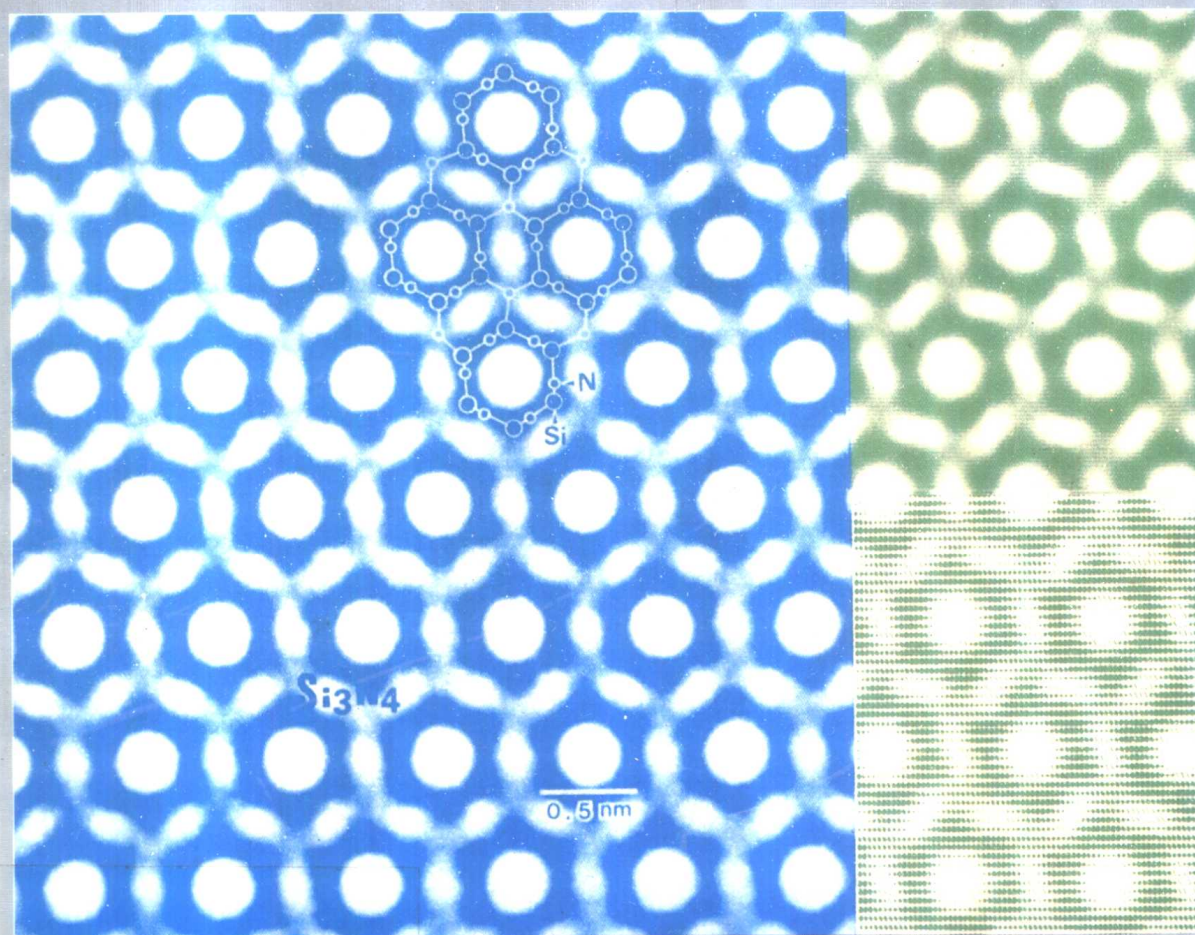


材料评价的 高分辨电子显微方法

〔日〕 进藤 大辅 合著
平贺 贤二
刘安生 译



冶金工业出版社

材料评价的 高分辨电子显微方法

[日] 进藤 大辅 合著
平贺 贤二

刘安生 译

北 京
冶 金 工 业 出 版 社
1998

北京市版权局著作权合同登记号：01-98-1068 号

THE HIGH-RESOLUTION ELECTRON PHOTOMICROGRAPH
METHOD OF JUDGEMENT MATERIAL

Originally published in Japanese

By Kyoritsu Shuppon Co., Ltd., Tokyo, JAPAN

Copyright © 1996 by Daisuke Shindo & Kenji Hiraga

All Rights Reserved.

