050ml 甲醇 10ml 甘油
	M_{23}C_6 M_7C_6 r' 等	5ml 盐酸 1克苦味酸，100ml 酒精
Fe-Ni-Cr 合金	微 量 相	(1) 10% KOH 水溶液 (2) 60ml 硫酸 30ml 磷酸 10ml 水 (3) 15ml 硫酸 60ml 磷酸 10克 CrO_3 (4) 80ml 磷酸 20ml 水
Fe-Cr-Al 合金	M_{23}C_6 M_7C_3 Al_2O_3 Cr_2O_3	10% 盐酸 2% 柠檬酸 20% 氯化钠
	稀土化合物	2~3% NaCl 1% EDTA (乙胺四乙酸二钠)
Fe-Cr 合金	时效硬化相	(1) 2% 硫酸水溶液 (2) 3份甘油 3份盐酸 1份硝酸 (化学腐蚀)

(3) 用酒精棉轻轻擦洗样品表面以去除腐蚀产物。

(4) 将试样放入真空镀膜机中喷碳, 喷碳时转动试样以使碳复型致密地包住夹杂物或析出物。若喷碳后试样表面呈现出钢在 300°C 左右所呈现的回火蓝色, 则说明喷碳厚度符合要求。有时为增加衬度, 在喷碳前先对试样投影铬 (Cr)、金 (Au) 等重金属元素。如需要作内标时可先在金相试样或断口上喷金或其它内标物质。

(5) 用刀尖将试样表面的碳膜分割成小于铜网尺寸的小格, 并用小锉刀将喷碳面四周的碳膜除掉。

(6) 电解脱膜 用电解的方法将碳膜脱掉。电解脱膜时要根据金属材料 and 所要萃取的第二相来选择电解液, 通常用与腐蚀金相组织相同的溶液电解, 但浸蚀第二相的溶液不能使用。

电解脱膜时电流密度要适当, 电流过大形成大量气泡, 会使碳膜碎裂。一般取电解抛光电流密度的下限值。这个电流密度可以通过实验确定, 将试样未喷碳一端放到电解液中并通电, 如果试样表面变黑, 表明样品表面被腐蚀; 增加电流密度直到试样表面生成一种黄绿色的粘膜为止, 把试样取出洗去粘膜, 试样表面变亮, 说明试样表面被抛光了。电解脱膜时就采用这个抛光条件的下限电流强度。

电解脱膜时试样做阳极, 不锈钢片做阴极, 把试样放置在电解液的下部与液面平行, 试样浸入深度要适当。电解脱膜装置示意图见图 1-13。

为保证萃取下来的碳复型不碎, 可把 2% 的火棉胶醋酸戊酯溶液滴到喷碳面上, 甩掉多余的胶液, 干后用针尖划成小格, 就可以进行电解萃取; 也可以用 5% 左右的醋酸纤维素丙酮溶液保护碳复型, 作法同上。把萃取下来的碳复型捞到丙酮液中, 清洗两遍就可以捞出观察。

