

电子衍射

分析原理与图谱

黄孝瑛 侯耀永 李 理 著

山东科学技术出版社
www.lkj.com.cn

山东省泰山科技专著出版基金会资助出版

电子衍射分析原理与图谱

黄孝瑛 侯耀永 李 理 著

山东科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

电子衍射分析原理与图谱/黄孝瑛等著. - 济南:山东科学技术出版社, 2000.5

ISBN 7-5331-2382-4

I.电… II.黄… III.①电子显微镜分析-理论②电子显微镜分析-图谱③电子衍射-图谱④电子衍射-分析-理论 IV.0657.99

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 15601 号

山东省泰山科技专著出版基金会资助出版

电子衍射分析原理与图谱

黄孝瑛 侯耀永 李 理 著

出版者: 山东科学技术出版社

地址: 济南市玉函路 16 号

邮编: 250002 电话: (0531)2065109

网址: www.lkj.com.cn

电子邮件: sdkj@jn-public.sd.cninfo.net

发行者: 山东科学技术出版社

地址: 济南市玉函路 16 号

邮编: 250002 电话: (0531)2065109

印刷者: 山东人民印刷厂

地址: 泰安市灵山大街东首

邮编: 271000 电话: (0538)6110014

开本: 787mm × 1092mm 1/16

印张: 18

字数: 400 千

版次: 2000 年 5 月第 1 版第 1 次印刷

ISBN 7-5331-2382-4

TM·36

定价: 46.00 元

序 言

电子衍衬技术是近代电子显微术中应用最广的技术之一,利用它可以观察和研究材料内部的微观结构,如晶体缺陷、相变过程及其产物、界面结构及其运动形式,以及材料在破坏过程中的微观结构变化等。而这些微观结构因素和材料的力学性能、物理性能等有着十分密切的关系,因此衍衬技术一直受到材料科学工作者的重视,广泛应用于包括材料科学在内的固体科学的许多领域,已经成为近代科学技术的一种非常有力的研究手段。正是由于电镜工作者和材料科学工作者的共同努力,许多年来在微观结构方面特别是晶体缺陷的研究,取得了许多重要结果,从而极大地推动了材料科学的深入发展,使得我国材料科学研究在国际上占有一席之地。

由于衍衬图像的衬度是由电子与试样中原子交互作用的结果,因此,对这种图像的解释,需要借助于衍衬成像理论。目前,国内外介绍电子衍衬理论的专著已经不少,而从实用角度出发,结合衍衬图像的分析,深入浅出地阐述衍衬原理、分析技术与方法的书籍则不多见。本书作者黄孝瑛教授等即将出版的这本《电子衍衬分析原理与图谱》填补了这方面的空白,在国际上尚属少见。此书写作,保留了作者曾先后出版过的几部专著的优良写作风格和理论联系实际的特点。上篇为文字论述,下篇为衍衬图谱。在上篇中既系统而扼要地介绍了衍衬成像理论,又以主要篇幅针对下篇图谱分析中涉及的问题精心安排了有关内容,如材料中的位错与层错的衍衬分析原理与方法;材料中界面(晶界与相界)的研究与分析方法;材料中的第二相及其衍衬分析等,都做了全面的介绍。作为典型示例,下篇提供了相当丰富的来自作者多年工作中积累的衍衬图谱,它们大多已先后发表在国内学术期刊或学术会议上,每幅照片均有简要的分析和说明,以和上篇所介绍的内容相呼应。本书不但对利用电镜技术从事研究的材料科学工作者有重要的参考价值,对从事电镜工作的专职科技人员,也会有很大帮助。

黄孝瑛教授在电子显微学理论方面有很深的造诣,并有丰富的实践经验,他多年担任北京市电子显微镜学会主席,长期从事电子显微学及其在材料科学中应用的研究,并先后多次以本书内容在清华大学、中国科技大学和西安交通大学等校进行系统讲授,反映良好。其他两位作者也都多年在大学担任电子显微学课程教学,有着丰富经验。这本书的出版,必将对我国电子显微学事业和材料科学的发展,起到推动作用。

