

电子显微术基础

王世中 臧鑫士 编著



北京航空學院出版社

电 子 显 微 术 基 础

王世中 臧鑫士 编著

北京航空學院出版社

内 容 简 介

金属电子显微术是研究金属微观组织、晶体结构和测定微区化学成分的重要手段。本书系统地介绍了薄膜透射电子显微术、扫描电子显微术、微区分析和表面分析等方面的仪器结构、原理及应用的基础知识。

本书用作高等学校材料专业、金属学及热处理专业的金属电子显微术教材，也可供从事材料研究的科技人员、金相及其他冶金工作者参考。

电子显微术基础

王世中 臧鑫士 编著

责任编辑 曾昭奇

北京航空学院出版社出版

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

北京市通县建新印刷厂印刷

*

787×1092 1/32 印张：11.5 字数：255 千字

1987年9月第一版 1987年9月第一次印刷 印数：3500册

ISBN 7-81012-013-1/TB·004 定价：1.90元

前 言

近年来, 电子显微分析技术在我国已开始普及, 成为研究物质的微观组织、晶体结构和测定固态试样微区化学成分的重要手段。电子显微分析设备都比较复杂, 要求材料研究人员必须具有电子显微分析基础知识, 以便在专业电镜人员协助下, 应用电子显微方法完成材料的组织和结构的分析工作。我们认为, 这是为材料系学生设置电子显微分析课程的宗旨。

本书是为航空工业院校金属材料及热处理专业本科生编写的教材, 也适用于机械类的金相热处理、腐蚀与防护、铸造和精密合金等专业。对于从事材料研究的人员、金相及其他冶金工作者, 也是一本学习电子显微术的合适的参考书。

在编写本书时, 正值高等院校在进行教学改革。教改内容之一是减少课堂教学、增加学生自学部分所占的比例, 以期培养学生独立解决问题的能力。为此, 编者力图作到内容循序渐进, 深入浅出, 增强前后章节的有机联系, 便于自学。为在有限的篇幅内讲清楚课程内容, 省略了烦琐的数学推导, 着重讲解物理意义。

按教育部规定, 机械类金相热处理专业本科生的“电子显微术”课时为40学时。据此, 编写本教材的指导思想是使学生在限定的学时内掌握本学科的一些最基本的概念及其应用, 而不是面面俱到。本书未涉及非专业电镜人员难得接触到的一些领域和专门知识, 对那些不常使用或较难掌握的分析方法, 只作一般地介绍。我们希望学生能够牢固掌握透射电镜的基础理论, 为进一步的学习打下坚实的基础。为此, 有意把一些重要的概念在不同的章节、从不同的侧面加以必要的重复。

编者认为，该学科的最好的教学方式是“少讲多练”，学生通过实验能够获得课堂教学难以达到的效果。但考虑到目前高等院校所拥有的电子显微分析设备的数量和品种，暂时还难以完全满足教学实验的要求，故在书中尽可能多地引入插图，帮助学生获得感性知识和理解理论的含义。

本书第一、二两章讲述电镜的基础知识；第三、四章讨论薄膜透射电镜衍射和衍衬的基本理论及应用；第五、六、七章叙述扫描电子显微术、微区分析和表面分析；第八章扼要介绍分析电镜有关问题。我们假定读者已经学过X射线衍射课程，有关这方面的知识，书中都直接引用。

本书第一、二、五、六、七章由臧鑫士同志编写，第三、四、八章由王世中同志编写。

在本书的编写过程中，得到了有关的老师和其他同志的帮助，在此表示感谢！

由于时间仓促，编者水平有限，书中一定会有错误和缺点，恳请读者批评指正。

编 者

1986.2

目 录

第一章 电子及其与固体的相互作用

第一节 电子的性质.....	(1)
第二节 电子散射.....	(4)
一、弹性散射.....	(5)
二、非弹性散射及能量损失.....	(9)
第三节 电子与固体作用产生的信息.....	(11)
一、背散射电子.....	(13)
二、二次电子.....	(14)
三、吸收电子.....	(14)
四、透射电子.....	(15)
五、特征X射线.....	(15)
六、俄歇电子.....	(15)
七、阴极荧光.....	(17)
八、电子束感生电流.....	(17)