(7) 将脱下的碳膜捞入腐蚀组织时所用的腐蚀剂中停留 10 分钟, 以溶掉碳膜上的腐蚀产物。

(8) 在酒精中清洗脱落下来的碳膜, 捞到铜网上, 放到滤纸上干燥后观察。

图 1-14 是制备碳萃取复型过程的示意图。

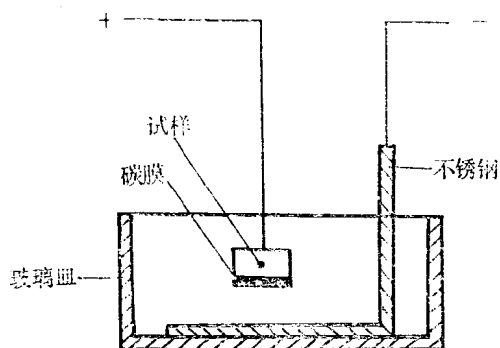


图 1-13 电解脱膜装置示意图

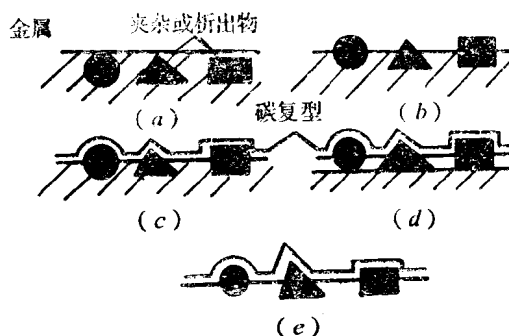


图 1-14 碳萃取复型法

(a) 金相试样 (b) 腐蚀后的金相试样 (c) 表面喷上碳复型
(d) 脱膜后夹杂物或析出物自金相试样内脱出
(e) 含有夹杂物或析出物的最终萃取复型

图 1-15 是 30CrMnSi 钢电解脱膜碳萃取复型。电解脱膜规范的电压是 20~25V, 电流是 0.1~0.2A。

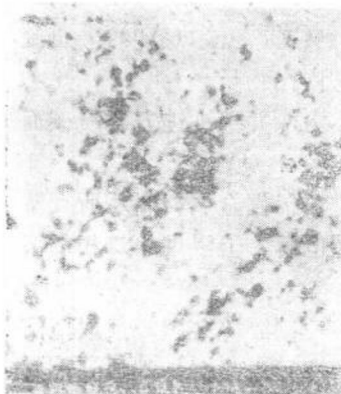


图 1-15 30CrMnSi 钢电解脱膜碳萃取复型。

2) 大块沉淀相或夹杂物的萃取复型技术

用此方法可以把尺寸 $10\mu\text{m}$ 左右的沉淀相或夹杂物萃取下来, 工序如下:

(1) 按照一般金相样品的制备方法抛光试样后, 用相应的腐蚀剂对样品进行轻腐蚀 (如用 3% 硝酸-酒精溶液腐蚀大约 5 秒) 见图 1-16(a)。

(2) 逐步延长腐蚀时间 (0.5 分、1 分、2 分...) 并在光学显微镜下检查腐蚀效果, 直到大颗粒表面露出大约 $5\mu\text{m}$ 为止, 见图 1-16(b)。

(3) 用乙醇清洗被腐蚀的表面, 然后用热风干

(4) 把低浓度的聚醋酸甲基乙烯酯 (Formvar) 溶液滴到试样上, 多余部分用滤纸吸干, 见图 1-16(c)。

(5) 再滴火棉胶增加覆盖层厚度, 见图 1-16(d)。

(6) 在干燥器内干燥 15 分钟后, 用刀片轻划试样周边, 对试样哈气, 然后用镊子将膜干剥下来, 见图 1-16(e)。

(7) 在光学显微镜下观察复型, 检查萃取效果。

(8) 把复合膜剪成小块安放在铜网上。

(9) 用醋酸戊酯溶掉火棉胶膜, 干燥后可供观察。

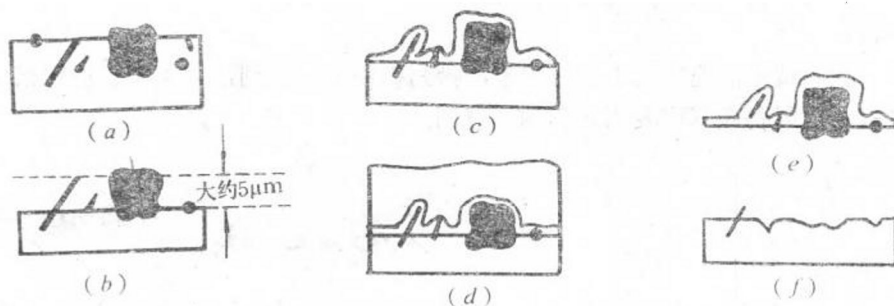


图 1-16 大块沉淀相或夹杂物萃取复型示意图

(a) 轻腐蚀后的金相试样 (b) 深腐蚀后的金相试样 (c) 表面 Formvar 复型 (d) 火棉胶补强后的复型

(e) 溶掉火棉胶膜后含有大块沉淀相或夹杂物的萃取复型 (f) 萃取后的金属表面

3. 萃取复型的应用

应用萃取复型技术可观察夹杂物或第二相粒子的大小、形态、分布以及通过衍射研究它们的点阵类型和晶体结构。

在任何一种合金钢中都或多或少地存在着一些非金属夹杂物。在外力作用下由于它们和基体之间性能上的差异, 一般常在它们和基体的界面处产生很大应变, 随之形成微裂纹, 在材料断裂后, 它们一般还保留在断口表面上, 用光学显微镜无法查出小尺寸夹杂物。