图书在版编目 (CIP) 数据

材料评价的高分辨电子显微方法 / [日] 进藤 大辅, 平
贺 贤二合著; 刘安生译. —北京: 冶金工业出版社, 1998. 8
ISBN 7-5024-2111-4

I. 材… II. ①进…②平…③刘… III. 工程材料-高分辨电
子显微术 IV. TB302

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (97) 第 21256 号

出版人 卿启云 (北京沙滩嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009)

责任编辑: 张 卫 美术编辑: 王耀忠 责任校对: 符燕蓉

外文印刷厂印刷; 冶金工业出版社发行; 各地新华书店经销

1998 年 8 月第 1 版, 1998 年 8 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16; 12.5 印张; 300 千字; 186 页; 1-1000 册

定价: 20.00 元

(本社图书如有印装质量问题, 本社发行部负责退换)

译者的话

材料的性能取决于其组织结构,尤其取决于材料的微结构。因此,直接观察和研究材料的微结构对于新材料的研制和开发、材料性能的改进以及材料可靠性的评价是十分重要的。高分辨电子显微方法正是一种直接观察材料微观结构的实验技术。它不仅可以获得材料中晶胞排列的信息,还可能确定晶胞中原子的位置。对于现代的200kV级电子显微镜,点分辨率已高于0.2nm;而对于1000kV级高压电镜,点分辨率已达到0.1nm。这样高的分辨率已能分辨几乎所有物质晶体中原子的排列。高分辨电子显微方法可分析的体积比X射线结构分析的小 10^{14} 倍,这对非均匀材料的研究十分有效。更重要的是,高分辨电子显微学研究的对象不一定必须是周期性的晶体结构,可以是准晶、非晶,也可以是单个空位、原子、位错、层错等晶体缺陷,以及晶界、相界、畴界、表面等界面。高分辨电子显微方法已在金属、半导体、化合物、超导体、陶瓷和矿物等材料的研究方面,取得了突破性进展,并且,正在得到更加广泛地应用。现在,材料的微结构研究已成为材料科学的重要组成部分。高分辨电子显微方法已成为材料评价,特别是高技术的先进材料评价的重要手段。

本书的两位作者分别为日本东北大学金属材料研究所的平贺教授和先进材料工艺研究所的进藤教授。平贺教授几十年来一直从事晶体结构的解析、电子显微学和准晶的研究工作。进藤教授的研究领域是电子显微学、图像解析和材料科学。他们在高分辨电子显微学的研究领域中都做出过杰出的成绩,对材料的高分辨电子显微技术的发展有突出的贡献。他们首先观察到Al-Mn合金准晶的高分辨电子显微像,证实了Al-Mn合金的结构不是多重孪晶,而是准晶结构。这就从实验上肯定了准晶的存在。在继后的工作中,他们又观察和诠释了准晶中的位错。在高温超导材料研究的初期,他们最先拍摄到 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ 超导氧化物的结构像。这张高分辨电子显微像被各国有关科学工作者广泛引用。鉴于他们在高分辨电子显微学研究中做出的贡献和在图像处理以及材料科学方面取得的创新性成果,平贺教授于1982年获得日本电子显微镜学会濑藤奖,1984年获日本金属学会功绩奖,1987年获日本晶体学会奖和日本金属学会论文奖;进藤教授于1982年获日本电子显微镜学会濑藤奖,1995年获日本金属学会功绩奖。他们非常重视科学实验,在技术方面精益求精,具有丰富的实践经验。他们拍摄的许多高分辨电子显微像是相当完美的,受到各国同行的赞誉。1989、1991、1993年进藤教授均获得了日本金属学会的图片奖。

本书是一本关于高分辨电子显微方法原理、实验技术、在材料中的应用以及相关周边技术的书。首先,本书简洁地介绍了高分辨电子显微像的成像原理、方法的理论基础和必要的计算公式。解释了高分辨电子显微像的衬度特征,以及它是怎样与原子排列对应的,并给出了高分辨电子显微像计算机模拟的具体方法。这一章叙述层次清楚,概念准确,对于初学者来说简明易懂,而对于多年从事高分辨电子显微像的人来说也会有新的启发。然后,本书用一章的篇幅叙述了高分辨观察的实际方法,介绍了许多实际操作中的注意事项和经

验,写得既具体又不繁琐,阅读起来很有吸引力。特别是,这一章强调了如何获得最佳拍摄条件和如何对图像进行正确的诠释,并仔细地讨论了试样厚度和离焦量对像衬度的影响,突出了实验技术要领,使拍摄的像能真实地反映材料的微结构。再次,本书用较大的篇幅介绍了高分辨电子显微方法在材料评价中的应用。给出了各种晶体缺陷和陶瓷、超导氧化物、有序合金、准晶等各种材料的观察方法,并提供了典型而完美的高分辨电子显微像以及对图像的解释,为高分辨电子显微学工作者和有关材料研究人员提供了很好的参考信息。高分辨电子显微方法是一门综合性技术,本书的最后一章介绍了高分辨电子显微方法的相关技术,叙述了从高分辨电子显微像引出结构信息的图像处理方法,以及定量解析的新技术和新型记录材料。同时,还简要地介绍了作为高分辨电子显微方法的辅助手段的电子衍射和弱束像技术,以及用于高分辨电子显微方法的各种制样技术。附录给出各种有用的物理常数、典型衍射谱和进行各种数学处理时采用的符号并讨论了部分相干性问题。总之,本书内容具体,论述深入浅出,是一本既有理论又侧重于实验技术和应用的比较全面讲述高分辨电子显微方法及其在材料科学中应用的书。它可供电子显微学工作者、材料研究人员和大专院校有关专业师生阅读参考。

