

电子显微镜图像分析原理与应用

黄孝瑛 著



学苑出版社

电子显微镜图像分析原理与应用

黄孝瑛 著



宇航出版社

9010044
~~3000144~~

内 容 提 要

本书系统地介绍了透射电子显微镜图像衬度的形成原理和实验分析技术。第一章简要论述电子衍射原理和衍射谱的分析方法。第二、三章叙述成象的运动学和动力学理论。以后各章详细介绍从电镜照片来分析各种微观组织的方法。

本书理论联系实际,实例丰富,是电镜工作者、材料工作者和有关专业大学本科学生和研究生的实用教材和参考用书。

2815124

电子显微镜图像分析原理与应用

黄孝瑛 著

责任编辑:崔素言

☆

宇航出版社出版

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经销

中国科学院印刷厂印刷

☆

开本:850 × 1168 1/32 印张:16.5 字数:428 千字

1989年9月第1版第1次印刷 印数:1-1500册

ISBN 7-80034-206-9/TB·048 定价:9.40 元

序

黄孝瑛同志继编著《透射电子显微学》之后，又写作了这本《电子显微镜图像分析原理与应用》，是对我国材料研究和电子显微术应用的又一重要贡献。作者在四分之一世纪里，随着电子显微术特别是衍衬技术及其在材料中应用的发展，不断积累、总结了丰富的理论和实践经验；不辞辛苦，通过讲学，把自己的经验传授给别人，取得了很好的效果。

材料是人类文明的基础，材料的研究和发展更是现代科学技术，如计算机、通讯、控制、核能、航天等得以出现的根本条件。近 30 年中电子显微仪器、成像和成分分析理论和实验技术的进展，特别是衍衬技术和分析技术的发展，已使其成为测定和研究从微米到原子尺度范围内材料组织、结构和成分以及它们的运动和变化规律的主要方法；是材料科学的重要实验手段，并且还在不断发展提高；已成为材料科学三大支柱——电子理论、晶体缺陷理论和电子显微分析技术——之一。

在这些发展中，衍衬技术尤其占有突出地位。它所得到的图像，蕴藏了丰富的信息，涉及到材料特别是晶体材料微观结构的各个方面，但是这些信息常常并非仅靠直观的观察所能提供，必须掌握相应的理论和优秀的实验技术才能有效地加以运用。

在党和全国人民，甚至各国人民和专家的支持下，我国已经装备了不少世界第一流的电子显微装置，但是我们的成果除个别地方外，与世界水平，甚至相对于陈旧仪器所取得的水平相比，还有相当差距。这当然有各种原因，如工业水平，课题的支持方向，辅助的条件等等，都存在一定问题，但缺乏充分踏实的实验

实践和扎实深入的理论训练，则是最重要的原因之一。

我国有关材料科学与工程各专业大学生、研究生的许多课程及其教材，内容常常过多、过深、过杂，在有限的时间内，学生难以对基本要求，经过消化，彻底掌握，同时又缺乏适合我国国情的好的参考读物，以使优秀学生能够自学提高，培养其独立思考能力和创造精神。要发展新材料，改进旧材料，要在材料科学与工程这一领域有所创新，靠食谱炒菜、按图谱看相的“两谱法”，虽然也会取得一些成果，但进展总是费财费力，耽误珍贵的人力青春。尽快提高我国研究和发展材料的方法水平，是摆在材料科学工作者面前的急迫任务，其中包括编、译出版高水平的专著、教材和参考资料。这样的书需要作者具有丰富的实践经验、深入的理论思索和明确的中心思想，无疑这要付出巨大的劳动。

本书至少已体现了部分这些要求，它不仅给读者以很好的引导，奉献了作者自己的丰富经验，还向他们提供了思考的材料。

Francis Bacon (1561-1626) 说过: Some books to be tasted, others to be swallowed, and some few to be chewed and digested. 如果我们有许多书不幸成了考试前 Swallow 的对象，我们希望，为了提高我们材料科学技术的水平，将会有些人把这本书 Chewed and digested，并进一步发展和有所创造。Reading furnishes the mind only with materials of knowledge, it is thinking makes what we read ours. (J. Locke 1632-1704)

