

光 学 仪 器 丛 书

电 子 显 微 镜

朱祖福 沈锦德 许志义 编
陆国辉 庄殿骝



机 械 工 业 出 版 社

前 言

目前国内电子显微镜的应用已日趋普及；生产和研制电子显微镜的单位也不断增多。为了普及电子显微镜的基本知识和使用方法，扩大电子显微镜专业人员的队伍，以适应四化的迫切需要，我们编写了此书。内容以透射电镜为主，也包括了一部分扫描电镜的内容。书中主要论述电镜的原理、结构及使用，维修方法等，可供初学者入门或供广大电镜工作者参考。

为了便于说明问题，本书有关电镜结构、操作、维修等内容，围绕三种国产电镜（DXB2-12型、DXA4-10型和DX-201型）进行论述，对大多数新老型号的国外进口电镜亦具有代表性。

书中第一、四、五、十、十一诸章由朱祖福同志执笔；第二、三章由沈锦德同志执笔；第六、九章由许志义同志执笔；第七、八章由陆国辉同志执笔；庄殿骝同志编写了第三、十章中部分内容。全书由朱祖福担任主编。

在编写过程中曾得到复旦大学和细胞生物研究所、江南光学仪器厂等单位的协助，并经韦锦钧、张哲夫、陈祥祯和林先进等同志审阅，在此表示感谢。

由于编者水平有限及缺乏经验，有错误或不妥之处，望读者批评指正。

目 录

前 言

第一章 概述	1
第二章 电子显微镜的原理	11
一、显微镜中的电子波	13
二、电子透镜	14
三、电子显微镜的实际磁透镜	16
四、磁透镜的特性	19
五、电子透镜的象差	26
1. 球差	26
2. 色差	28
3. 象散	29
4. 畸变	30
5. 彗差	32
6. 象差的实验曲线和有关公式	32
六、场深和焦深	38
七、电子图象的形成	40
1. 散射	40
2. 吸收	42
3. 干涉	42
4. 衍射	43
八、影响分辨本领的因素	43
1. 色差的影响	44
2. 象散的影响	44
3. 污染的影响	45
4. 电子图象的移动	45
5. 电子噪声	46

参考文献	46
第三章 电子显微镜的结构	47
一、电子光学系统	47
1. 电子枪	47
2. 聚光镜	56
3. 合轴机构和调焦器	60
4. 样品室	65
5. 物镜	67
6. 中间镜投影镜	73
7. 磁路的设计	82
8. 观察室	86
9. 照相机	88
二、真空系统	90
1. 低真空系统	90
2. 高真空系统	93
3. 真空管道阀门及控制系统	94
4. 真空检测	96
三、供电系统	99
1. 加速电源	99
2. 磁透镜激磁电源	111
3. 辅助电源	117
四、辅助系统	133
1. 水冷系统	133
2. 气动系统	134
3. 起重架	135
参考文献	136
第四章 电子显微镜的调试	137
一、操作步骤	137
1. 开机前的准备	137

2. 开机	138
3. 停机	140
二、电子枪工作条件的选择	141
1. 加速电压的选择	141
2. 灯丝形状和温度等状态的选择	141
3. 真空度的要求	142
三、透镜合轴	143
1. 照明系统合轴	143
2. 成象系统合轴	150
3. 照明系统与物镜的合轴	152
4. 消象散器与透镜的合轴	154
四、消除象散	154
1. 聚光镜消除象散	154
2. 物镜消除象散	156
五、物镜调焦	158
六、拍摄显微照片	161
1. 准备拍片	162
2. 曝光	164
参考文献	165
第五章 电子显微镜的安装维护和修理	166
一、电子显微镜的安装条件	166
1. 对房间的要求	166
2. 对电源的要求	168
3. 对水源的要求	169
4. 温、湿度及空气调节	170
5. 对杂散磁场的要求	171
6. 对机械振动的要求	173
7. 照明	174
二、电子显微镜的维护	174