用萃取复型方法萃取到断口复型上，在观察形貌的同时就可以利用电子衍射技术对它们进行物相鉴定，即定出它们的晶体结构。这样就会很容易地把造成断裂的夹杂物大小、分布和结构查出来。如果在透射电镜上再配能谱仪还可查出夹杂物的成分。

作晶体取向关系分析时选区光阑内除基体之外往往有几个沉淀相同时存在，给衍射花样分析工作带来一定困难。通过材料、工艺、热处理制度分析后可以确定存在相的类型。用萃取复型技术分别萃取不同的沉淀相，分析沉淀相的大小、形态、分布及结构，为晶体取向关系分析工作提供信息。

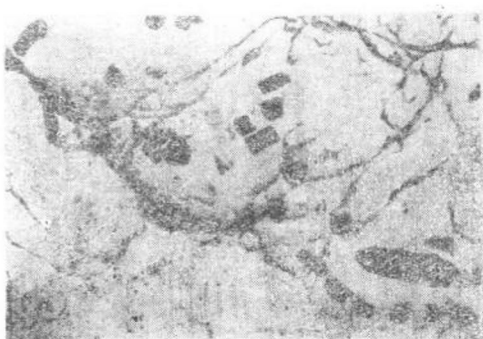
1) 夹杂物形态、分布及晶体结构

材质：18Cr2Ni4W4

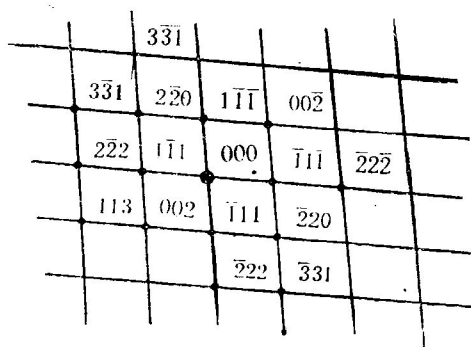
工艺：1400℃40分灰冷，950℃40分空冷，480℃3小时回火，碳萃取复型。

组织：回火脆性断口，方块状夹杂物分布在沿晶断裂部位，衍射分析确定为TiN。

右下方解理断裂部位无TiN析出。



(a) 图象



(b) 指标化

图 1-17 18Cr2Ni4W4钢回火脆性断口上的TiN及TiN斑点指标化

2) 第二相形态及分布

材质：Cr12MoV

工艺：1050~1100℃锻造，锻后退火并在 860℃保温2小时，炉冷至 500~600℃ 再空冷后的组织。碳萃取复型，10%硝酸—酒精电解脱膜。

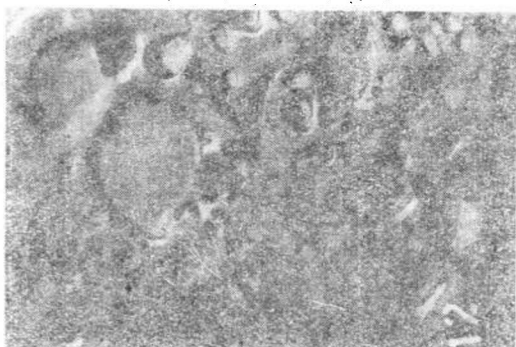


图 1-18 Cr12MoV锻后退火组织萃取复型 11000×

从图1-18中可以清楚地看到萃取下来的碳化物（黑色颗粒）及没有被萃取下来的碳化物复型。

七、实验报告要求

简述塑料—碳二级复型及萃取复型制备过程及应用。

实验二 透射电镜薄膜样品制备 及典型组织观察

一、实验目的

1. 掌握金属薄膜制备的工艺过程。
2. 学会分析钢的典型组织图像。

二、金属薄膜衍衬成像原理

复型的方法仅能复制样品表面外貌，不能揭示晶体内部组织结构。由于受复型材料粒子尺寸的限制电镜的高分辨本领不能充分发挥。萃取复型虽然能对萃取物作结构分析，但对基体组织仍然是表面形貌的复制。而由金属材料本身制成的金属薄膜样品具有很多优点：

1. 可以最有效地发挥电镜的极限分辨能力。
2. 能够观察和研究金属与合金的内部结构和晶体缺陷，并对同一微区进行电子衍射的研究，把相变与晶体缺陷联系起来。
3. 能够进行动态观察，研究在变温情况下相变的生核长大过程，以及位错等晶体缺陷在应力下的运动与交互作用。因而在透射电镜下直接观察金属薄膜样品的方法得到了广泛应用和发展。