师昌绪

1998.5.1

前言

自1932年第一台电子显微镜问世以来,电子显微学及其技术在包括材料科学、生命科学在内的科学技术中,得到了广泛应用,推动着科学技术的发展。反过来,应用研究也促进了电子显微学和技术的不完善。作为一门新型实验科学,它的发展深深植根于应用研究实践的肥沃土壤之中。

几十年来,电子显微学沿着相互关联的三个方向发展着。一是本书涉及的衍衬成像理论和技术,二是高分辨电子显微学,三是分析电子显微学。

1925年德布罗依提出微观粒子波粒二象性学说,两年后就在电子衍射实验中得到证实,为设计新型的电子光学显微分析仪器奠定了理论基础;5年后鲁斯卡(E. Ruska)便设计并制成了第一台电子显微镜。直到20世纪50年代初的最初20年里,由于仪器本身尚不理想和制备可供电镜直接观察薄试样的技术迟迟没有突破,电镜的分析潜力没有充分发挥。20世纪50年代初开始对厚度几百纳米的薄晶体的结构和缺陷直接进行观察,并获得第一批宝贵的位错照片,从此开创了电子衍衬技术应用于材料科学研究的新时期。它和高分辨电子显微学、分析电子显微学一起,为人类揭示客观物质世界的奥秘作出了重要贡献。

电子衍衬图像的衬度是由电子和试样中物质原子的交互作用形成的。因此对图像所提供的材料结构信息的解释,需要借助衍衬成像理论。衍衬实验的设计、实验结果的分析,同样必须依据成像原理。

目前国内外论述成像基本原理的专著已经不少,但系统介绍衍衬技术的方法的书籍,尚不多见。或虽有介绍,却语焉不详,尤其缺乏来自实际工作中的典型分析范例,到具体分析时,仍往往不得要领,无从下手。

为了弥补上述不足,满足衍衬工作者和应用电镜技术的材料科学工作者的需要,本书作者根据多年来从事衍衬应用研究和教学中遇到的问题,有针对性地写成此书。分上下两篇,上篇系统介绍衍衬原理、实验技术及图像分析方法。下篇为图谱,它们是从作者多年工作中积累的衍衬照片中精选出来的,研究对象均为国内已经应用或正在研制的工程材料。照片下附有简要分析说明,分析方法和上篇介绍的内容有很好的对应性。

本书的写作得到钱临照、师昌绪、葛庭燧、梁敬魁和李方华等五位院士的热心关怀与鼓励,谨向他们表示衷心的感谢。梁伟教授提供了他最新研究成果的衍衬照片,对他的帮助和山东科学技术出版社“泰山科技专著出版基金”为本书提供的宝贵支持,在此一并致谢。

目 录

上篇 原理与方法

第一章 绪论	(3)
1.1 引言	(3)
1.2 电子显微镜图像的衬度	(3)
1.2.1 质厚衬度	(4)
1.2.2 衍射衬度	(4)
1.2.3 相位衬度	(5)
1.3 电子显微学在材料科学中的应用	(5)
1.3.1 晶体缺陷研究	(6)
1.3.2 界面结构研究	(6)
1.3.3 相变过程研究	(6)
第二章 电子衍射成像理论	(8)
2.1 电子衍射成像理论发展概述	(8)
2.2 衍射成像的运动学理论	(9)
2.2.1 运动学理论的基本假设和适用界限	(9)
2.2.2 完整晶体的运动学理论	(12)
2.2.3 不完整晶体的运动学理论	(17)
2.3 衍射成像的动力学理论	(19)
2.3.1 引言	(19)
2.3.2 完整晶体的动力学理论	(20)
2.3.3 不完整晶体的动力学理论	(25)
第三章 衍射成像实验分析技术总论	(27)
3.1 衍射实验条件	(27)
3.2 衍射分析所需参数及测定方法	(28)
3.2.1 操作反射 g	(29)
3.2.2 试样取向相对于布拉格位置的偏离矢量 s	(29)
3.2.3 消光距离 ξ_g	(30)
3.2.4 精确测定试样的晶体学取向	(36)

