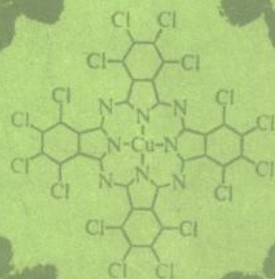


电子显微镜的 原理和使用

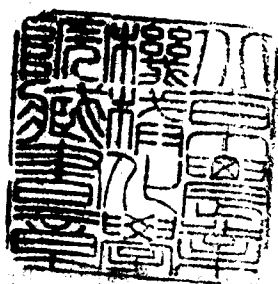
朱 宜 张存珪 编著



北京大学出版社

电子显微镜的原理 和 使 用

朱 宜 张存珪 编著



北 京 大 学 出 版 社

2620/04

电子显微镜的原理和使用

北京大学出版社出版

(北京大学校内)

新华书店北京发行所发行

89920 队部印刷厂印刷

850×1168 毫米 32 开本 8.625 印张 200 千字

1983年9月第一版 1983年9月第一次印刷

印数 1—10,500 册

统一书号: 13209·72 定价: 1.05 元

前 言

近年来,电子显微术已经成为各科技领域中广泛使用的一种分析技术。我国各科研、教育和生产单位所拥有的电子显微镜数量正不断增加,每年都有一批科学工作者和高等学校中的高年级学生新参加到这方面的工作中来。作者从实际工作中体会到:作为一个电子显微学工作者必须既能比较深入地掌握电镜的工作原理,又能熟悉电镜的正确使用技术。只有这样,才能充分发挥仪器的效能,加快工作的进程,并把研究水平提到一个应有的高度。本书正是作者基于上述想法所作的一个尝试,希望在这方面能对读者有所帮助。考虑到使用电镜的人员可能分属各不相同的专业,因此书中尽量减少纯数学推导,力图从物理意义上讲清问题。

本书第一、二、三、五、六、七各章由张存珪编写,第四、八、九、十各章由朱宜编写。刘瑞雯同志承担了本书全部插图的绘制工作,对此表示感谢。

由于我们水平所限和时间仓促,书中可能有不少错误和欠妥之处,希望读者批评指正。

作 者

一九八一年九月八日

目 录

第一章 光学显微镜和电子显微镜的发展简史	1
1.1 电子显微镜的发展简史	1
1.2 分辨率	2
1.3 电子透镜	5
第二章 电子显微镜的基本工作原理	9
2.1 磁透镜的工作原理	9
2.2 磁透镜的理想成象	17
2.3 高斯轨迹和理想成象	20
2.4 电磁透镜的缺陷	21
2.5 电子显微镜中分辨率的限制	34
2.6 景深和焦深	38
参考文献	
第三章 电子显微镜的结构	42
3.1 电子枪	45
3.2 聚光镜系统	55
3.3 成象系统	59
3.4 观察和记录系统	66
3.5 真空系统	68
3.6 电子线路系统	74
参考文献	
第四章 电子显微镜中象的形成	78
4.1 电子的散射	78
4.2 衬度的机制	81
4.3 衍射衬度	83

4.4 振幅衬度及改进方法	86
4.5 费涅耳 (Fresnel) 圆环及电子波的概念	89
4.6 电镜中的相干性	92
4.7 相位衬度——微细结构的成象	93
4.8 相位衬度象的实验条件	104
4.9 改进相位衬度的方法	107
4.10 相位衬度象的应用实例	109
参考文献	

第五章 电子显微镜的对中和调整 116

5.1 电子枪的对中	116
5.2 聚光镜系统的调整和对中	118
5.3 聚光镜光阑的对中	119
5.4 电子束象散的校正	120
5.5 成象系统的调整	122
5.6 照明倾斜系统的对中	124
5.7 物镜光阑的对中	125
5.8 物镜象散的校正	126
5.9 日常使用期间的反复检查	130
参考文献	