本译著的出版得到了原书作者的支持和帮助,在此对他们致以诚挚的谢意。同时,译者还要衷心感谢译者所在单位北京有色金属研究总院和日本电子株式会社社长江藤辉一先生对本书出版的支持。最后,译者还要对冶金工业出版社为提高本书的编辑出版质量所做的细致工作和付出的辛勤劳动,表示深切的谢意。

译者

1997年2月20日

前 言

近年来,由于科学技术的急速发展,电子显微镜的性能得到了显著的提高。目前,其分辨率已达到 0.1nm 。利用这种高分辨率的特性对原子排列进行直接观察的技术,称为高分辨电子显微方法。它作为从原子尺度评价材料内部结构的最有力的实验手段正在被广泛用于各种尖端材料的研究。在有关新材料开发的记载、论文以及相关科学杂志中,经常都刊载有高分辨电子显微照片,高分辨电子显微方法的重要性正日益增加。但是,在这些高分辨电子显微照片中,拍摄倍率高而不满足恰当的拍摄条件和高分辨电子显微像的衬度不能充分反映与材料特性相关的结构信息的照片并不少见。随着高分辨电子显微方法在尖端材料研究中的不断应用,有必要强调拍摄条件的最佳优化和对所拍摄图像的正确解释。

到目前为止,作者多次举办过以从事电子显微镜的研究者为对象、基于简明教材的高分辨电子显微方法的讲习班。除讲课之外,还实地操作电子显微镜,进行电子显微像的观察和解释。幸运的是这些讲习班得到了参加者的种种好评,多次提出将这个教材和观察的实例等内容汇编成书籍出版的要求。鉴于近年来高分辨电子显微方法重要性的提高和为了满足这样的愿望,我们编写和出版了这本为专门从事材料电镜分析工作的科研人员以及从事材料研究的科技人员和学生都易于学习掌握的高分辨电子显微方法实际操作的参考书。在编写时,注意理论叙述尽可能简洁,而着重像的观察和解释,刊载了许多实际拍摄的、典型的高分辨电子显微像,供科技人员在今后拍摄类似材料的高分辨电子显微像时参考。另外,如果这些高分辨电子显微像对大家理解材料固有的原子排列有帮助的话,我们也将十分高兴。

本书的第1章叙述了电子显微镜的基本原理和高分辨显微像的成像过程。解释了高分辨电子显微像的衬度,以及它是怎样与原子排列相对应的,电子显微镜的分辨率和高分辨电子显微像计算机模拟的具体过程等。第2章,叙述了高分辨电子显微像的种类及其具体的拍摄方法。讨论了最佳条件拍摄的注意事项以及试样厚度和离焦量等对像的衬度的影响。第3章给出了大量的高分辨电子显微像的具体实例,叙述的重点是各种晶格缺陷和每种材料的特征、观察它们的方法和对显微像的解释。除了从高分辨电子显微像获得材料特征信息的各种解说外,还适当地说明了材料的工艺背景。第4章作为高分辨电子显微方法

的相关技术，叙述了从高分辨电子显微像引出结构信息的图像处理，以及采用新的记录载体——成像板进行的最新的定量解析。另外，对结构解析中作为高分辨电子显微方法的补充实验手段——电子衍射方法和弱束法也进行了解说。在此章的最后，比较了用于高分辨电子显微方法的各种试样制备技术，叙述了它们的特点。附录，除物理常数外，作为正文的补充，给出了衍射花样的实例、傅里叶变换的性质、波函数符号的处理以及部分相干性等。

本书要提到的是用高分辨电子显微方法进行材料研究的日本东北大学名誉教授(现北见工业大学校长)平林真博士、日本东北大学名誉教授(现日本IWAKI 明星大学教授)渡边伝次郎博士及作者所属的日本东北大学许多研究人员对作者工作的大力协助。同时还特别需要提到的是，太田平四郎(已故)、寺崎治博士、青柳英二、大西直之博士、李甲镐博士、奥健夫博士、李丙泽博士、大砂哲博士、孙威博士、朴京洙博士，以及江森弘等在高分辨像的拍摄方面直接给予作者的协助。另外，本书的筹划和出版，得到了日本电子株式会社社长江藤辉一、该社主任研究员及川哲夫博士，以及共立出版株式会社编辑部科长古川昭政的许多帮助，在此一并致以谢意。