1. 每天使用前的调整	174
2. 性能检查	175
3. 真空部件清洗	186
4. 更换电子枪灯丝	191
5. 重涂荧光屏	194
6. 真空泵换油	195
7. 空压机的维护	197
三、电子显微镜的修理	197
1. 真空故障	197
2. 调象故障	199
参考文献	202
第六章 扫描电子显微镜的原理与结构	203
一、扫描电子显微镜的成象原理	204
1. 二次电子	205
2. 背散射电子	207
3. 吸收电流	208
4. 俄歇电子	209
5. X射线	209
6. 阴极荧光	210
7. 电子-空穴对	210
8. 透射电子	210
二、扫描电子显微镜的基本结构	212
1. 电子光学系统	213
2. 扫描系统	215
3. 信号检测系统	218
4. 显示系统	229
5. 样品室和样品台	230
6. 真空系统	231
三、获得高分辨率的条件	232

1. 电子光学性能.....	232
2. 电子束和样品的相互作用.....	235
3. 外界干扰.....	235
四、扫描电子显微镜的操作	237
1. 真空操作.....	237
2. 置换样品.....	237
3. 选择加速电压, 加热灯丝.....	238
4. 透镜电流选择.....	238
5. 扫描速度的选择.....	239
6. 图象的信号增益、衬度和亮度控制.....	241
7. 消象散.....	242
8. 图象记录.....	243
9. 关闭真空.....	243
参考文献	243
第七章 电子显微镜样品的制备.....	245
一、样品制备室	245
二、载网	246
1. 载网的质量要求.....	246
2. 成型工艺.....	247
3. 种类及其应用.....	249
4. 铜网的清洗法.....	254
三、支持膜	255
1. 常见支持膜.....	256
2. 高分辨率支持膜.....	263
四、真空镀膜技术在样品制备中的应用	268
1. 电镜室专用的真空镀膜机.....	268
2. 金属的蒸发.....	270
3. 铂-碳的蒸发	273
4. 扫描电子显微镜样品的金属覆盖层.....	274

五、样品制备方法	275
1. 微粒样品的制备法	275
2. 复型技术	277
3. 投影技术	283
4. 超薄切片	286
5. 薄膜样品	294
6. 测定电子显微镜性能的样品	298
7. 冰冻蚀刻	316
8. 临界点干燥	318
参考文献	320
第八章 电子显微镜的暗室技术	323
一、暗室设计	323
1. 结构	323
2. 通风	325
3. 照明	325
4. 洁净	326
5. 显影台	326
6. 水洗池	327
7. 出入口的设计	327
8. 主要器材	328
二、暗室操作技术	330
1. 基本流程	330
2. 冲洗负片的操作	330
3. 印相、放大照片	335
4. 照相纸的选择	341
三、电子显微镜专用的感光片	343
1. 灵敏度和分辨率	342
2. 片基	344
3. 其它特性	345

四、常用配方	346
1. 显影液	346
2. 定影液	348
3. 停显液	349
4. 显影液和定影液的保存方法和有效寿命	349
参考文献	350
第九章 电子衍射	351
一、电子衍射的原理及用途	351
1. 阿贝衍射成象	351
2. 选择衍射成象	353
3. 电子衍射技术的应用领域	355
二、电子衍射的一些基本方法	355
1. 透射电子显微镜的电子衍射方法	355
2. 扫描透射的电子衍射方法	361
3. 透射和扫描透射混合方法——摇摆束衍射技术	364
4. 扫描电子显微镜的电子衍射技术	366
参考文献	371
第十章 电子显微镜的附加装置	372
一、防污染装置	372
二、倾斜附件	374
三、扫描附件	379
四、X线能谱元素分析附件 (EDX)	382
五、象增强附件及电视显示装置	385
六、电子能量损失谱附件 (EELA)	387
七、其它附加装置	387
参考文献	389
第十一章 电子显微镜的新技术展望	390
一、电子显微镜原理及结构上的新技术	390
二、电子显微镜应用方面的新技术	394

X

参考文献	395
附录一 国产电子显微镜性能	396
一、透射电子显微镜	396
1. DXB2-12型电子显微镜	396
2. DXA4-10型电子显微镜	397
3. XDT-10型电子显微镜	398
4. DX-201型电子显微镜	399
二、扫描电子显微镜	400
1. DX-3型扫描电子显微镜	400
2. SMDX-1P型微区分析扫描电子显微镜	401
3. TSM-I型扫描电子显微镜	402
附录二 电镜室可考虑的配套设备和其它物品	404
1. 设备	404
2. 仪器	404
3. 手工具	404
4. 玻璃器皿	405
5. 试剂、溶剂及油脂等	405