第六章 电子显微镜性能的检测 132

6.1 分辨率的测定	132
6.2 放大倍数	140
6.3 照明倾斜系统的对中	142
6.4 电源的稳定性	144
6.5 样品漂移	145
6.6 样品的污染	146
6.7 物镜聚焦	148
6.8 镜筒的清洗	148
6.9 安装场地的要求	150
参考文献	

第七章 电子显微镜的使用 152

7.1 加速电压的选择	152
7.2 聚光镜光阑的选择	153
7.3 物镜光阑的选择	154
7.4 样品的安装	155
7.5 找电子束	155
7.6 放大倍数的选择	156
7.7 聚焦	157
7.8 照片的获得	160
7.9 倾斜样品台的使用	161
7.10 辐照损伤和减小辐照损伤的方法	163
7.11 减小污染的方法	166
7.12 停机	167

参考文献

第八章 电子衍射..... 170

8.1 引言	170
8.2 结晶学的基本知识	170
8.3 电镜中的电子衍射	176
8.4 电子衍射的实验方法	195
8.5 电子衍射图的分析 and 应用	208

参考文献

附录1,2,3,4

第九章 电子显微图象的分析和处理 223

9.1 引言	223
9.2 样品本身的影响	223
9.3 电镜工作状况的影响	225
9.4 外界环境的影响	232
9.5 Fourier 变换分析法之一——光学衍射法	233

9.6 Fourier变换分析法之二——数值法	237
9.7 光学衍射法和数值分析法的比较	240
9.8 用照相平均法加强电子显微象的细节	241
9.9 用光学衍射仪对图象进行滤波和重建	245
9.10 显微象和衍射图的计算机处理	250
参考文献	

第十章 电子显微镜的发展方向..... 252

10.1 简易电镜	253
10.2 超高压电镜	254
10.3 分析用的电镜附件	256
10.4 扫描电镜	259
10.5 扫描式透射电镜	261

参考文献

第一章 光学显微镜和电子显微镜的发展简史

1.1 电子显微镜的发展简史

在二十世纪的三十年代,电子显微镜作为精密仪器问世。1924年 L.de Broglie 提出了电子与光一样,具有波动性的假设,接着在 1926 年 Busch 发表了关于带电粒子在轴对称的电场和磁场中有聚焦作用的论文。有了以上两个方面的理论基础,才有制造电子显微镜的设想,而第一台仪器是由 Knoll 和 Ruska 在柏林制造成功的。1934 年他们把电子显微镜的分辨率提高到 500 埃*。这台仪器的诞生引起了人们的极大注意。1939 年德国 Siemens 公司生产了第一台作为商品的透射型电子显微镜,其分辨率优于 100 埃。除了 Knoll 和 Ruska 以外,应该说,同时有一批实验室对于这个领域是很有贡献的。它们是 Philips 实验室和 R.C.A (Radio Corporation of America)。

60 年代以后的电子显微镜,在提高分辨率和发展超高压电子显微镜方面的进展很快。特别是 70 年代以来,电子显微镜的点分辨率已经优于 3 埃,晶格条纹分辨率达到 1.44 埃。已经实现了人们早就向往的对原子象和晶格象的观察。随着科学技术的迅速发展,电子显微镜已经发展成为一种综合的分析仪器,在高分辨率的透射型电子显微镜的主体上,安装了具有景深长、便于制备样品、分辨率优于 50 埃的扫描透射型 (STEM) 附件;还可安装配

* 1 埃($\text{\AA}$)= 10^{-10} 米(m)= 10^{-1} 纳米(nm)。

有计算机系统的能量分析谱仪，对样品进行元素的成分分析，使透射型电子显微镜在结构分析方面更有效地发挥作用；再加上在样品室备有加热、冷却、大角度倾斜、拉伸和法拉第样品台等附件，使电子显微镜逐步地发展成为完善的高分辨率的综合分析仪器。