3.2.5 试样厚度测定	(37)
第四章 晶体中的位错与层错	(40)
4.1 引言	(40)
4.2 位错基本概念	(40)
4.2.1 位错概念的提出和位错形成几何学	(40)
4.2.2 柏氏矢量 b 的基本性质	(43)
4.3 典型金属中的位错	(45)
4.3.1 面心立方金属中的位错—汤普森 (Thompson) 作图法	(45)
4.3.2 密排六方金属中的位错—玻赞 (Berghzan) 作图法	(47)
4.3.3 全位错分解、层错、扩展位错	(47)
4.4 金属形变、强化和断裂的位错理论	(59)
4.4.1 金属的范性形变与位错	(59)
4.4.2 金属与合金强化的位错机制	(63)
4.4.3 金属断裂的位错理论	(69)
第五章 位错和层错的电子衍射分析	(79)
5.1 位错柏氏矢量 (Burgers Vector) b 测定	(79)
5.1.1 判据的建立	(79)
5.1.2 b 测定的实际操作	(81)
5.2 位错衬度分析	(90)
5.2.1 位错双像	(90)
5.2.2 位错偶和超点阵位错	(91)
5.2.3 不全位错衬度消失判据	(91)
5.2.4 位错环分析	(92)
5.2.5 几种典型位错组态分析示例	(94)
5.2.6 动力学效应对像衬的影响	(100)
5.3 位错密度测定	(101)
5.3.1 概述	(101)
5.3.2 电镜方法测量位错密度的原理和方法	(102)
5.4 扩展位错分析	(103)
5.4.1 概述	(103)
5.4.2 扩展位错分析	(104)
5.5 层错能测定	(107)
5.6 弱束成像原理与实验技术	(108)
5.6.1 弱束成像的原理	(109)
5.6.2 弱束成像的实验操作	(110)

第六章 界面的电子显微学研究	(113)
6.1 引言	(113)
6.2 晶界结构的现代理论	(113)
6.2.1 晶界位错模型	(114)
6.2.2 重位点阵(CSL)模型	(117)
6.2.3 O—点阵模型	(118)
6.2.4 DSC点阵模型	(120)
6.2.5 多面体堆垛模型	(121)
6.2.6 结构单元模型	(121)
6.3 研究晶界的电子显微镜方法	(122)
6.3.1 电子衍衬方法	(122)
6.3.2 高分辨电子显微术	(124)
6.3.3 电子衍射方法	(138)
6.3.4 背散射电子衍射—取向成像电子显微术(EBSP)	(143)
第七章 材料中的第二相及其电子显微分析方法	(145)
7.1 引言	(145)
7.2 电镜工作研究第二相的哪些问题	(145)
7.3 由第二相引起的衬度类型	(146)
7.3.1 基体应变衬度	(147)
7.3.2 第二相衬度	(149)
7.3.3 两相界面衬度	(150)
7.4 第二相的电子衍射谱特征	(154)
7.4.1 衍射物质的形状效应	(154)
7.4.2 第二相和某些结构特征引起的衍射效应	(155)
7.5 两相取向关系测定	(156)
7.5.1 概述	(156)
7.5.2 电子衍射测定两相取向关系的一般步骤	(158)
7.5.3 取向关系衍射数据分析	(159)
7.6 迹线分析方法	(163)
7.6.1 线状结构特征的取向分析	(163)
7.6.2 平面结构特征的晶体学分析	(166)