第一章 概 述

光的衍射现象严重地限制了光学显微镜的分辨本领，利用在真空中高速运动的电子流代替光线来作为显微镜的照明电源，其波长约为可见光的十万分之一，由此可以大大提高显微镜的分辨本领，对微观世界的探索提供了有力的工具。目前商品生产的高性能电子显微镜（以下简称电镜），分辨本领可达到3埃左右（点与点能分辨开）。分辨本领这一名词通俗地讲就是：一台电镜所能分辨的最小细节的尺寸，通常用一个长度单位埃（符号是 $\text{\AA}$ ， $1\text{\AA}=10^{-8}$ 厘米）来度量，电镜的分辨本领要比光学显微镜提高1000倍。

现代科学技术的进步无不提出对微观形态研究的必要性。在生命科学方面，从与人们日常生活密切关联的医学临床检验，直到生物学方面的对生命起源、病毒、肿瘤及遗传工程等方面的理论研究都要借助电镜进行微观的或是分子水平的观察分析。在材料科学方面，从生产中对材料的流程检验，直到金属、半导体等固体物理方面的理论研究和单个原子、单个分子的直接观察等，电镜也是必不可少的常规仪器。

现将电镜在各个领域的应用简述如下：

1) 物理学

分子和原子形态的研究；晶体薄膜位错和层错的研究；表面物理现象的研究等。

2) 化学

高分子结构和性能方面的研究；一些有机复合材料的结

构形态和添加剂的研究；催化剂的研究；各种无机物质性能、结构、杂质含量的研究；甚至对一些化学反应过程的研究等。

3) 生物学

在分子生物学、分子遗传学及遗传工程方面的研究；昆虫分类的研究；人工合成蛋白质方面的研究以及对各种细菌；病毒、噬菌体等微生物的研究。

4) 医药卫生

癌症发病机理的研究及早期诊断；药理及病理学方面的研究；计划生育和节育药物的研究；对病毒及干扰素方面的研究以及临床诊断等。

5) 地质和考古

地层的研究、分析、识别；矿石的分析研究；化石、古尸、古瓷及各种出土文物的分析研究；文物古董的真伪鉴别等。

6) 冶金

精密合金的性能和工艺研究；钢铁材料断口分析和夹杂物成分及分布的分析研究；耐高温、高强度金属材料及超导材料等的研究；金相分析等。

7) 电子元件

各种半导体器件如超大规模集成电路等的失效分析和性能检查；硅单晶等各种半导体材料性能的分析研究；各种开关、电位器、接插件的可靠性研究及耐久性分析；录音磁带、磁粉晶形的分析检查等。