第二章 透射电子显微镜

第一节 电子光学基础.....	(18)
一、光学显微镜的局限性.....	(18)
二、电场对电子的作用 静电透镜.....	(20)
三、磁场对电子的作用 磁透镜.....	(22)
第二节 电子透镜的光学特征.....	(26)
一、球面像差.....	(26)
二、畸变.....	(27)
三、色差.....	(28)

四、像散·····	(29)
五、电子显微镜的分辨率·····	(30)
六、场深和焦深·····	(31)
第三节 透射电镜的构造和光学系统·····	(33)
一、镜筒·····	(35)
二、真空系统·····	(42)
三、供电系统·····	(45)
第四节 试样制备·····	(45)
一、塑-碳二级复型法·····	(46)
二、溅射处理·····	(49)
三、真空镀膜机·····	(49)
四、萃取复型法·····	(51)
五、金属薄膜法·····	(52)
第三章 电子衍射	
第一节 倒易点阵·····	(56)
一、布拉格定律和倒易点阵·····	(56)
二、倒易点阵几何分析·····	(58)
三、倒易点阵矢量分析·····	(61)
四、倒易点阵举例·····	(66)
五、晶带定律·····	(68)
六、二维倒易面画法·····	(72)
第二节 倒易点阵与晶体衍射强度·····	(74)
一、厄瓦尔德球与衍射线方向·····	(74)
二、一个原子和晶胞对电子的散射·····	(76)
三、一个小晶体的散射·····	(79)
四、倒易点的形状和大小·····	(83)
五、倒易杆与衍射束·····	(85)

第三节	电子衍射与电子衍射仪·····	(85)
第四节	电子显微镜中的电子衍射·····	(88)
一、	电子显微镜中的电子衍射·····	(88)
二、	有效相机常数·····	(89)
三、	选区电子衍射·····	(91)
四、	选区误差·····	(94)
第五节	多晶体和单晶体电子衍射花样·····	(97)
一、	多晶体电子衍射花样·····	(97)
二、	单晶体电子衍射花样·····	(98)
第六节	简单电子衍射花样的指数标定·····	(102)
一、	立方系单晶体已知物质的衍射指数标定 (103)	
二、	入射束方向·····	(111)
三、	非立方系单晶体衍射花样指数标定·····	(112)
四、	未知晶体衍射斑点的标定·····	(118)
五、	180°不唯一性·····	(120)
第七节	复杂电子衍射花样·····	(121)
一、	高阶劳埃带·····	(122)
二、	菊池线·····	(123)
三、	二次电子衍射·····	(128)
四、	孪晶衍射·····	(132)
五、	双晶带电子衍射·····	(134)

第四章 透射电子显微镜成像原理

第一节	复型试样成像原理·····	(137)
一、	成像原理·····	(137)
二、	复型像解释·····	(139)
第二节	衍射衬度像·····	(142)
一、	衍衬像原理——明场像·····	(142)

二、暗场像和中心暗场像·····	(144)
第三节 完整晶体中衍衬像运动学理论·····	(146)
一、引言·····	(146)
二、完整晶体衍射强度公式·····	(149)
三、振幅周相图·····	(152)
四、等厚条纹·····	(154)
五、等倾条纹·····	(157)
第四节 不完整晶体衍衬像运动学理论·····	(160)
一、不完整晶体衍射强度公式·····	(160)
二、堆垛层错衍衬像·····	(162)
三、位错衍衬像·····	(166)
第五节 衍衬像动力学理论概要·····	(177)
一、完整晶体动力学理论·····	(178)
二、不完整晶体动力学理论·····	(184)
第六节 多相合金的衍射和衬度效应·····	(189)
一、第二相的衍射效应·····	(189)
二、第二相的衬度效应·····	(195)