作 者

1996 年 3 月

目 录

第 1 章 高分辨电子显微方法的基础

1.1 透射电子显微镜的原理	1
1.2 电子散射和傅里叶变换	3
1.3 高分辨电子显微像的形成	4
1.3.1 薄膜试样的高分辨电子显微像	4
1.3.2 电子显微镜的分辨率	8
1.3.3 厚试样的高分辨电子显微像	10
1.4 高分辨电子显微像的计算机模拟	11
1.4.1 程序的构成和输入的参数	12
1.4.2 在考虑晶格缺陷和吸收时的计算机模拟	13
1.4.3 程序的检查	14
参考文献	16

第 2 章 高分辨电子显微方法的实践

2.1 高分辨电子显微像的种类	17
2.1.1 晶格条纹	17
2.1.2 一维结构像	19
2.1.3 二维晶格像	20
2.1.4 二维结构像	22
2.1.5 特殊的像	24
2.2 高分辨电子显微镜观察	28
2.2.1 像观察前的注意事项	28
2.2.2 像观察时的注意事项	29
2.2.3 拍摄像的选择	32
2.2.4 像解释时的注意事项	34
2.2.5 高分辨电子显微镜观察的练习	35
参考文献	36

第 3 章 高分辨电子显微方法的应用

3.1 晶格缺陷、表面和界面的高分辨电子显微像	37
3.1.1 位错	37
3.1.2 晶界和相界面	46
3.1.3 表面	62

3.1.4 其他结构缺陷	68
3.2 各种物质的高分辨电子显微像	73
3.2.1 陶瓷	73
3.2.2 超导氧化物	77
3.2.3 有序合金	87
3.2.4 准晶	102
参考文献	120

第4章 高分辨电子显微方法的周边技术

4.1 图像处理	123
4.1.1 高分辨电子显微像的输入和输出	123
4.1.2 高分辨电子显微像图像处理的实践	125
4.2 定量解析	133
4.2.1 新记录系统的原理	133
4.2.2 新的图像记录系统的特性	134
4.2.3 用残差指数解析高分辨电子显微像	137
4.3 电子衍射方法	141
4.3.1 电子衍射方法的基础	141
4.3.2 电子衍射方法的实际操作	143
4.3.3 各种结构及其电子衍射花样的特征	145
4.4 弱束方法	149
4.4.1 弱束方法的原理和特点	149
4.4.2 弱束像的观察程序	150
4.5 电子显微镜性能的评价	151
4.5.1 电子显微镜基本参数的评价	151
4.5.2 电子显微镜分辨率的评价	156
4.6 试样制备方法	157
4.6.1 粉碎方法	158
4.6.2 电解减薄方法	158
4.6.3 化学减薄方法	159
4.6.4 超薄切片方法	159
4.6.5 离子减薄方法	160
4.6.6 聚焦离子束方法	161
4.6.7 真空蒸涂方法	162
参考文献	163

附 录

附录1 物理常数、换算系数和电子波长等	165
附录2 晶体几何学关系	166

目 录

附录 3 材料的典型结构和电子衍射花样	167
附录 4 傅里叶变换的性质	176
附录 5 波函数相位的处理	179
附录 6 关于部分相干性	180
参考文献	180
索 引	181

专栏一览表 (页码)

金属间化合物——耐热材料	39
倾斜晶界和 Σ 值	53
超导氧化物最初观察的情况	87
表示合金晶体结构的符号	88
菊池花样	147

本书刊载的（各类材料的）高分辨电子显微像一览表（页码）

本表采用各种材料的习惯表示方法来表示材料的组成。另外，当不能确切表示组成时，用短线将构成元素连接起来表示。

1. 陶瓷

SiC	23
Si ₃ N ₄	25
HIP-Si ₃ N ₄ -SiC	50
CVD-Si ₃ N ₄	50
CVD-SiC	51
CVD Si ₃ N ₄ -TiN	61
Si ₃ N ₄ -SiC	78, 79
ZrO ₂	80
Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ ($\varphi_{\text{ZrO}_2}=24\%$)	63, 81, 83
ZrO ₂ -Al ₂ O ₃ ($\varphi_{\text{Al}_2\text{O}_3}=24\%$)	82