8) 机械工业

热处理工艺、焊接工艺、铸造工艺等等的研究；破损机件的断口分析等。

9) 石油化工

油田岩芯的研究分析；石油制品性能结构的研究和成分分析；催化剂的研究等等。

10) 纺织、轻工业

羊毛纤维、纸张和粮食等的质量评定；合成纤维性能的研究；感光胶片的乳剂的研究等等。

11) 硅酸盐及无机材料

各种陶瓷、玻璃、云母、石墨、人造金刚石及新型建筑材料的性能结构和工艺研究和成分分析。

12) 原子能

放射性同位素以及反应堆所用特殊材料的研究分析。

13) 航空和空间技术

航空和宇航特种材料的研究；高空生理和太空生理的研究；宇宙物质的研究分析等。

14) 农林、畜牧

由于植物病毒引起的粮食、果树、烟草等作物的病害的防治研究；家畜、家禽、战马等发生癌病的动物病毒的研究；杂交优势以及诱发突变的研究。

15) 法学

刑事案件中对尸体、假币、锁钥、凶器及各种作案工具的判别与分析，为破案提供充分的证据。

16) 环境保护

大气或水中的固体粉尘、微粒的分析研究和粒度测定等。

电镜的上述应用只能说是极不完整地罗列了一些比较常见的方面，其它诸如在对外贸易、军事等方面均有其用武之地。

世界上第一台电镜于一九三二年在德国柏林诞生，其放大倍数只有12倍，它是由柏林工科大学的克诺尔和鲁斯卡研制的。到一九三四年，他们把电镜的分辨本领提高到500埃。一九三八年，鲍利斯和鲁斯卡在西门子公司研制成分辨本领为100埃的电镜，并在一九三九年作为商品交付使用。一九三四年马登用他自己做的电镜摄得了第一张生物材料的电子显微照片；一九三七年又拍摄了第一张细菌照片，为电镜的实际应用作出了贡献。一九四〇年美国R.C.A.公司制成第一台商品磁式电镜，首次采用了电子稳定电路。一九四七年海勒和朗勃将消象散器用于电镜，使电镜的分辨本领获得了突破，达到10埃。

五十年代，法、荷、日、美、英、苏等世界各国透射式电镜已进入成批生产阶段，德国的西门子公司在当时成为电镜生产的先驱。

常规加速电压为10万伏的透射电镜只能对厚度小于0.1微米的样品进行观察。为了观察数微米以上的样品，也为了能在充气的环境里观察活的生物体样品，一九六〇年法国的杜帕埃等人，在图鲁兹制造了加速电压为150万伏的电镜，在一九七〇年又制成了300万伏的电镜。日本是生产这类超高压电镜最多的国家，典型产品是加速电压100万伏的电镜，晶格分辨本领优于2.7埃。

目前商品高性能电镜的点分辨本领一般可达到3埃；晶格分辨本领一般保证1.4埃。一九七八年日本日立公司报导摄得镍单晶薄膜(220)面的半周期为0.62埃的晶格象。

扫描电镜远在一九三二年已由德国的克诺尔提出了这种成象放大的概念，并在一九三五年制成了极其原始的模型。一九三八年德国的阿登纳制成了第一台采用缩小透镜的用于

透射样品的扫描电镜。此后，由于不能获得高分辨率的样品表面象，扫描电镜一直得不到发展，只能在电子探针X线微分析仪中作为一种辅助的成象装置。在不少科学家的努力下，解决了扫描电镜从理论到仪器结构方面的一系列问题。到一九六五年才由英国剑桥仪器公司生产出第一台商品的扫描电镜。它用二次电子成象，分辨本领可达250埃，使扫描电镜进入了实用阶段。

目前，扫描电镜在日、英、美等国已投入大批量生产，其规模已超过透射电镜。商品的高性能扫描电镜，其分辨本领一般都已达到60~70埃。

一九六八年，在美国芝加哥大学的克鲁研制成功了场致发射电子枪，并将它应用于扫描电镜，能获得数埃分辨本领的透射象。一九七〇年他发表了用扫描透射电镜拍摄的铀和钍BTCA中的铀原子和钍原子象，这使扫描电镜又进展到一个新的领域。

我国电镜的应用在解放后才蓬勃开展。一九五八年，在长春中国科学院光学精密机械仪器研究所诞生了第一台国产的中型电镜。接着又与中国科学院电子学研究所、上海精密医疗器械厂等单位合作，于一九五九年自行设计并研制成功了大型透射式电镜，并由精密医疗器械厂进行小批量生产。在此期间，上海光学仪器厂、南京教学仪器厂、沈阳精密仪器厂等亦都开展了电镜的研制和生产。一九六五年七月，上海电子光学技术研究所试制成功了点分辨本领优于7埃的DXA3-8型一级大型电镜〔1〕，使我国电镜的制造水平一跃而进入世界先进行列。