1.2 分辨率

为了更有效地研究微观世界，人们用了最简单的将物体“放大”的办法，以弥补眼睛分辨率的限制，也就是借助于“放大”像来提高眼睛的“分辨率”。所谓“分辨率”即能够区分细节的能力。人的眼睛分辨率的合理数值是在离开物体为25厘米处，能够分辨的最小细节为0.2毫米。

光学显微镜就是用“放大”的办法来提高眼睛的分辨能力。因此，它所形成的图象必须是放大的，具有足够的衬度，还必须反映真实的物样。

人们曾经认为只要有足够的放大倍数，显微镜所能看到的物体似乎可以无限制地减小。从几何光学的角度，确实可以不断地增加其放大倍数。然而，到一定程度以后，继续增加放大倍数，其图象的细节是模糊的，即得到的是一个放大的模糊象。这种限制用几何光学不能解释，但当考虑光的传播是一种波动现象这一事实时，这种现象可以容易地得到理解。首先解释这一现象的是伟大的光学家 Ernst Abbe。Abbe当时正同Carl Zeiss合作从事高质量显微镜的设计工作。他用详细的计算证明了形成一个图象的最高分辨率为 $K\lambda/A$ ，其中 λ 是照明的波长， K 是在0.6—0.8之间的常数， A 是物体的数值孔径（数值孔径定义为 $A = n_0 \sin \theta_0$ ，其中 n_0 是样品和物镜之间介质的折射率， θ_0 是物镜在样品上所张的半角）。尽管他当时所做的这个结论是十分重要的，然而，Abbe当时却懊丧地写道：“希望靠人们的智慧找到克

服这一限制的方法和手段”“不过是一种可怜的自我安慰罢了!”。看来,当时 Abbe 是失望了。

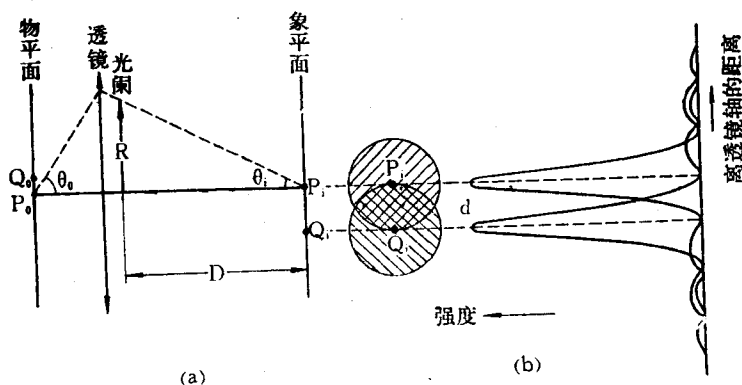


图1.1(a) 一个简单的放大透镜
(b) Airy 圆所决定的分辨率

对于分辨率的近似公式可以通过下面的简单论证而得到, 其中, 我们假设照明是非相干的, 也就是从物平面的任一点所发出光线的相位与从任何其它点所发出的光线相位, 它们之间没有什么固定的关系 (在另一种极端情况, 也即在相干照明的情况, 以及介于两者之间, 即在部分相干照明的情况下, 其论证更为复杂, 然而除常数 K 的数值不同以外, 其结果是相同的。正是由于这一点, 我们给定的是 K 的范围, 而没有用确定值)。图1.1(a)所描绘的是一个简单的放大系统。物平面上 P_o 和 Q_o 点成象在共轭于它的象平面上 P_i 和 Q_i 点。光线到达象点 P_i 的最大角 θ_i 是由出射光孔的半径 R 以及出射光孔与象平面的距离 D 所决定的, 即

$$\theta_i \approx \frac{R}{D}$$

衍射效应使 P_i 点的光扩展到一个较宽的范围中 (图1.1(b)), 但大部分强度 (约84%) 是集中在半径为 $0.61\lambda_i/\theta_i$ 的一个圆盘内, 其中 λ_i 是象空间的波长, 如果 n_i 是象空间介质的折 射率, 则 λ_i

