

试 用 教 材

地质学中的电子显微分析

（岩矿、矿床、地化及地质类专业）

陈 敬 中

武汉地质学院测试中心

1985年10月

P575
2



00054260

17

前言

电子显微分析方法,在地质学各专业学科中,是一种重要的测试分析方法,是继光学显微镜、x射线分析之后又一种重要测试分析手段。应尽快在有关专业的高年级大学生、研究生、及进修人员中讲授《地质学中的电子显微分析》课程。

本书是在四年来,给我院研究生、进修生、管理人员以及大学生的讲课手稿基础上,并结合电镜室几年来在电子显微形貌、成分分析成果资料基础上编写的。全书共八章,内容包括扫描电子显微镜分析、电子探针分析(x射线波长色散谱仪)、x射线能量色散谱仪分析、透射电子显微镜分析,以及电子显微分析在地质科学各个领域中的应用。考虑到大型精密仪器的管理需要,增加了部分验收内容。针对不同学习对象可适当增减有关章节内容。

本书可作为高等地质院校岩矿专业、地球化学专业、矿床专业以及其他地质类专业高年级大学生和低年级研究生的地质学中的电子显微分析教材,亦可作为地质院校教师及进修人员、大型精密仪器管理人员学习的参考书籍。

该书编写过程中得到毕先梅、范永昌、张素新、牛新喜、严春杰、路湘予等同志的帮助,同时还得到电子显微镜学会同行们的支持。

潘兆橹教授审阅了全书文稿,并提出了许多指导性的意见。耿小云、华欣同志审阅了全文。

由于水平有限,实践经验不足,加上时间紧张,本书还存在着许多缺点和不足,希望读者多提宝贵意见以便今后修改。有关电子衍射结构分析、高分辨电子显微分析部分,考虑到大部分专业尚不急需,加上我们经验不多,今后有机会再编写。

深深感谢在该书编写过程中给予支持帮助的同志。

作者1985年5月10日于武汉



绪 论

人类最初只是用肉眼直接观察自然世界，但人的眼睛观察物体的能力是非常有限的。一般情况下，在25厘米的距离内，人眼只能分辨相距0.1毫米以内的两个物体，也就是说，当两个物体相距不到0.1毫米时，人眼就会把它们看成一个物体了。这个极限值就称为人眼睛的分辨本领。

十七世纪中期，发明了光学显微镜，从此进入了光学显微镜的世界。

在偏光显微镜下，人们可以观察可见光通过矿物晶体所发生的各种物理现象。应用偏光显微镜，可以研究透明矿物晶体所产生的光折射、双折射、偏振光、光干涉、锥光、旋光、光的吸收、光的色散等现象，研究这些现象的规律性。研究不透明矿物，采用反光显微镜，观察研究不透明矿物的反射率、反射色、内反射、偏光图等规律。

但是，光学显微镜还有许多局限，其分辨本领大约为 $0.2\mu\text{m}$ （微米），即约 $2000\text{\AA}$ 左右，有效放大率始终不能突破一个恒定的极限值2000倍。

著名的德国物理学家阿贝（Abbe），从理论上证实显微镜的分辨极限约为使用的光波波长的一半。

1924年，法国科学家德布罗意（De Broglie）计算证实了高速运动的电子的波长约为 $0.05\text{\AA}$ ，约为可见光的绿色光波长的十万分之一。如果能够利用高速运动的电子来作光源，设计一台电子显微镜，其分辨率将能达到原子的尺寸，这也是科学工作者所期望的。

两年之后，1926年，德国科学家布什（Busch）发现，“具有轴对称性的磁场，对电子束来说，具有类似光学透镜的作用。”透射电子显微镜中关键性的部件—电磁透镜，就是根据这一原理设计出来的。