2. 半导体

Si	40, 41, 42, 46, 48
Ga _{0.5} In _{0.5} P	127, 128

3. 合金、金属间化合物

Fe _{73.5} CuNb ₃ Si _{13.5} B ₉	18
Ni ₃ (Al, Ti)	43, 54
CoTi	44
Fe ₃ Al	49
Ni-Mo ($x_{\text{Mo}}=20.1\%$)	103
Sm-Co	57, 58
Au-Cd ($x_{\text{Cd}}=24.0\%$)	94
Au-Cd ($x_{\text{Cd}}=30.5\%$)	105
Au-Cd ($x_{\text{Cd}}=32.0\%$)	104, 105
Au-Mn ($x_{\text{Mn}}=20.7\%$)	101
Au-Mn ($x_{\text{Mn}}=22.6\%$)	95
Cu-Au ($x_{\text{Au}}=41.0\%$)	98
Cu-Au ($x_{\text{Au}}=50.0\%$)	99
Al-Si ($w_{\text{Si}}=20\%$)-Ni ($w_{\text{Ni}}=1\%$)	60
Al ₈₀ Mn ₂₀	110
Al ₇₄ Mn ₂₀ Si ₆	111, 113
Al ₇₀ Pd ₂₀ Mn ₁₀	113
Al-Li-Cu	114
Al ₃ Mn	116

$\text{Al}_{72}\text{Pd}_{18}\text{Cr}_{10}$	114
$\text{Al}_{70}\text{Pd}_{13}\text{Mn}_{17}$	115, 116
4. 无机化合物	
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	45, 65, 85
Bi-Sr-Ca-Cu-O	19, 55
$\text{TlBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_7$	65
$\text{TlBa}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{11}$	8, 66
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CuO}_6$	39, 86, 137
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$	89
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$	89
$\text{Pb}_2\text{Sr}_2\text{Y}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}\text{Cu}_3\text{O}_8$	66
EMT 型沸石	69
LTL 型沸石	69
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	67
Nb-O-F	71
Nb_2O_5	72
$\text{WO}_3\text{-}1/8\text{Ta}_2\text{O}_5$	74
$\text{WO}_3\text{-}1/4\text{Ta}_2\text{O}_5$	75, 76
Sm_2CuO_4	91

使用的电子显微镜一览表

- 200kV 电镜: JEM-200CX, $C_s=0.8\text{mm}$
- 400kV 电镜: JEM-4000EX, $C_s=1.0\text{mm}$
- 1000kV 电镜: JEM-1000, $C_s=8.0\text{mm}$
- 1250kV 电镜: JEM-ARM1250, $C_s=1.6\text{mm}$

第 1 章 高分辨电子显微方法的基础

1.1 透射电子显微镜的原理

透射电子显微镜中像的形成可理解为一个光学透镜（物镜）的成像，如图 1.1 光路图所示。具有一定波长（ λ ）的电子束^❶入射到晶面间距为 d 的晶体时，在满足布拉格条件：

$$2d\sin\theta = \lambda \quad (1.1)$$

的特定角度（ 2θ ）处产生衍射波。这个衍射波在物镜的后焦面上会聚成一点，形成衍射点。在电子显微镜中，后焦面上形成的规则的花样经其后的电子透镜在荧光屏上显现出来，这就得到了所谓的电子衍射花样（或者叫做电子衍射图形）。

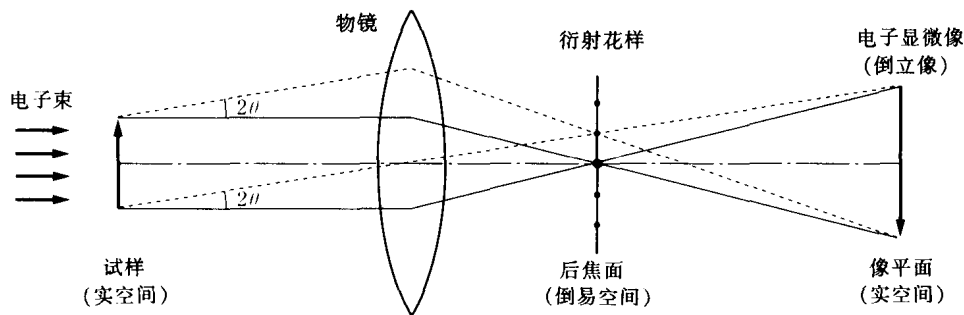


图 1.1 利用光学透镜表示电子显微像成像过程的光路图

在后焦面上的衍射波继续向前运动时，衍射波合成，在像平面上形成放大的像（电子显微像）。通常，将生成衍射花样的后焦面上的空间称为倒易空间（倒易晶格空间），将试样位置或成像平面称为实空间。如下一节叙述的那样，从试样到后焦面的电子衍射，即是从实空间到倒易空间的变化，在数学上用傅里叶变换来表示。

在透射电子显微镜中，调节电子透镜（改变透镜的焦距）时，就能够很容易观察到电子显微像（实空间的信息）和衍射花样（倒易空间的信息），这样，利用这两种观察模式就能很好获取这两类信息。对于电子衍射花样的观察，先观察电子显微像（放大像），插入光阑（选区光阑）到感兴趣的区域，调节电子透镜，就能得到只有这个区域产生的衍射花样。