金属薄膜的衍衬成像是由晶体样品上不同部位的结构或位向不同引起衍射强度的差异而形成的图像。影响电子衍射的因素都会引起衬度的差别。当电子束穿过金属薄膜时，若某一 (hkl) 晶面处于或接近布拉格条件，则会产生 (hkl) 衍射，在物镜的背焦面上将得到衍射花样。如果入射束强度为 I ，衍射束强度为 I_D ，在忽略吸收的情况下，透射束强度为 $(I - I_D)$ ，比不产生衍射时弱。晶体取向愈接近布拉格的位置，衍射束愈强，透射束愈弱。如果只让透射束通过光阑成像（明场像），由于试样各处衍射强度不同，就会在荧光屏上产生衬度，即满足布拉格条件区域呈暗像。如果只让衍射束穿过光阑成像（暗场像）则满足布拉格条件区域呈明亮的像，其它区域呈暗像。显然，明场像与暗场像衬度正好相反。

现以单相的多晶体金属薄膜样品为例，说明如何利用衍衬成像原理获得图像的衬度。参看图 2-1，设想薄膜内有两颗晶体学位向不同的晶粒A和B。在强度为 I_0 的入射电子束照射下，B晶粒的位向满足“双光束条件”，即晶粒的某一 (hkl) 晶面组与入射方向构成精确的布拉格角 θ_B ，而其余的晶面组均与衍射条件存在较大的偏差。那么，

强度为 I_0 的入射电子束在 B 晶粒区域经过散射之后,将成为强度为 I_{hkl} 的衍射束和强度为 $(I_0 - I_{hkl})$ 的透射束两个部分。 A 晶粒内所有的晶面组均与布拉格条件存在较大的偏差,所有衍射束的强度均可视为零。于是, A 晶粒区域透射束强度仍近似等于入射束强度 I_0 。

若在物镜的背焦面上加进尺寸足够小的物镜光阑,把 B 晶粒的 (hkl) 衍射束挡住,而只让透射束通过光阑孔成像,则两颗晶粒的亮度不同,因为 $I_A \approx I_B$, $I_B \approx I_0 - I_{hkl}$,于是形成不同的衬度。

若晶体中存在缺陷,例如晶界、位错、层错、第二相颗粒等,由于这些微观缺陷造成微小区域内晶面取向不同,所以衍射强度也不同,因此能够利用衍衬效应观察到这些缺陷。

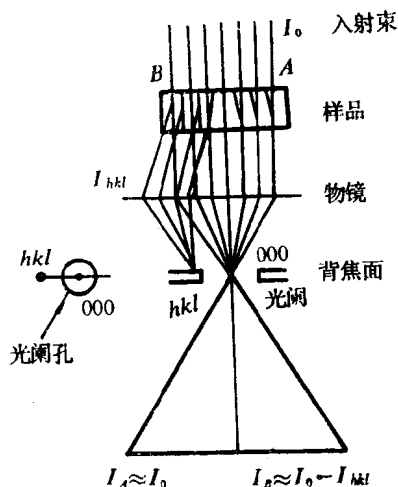


图 2-1 衍衬成像示意图

三、薄膜样品的制备

用于透射电镜下观察的试样厚度要求在 $500 \sim 2000 \text{ \AA}$ 之间,制备这种试样的方法概括起来可分成两大类:一类是双喷电解抛光腐蚀法,另一类是离子薄化法。双喷电解抛光法用于能用电解抛光腐蚀方法减薄的金属样品。离子薄化法用于不能用电解抛光腐蚀法减薄的样品,例如陶瓷样品、矿物、多层结构材料、粉末颗粒等。

1. 双喷电解抛光法

1) 装置:此装置由电解冷却与循环部分、电解抛光减薄及观察样品三部分组成。图 2-2 为双喷电解抛光装置示意图。

(1) 电解冷却与循环部分:通过耐酸泵把低温电解液经喷嘴打在样品表面。低温循环电解减薄不使样品因过热而氧化,同时又可得到平滑而光亮的薄膜,见图 2-2 中 1 及 2。

(2) 电解抛光减薄部分:电解液由泵打出后通过相对的两个铂阴极喷嘴喷到样品表面。喷嘴口径为 1mm ,样品放在聚四氟乙烯制作的夹具上,见图 2-3。样品通过直径为 0.5mm 的铂丝与不锈钢阴极之间保持电接触,调节喷嘴位置使两个喷嘴位于同一直线上,见图 2-2 中 3。