根据短波长的电子在电磁透镜中运动聚焦的规律及分辨率约为波长一半的原理，经过五年艰苦努力，29岁的德国科学家卢斯卡（Ruska）于1933年制成了第一台透射电子显微镜。它的放大倍数约为 $\times 12,000$ ，分辨本领与最好的光学显微镜相当。但由于样品在电子束照射下受到严重辐射损伤，卢斯卡费尽心血，终因没有得到有力支持，只好中途停止。1938年在同行的激励下，卢斯卡研制成功了世界上第一台真正实用的透射电子显微镜，分辨率达到 $100\text{\AA}$ 。人类从光学显微镜的时代，进入了电子显微镜的时代。

电子显微科学的发展是惊人的。1956年，英国人Menter首次获得酞酐兰的晶格象。1970年，美国芝加哥大学发展了一种高分辨本领扫描透射电子显微，并观察到了铀、钍原子。1978年，T. Matsuda等拍摄出了 $0.62\text{\AA}$ 的Ni(220)半间距晶格条纹。中国科学院金属研究所郭可信研究员领导的电镜室，中国科学院物理所李方华研究员等几年来作了大量工作。在金属材料方面、在矿物材料方面，他们成功地拍摄了多种类型的高分辨的格子象和原子象。最近日本科学技术厅决定研究制造超导透射电子显微镜，目标是直接观察目前的电子显微镜看不到的非金属原子，为材料科学和生命科学提供有力的观察手段。

英国医学研究委员会分子生物实验室的克卢格（A. Klug）博士，由于在发展晶体电子

显微学及用它研究核酸—蛋白质聚合物的结构两方面作出了杰出贡献，而荣获一九八二年诺贝尔化学奖。这是自从电子显微镜在五十年前问世以来，第一位从事物质超微结构研究的学者获得这种荣誉，高分辨电子显微学的重要意义由此也得到了国际自然科学界的公认。

电子显微学大致经历了三个发展高潮：①50~60年代对厚度为几千埃的薄晶体中位错等晶体缺陷的衍衬象的直接观察，开创了透射电子显微学(Transmission Electron Microscopy, 缩写为TEM)；②70年代的极薄晶体(100 Å)的点阵结构象及原子象的观察，直接揭示晶体中原子的排列，形成了高分辨电子显微学(High Resolution Electron Microscopy, 缩写为HREM)；③近几年来兴起的分析电子显微学(Analytical Electron Microscopy, 缩写为AEM)，对几十埃区域的固体物质，用x射线能谱仪及电子能量损失谱仪进行微区成分分析，以及用微束电子衍射进行结构分析。

五十年来，用电子显微镜观察原子的幻想正在成为现实，不仅可以获得单胞中原子分布的二维投影，还可以分析几十Å区域内的成分及电子衍射图。这一辉煌的成就显示出强大的生命力，它的理论与实际意义将在今后越来越明显。

电子探针x射线显微分析仪，最早由法国物理学家卡斯坦(Castaing)于1949年提出电子探针仪的设计原理，并以此论文获得博士学位。1951年，卡斯坦制成了第一台电子探针仪。1960年后，美、法、英、德、苏、日、中等国相继开始商品生产和出售电子探针仪。

目前电子探针仪都配有计算机，操作自动化程度大大提高，定量分析程序越来越成熟，精度大大提高。它已广泛应用于地质科学各个领域，如矿物学、岩石学、矿床学、地球化学等各地质类专业，以及金属材料、非金属材料、冶金、钢铁等各科学领域。

扫描电子显微镜，是近20年发展起来的，用途广泛，使用极为方便的一种新型仪器。从1935年德国物理学家克诺尔(Knoll)提出扫描电镜原理，到1965年生产第一台商品扫描电子显微镜，花了近30年时间的努力。分辨本领从1942年才500 Å提高到今天60 Å，如用LaB₆电子枪或场发射电子枪，分辨率可达到40 Å或30 Å。扫描电子显微镜可配多种附件，如特征x射线波谱仪、特征x射线能谱仪、电子通道花样，以及热台、冷台、拉伸、压缩等装置。扫描电子显微镜是进行微区形貌观察、成分分析及结构分析的综合性大型精密仪器。