第五章 扫描电子显微镜

第一节 扫描电子显微镜的工作原理和结构·····	(210)
一、扫描电子显微镜的特点·····	(210)
二、扫描电子显微镜的工作原理·····	(211)
三、扫描电子显微镜的结构·····	(214)
第二节 各种成像类型及其特点·····	(222)
一、二次电子像·····	(222)
二、背散射电子像·····	(226)
三、吸收电子像·····	(229)
四、透射电子像·····	(230)

五、电子通道花样·····	(231)
第三节 扫描电镜的试样制备·····	(234)
第四节 扫描电镜在金属材料研究中的应用·····	(234)
一、失效分析中的应用·····	(235)
二、观察小试样·····	(236)
三、动态观察·····	(236)
第六章 电子探针X射线显微分析	
第一节 仪器结构及工作原理·····	(237)
一、概述·····	(237)
二、电子探针的结构和工作原理·····	(238)
第二节 X射线谱仪·····	(240)
一、波长色散谱仪·····	(240)
二、能量色散谱仪·····	(246)
三、波谱仪与能谱仪的比较·····	(250)
第三节 定量分析·····	(250)
一、定量分析的修正·····	(250)
二、定量分析应注意的几个问题·····	(252)
第四节 分析方法及应用举例·····	(253)
一、分析方法·····	(253)
二、应用举例·····	(255)
第七章 表面分析方法	
第一节 离子探针显微分析·····	(257)
第二节 俄歇电子能谱分析·····	(260)
第三节 低能电子衍射·····	(263)
第四节 X射线光电子能谱分析·····	(265)
第八章 分析电子显微术简介	
第一节 扫描透射电子显微术·····	(269)

一、扫描透射电子显微像·····	(269)
二、扫描透射显微术的特点·····	(271)
三、 α 和 β 角对STEM像的影响·····	(271)
第二节 薄膜晶体X射线显微分析原理·····	(273)
一、引言·····	(273)
二、薄膜厚度判据·····	(274)
三、电子束展宽 空间分辨率·····	(276)
四、非试样散射·····	(277)
五、试验条件选择·····	(279)
六、应用说明——非标准分析法·····	(281)
第三节 能量损失谱(EELS)·····	(283)
一、引言·····	(283)
二、EELS装置原理·····	(290)
三、能量损失谱·····	(291)
第四节 微衍射·····	(296)
一、引言·····	(296)
二、聚焦探针微衍射·····	(296)
附 录	
一、点阵几何·····	(298)
二、立方晶系晶面(或晶向)间的夹角·····	(300)
三、立方晶系和 $c/a=1.834$ 六方晶体标准衍射图·····	(303)
四、消光距离·····	(314)
五、电镜试样减薄技术·····	(316)
六、标定电子衍射花样用表·····	(323)
七、各种元素特征辐射能量·····	(348)

主要参考书

第一章 电子及其与固体的相互作用

第一节 电子的性质

电子是英国物理学家汤姆逊 (J.J. Thomson) 于1897年在研究阴极射线时发现的, 它是最早被发现的基本粒子。原子是由一个带正电的原子核和围绕其运动的若干电子组成。一般所说的电子是指带负电的电子, 其电量为 1.602×10^{-19} (库仑), 或 4.802×10^{-10} 静电单位, 是电量的最小单元。电子的质量为 9.1095×10^{-28} (克), 比质子小1836倍。电子的定向运动形成电流, 利用电场或磁场可按照需要的方式控制电子的运动, 正是利用电子的这一特性, 人们制造出各种电子仪器, 电子显微镜就是其中之一。