柯俊

1989年4月29日

前 言

从1931年6月鲁斯卡(E. Ruska)在德国柏林工业大学诺尔(M. Knoll)教授的实验室建成第一台电镜算起,电子显微学的建立与发展,已经整整55年了。今天,其理论体系、实验技术、分析方法,都已相当成熟。就其应用来说,已渗透到固体物理、固体化学、固体电子学、材料科学、地质矿物、晶体学和生物医学等各个方面。已经成为有其自身体系的独立学科。

电子显微学和电镜技术在近代科学技术中的地位和作用是人所公认的。鲁斯卡教授在电子光学和研制成世界上第一台电镜方面的开拓性工作,被誉为本世纪最重要的发现之一,他因此荣获1986年诺贝尔物理奖。与鲁斯卡同时获得1986年诺贝尔物理奖的另外两位科学家,是宾尼格(G. Binnig)和罗勒(H. Rohrer),他们获得这一殊荣,也是因为他们于1982年发明了一种新型电子显微镜——扫描隧道电子显微镜。与电镜技术及其应用有关的获得诺贝尔奖的科学家中,当然还应该提到获得1937年诺贝尔物理奖的戴维森(C. J. Davisson)和汤姆森(G. P. Thomson),以及获得1982年诺贝尔化学奖金的诺格(P. Knoger)。前二人成功地进行了电子衍射试验,于1927年证实了电子束具有波动性,为电镜的电子光学设计提供了理论基础;后者把衍射原理与电子显微学巧妙地结合在一起,发展出一整套图像处理方法,为发展晶体电子显微学并用于研究核酸-蛋白质聚合物的结构方

山，作出了杰出的贡献。

近代电子显微学包括三个主要组成部分：一是开创于 50 年代的以衍衬成像技术来研究材料内部微观结构的透射电子显微学 (TEM)。二是 70 年代发展起来的，以相位衬度机制获得极薄晶体原子排列的结构像和原子像，从原子尺度研究材料结构的高分辨电子显微学 (HREM)。三是近些年来兴起的高空间分辨率分析电子显微学 (AEM)，用 X 射线能谱和电子能量损失谱 (EELS) 对几 nm 微区域进行成分分析，用微束电子衍射进行结构分析。

本书涉及第一个方面的内容，电子衍衬技术对固体科学、材料科学的应用，始于 50 至 60 年代由赫希 (P.B. Hirsch)、豪伊 (A. Howie) 和惠伦 (M. J. Whelan) 等人开创的对晶体缺陷的研究，此后相继扩展到几乎是材料科学的各个领域，如相变、界面 (晶界、相界、畴界等)、表面结构、形变和断裂，以及晶体学等多方面的问题，取得了十分丰富的成果。

应当指出，衍衬研究成果的获得，都是在电子衍衬成像理论的指导下进行的。因为这种图像的衬度，来源于晶体不同部位对电子的不同衍射效应，许多情况下，图像和实际微观结构并不具有直观的对应性。一方面，为了正确诠释图像，必须了解和掌握衍射成像的运动学和动力学理论；另一方面，只有对成像理论有所了解，才能制订出合适的实验方案来进行衍衬实验研究，以获得预期的有用信息。

本书根据作者这些年在各个单位讲授衍衬问题的讲稿，结合个人多年从事衍衬应用研究积累的经验，扩充改写而成。

内容作如下安排：用一章篇幅简要介绍了电子衍射原理及衍射谱分析方法，这是衍衬工作的基础。用两章分别详细讨论衍射成像的运动学和动力学理论，考虑到我国大学有关专业本科生和

研究生及为应用这一理论和技术于材料研究的实际工作者的需要,使他们不必为从数学上了解这些理论,花许多时间,而又能较好地理解衍衬理论的物理过程,这两章在数学处理上较为完整,并注意参数引入的物理概念及其与实验条件的联系。以后各章,分别着重介绍衍衬理论在材料研究中的应用实验技术和分析方法,这些问题包括各种缺陷,如:位错、层错;合金中的第二相,及其和基体成不同共格关系的第二相衬度特点;各种界面,包括晶界、相界、畴界等的衬度分析等。在介绍上述实验技术和分析方法时,配有相当数量的实例,期望读者举一反三。