近几年来，电子显微分析仪器仍在高速发展，如透射电子显微镜、电子探针、扫描电子显微镜，以及俄歇电子谱仪、离子探针等都有新的发展。目前，这类仪器发展主要方向有：①仪器新功能、多用途的深入开发利用。②仪器综合功能合理设计，一机多用。③提高仪器的精度、测试质量和稳定性。④操作方便化，自动化程度提高。

电子显微分析仪器，在地质科学中广泛深入应用，将大大促进地质科学的发展。

我们要大力培养新一代电子显微学工作者，除了要有本专业的坚实基础外，还要在晶体学、衍射物理、电子光学等方面有较好的研究。

本教材主要适用于岩矿专业、地球化学专业、矿床学专业以及其他地质类专业的高年级学生、研究生，也可以供精密仪器管理人员、教员及电镜、探针工作人员参考。

本教材分为两大部分，第一部分为基础理论，第二部分为地质应用。

目 录

前 言

绪 论

第一章 电子光学基础	(1)
第一节 电子束流的特点.....	(1)
第二节 电子在电磁场中的运动和电磁透镜.....	(2)
第三节 电磁透镜的象差、分辨本领、景深和焦长.....	(4)
1. 电磁透镜的象差.....	(4)
2. 电磁透镜的分辨本领.....	(6)
3. 电磁透镜的景深和焦长.....	(6)
第四节 电子显微镜与光学显微镜比较.....	(8)
第二章 电子束和物质之间的相互作用	(9)
第一节 几种物理信息.....	(9)
1. 几种电子信息.....	(9)
2. 几种 x 射线信息.....	(11)
3. 俄歇电子.....	(12)
4. 阴极荧光.....	(12)
5. 电子束感生电效应.....	(12)
第二节 不同物理信息产生的空间位置.....	(13)
1. 几种物理信息产生的空间位置.....	(13)
2. 各种物理信息的空间变化.....	(14)
第三章 扫描电子显微分析	(15)
第一节 扫描电子显微镜的结构.....	(15)
1. 电子光学系统.....	(16)
2. 信号检测放大系统.....	(18)
3. 图象显示和记录系统.....	(19)
4. 真空系统.....	(19)
5. 电源系统.....	(19)
第二节 扫描电子显微镜成象原理.....	(19)
1. 成象原理.....	(19)
2. 分辨本领.....	(19)
3. 放大倍数及有效放大倍数.....	(20)
4. 景深和焦长.....	(21)
第三节 扫描电子显微镜的图象.....	(21)

1. 二次电子检测和二次电子象	(21)
2. 背散射电子检测和背散射电子象	(23)
3. 吸收电流检测和吸收电子象	(25)
4. 电子通道花样图	(26)
第四节 扫描电子显微镜的样品制备	(28)
第五节 仪器性能指标及验收标准	(28)
第四章 电子探针 x 射线显微分析 (电子探针分析)	(30)
第一节 电子探针的基本性能特点	(30)
1. 电子探针 x 射线波长分散谱仪性能	(30)
2. 电子探针 x 射线能量分散谱仪性能	(30)
第二节 特征 x 射线的产生	(31)
1. 原子结构	(31)
2. K系、L系、M系特征 x 射线产生	(32)
3. 特征 x 射线与元素分析	(32)
第三节 x 射线波长分散谱仪工作原理	(37)
1. 布拉格方程	(37)
2. 分光晶体	(42)
3. 直进式 x 射线波长色散谱仪	(43)
4. 探测器	(43)
第四节 x 射线能量分散谱仪的工作原理	(49)
1. x 射线能量分散谱仪	(49)
2. 锂漂移硅探测器—Si(Li)	(50)
3. 能谱仪与波谱仪特点对比	(51)
第五节 电子探针仪的基本构造和功能	(53)
1. 电子探针仪的基本构造	(53)
2. 电子探针仪的基本功能	(54)
3. 电子探针分析与化学分析对比	(56)
4. 电子探针与扫描电镜带探针的差异	(57)
第六节 电子探针仪的性能指标及验收标准	(57)
1. 波谱仪性能及验收标准	(57)
2. 能谱仪性能及验收标准	(59)
第五章 电子探针定量分析原理	(61)
第一节 标样的选择以及试样和标样制备加工	(61)
1. 电子探针标样的选择	(61)
2. 标样和试样的制备加工	(63)
第二节 精确测定 x 射线强度比 (K 值)	(63)
1. 关于仪器性能	(63)
2. 有关标样选择以及标样和试样制备加工	(63)
3. 操作测试技术	(64)
4. 数据的合理处理	(65)