1924年法国科学家德布罗意 (de Broglie) 指出, 任何一种快速运动的粒子(“快速”在这里的意思是接近光速), 都具有和光类似的性质, 即具有波动性, 有一定的波长和频率。其波长与粒子的质量和运行速度有关:

$$\lambda = \frac{h}{mv} = \frac{h}{p} \quad (1-1)$$

式中 h ——普朗克常数;

m 、 v 、 p ——分别为粒子的质量、速度和动量。

就是说, 微观粒子有时显示出波动性, 此时粒子性不显著; 有时又显示出粒子性, 此时波动性不显著。这种在不同条件下分别表现为波动和粒子的性质称为波粒二象性。例如, 电子束通过晶体产生的衍射现象显示出电子的波动性; 电子

与电子或其他基本粒子的碰撞则表现出电子的粒子性。

电子的运动速度与作用于它的电场强度有关，如果电子在电场 E 的作用下加速运动，它的能量（动能）等于电场对电子所作的功，即

$$\frac{mv^2}{2} = eE \quad (1-2)$$

式中 m , e ——电子的质量和电荷；

v ——电子的速度；

E ——电场强度。

所以
$$v = \sqrt{\frac{2eE}{m}} \quad (1-3)$$

将式（1-3）代入式（1-1）得

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emE}} \quad (1-4)$$

在电子显微镜中，电子的加速电压很高，一般在几十千伏以上，电子速度很大，可与光速相比。根据相对论，电子的质量随速度的增加而增大，在计算电子波的波长时必须考虑这一点。运动状态的电子质量由下式得出

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1-(v/c)^2}} \quad (1-5)$$

式中 m_0 ——电子的静止质量；

v ——电子的速度；

c ——光速。

在场强为 E 的电场作用下，一个静止电子所获得的动能等于电子的总能量 mc^2 与静止能量 m_0c^2 之差，即

$$eE = mc^2 - m_0c^2 \quad (1-6)$$

将式 (1-5) 代入式 (1-6) 得

$$eE = m_0 c^2 \left(\frac{1}{\sqrt{1 - (v/c)^2}} - 1 \right)$$

由此得电子的速度为

$$v = \frac{c \sqrt{e^2 E^2 + 2eEm_0 c^2}}{eE + m_0 c^2} \quad (1-7)$$

将式 (1-7) 代入式 (1-1), 得到电子波的波长表达式

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2em_0 E \left(1 + \frac{eE}{2m_0 c^2} \right)}} \quad (1-8)$$

将 h, e, m_0 值代入式 (1-8), 得

$$\lambda = \frac{12.25}{\sqrt{E(1 + 0.9778 \times 10^{-6} E)}} \text{ (埃)} \quad (1-9)$$

式中 E ——电子的加速电压 (伏)。

不同加速电压下电子波的波长列于表1-1。

表1-1 不同加速电压下电子波的波长①

加速电压 (kV)	电子波长 (nm)	加速电压 (kV)	电子波长 (nm)
20	0.00859	200	0.00251
30	0.00698	500	0.00142
50	0.00536	1000	0.00087
80	0.00418	2000	0.00050
100	0.00370	3000	0.00036

①根据国际单位制, 1 纳米 (nm) = 10^{-9} 微米 (μm) = 10^{-6} 毫米 (mm) = 10^{-9} 米 (m), 在显微术中一直采用埃 (Å) 为长度单位, $1\text{nm} = 10\text{Å}$, 目前两者暂时并用, 逐渐采用纳米为长度单位。

可见光中的绿色光的波长为 575~491 (纳米), 从表

1-1可以看出, 当加速电压为100 (千伏) 时, 电子的波长要比绿色光短十万倍。

当许多电子在同一加速电压作用下运动, 其速度是相同的, 电子波的波长也相同, 此波称为单色波。如可见光一样, 若电子波沿一定的直线方向传播, 在垂直传播方向上的平面上各点的相位相同, 此平面称为波前, 该波称为平面波。在电子显微镜内, 电子波是以平面波的方式传播。

第二节 电子散射

在透射电镜中, 电子透过试样成像。所以, 试样必须很薄, 一般在0.2 (微米) 以下。而在通常的扫描电镜和电子探针中, 不需要电子透过试样, 试样可以是厚的, 一般的金相试样即可。无论前者还是后者, 我们之所以能看到试样的电子像, 或者得到有关试样的结构及其组成等信息, 都是由于电子束与试样作用的结果。所以, 必须了解电子与固体物质的相互作用。