$=\lambda/n_i$, 这里 λ 是在真空中的波长。象点 Q_i 也同样扩展成为一个圆盘。天文学家 George Airy 第一个指出这个圆盘形成的原因, 所以人们称它为 Airy 圆盘。如果 Q_i 的圆盘中心落在 P_i 圆盘的圆周上, 那末, 我们说这两个象点间的距离是可以分辨的最小距离。因此, 在极限情况下分辨率为

$$P_i Q_i = 0.61 \frac{\lambda}{n_i \theta_i}$$

如果放大率为 M , $P_0 Q_0 = P_i Q_i / M$, 也可用 $n_i \theta_i = n_0 \theta_0 / M$ 来表示。故

$$P_0 Q_0 = 0.61 \frac{\lambda}{n_0 \theta_0} \quad (1.1)$$

上式中 θ_0 是用了 $\sin \theta_0$ 的一级近似。所以通常说显微镜近似的分辨率极限为 $K\lambda/A$ 。

从分辨率极限的公式可以看出, 改善分辨率可以用两种方法: 减小波长 λ 或增加数值孔径 A 。对于光学显微镜, 因为最短的可见光波长大约为 4000 埃, 最大的数值孔径约为 1.4, 所以可得 2000 埃左右的分辨率。虽然, 具有更短波长的其它电磁辐射, 如我们知道的 X 射线波长为几个埃, γ 射线的波长更短, 但由于它们不能被聚焦, 所以不能直接用于显微镜。为了找到合适的短波长辐射, 我们必须撇开电磁频谱而进入到粒子的领域。在二十世纪二十年代中期, Louis de Broglie 建议波长应该与物质的粒子性联系起来, 以后的大量实验证明了他的设想是正确的。光的波动性的表现是光波具有一定的频率和波长, 光的粒子性的表现是光子具有一定的质量、能量和动量, 并服从能量守恒定律。理论和实验指出, 光的频率 ν 、波长 λ 和光子的能量 E 、动量 P 之间存在着下列关系:

$$\begin{aligned} E &= h\nu \\ P &= \frac{h}{\lambda} \end{aligned} \quad (1.2)$$

其中 h 是 Planck 常数。

实际上不仅光具有波粒二重性，一切微观物质（电子、质子、中子等）也都具有波粒二重性。我们将与带电粒子、特别是电子打交道。当一个电子，由静止状态 ($v=0$) 被电压 V 所加速，根据能量守恒定律

$$E = eV = \frac{1}{2}mv^2 = \frac{P^2}{2m}$$

其中 v 是电子速度， m 是电子质量。因此

$$P = (2meV)^{1/2}$$

$$\lambda = \frac{h}{(2meV)^{1/2}} \quad (1.3)$$

其中 λ 以埃和 V 以伏特为单位。如果 V 为 100 千伏， λ 则等于 0.037 埃，这是电子显微镜中使用的电子波长的典型值。这个数值比白光波长缩短了 10 万倍以上。因此，如果可以用大孔径透镜的话，波长并不成为对分辨率的限制因素。

事实上，迄今为止电子显微镜中所用的孔径由于受到象差的限制，其入射角的半张角一般不超过 10^{-2} 弧度，因此，电子显微镜可能达到的理论分辨率为 2 埃左右。

1.3 电子透镜

在二十世纪二十年代中期，人们已经想到用波长非常短的电磁波来代替光学显微镜中的白光源。这样，可以大大提高分辨率，但是由于没有找到使电子束聚焦的透镜材料，所以一直没有得到放大象。直得二十年代的后期，人们发现了带电粒子的聚焦现象，这一点是形成电子显微镜概念的直接原因。

对于一个电子，改变其运动方向的最简单的方法是让它通过电场或磁场。例如，用一块已经钻有圆柱孔的磁体(图1.2)，让一束空心圆筒形的电子束进入这个孔，电子束受到磁场的 Lorentz

力作用，就开始围绕着圆筒旋转，因为电子所受的力与它的运动方向是垂直的，并垂直于磁场的径向分量，所以电子束沿着对称轴作螺旋线运动，从磁场出来后，电子就会聚于轴上一个点。