第三节	定量分析修正计算	(66)
1.	基质校正	(66)
2.	定量修正计算方法简介	(68)
3.	定量修正计算实例	(73)
第六章	透射电子显微分析	(76)
第一节	透射电子显微镜的结构	(76)
1.	电子光学系统(镜体)	(76)
2.	真空系统	(80)
3.	电器系统	(81)
第二节	透射电子显微镜的性能指标	(81)
1.	分辨本领(分辨率)	(81)
2.	放大倍率	(82)
3.	加速电压	(82)
4.	相机长度	(82)
第三节	透射电子显微图象原理	(82)
1.	电子的散射	(83)
2.	散射(质量—厚度)衬度的形成	(83)
3.	散射(质量—厚度)衬度图象分析基础	(84)
4.	相位衬度	(85)
5.	电子衍射	(86)
6.	衍射衬度	(87)
第四节	样品的制备方法简介	(88)
1.	对样品的一般要求	(88)
2.	样品的主要制备方法	(88)
第五节	透射电子显微镜与扫描电子显微镜基本特点对比	(91)
第六节	透射电子显微镜与x射线分析在晶体结构分析中的特点对比	(92)
第七节	透射电镜验收标准	(93)
第七章	地质学中的电子显微形貌分析	(96)
第一节	矿物学中的电子显微形貌分析	(96)
1.	矿物的晶体微观特征	(96)
2.	晶体生长和晶面花纹	(96)
3.	晶体的连生和双晶	(97)
4.	矿物的集合体形态	(97)
5.	造岩矿物	(97)
6.	金属矿物	(98)
7.	矿物的交代蚀变	(98)
8.	胶态矿物微形貌	(98)
9.	矿物的解理、断口、裂开	(98)
第二节	地质学中的电子显微形貌分析	(98)
1.	岩石学中的电子显微形貌分析	(98)

2. 地史古生物研究·····	(98)
3. 微细地质构造研究·····	(99)
4. 石油、煤田地质微形貌研究·····	(99)
5. 水文工程、探矿工程学科中的应用·····	(99)
第三节 电子显微形貌分析在其他学科中应用简介·····	(99)
1. 生物学中的应用·····	(99)
2. 医学中的应用·····	(99)
3. 食品和卫生·····	(99)
4. 材料科学·····	(99)
第八章 地质学中的电子显微成分分析·····	(100)
第一节 矿物学中的电子探针显微分析·····	(100)
1. 细小矿物的元素定量分析和新矿物分析·····	(100)
2. 矿物的环带构造·····	(100)
3. 固溶体和固溶体离溶·····	(101)
4. 矿物的反应边构造·····	(101)
5. 暗化边矿物·····	(101)
6. 交代蚀变矿物·····	(101)
7. 矿物包裹体的研究·····	(102)
8. 陨石、月球矿物、宇宙尘的研究·····	(102)
第二节 地质学中的电子显微成分分析·····	(102)
1. 岩石的成分分析·····	(102)
2. 元素赋存状态的研究·····	(103)
3. 矿床学研究·····	(103)
4. 其他地质学科中电子显微成分分析·····	(104)
第三节 常见硅酸盐矿物化学成分·····	(105)
1. 岛状结构硅酸盐·····	(106)
2. 链状结构硅酸盐·····	(113)
3. 层状结构硅酸盐·····	(121)
4. 架状结构硅酸盐·····	(126)
主要参考文献·····	(131)
第七章附图·····	(133)
第八章附图·····	(153)