^❶ 具有一定波长的波，即是具有同样能量的波，称为单色波。可将电子显微镜中的入射电子束当作是单色波，但是，严格地说有 $1\sim 2\text{eV}$ 的能量变化。

这种观察模式叫选区电子衍射方法。利用选区电子衍射方法能获得细微组织各个区域的衍射花样，从而能够得知各个区域的晶体结构和它们的晶体取向关系。插入光阑能够选择的最小视场范围，通常是直径 $0.1\mu\text{m}$ 左右。但是，对于新近出品的电子显微镜，可使入射到试样上的电子束汇聚到很小来观察电子衍射花样，这就是所谓的微衍射 (microdiffraction) 方法。在这种情况下，能够观察直径为数纳米以下的微小区域的电子衍射花样。

另一方面，观察电子显微像时，先观察衍射花样，将光阑插入物镜的后焦面，在电子衍射花样中选择感兴趣的衍射波，调节透镜就能得到电子显微像。这样，就能有效识别夹杂物和观察晶格缺陷。如图 1.2(a) 所示，用物镜光阑选择透射波、观察电子显微像的情况称为明场方法，观察到的像叫明场像 (bright-field image)。另外，如图 1.2(b) 所示，用物镜光阑选择一个衍射波观察时称为暗场方法，观察到的像叫暗场像 (dark-field image)。对于这样的像，其透射波或衍射波的振幅随区域受到不同的吸收和散射产生的衬度叫做吸收衍射衬度 (或叫振幅衬度)。

如图 1.2(c) 所示，在后焦面上插入大的物镜光阑时，可以使两个以上的波合成 (干涉) 形成像。这就是本书的主题，称为高分辨电子显微方法 (high-resolution electron microscopy)，观察到的像称为高分辨电子显微像 (高分辨显微像) (high-resolution electron microscope image)。高分辨电子显微像的衬度是由合成的透射波和衍射波之间的相位差形成的，称为相位衬度 (phase contrast)。使透射波和透镜系统的光轴合轴时，它作为其他衍射波的中心一起进入光阑成像的情况特别称为轴向照明法；透射波偏离光轴 (使入射束倾斜) 观察的情况，称为非轴向照明法。现在一般都使用轴向照明法。

高分辨电子显微像是由于电子受到物质的散射，接着受到电子透镜像差的影响，发生干涉成像的衬度。因此，对于正确的拍摄条件的理解以及为恰当地进行像的解释，充分理解物质引起的电子散射过程和电子透镜的成像过程是很重要的。

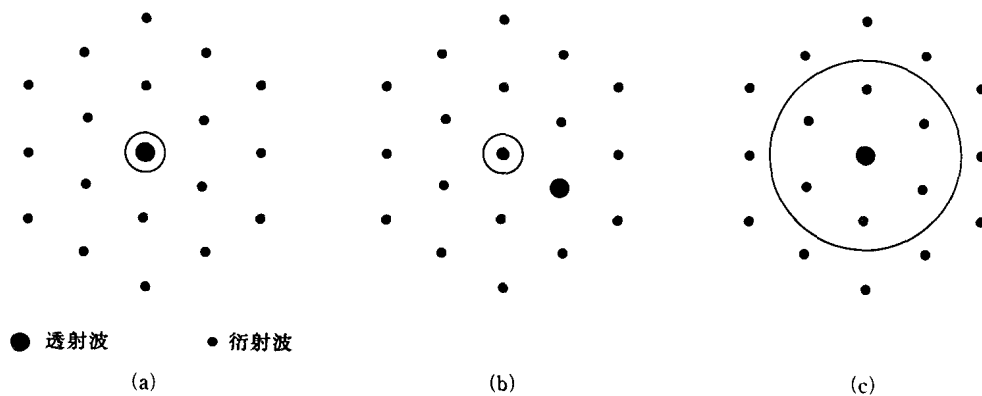


图 1.2 各种电子显微观察方法中物镜光阑插入的模式

(使圆形的物镜光阑中心与透镜的光轴一致)

(a) 明场方法；(b) 暗场方法；(c) 高分辨电子显微方法 (轴向照明法)

1.2 电子散射和傅里叶变换

试样散射电子形成衍射花样, 以及其后形成电子显微像的过程, 在数学上可以用傅里叶变换来表述。本节中将简洁地用傅里叶变换来表示被物质散射的电子在后焦面上的散射振幅。对于电子显微像和电子衍射花样的解释, 以及下一节的“高分辨电子显微像的形成”和 1.4 节的“高分辨电子显微像的计算机模拟”的理解, 搞清楚电子散射的过程和相应的傅里叶变换是十分必要的。