下篇 衍衬图谱

照片 1	孪晶的电子显微图像	(171)
照片 2	SiO ₂ 单晶中的位错组态	(172)
照片 3	6.5% Al - Ni 基合金中的位错塞积列	(173)
照片 4	不锈钢中界面位错和位错平面滑移形成的塞积列	(173)
照片 5	不锈钢中晶界滑移台阶	(174)
照片 6	Ni 基高温合金中的晶界滑移	(174)
照片 7	不锈钢中沉淀相周围的位错缠结	(175)
照片 8	30CrMnSiA 高强度结构钢中的沉淀相 Cr ₂₃ C ₆ 与位错	(176)
照片 9	Ni 基(6.7% Al)超合金中的扩展位错	(177)
照片 10	有色合金中的位错组态	(178)
照片 11	Cr18Ni5Si1.5Mo2.7 - Fe 双相不锈钢中的层错结构	(179)
照片 12	Ni 基超合金中的位错组态	(180)
照片 13	WC - 12% Co 合金中裂纹扩展过程	(181)
照片 14	超塑性变形 Al - 40wt% Zn 合金中的小角晶界	(181)
照片 15	高温合金中的超点阵位错和位错双像衬度	(182)
照片 16	18 - 8Cr - Ni 不锈钢中三组不同 {111} 面上位错列反应	(183)
照片 17	Ni 基高温合金中疲劳裂纹扩展过程的迹线分析	(184)
照片 18	18 - 8Cr - Ni 不锈钢, 1100°C, 1.5h 水淬, 两组平行滑移面上的 位错列	(185)
照片 19	一组 Ni 基高温合金经固溶处理和形变后的位错组态	(186)
照片 20	6.5% Al - Ni 基合金中的位错组态	(187)
照片 21	45 号钢 NiCrBSi 喷焊涂层的微观结构	(188)
照片 22	Ni 基高温合金中驻留滑移带 (PSB)	(189)
照片 23	NiAl(7) 合金中层错分析	(190)
照片 24	NiAl(7) 合金中的位错结构	(191)
照片 25	奥氏体钢中晶界处 (1/2)[0 1 $\bar{1}$] 位错塞积列	(191)
照片 26	NiAl(7) 合金中晶界处塞积的两列位错	(192)
照片 27	NiAl(7) 合金固溶、形变和 850°C 3h 时效的析出相	(193)
照片 28	Ti ₃ Al - Nb 合金 α_2 相内的位错网	(194)
照片 29	等倾条纹(弯曲消光条纹)衍衬像	(195)
照片 30	Nimonic 超合金中的 γ' /基体共格应变衬度	(195)
照片 31	18 - 8Cr - Ni 不锈钢中的孪晶微结构	(196)
照片 32	超高强度钢 30CrMnSiA 中的蠕变位错结构	(196)
照片 33	不锈钢中孪晶界及孪晶内的位错组态	(197)
照片 34	垂直位错露头 End-on 衍衬像	(198)

照片 35	双相不锈钢中 γ 岛的位错组态	(199)
照片 36	Nimonic 耐热合金大 γ' 颗粒中的位错与位错分解	(199)
照片 37	Ni 基高温合金中的典型扩展位错	(200)
照片 38	普通结构钢中的孪晶马氏体	(201)
照片 39	18Ni 马氏体时效钢的微观结构	(202)
照片 40	含 Si 18-8 不锈钢焊丝自动焊后焊缝的显微结构	(203)
照片 41	0.2C-0.05Nb 钢中的界面位错	(204)
照片 42	W 中的晶界位错	(204)
照片 43	P74 轨钢 $\text{Fe}_3\text{C}/\alpha$ 的界面结构	(205)
照片 44	[101] 多束图	(206)
照片 45	奥氏体不锈钢中的共格应变含铜沉淀相	(206)
照片 46	合金中反相畴界 (APB) 的衬度特征	(207)
照片 47	不锈钢晶界结构周期性及其衍射	(208)
照片 48	[111] 取向的 Pd/Au 薄膜重叠形成的波纹图	(209)
照片 49	黄铜中共格孪晶界处的位错网络	(209)
照片 50	GH698Ni 基高温合金中的 γ' 及其 γ'/γ 界面处的应变场位错	(210)
照片 51	Cu-Ni-Fe 合金的 Spinodal 分解产物	(211)
照片 52	Ni 基高温合金经高温蠕变后呈现的位错组态	(212)
照片 53	7.0% Al-Ni 合金中扭转晶界和大角晶界	(212)
照片 54	不锈钢中共格孪晶界处的不全位错	(213)
照片 55	GH36 合金中 $\text{M}_{23}\text{C}_6/\gamma$ 的界面结构	(213)
照片 56	不锈钢中非共格孪晶界沿共格孪晶界发射位错的动态观察	(214)
照片 57	钢中碳化物对位错的钉扎	(214)
照片 58	不锈钢中的位错组态	(215)
照片 59	不锈钢中典型的曲折状晶界	(215)
照片 60	双相钢中的平面滑动位错	(216)
照片 61	Nimonic 高温合金 γ 基体中的扩展位错	(217)
照片 62	γ' 在高温合金晶界均匀析出	(217)
照片 63	1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢的弯曲晶界	(218)
照片 64	1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢中弯曲双相界面 γ 一侧的位错组态	(219)
照片 65	1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢中的亚稳相 γ'	(220)
照片 66	α/γ 双相不锈钢中的显微结构(1)	(221)
照片 67	α/γ 双相不锈钢中的显微结构(2)	(222)
照片 68	碳素结构钢中典型显微结构	(223)
照片 69	不锈钢中碳化物钉扎位错	(224)
照片 70	91Ti 不锈钢中的孪晶界特征	(225)
照片 71	91Ti 不锈钢中的典型晶界台阶	(226)
照片 72	晶界的位错结构	(227)