电子与固体的作用如同X射线一样可以分为散射和吸收两大类。与X射线不同的是, X射线受原子中的电子的散射, 电子受原子中原子核及其周围电子形成的电场 (即库仑场) 的散射。

原子对电子的散射分为弹性散射和非弹性散射。当电子受原子核的强库仑场散射时, 由于原子核的质量远远大于电子的质量, 电子散射后只改变方向而不损失能量, 这种散射称为弹性散射。如果一个入射快速电子和一个绕原子核运动的电子相碰撞, 因为它们的质量相同, 所以将重新分配其总能量。入射电子将失去一部分能量, 速度降低, 并改变运动方向。被撞的电子获得一部分能量和一定的加速度。入射电子

被散射后不但改变方向，还损失能量，这种散射称为非弹性散射。现在分别加以说明。

一、弹性散射

透射电镜的成像原理如图1-1所示，像的衬度决定于电

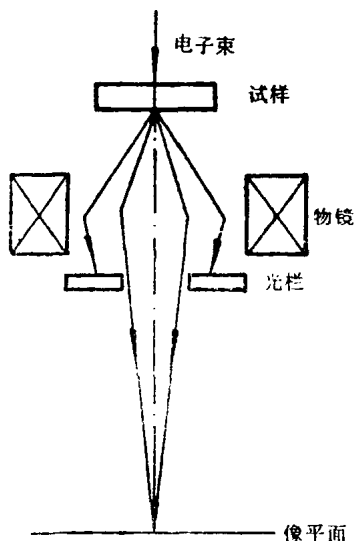


图1-1 透射电镜的成像原理

子通过试样时试样对电子的散射能力。散射能力愈强，散射角度愈大，被物镜光栏挡住大角度散射的电子愈多，相应部位的像就暗，当一束等能量的电子垂直射到薄试样的表面上，由于试样很薄，一般小于0.1(微米)，所以大部分电子透过试样。此时的散射基本上是弹性散射，非弹性散射很少，可以忽略不计。设试样只含一种元素，且原子是任意分布的，即是非晶态试样，散射是随机的，相互无关，所以称这种散射为不相干弹性散射。薄的非晶样品就产生这种散射。

如同光子通过吸收介质一样，电子束透过试样的强度 I 由下式表示

$$I = I_0 e^{-Qt} \quad (1-10)$$

式中 I_0 ——入射电子束的强度；

t ——试样厚度；

Q ——电子的衰减系数（量纲是长度的倒数）。

衰减系数 Q 表示在单位厚度试样中全部原子引起的电子散射的总效果。因为强度是指单位时间内通过单位面积的能量，所以 Q 表示单位体积内的原子对电子的散射作用，称为物质的总散射截面。如果单位体积内有 N 个原子，一个原子的散射截面为 σ_a ，则

$$Q = N\sigma_a = \frac{N_0 \rho}{A} \sigma_a \quad (1-11)$$

式中 N_0 ——阿伏伽德罗常数；

ρ ——试样的密度；

A ——原子量。

原子散射截面 σ_a 表示一个原子使入射电子散射的几率。将式 (1-11) 代入式 (1-10) 得

$$I = I_0 e^{-\frac{\sigma_a N_0 \rho}{A} t} = I_0 e^{-\sigma' \rho t} \quad (1-12)$$

这里 ρt 称为质量厚度； $\sigma' = \sigma_a N_0 / A$ 称为质量衰减系数。当

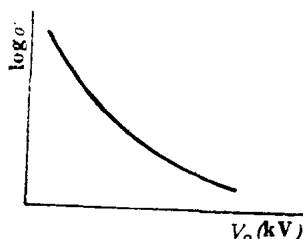


图1-2 电子质量衰减系数与加速电压的关系