在本书写作过程中,得到中国科学院学部委员钱临照教授和柯俊教授的热情鼓励与关怀。柯俊教授还为本书作序,对作者是一个极大的鼓舞。本书也是在国内许多同行的推动与支持下完成的,在此一并致谢。

黄孝瑛
1987年7月13日
于北京

目 录

第一章 电子衍射原理及其分析方法 ^{[1][2]}	1
1.1 电子衍射原理简介	1
1.1.1 电子和物质的交互作用	1
1.1.2 布拉格 (Bragg) 定律和厄瓦 (Ewald) 球表示法	6
1.1.3 结构因子和消光条件	10
1.1.4 原子对电子散射因子和原子对 X 射线散射因子的比较 ...	13
1.1.5 选区域电子衍射原理及操作	16
1.1.6 磁转角校正	18
1.1.7 明、暗场像成像技术	19
1.2 倒易点阵原理	20
1.3 一般电子衍射谱的标定	27
1.3.1 对已知结构衍射谱的标定	27
1.3.2 从一定范畴中确定衍射谱所属的物质	30
1.4 高阶劳厄区衍射谱的标定	36
1.4.1 概述	36
1.4.2 标定高阶劳厄区衍射谱的方法	36
1.5 孪晶电子衍射谱的标定	42
1.5.1 解析方法 ^[6]	42
1.5.2 矩阵方法 ^[1]	46
1.5.3 立方晶系晶体孪晶衍射谱的特征	52
1.6 两相取向关系测定	58
1.6.1 测定取向关系的一般步骤	59

1.6.2 取向关系数据分析	60
参考文献	65
第二章 电子衍射的运动学理论	66
2.1 运动学理论的基本假设	66
2.2 半波带法对完整晶体运动学方程的处理	68
2.2.1 菲涅耳 (Fresnel) 半波带法 ^[1]	68
2.2.2 完整晶体的运动学方程 ^[2, 3, 4]	72
2.3 量子力学对完整晶体运动学方程的处理	77
2.4 消光距离及其物理意义	87
2.5 等厚条纹衬度和等倾条纹衬度	94
2.5.1 等厚条纹衬度	94
2.5.2 弯曲消光轮廓 (等倾条纹)	98
2.6 双束成像——晶格条纹像的运动学分析	102
2.7 不完整晶体的运动学方程	106
2.8 位错衬度的运动学分析	114
2.8.1 螺型位错的衬度	115
2.8.2 刃型位错的衬度	133
2.8.3 混合位错的衬度	141
2.9 层错衬度的运动学分析	147
参考文献	152
第三章 电子衍射的动力学理论^[1~4, 8]	153
3.1 引言	153
3.2 物理光学方法对衍射动力学的处理	154
3.2.1 双束条件下完整晶体的动力学方程	155
3.2.2 多束条件下完整晶体的动力学方程	158
3.2.3 双束和多束条件下不完整晶体的动力学方程	160
3.3 量子力学方法对衍射动力学的处理	161
3.3.1 达尔文方法对衍射动力学的处理	162
3.3.2 动力学方程的不同表现形式	173
3.3.3 完整晶体双束动力学方程求解	178

3.3.4 厚度条纹衬度和弯曲消光轮廓	186
3.3.5 吸收效应	190
3.3.6 白特方法对完整晶体衍衬动力学的处理	203
3.3.7 动力学处理的矩阵方法	243
参考文献	268
第四章 晶体缺陷的衬度分析	269
4.1 引言	269
4.2 衍衬实验条件和基本参数	270
4.2.1 衍衬实验条件	270
4.2.2 衍衬分析所需基本参数	274
4.3 位错像衬和可见性的一般讨论	279
4.3.1 位错衬度消失判据	280
4.3.2 $g \cdot b \neq 0$ 时位错像衬的重要特征	282
4.4 位错布氏矢量的测定	290
4.4.1 测定布氏矢量的一般方法	294
4.4.2 布氏矢量分析中若干问题	304
4.5 位错密度测定	316
4.5.1 一般讨论	316
4.5.2 低密度(可计数)位错密度测量方法	318
4.5.3 高密度(不可计数)位错密度测量方法	319
4.6 层错的衬度分析	320
4.6.1 典型金属中的层错及有关参数	320
4.6.2 层错衬度的一般讨论	327
4.6.3 层错性质的鉴定	337
4.6.4 重叠层错的衬度分析	340
4.7 层错能测定	343
4.7.1 结点测量法	344
4.7.2 扩展位错宽度测量法	347
参考文献	350