照片 73	NiAl(7)合金中的位错组态	(227)
照片 74	航空用 Cr12Co6Mo1Fe 马氏体不锈钢的位错组态	(228)
照片 75	Ni 基耐热合金的形变结构	(229)
照片 76	高温合金(6.5% Al-Ni)的位错组态	(230)
照片 77	超高强度钢(60SiMnCrMoV)中的孪晶马氏体	(231)
照片 78	18/8CrNi 不锈钢弯曲膜[101]多束图	(232)
照片 79	YG-12(WC-12%Co)中 Co 相的显微结构	(233)
照片 80	高强度结构钢中的位错网络	(234)
照片 81	Al ₂ O ₃ /SiC 纳米复合陶瓷中的小角晶界	(235)
照片 82	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中纳米 SiC 对位错的钉扎	(235)
照片 83	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中纳米 SiC 对基体 Al ₂ O ₃ 的强化作用	(235)
照片 84	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体的扭转晶界	(236)
照片 85	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体的位错网络	(236)
照片 86	Al ₂ O ₃ 陶瓷中不完全的位错反应	(237)
照片 87	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体接近垂直于膜面的亚晶界	(237)
照片 88	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体中的位错偶极子	(237)
照片 89	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体的显微结构	(238)
照片 90	Al ₂ O ₃ 陶瓷中不完全的位错反应	(238)
照片 91	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中的位错露头	(238)
照片 92	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体中另一类典型位错网的形成	(239)
照片 93	Al ₂ O ₃ /SiC 界面应变诱发位错	(239)
照片 94	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中典型的 SiC-位错锁群	(239)
照片 95	Si(上部)在蓝宝石膜上外延生长的界面 HREM 结构相	(240)
照片 96	在蓝宝石(Sapphire)基体中,柏式矢量为 $\frac{1}{3}\langle 1\ 1\ \bar{2}\ 0 \rangle$ 纯刃型位错的 [0001]高分辨电子显微像	(241)
照片 97	TiC 沉淀在 Si ₃ N ₄ 中的高分辨结构像	(241)
照片 98	多晶金刚石膜的高分辨电子显微像	(242)
照片 99	Si ₃ N ₄ 和 SiC 晶界的高分辨 TEM 像	(242)
附录 I	常用晶体学公式	(243)
附录 II	电子波长及质量修正因子 m/m_0 等参数	(253)
附录 III	原子对电子的散射振幅	(254)
附录 IV	立方晶系电子衍射花样特征平行四边形参数表	(258)
附录 V	高阶、零阶劳厄区电子衍射谱重叠图形	(266)
参考文献		(272)

上 篇

原理与方法

第一章 绪 论

1.1 引言

1932 年德国实验物理学家鲁斯卡(E. Ruska)研制成第一台电子显微镜。电镜出现以前,人类观察客观世界的主要工具除了自己的眼睛以外,就是 17 世纪出现的光学显微镜,它的最佳分辨本领是 200nm。鲁斯卡制成的第一台加速电压为 50kV 的电镜,分辨本领达到 50nm。此后大约经过近 20 年,电镜开始成为商品,进入物理学家、材料科学家和生物学家的实验室。此时电镜分辨本领已达到 1nm 左右。又经过 40 年,现代高性能电镜分辨本领已经达到 0.1nm 左右。至此,人类长期以来希望直接观察固体材料中原子尺度的晶体结构的梦想已经实现了。