第一章 电子光学基础

电子显微镜的放大倍数很高,分辨率极好,克服了人眼分辨率和光学显微分辨率的局限性。人眼的分辨极限只有0.1毫米(mm),最好光学显微镜分辨极限是0.1毫米/1000=0.1微米(μm)。现代电子显微镜的分辨本领普遍达到0.3毫微米(nm),即 $3\text{\AA}$,而最好的电子显微镜分辨本领已达 0.07nm (相当于 $0.7\text{\AA}$)。一般原子,离子半径大约在 0.1nm ($1\text{\AA}$)左右。因此,在电子显微镜下可以直接观察到分子、甚至原子的世界。这个分辨能力比人眼提高了近一百万倍,比最好的光学显微镜也高1000倍。

电子显微镜为什么能使人们直接观察到分子、原子的微观世界呢?这就必须弄清电子显微镜的设计原理、仪器构造和工作特点。

第一节 电子束流的特点

电子显微镜是利用电子束流作光源使物体成象的,因此应该深刻理解电子束流的特性。

电子束流实际上是一种阴性射线流,或者说是一种带负电的粒子流,它和其他光线一样,既具有波动性,也具有粒子性。1924年,德布罗意证明粒子在高速运动的时候,会发射出一定波长的电磁辐射。这种波的波长(λ)与粒运动速度(v)、粒子质量(m)之间存在以下关系:

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

式中, h 为普朗克(Planck)常数。

在电子显微镜中,电子在真空镜柱里运动的速度与加速电压密切相关,根据能量守恒定律:

$$eV = \frac{1}{2}mv^2$$

式中, e —电子的电荷的绝对值; V —加速电压(kV); v —电子运动速度; m —电子的质量。从上式可以得到电子运动的速度为:

$$v = \sqrt{\frac{2eV}{m}}$$

加速电压比较低时,电子运动速度比光速小得多,它的质量近似等于电子静止质量,即 $m = m_0$, 将 $v = \sqrt{\frac{2eV}{m}}$ 式代入 $\lambda = \frac{h}{mv}$ 式整理得到:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2em_0V}}$$

把 $h = 6.62 \times 10^{-34} \text{J}\cdot\text{s}$, $e = 1.60 \times 10^{-19} \text{C}$, $m_0 = 9.11 \times 10^{-31} \text{kg}$ 数值代入上式则可得到:

$$\lambda = \frac{12.25}{\sqrt{V}}$$

在电子显微镜中，加速电压比较高，电子波长的计算必须引入相对论校正。表达式为：

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2em_0V(1 + \frac{eV}{2m_0c^2})}}$$

把h、e、m₀值代入，整理得：

$$\lambda = \frac{12.25}{\sqrt{V(1 + 0.9788 \times 10^{-6}V)}}$$

按上式计算的不同加速电压下电子波长值，列出表1—1如下：

表1—1 电子波长（经相对论校正）

加速电压，kV	电子波长，Å	加速电压，kV	电子波长，Å
1	0.388	40	0.0601
2	0.274	50	0.0536
3	0.224	60	0.0487
4	0.194	80	0.0418
5	0.173	100	0.0370
10	0.122	200	0.0251
20	0.0859	500	0.0142
30	0.0698	1000	0.00687