第五章 合金中第二相的衍衬分析 ^[注]	353
5.1 引言	353
5.2 第二相的电子衍射谱	353
5.3 合金中第二相引起的衬度	359
5.3.1 第二相在基体中的存在形式	359
5.3.2 合金中第二相的衬度	359
5.4 第二相的定量测量	379
5.4.1 第二相粒子密度 (N_v) 和平均直径 ($\bar{x}$) 的测量	380
5.4.2 不同直径粒子出现的分布频率	382
参考文献	384
第六章 界面的衍衬分析	386
6.1 引言	386
6.2 界面的描述	386
6.2.1 从两部分晶体的晶体学对称关系描述界面	387
6.2.2 从界面对电子束引起的位相差区分界面	393
6.2.3 界面微观结构的晶体学模型	399
6.3 晶界和相界面衬度分析中的几个问题	413
6.3.1 大角晶界的衬度特征	413
6.3.2 各种界面(晶界、相界等)的衬度特征和分析	415
6.3.3 界面位错	423
6.4 晶界结构的电子衍射研究	430
6.4.1 基本原理	430
6.4.2 通过电子衍射谱获得的关于晶界结构的信息	435
参考文献	437
附 录	
附录 I 常用晶体学公式	441
表 I -1 立方点阵	441

注：本书叙述中，“第二相”、“沉淀相”、“析出相”，这些术语有相同含义，不同场合为了行文方便，使用了不同名称。

表 I -2	六角点阵	445
表 I -3	四角点阵	448
表 I -4	正交点阵	449
表 I -5	三角点阵(菱形点阵)	450
表 I -6	单斜点阵	451
表 I -7	三斜点阵	452
附录 II	电子波长及质量修正因子等参数	455
附录 III	电子的原子散射振幅	457
表 III -1	电子的原子散射振幅(自治场计算)	458
表 IV -2	原子序数 20 ~ 100 的平均原子散射振幅(托马斯 - 费米 - 狄拉克模型)	460
附录 IV	立方晶系晶面(晶向)夹角表	464

第一章

电子衍射原理及其分析方法^{[1][2]}

本章介绍电子衍射的基本原理及各种类型电子衍射谱的分析方法,可作为学习衍射理论和分析技术的准备。

透射电子象,包括衍衬象、晶格象和原子结构象,其衬度形成机制,从根本上讲,都是一种衍射现象。因此,分析透射电子象,离不开分析电子衍射谱。不能正确解释电子衍射谱,就不可能正确解释透射电子象。

1.1 电子衍射原理简介

1.1.1 电子和物质的交互作用

电子衍射是电子和试样中物质原子相互作用过程中产生的一种重要现象。衍射图象是电子和物质交互作用产生的重要信息之一。从中可以得到关于物质结构(晶体结构、晶体完整性等)的直接资料。图 1-1 是电子和物质相互作用产生各种信息的示意图,从中可以看出,这些信息几乎已全部被人们所利用,制成了相应的结构分析仪器。合理地综合运用这些手段,可以使我们对物质微观结构获得全面的了解。这些仪器在应用范围上各有侧重,所能达到的分辨率也是不同的。