此后，上海电子光学技术研究所陆续小批量生产DXA3-8型和DXA4-10型20万倍电镜（图1-1）。一九七〇年还研制

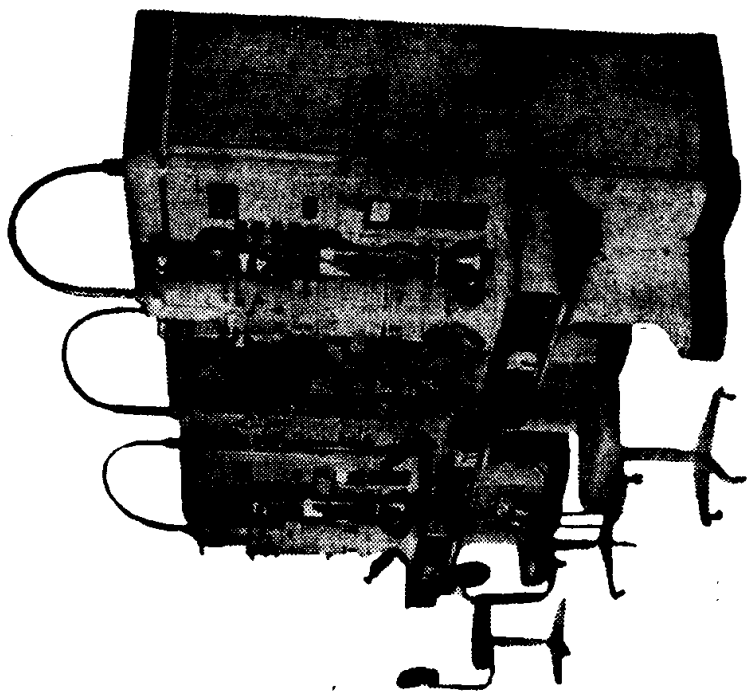


图1-1 DXA4-10型电镜

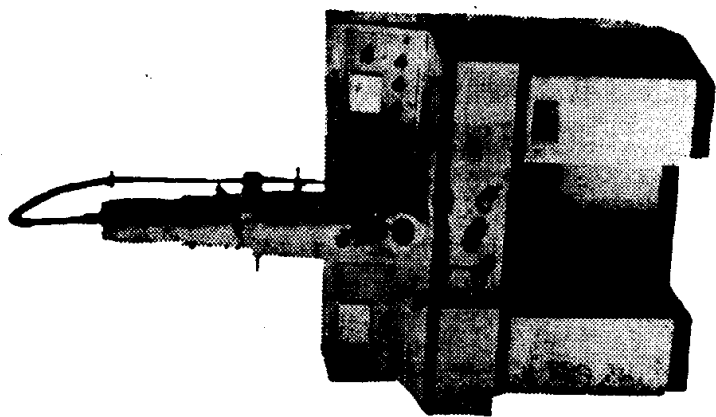


图1-2 DX-201型电镜

成功DXB1-12型40万倍电镜。南京江南光学仪器厂也小批生产DX-201型电镜（图1-2），满足了国内不同的需要。

一九七五年，中国科学院北京科学仪器厂试制成功DX-3型扫描电镜〔2〕，分辨本领达100埃，填补了我国扫描电镜的空白，接着就投入小批量生产。

一九七七年，上海新跃仪表厂又试制成功了DXB2-12型80万倍电镜〔3〕，晶格分辨本领可保证达2.04埃（最好的照片为1.44埃），真空操作及照相机等均实现了自动化（图1-3）。这种电镜已在一九七八年投入了小批量生产。

同年，上海新跃仪表厂还试制成功配有两道X光谱仪的大型扫描电镜（图1-4），使扫描电镜具有成分分析的手段。不久南京江南光学仪器厂又试制成功了新型的XDT-10型电镜（图1-5），性能比原生产的DX-201型有很大的提高。

一九七八年底，上海新跃仪表厂、江南光学仪器厂都试制成功了扫描电镜（图1-6），现在已投入较大批量生产，以适应国内广泛的需要。

在扫描电镜商品化之前，作为表面显微仪器、反射式电镜、发射式电镜和镜式电镜等〔4〕，均有其一定地位。由于扫描电镜的崛起，使这些电镜除一些特殊需要外，作为专用电镜，几乎已被淘汰。在40~50年代曾经风行一时的静电式电镜，由于其分辨本领低、工作不稳定、维护要求高等不可克服的弱点，亦早被电磁式电镜所取代。

顺便提一下，作为电子显微镜的姐妹作——离子显微镜及质子显微镜等〔5〕，尽管其理论分辨本领比电镜高，但由于难以制造低象差、短焦长的透镜，且难以克服重粒子对样品的破坏而无法付诸实际应用。