(3) 观察样品部分:电解抛光时一根光导纤维管把外部光源传送到样品的一个侧面。当样品刚一穿孔时,透过样品的光通过在样品另一侧的光导纤维管传送到外面的光电管,切断电解抛光射流,并发出报警声响。

2) 样品制备过程

- (1) 线切割:从试样上线切割下 0.3mm 薄片。
- (2) 将 0.3mm 薄片冲成直径为 $\phi 3\text{mm}$ 的试样。
- (3) 将 $\phi 3\text{mm}$ 薄片在水磨金相砂纸上磨薄到 $0.1 \sim 0.2\text{mm}$ 。

(4) 电解抛光减薄：把无锈、无油、厚度均匀、表面光滑、直径为 3mm 的样品放入样品夹具上（见图2-3）。样品与铂丝要接触良好，将样品夹具放在喷嘴之间，调整样品夹具和喷嘴位置，使 $\phi 3\text{mm}$ 小试样与喷嘴在同一水准线上喷嘴与样品夹具距离大约 15 毫米左右，并使光导纤维管对着 $\phi 3\text{mm}$ 试样。调整电解液流量使之能喷射到样品上。需要在低温条件下电解抛光时，可在电解液中放入干冰或液氮，一般温度控制在 $-20\sim -40^{\circ}\text{C}$ 左右，或采用半导体冷阱等专门装置。最有利的电解抛光条件可通过在电解液温度及流速恒定时，做电流-电压曲线确定。双喷抛光法的电流-电压曲线一般接近于直线，如图 2-4。对于同一种电解液，不同抛光材料的直线斜率差别不大。很明显，图中B处条件符合要求，可获得大而平坦的电子束所能透射的面积。表 2-1为某些金属材料双喷电解抛光规范。

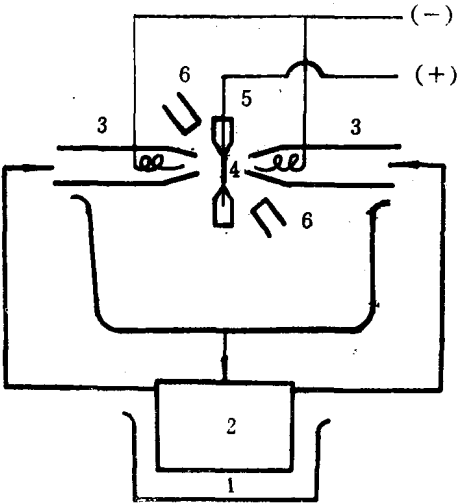


图 2-2 双喷电解抛光装置原理示意图
1. 冷却装置 2. 泵、电解液 3. 喷嘴
4. 试样 5. 样品架 6. 光导纤维

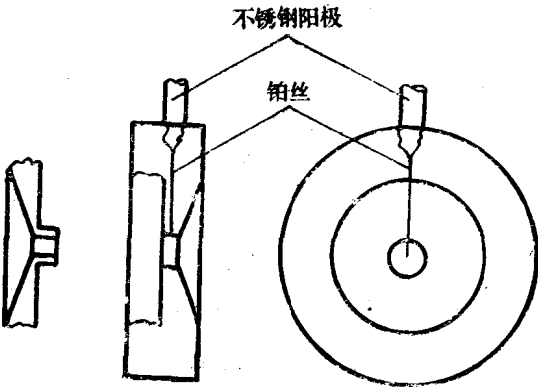


图 2-3 样品夹具

表 2-1 某些金属材料双喷电解抛光规范

材 料	电 解 液	技 术 条 件	
		电 压(V)	电 流(mA)
碳钢和低合金钢	5% 高氯酸 + 95% 酒精 - $(20-30)^{\circ}\text{C}$	75~100	50~75
不锈钢	5% 高氯酸 + 95% 酒精 - $(20-30)^{\circ}\text{C}$	75~100	50~75
Ti-51.8%Ni形状记忆合金	20% H_2SO_4 + 80% 甲醇室温	25~30	20
铝及铝合金	30% HNO_3 + 70% 甲醇 - $(20-30)^{\circ}\text{C}$	20~30	400

(5) 最终制成的样品如图 2-5 所示。样品制成后应立即把样品夹具投入酒精中清洗。然后打开试样夹并用镊子夹住样品边缘，在酒精中再进行 4~5 次漂洗，以免残