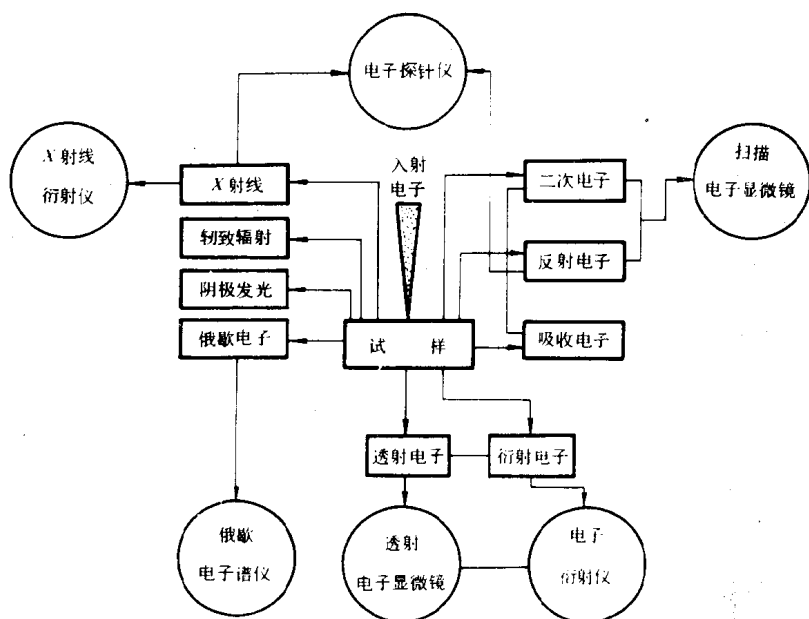


图 1-1 电子和物质相互作用产生的信息

在透射电子象中，有三种衬度形成机制：质厚衬度、衍射衬度（简称衍衬）和相位衬度。

复型和非晶态物质试样的衬度是质厚衬度，质厚衬度的基础是原子对电子的散射和小孔径角成象。

散射有两种：弹性散射和非弹性散射。电子和物质原子相互作用，改变电子原来运动方向，这个现象称为散射。若只改变方向，能量改变很少以致可以忽略，这种散射称为弹性散射，电子和原子核相互作用发生的散射属此。若除改变方向外，还有能量交换，称为非弹性散射，如电子与核外电子相互作用产生的散射。

1. 质厚衬度 不考虑原子间的交互作用, 每单位体积样品的散射截面为

$$Q = N\sigma_A$$

式中 σ_A 为原子散射截面, N 为单位体积样品中包含的原子个数, 可表示为

$$N = N_A \frac{\rho}{A}$$

N_A 为阿伏加德罗常数, ρ 为密度, A 为原子量。于是有

$$Q = N_A \left(\frac{\rho}{A} \right) \sigma_A \quad (1-1)$$

电子束通过 dt 的散射几率应是

$$Qdt = N_A \left(\frac{\rho}{A} \right) \sigma_A dt$$

设 n 个电子有 dn 个被散射, 则散射几率为 dn/n 。故有

$$\int_{n_0}^n \frac{dn}{n} = - \int_0^t Q dt$$

式中 n_0 是试样表面处 ($t=0$) 的入射电子总数, t 是试样厚度。

由上式可得

$$\ln \frac{n}{n_0} = -Qt$$

$$n = n_0 \exp(-Qt)$$

电子的电荷为 e , 可见成象电子束强度为

$$I = ne = n_0 e \exp(-Qt) \\ = I_0 \exp\left(-\frac{N_A \rho \sigma_A}{A} t\right) \quad (1-2)$$

由(1-2)式知明场象强度不仅和试样厚度有关,而且和原子性质有关。因此,试样对电子束的散射,不仅要考虑试样的几何厚度,还要考虑此厚度内含有何种物质。为此,引入一并考虑这两个因素的概念:“质量厚度”,单位是 g/cm^2 。在讨论试样上相邻两部分对电子的散射作用时,除考虑两部分晶体的几何厚度差异外,还要注意两部分晶体所含原子在周期表中的位置。同样几何厚度,含重原子者散射作用强,相应的明场象暗,反之,由轻原子组成的区域,散射作用弱,相应的明场象亮。

为增加复型试样电子象的衬度,常采用重金属(铬、钨、铂等)投影的方法,即是利用这些元素散射能力大于复型材料这一特点,提高相邻部分的对比度,加强了立体感。

2. 衍射衬度 金属薄膜晶体试样,利用透射束或某一衍射束成明场象或暗场象。这种衬度是由于晶体各部分相对于入射电子束的取向不同或它们彼此属于不同结构的晶体,因而满足布拉格条件的程度不同所造成的。形成这种衬度的基础是衍射,故称衍射衬度,简称衍衬。

衍射衬度对试样取向十分敏感。在某一取向未能看到的结构细节,当改变试样的倾斜度即改变取向时,就有可能显示该细节的衬度。这个特点使得衍衬技术成为研究晶体内部结构的有力手段。一个旋转倾斜自如的倾斜试样台对衍衬试验是必不可少的。

3. 相位衬度 如果除透射束外还同时让一束或多束衍射束参加成象,就会由于各束的相位相干作用而得到晶格(条纹)象或