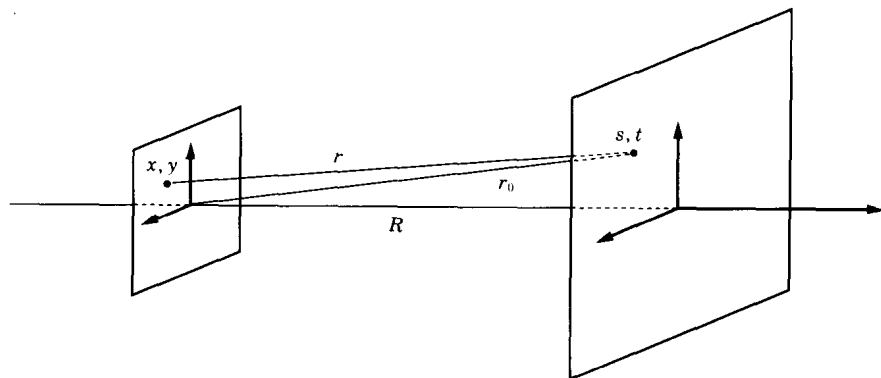


图 1.3 电子散射示意图

现在, 我们考虑具有波数 k ($2\pi/\lambda$, λ 为波长) 的平面波 $\exp(ikr)$ 入射到试样上发生散射的情况^①。试样对平面波的作用记为 $q(x, y)$, 如图 1.3 所示, 从试样上的 (x, y) 点到距离 r 的 (s, t) 点的散射振幅可表示为

$$\Psi(s, t) = c \iint q(x, y) \frac{\exp(ikr)}{r} dx dy \quad (1.2)$$

式中, c 为常数。入射来的是平面波, 由于试样 $q(x, y)$ 的作用, 其振幅和相位都发生变化, 式(1.2)表明它是作为一个球面波扩展的。这里, 我们考虑与试样大小比较而言, 观察的地方处于很远的情况 (称为夫琅和费衍射 (Fraunhofer diffraction)^②), 此时 $R \gg x, y$, 因此可做如下近似处理:

$$\begin{aligned} r &= [R^2 + (x - s)^2 + (y - t)^2]^{1/2} \\ &\approx [R^2 + s^2 + t^2 - 2(sx + ty)]^{1/2} \\ &\approx r_0 - sx/r_0 - ty/r_0 \end{aligned} \quad (1.3)$$

这样, 散射振幅可以近似写成:

$$\Psi(u, v) \approx c' \iint q(x, y) \exp(-2\pi i(ux + vy)) dx dy \quad (1.4)$$

式中,

① 在其他的书籍和论文中, 入射电子的波函数采用 $\exp(-ikr)$ 。关于波函数符号不同的问题将在附录 5 中叙述。

② 与夫琅和费衍射相反, 在试样近旁观察小角散射波的情况称为菲涅尔衍射 (Fresnel diffraction)。

$$c' = c \exp(ikr_0)/r_0, \quad u = s/\lambda r_0, \quad v = t/\lambda r_0 \quad (1.5)$$

式(1.4)右侧与傅里叶变换形式一致,这就表明 $\Psi(u,v)$ 能够用 $q(x,y)$ 的傅里叶变换来得到。

在这里用傅里叶变换表达的夫琅和费衍射成立的条件是式(1.3),由于电子显微镜中存在电子透镜,在后焦面上是满足的。另外,对于 X 射线和中子衍射,与散射晶体的尺寸比较,测量系统是在足够远的地方,这个条件也能近似满足。

在附录 4 中,为说明傅里叶变换的性质,列举了 $q(x,y)$ 的几个具体例子,给出了它们的衍射振幅的绝对值 $|\Psi|$ 。

1.3 高分辨电子显微像的形成

为了理解物质的原子排列与高分辨电子显微像的衬度之间是什么样的对应关系,首先,我们考虑试样非常薄的情况下的高分辨电子显微像的成像过程。其次再叙述试样厚时,被一次散射的电子波在晶体中又一次被散射的情况,即所谓动力学衍射效应很强时的处理。

1.3.1 薄膜试样的高分辨电子显微像

按照图 1.1 的光路图,高分辨电子显微像的形成,大致可以分为三个过程:

- (1) 入射电子在物质内的散射;
- (2) 通过物镜后,在后焦面上形成衍射波;
- (3) 在像平面上形成电子显微像。

现在,来考虑各个过程中入射电子受到的作用。

1.3.1.1 入射电子在物质内的散射

试样比较薄时,忽略试样内电子的吸收,这时,只引起入射电子的相位变化(相位体近似),可以用透射函数(transmission function):

$$q(x,y) = \exp(i\sigma\varphi(x,y)\Delta z) \quad (1.6)$$

来表示试样的作用。式(1.6)表明,由于试样的存在,较之真空中传播的电子,入射电子只发生了相位变化 $\sigma\varphi(x,y)\Delta z$ 。这里, σ 称为相互作用常数(interaction constant),它是由电子显微镜加速电压决定的量,可以用加速电压 V 和对应的电子波长 λ 来表示:

$$\sigma = \frac{2\pi}{V\lambda(1 + \sqrt{1 - \beta^2})} \quad (1.7)$$

式中, $\beta = v$ (电子的速度)/ c (光速)。另外,式(1.6)中的 $\varphi(x,y)\Delta z$ 表示在入射电子方向(z 轴方向),厚度仅为 Δz 的二维投影势。波长 λ 可以表示为:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e eV \left(1 + \left(\frac{eV}{2m_e c^2} \right) \right)}} \quad (1.8)$$