在电镜制造技术不断完善、性能不断提高的同时,解释电镜图像的成像理论,电子衍射运动学和动力学理论,经过一大批科学家的努力逐步发展和完善。今天,这一理论已自成体系,完全成熟。成像理论的建立,极大地推动了电镜实验技术和分析技术的发展,并使之在广泛的科学领域和工程技术中得到应用。从物理学到化学,从材料科学到矿物地质学,从生命科学到环境科学,电镜技术都作出了重大贡献。这使得诺贝尔委员会的专家们,在回顾几十年来电镜技术对多学科领域的重大贡献时,于 1986 年想起了 54 年前当时还不到 30 岁、发明第一台电镜的鲁斯卡的历史功勋,授予此时已年逾古稀的这位实验物理学家以崇高的诺贝尔物理奖。

今天,在电镜上拍摄关于晶体微观结构的照片,不论是分辨率为 1~2nm 的普通衍衬像,或分辨率高达 0.1~0.3nm 的点阵像,都没有什么困难。但要完满地解释好一张照片,充分揭示它所提供的各种结构信息,则不是一件容易的事。原因是这种图像的获得,是电子和试样物质原子交互作用的结果,即电子衍射过程是成像的理论基础。衍射衬度(衍衬)的概念即源于此。

解释衍衬图像需要了解掌握衍衬成像理论;运用现有衍衬实验技术,发展新的实验技术,同样要以成像理论作指导。本书上篇侧重介绍衍衬实验技术及其分析方法,下篇为图谱,向读者提供丰富的分析实例,它们主要来自本书作者几十年来应用电镜技术研究材料微观结构的工作积累,每幅照片附有扼要的分析与说明,颇具参考价值。通过这些实际工作中的实例,参考上篇对衍衬实验技术和分析方法的介绍,希望能对提高衍衬工作者的实验技术和分析能力有所帮助。

1.2 电子显微镜图像的衬度^[4]

电子显微镜图像主要有 3 种衬度:质厚衬度、衍射衬度和相位衬度。

1.2.1 质厚衬度

质厚衬度是由于试样各处组成物质的原子种类不同和厚度不同造成的衬度。复型试样的非晶态物质膜和合金中第二相的一部分衬度,即属于这一类衬度。

在元素周期表上处于不同位置(原子序数不同)的元素,对电子的散射能力不同。重元素比轻元素散射能力强,成像时被散射出光栏以外的电子也愈多;试样愈厚,对电子的吸收愈多,相应部位参加成像的电子就愈少。

通常用散射几率(dN/N)的概念来描述电子束通过一定直径的物镜光栏被散射到光栏外的强弱。显然散射几率越大,图像上接受到的强度越弱,相应处的衬度便较暗。反之,图像有较亮的衬度。散射几率可表示为:

$$\frac{dN}{N} = - \frac{\rho N_A}{A} \left(\frac{Z^2 e^2 \pi}{V^2 \alpha^2} \right) \times \left(1 + \frac{1}{Z} \right) dt$$

式中, α —散射角, ρ —物质密度, e —电子电荷, A —原子量, N_A —阿弗加德罗常数, Z —元素原子序数, V —电子枪加速电压, t —试样厚度。

由上式可知,试样愈薄,原子序数愈小,加速电压愈高,被散射到物镜光栏以外的几率愈小,通过光栏参加成像的电子束强度愈大,该处就获得较亮的衬度。

为了综合考虑物质种类和厚度的影响,引入“质量厚度”的概念。它定义为:试样下表面单位面积以上柱体中的质量,单位为 g/cm^2 。这就是说,试样下表面处两个底面积相同且高度亦相同的柱体,若其中之一含有重原子(Z 大)物质,则它较另一不含重原子物质的柱体,使电子散射到光栏以外的要多,前者对应的下表面处的图像有较暗的衬度,后者有较亮的衬度。准确地说,质量厚度数值较大的下表面处,对应着较暗的衬度,质量厚度数值小的下表面处,对应着较亮的衬度。