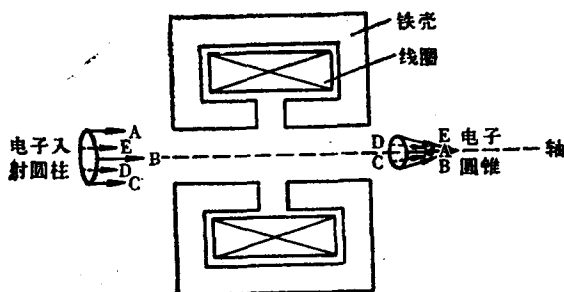


图1.2 一个简单磁透镜的会聚特性

如果用三块带有不同电位的平板，在它们的同轴中心挖三个孔，也可以通过静电方法达到同样的效果（图1.3）。通过三个孔的空心圆柱形电子束也能会聚于一点。

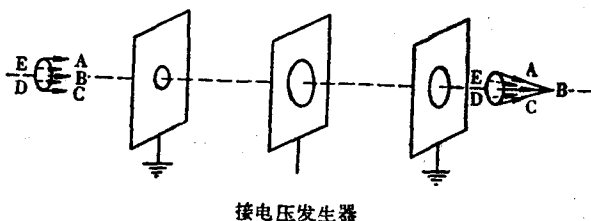


图1.3 一个简单静电透镜的会聚特性

以上两种场的结构——电场和磁场，在聚焦电子束方面有着广泛的应用，但目前在电子显微镜中很少用静电透镜。所以，在第二章中我们将更为详细地讨论磁透镜的成象特性。这里，我们要提到的是一束电子穿过电子透镜时，它的几何光路图同光学透镜是类同的，因此，光学透镜的公式在这里也同样适用。

在磁透镜中焦距是由透镜极靴间隙的场强和电子的速度（由

加速电压)所决定的,对一个给定几何尺寸的透镜,极靴间隙的场强与透镜的激励电流成正比,通常用线圈中的电流和线圈的匝数的乘积来表示,焦距 f 为

$$f = k \frac{V_r}{(NI)^2} \quad (1.4)$$

其中 k 是常数, V_r 是经相对论修正后的加速电压, NI 为透镜中激励线圈的安培匝数。

实际上,一台电子显微镜至少要求有40千伏的加速电压,因为采用低的加速电压,电子穿透的深度太小,结果要求样品特别薄,在样品制备方面会带来难以解决的困难。当加速电压高于40千伏时,电子将以接近光的速度传播,因此需要用相对论修正,以得到加速电压的有效值 V_r 。如果额定电压为 V_0 ,则经相对论修正后的有效值 V_r 为

$$V_r = V_0 \left(1 + \frac{eV_0}{2mc^2} \right) \quad (1.5)$$

其中 c 是光速, e 是电子电荷, m 是电子质量。即

$$V_r = V_0 (1 + 0.978 \times 10^{-6} V_0) \quad (1.6)$$

在多数情况下,电子显微镜的电压为60—120千伏,只有超高压电子显微镜用1000千伏,甚至更高的加速电压。

从公式(1.4)中可以看出磁透镜的强度(焦距 f)随着通过线圈的电流 I 的变化而有所改变。这一点在使用上有很大的方便。对于更高能量的电子束,为保持焦距为一个常数,则必须增加其安培匝数 NI ,所以超高压电镜的镜筒直径较粗。

我们根据电子透镜与玻璃透镜之间的相似点,可以作出一个光路图(图1.4)来说明象的形成。其中焦距用 LF 来表示, F 是平行于透镜轴(XX')的入射光线的会聚点。从物上一点发出穿过透镜中心的光线是不偏转的,而平行于透镜轴的光线将通过透镜轴的 F 点。这两束光的交点确定了对应于物点 A 的象点 A' 。同样,象点 B' 与物点 B 相对应。因此,物 AB 经透镜成像为 $A'B'$ 。如果