式中, h 和 m_e 分别为普朗克常数和电子的静止质量(参见附录 1)。 σ 相对于加速电压的变化示于图 1.4 中。 σ 值一般很小,加速电压升高时, σ 值变小(参见附录 1)。例如, 200kV 时, σ 值为 $0.00729 \text{ (V}^{-1} \cdot \text{nm}^{-1})$; 1000kV 时, σ 值为 $0.00539 \text{ (V}^{-1} \cdot \text{nm}^{-1})$ 。而试样内部的平均势不仅与原子序数有关,而且依赖于密度。一般来说,由重原子组成的物质其势有变大的倾向,其值的大小如表 1.1^[1~4] 所示,从几伏到 30V 左右。因而,试样的厚度 Δz

(nm)比较小,在2、3nm以下的薄试样的情况中,式(1.6)中的 $\exp$ 指数项要比1小得多,这样,就可以按下式展开(弱相位体近似):

$$q(x, y) \approx 1 + i\sigma\varphi(x, y)\Delta z \quad (1.9)$$

从式(1.6)或式(1.9)可以看出,电子显微镜的加速电压愈低,物质内势就愈大,由物质引起的入射电子相位的变化也愈大。

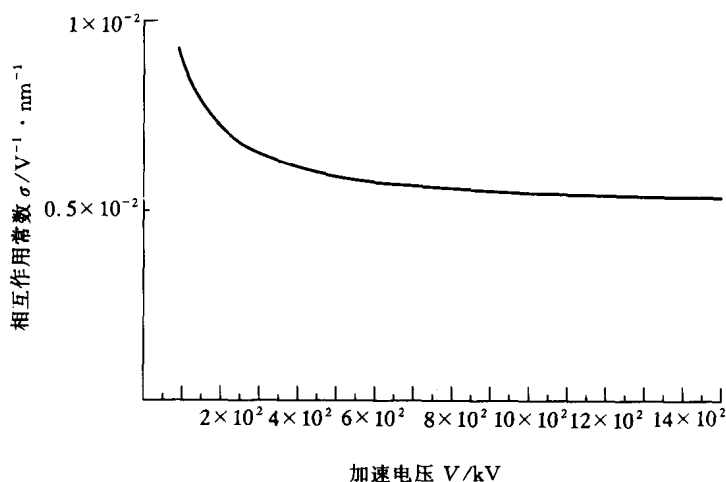


图 1.4 σ 值相对于加速电压的变化

1.3.1.2 通过物镜后,后焦面上衍射波的形成

如1.2节中叙述的那样,后焦面上电子散射振幅 $\Psi(u, v)$ 可以用透射函数式(1.9)的傅里叶变换来表示:

$$\begin{aligned} \Psi(u, v) &= Q(u, v) \exp(i\chi(u, v)) \\ &= \mathcal{F}[q(x, y)] \exp(i\chi(u, v)) \\ &\approx \delta(u, v) + i\mathcal{F}[\sigma\varphi(x, y)\Delta z] \exp(i\chi(u, v)) \end{aligned} \quad (1.10)$$

式中, $\mathcal{F}$ 表示傅里叶变换, $\exp(i\chi(u, v))$ 称为衬度传递函数 (contrast transfer function), 或者叫相位衬度传递函数, 表示物镜引起的电子相位的变化。 $\chi(u, v)$ 可以表示为:

$$\chi(u, v) = \pi \{ \Delta f \lambda (u^2 + v^2) - 0.5 C_s \lambda^3 (u^2 + v^2)^2 \} \quad (1.11)$$

式中, Δf 和 C_s 分别为物镜的离焦量和球差系数。另外, 式(1.10)右边的第一项和第二项分别对应于透射波和衍射波。

1.3.1.3 像平面上高分辨电子显微像的形成

像平面上的电子散射振幅可以由后焦面上散射振幅的傅里叶变换给出:

$$\phi(u, v) = \mathcal{F}[C(u, v)\Psi(u, v)] \quad (1.12)$$

其中, $C(u, v)$ 表示物镜光阑的作用,

$$\begin{aligned} C(u, v) &= 1 \quad \sqrt{u^2 + v^2} \leq r \\ &= 0 \quad \sqrt{u^2 + v^2} > r \end{aligned} \quad (1.13)$$