1.2.2 衍射衬度

晶体试样在进行电镜观察时,由于各处晶体取向不同和(或)晶体结构不同,满足布拉格条件的程度不同,使得对应试样下表面处有不同的衍射效果,从而在下表面形成一个随位置而异的衍射振幅分布,这样形成的衬度,称为衍射衬度。这种衬度对晶体结构和取向十分敏感,当试样中某处含有晶体缺陷时,意味着该处相对于周围完整晶体发生了微小的取向变化,导致了缺陷处和周围完整晶体具有不同的衍射条件,将缺陷显示出来。可见,这种衬度对缺陷也是敏感的。基于这一点,衍衬技术被广泛应用于研究晶体缺陷。

衍衬成像,操作上是利用单一透射束通过物镜光栏成明场像,或利用单一衍射束通过物镜光栏成暗场像。近似考虑,忽略双束成像条件下电子在试样中的吸收,明暗场像衬度是互补的。明场像和暗场像均为振幅衬度,即它们反映的是试样下表面处透射束或衍射束的振幅大小分布,而振幅的平方可以作为强度的量度,由此便获得了一幅通过振幅变化而形成衬度变化的图像。

衍衬像大体可分为两类:当完整晶体存在一定程度不均匀性,例如厚度或取向的微小变化,这时衍衬像上呈现一组明暗相间的条带,称为等厚或等倾消光轮廓;若无厚度或取

向变化,则为均匀的衬度。另一类是含缺陷晶体的衍衬像,其像衬随缺陷的类型和性质不同而异。将在以后各章中详细讨论。

最早的衍衬工作可以追溯到 1949 年海德里希(Heidenreich R D)用金属薄膜对金属内部微观结构的电镜观察。他首次用这种方法看到了金属的亚结构。1956 年,博尔曼(Bollmann W)和赫尔什(Hirsch P B)分别用衍衬技术观察到金属中两类常见的缺陷,位错和层错,以及位错沿滑移面的运动,这是透射电镜用衍衬方法研究金属缺陷的开端。为了解释最早这些鼓舞人心的衍衬照片,推动了赫尔什及其合作者对衍衬成像理论的系统的和卓有成效的研究,他们建立的理论成功地解释了衍衬像上反映的结构信息。他们的工作奠定了 20 世纪 60~70 年代以后直至今日涉及固体物理和材料科学等广泛领域的、以研究固体微观结构为中心的衍衬工作的基础。电镜分辨本领高,射入试样中的高速电子和试样中物质原子发生交互作用,穿过试样后,便携带了晶体结构的信息。因此这种方法特别适合于对范性形变后的金属与合金的微观结构变化进行直接观察。今天,透射电镜衍衬成像技术已经成为研究固态相变和晶体缺陷的最主要的方法,它使得人们对微观结构与材料力学性能关系的认识,比过去任何时候都更加深刻。另一方面,由于衍衬技术对位错研究的深入,澄清了经典位错理论中某些不完善之处,发展和丰富了位错理论。这个技术的缺点是制备试样时,考虑到电子束穿透能力的限制,必须做得很薄,这使得实验结果的代表性存在着相当大的局限性。由于超高压电镜的发展,允许用较厚的试样,在一定程度上弥补了这个缺陷。

1.2.3 相位衬度

当透射束和至少一束衍射束同时通过物镜光栏参与成像时,由于透射束与衍射束的相互干涉,形成一种反映晶体点阵周期性的条纹像和结构像。这种像衬的形成是透射束和衍射束相位相干的结果,故称相位衬度。

综上所述,三种衬度的不同形成机制,反映了电子束与试样物质原子交互作用后离开下表面的电子波,通过物镜以后,经人为地选择不同操作方式所经历的不同成像过程。在研究工作中,它们相辅相成,互为补充,在不同层次上,为人们提供不同尺寸的结构信息,而不是互相排斥。一个优秀的电镜工作者和材料工作者总是善于利用不同技术的特点和功能,为我所用,最终达到研究工作所预期的目的。