象距和物距分别为 a 和 b ，在这种条件下，放大倍数 $M = \frac{b}{a}$ 。应当注意的是轴上一点 C 也成象在透镜轴上一点 C' 。通过 F 而垂直于轴的平面叫做后焦面。根据光学和电子透镜之间的相似性，光

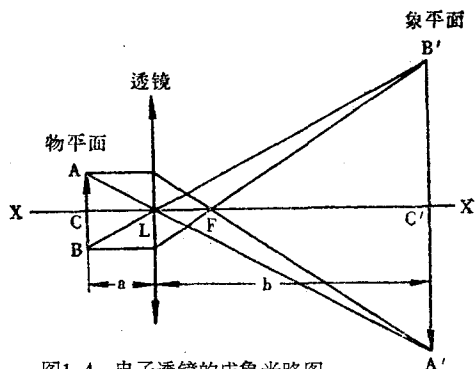


图1.4 电子透镜的成像光路图

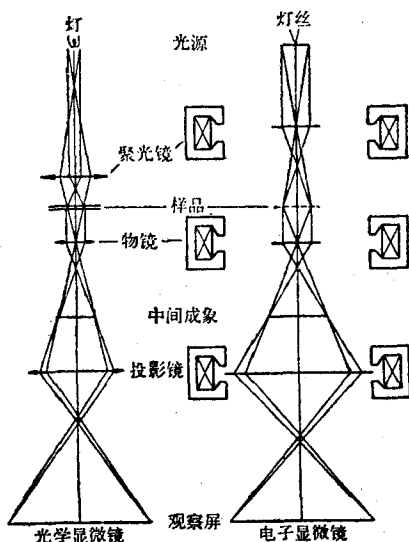


图1.5 光学显微镜和电子显微镜的比较

学显微镜和电子显微镜在几何光学方面也有同样的相似性（图1.5）。电子显微镜中由电子枪提供照明源，再通过聚光镜照射到样品上，样品通过物镜成像，并通过中间镜和投影镜把已经形成的象再进一步放大（因眼睛不能直接观察电子，所以电子显微镜的投影镜与简单的光学显微镜的目镜不能直接比较，而它与投影显微镜类似，因为它的图象是显示在下面的玻璃荧光屏上的）。在电子显微镜中采用了与光学显微镜中各个透镜相应的

名称，这可以便利于理解它们之间相似的功能。

第二章 电子显微镜的基本工作原理

在电子显微镜中照明源是电子束，通过聚光镜系统的电子透镜使电子束聚焦在样品上，再经成象系统的电子透镜形成所观察的图象。第一章讲了磁场和电场能使电子束聚焦。但当前的电子显微镜，一般除了在电子枪中用静电场提供具有高能量的电子束外，其它电子光学部分都采用磁透镜。原因是强的静电场往往导致镜体内发生电击穿和弧光放电，尤其在低真空情况下更为严重。所以本章对用于成像的静电透镜不加讨论。

2.1 磁透镜的工作原理 [1,2,3]

电子在均匀磁场中的运动轨迹

为了帮助读者了解电子在磁透镜中运动的特点，我们先讨论电子在直螺线管中通以电流所产生的均匀磁场中的运动。

直螺线管就是在直圆柱面上绕以螺旋线圈（图2.1）。螺线管上各匝线圈是绕得十分紧密的，每匝线圈相当于一个圆形线圈，则通过电流的直螺线管在某点所产生的磁场强度等于各匝线圈在该点所产生的磁场强度的总和。当螺线管的长度较管的直径大得很多时，管内轴线上的磁场强度的方向按右手定则来确定，其量值为

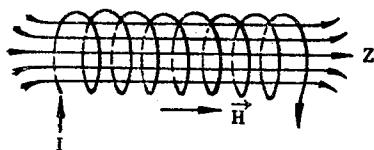


图2.1 直螺线管中的磁场

$$H = NI \quad (2.1)$$