1.3 电子显微镜在材料科学中的应用

作为电镜主要性能指标的分辨率已由当初的 50nm 左右提高到今天的 0.1~0.2nm 的水平,它的应用几乎已扩展到包括材料科学、地质矿物和其它固体科学以及生命科学在内的所有科学领域,已经成为人类探索客观物质世界微观结构奥秘的强有力的手段。现代自然科学领域的所有重大成就,几乎都包含着电子显微技术的贡献。

电子显微学是在四个方面互相促进和推动下逐步发展和完善的。一是电镜电子光学系统和结构设计的不断改进,以及广泛应用计算机技术,使电镜的性能得以不断提高;二是成像理论、电子衍射动力学理论的不断完善和成熟;三是相继发展了一些新的独特的分析测试技术;四是电镜技术广泛应用于多个科学领域的研究。它和其它技术一样,是在应用实践的推动下发展和完善的。

1.3.1 晶体缺陷研究

电镜对晶体缺陷的研究大多结合材料的形变、断裂、相变等问题进行。这些研究加深了人们对晶体缺陷的了解,发现了许多过去不为人知、也未见诸经典文献的新的复杂的缺陷类型和位错反应,丰富了已有的缺陷理论。例如高分辨电子显微研究中,发现高温合金中一些新相都是由早期某种畴结构转变而来,而后者被视为一种面缺陷形式。又如利用衍衬技术和 CBEM(会聚束电子衍射)相结合,揭示了层状结构石墨的层错结构中某些过去并不清楚的特点,它存在两种层错类型,在一定条件下它们可以互相转化,由此解释了石墨衍衬像上位错网络的特征。又如,经典的位错理论认为,扩展位错必须先收缩成束集才能实现交滑移,新的电镜观察却指出在特定的交滑移界面条件下,可以不经束集实现交滑移。新的位错增殖方式和新的位错反应也时有报道,这些结果均给人以启示,引发人们进一步研究的兴趣。

1.3.2 界面结构研究

自电镜技术引进界面研究以后,使界面结构的研究向纵深跨进了一大步。界面的电镜研究,取得了如下进展:

1. 肯定了实际材料中界面结构存在周期性的预测,并且已实际观察到这种周期性,获得了来自界面周期结构的衍射证据。长期以来的界面模型研究已转移到实际界面结构及其运动行为的研究,并和材料的物理、力学性能结合起来。

2. 界面结构原子尺度的研究,已获得了许多有价值的结果。例如界面两侧的点阵匹配、晶体取向与界面位错、界面结构与元素偏聚、界面的初次位错与二次位错及其运动规律、晶界位错与晶内位错的交互作用以及界面形成过程的原子弛豫等。

3. 形变过程中晶界的滑动和迁移及其微观机制,形变过程中界面的行为,多晶材料中 Σ 值的统计分布与宏观力学性能的关系等,近年来也进行了卓有成效的工作,并取得了重要进展。材料设计中的界面工程问题,已开始为材料工作者所关注。

1.3.3 相变过程研究

电子衍衬方法是研究相变的有力手段。它涉及以下方面的问题:

1. 晶体缺陷在相变过程中的作用,新相形核与晶体缺陷的关系,相变产物与母相的晶体学关系(惯习面研究)等。在这方面也已进行了大量工作,结果十分丰富。

2. 极大地推动了相变机制的研究,突出反映在贝氏体相变和马氏体相变机制的研究上,这两个问题重新引起了材料科学工作者的兴趣,推动了问题讨论的深入。贝氏体相变长期存在扩散控制长大和切变长大两个学派之争,争论的双方都在寻求电镜技术实验结果的支持。我国的学者也转入了这一争论之中,并用自己的工作明确表示了自己的观点。目前这一争论尚在进行中。马氏体相变是一个古老的问题,问题似乎早已得到解决,但电镜微区成分和结构分析的新的研究结果,在久已沉寂的这一物理冶金研究领域中,掀起了一股学术讨论的波澜。对这个问题作出贡献的除了微区成分和结构分析的分析电子显微术外,弱束技术也发挥了重要作用。

3. 在相变研究中,相结构的研究占有很大的比重。由于电镜方法在研究形态、分布的同时,还可以研究相变产物的成分和结构,给出衍射信息,它和传统的 X 射线方法互为补