电子波长比可见光波长短得多，当加速电压为50—100kV时，电子波长仅仅为0.0536~0.0370 Å，约为可见光波长的十万分之一。从原理上看，利用电子作为光源，可以大大提高显微镜的分辨本领和有效放大倍数。只要能制造出使电子波聚焦的透镜，就能获得高分辨率、高放大倍数的图象。

第二节 电子在电磁场中的运动和电磁透镜

布什指出具有轴对称性的磁场，对运动的电子束来说，具有类似于光学透镜的作用。这一原理就是电子显微镜关键性部件—电磁透镜设计制造的指导思想。运动的电子束流，在受到电场或磁场作用时会改变前进的轨迹和运动方向，并且不同的磁场对电子运动轨迹的影响也不相同。电子束流在电磁场中发生弯曲，即可折射性，类似于自然光线通过玻璃透镜时的情况一样。

电场或磁场能够改变电子运动的轨迹，当电场或磁场是轴对称的时候，它能使许多从同一点出发的电子，在经过各自不同的轨迹之后，又会相交于另一点，电子具有能被聚焦的特点。通常把这样的电场、磁场称为电子透镜；或者把这样的电场称为静电透镜，把这样的磁场称为电磁透镜。因为电磁透镜象差小并且易操作，所以电子显微镜常选用电磁透镜。

当一个电子在磁场中运动时，如果它平行于磁场的磁力线方向运动时，就不受外力影响，如果它垂直磁力线，它就会受到外力的作用。外力使电子在一个包含电子方向和垂直于磁力线方向的平面上运动。如图1—1所示。如果磁场强度是常数，电子运动轨迹在垂直于磁力线的平面上描绘出一个圆。这个圆的半径（r）由向心力和电磁场力所决定。可由下面方程式表达：

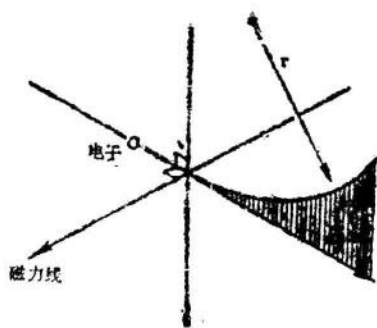


图1—1 电子垂直于磁场力方向运动，电子将在与磁场垂直的平面内作匀速圆周运动〔21〕

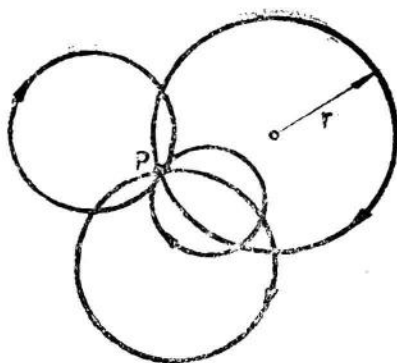


图1—2 不同速度、不同方向的电子从垂直于均匀磁场的平面上的P点同时发射运动的圆轨迹。〔21〕

$$r = \frac{mv}{eB}$$

式中v—电子速度；e—电子电荷；B—磁场强度。

设一些电子以不同的速度、不同的方向从垂直于均匀磁场的平面上的P点同时发射。由于这些电子速度不同，圆形轨迹的半径也不同，但这些电子的角速度是相同的，所以不同方向发射的电子经一定的时间，将同时回到P点。如图1—2所示。

当电子以一给定角度朝着均匀磁场发射，电子将描绘出一个螺旋形的轨道。这个轨道是由沿磁场强度方向的直线运动和垂直于磁场强度方向的圆周运动合成而成的。如图1—3所示，一个电子以速度V，从P点朝着均匀磁场H成角度 α 发射，电子将描绘一螺旋轨道“a”。它是由速分量 V_x （平行于磁场强度方向）和旋转速度分量 V_y （垂直于磁场强度方向）所决定。并且将在P'点与磁场相交。如果两个电子同时从源点P发射，它们将分别画出各自的轨道“a”和“b”，并在P'点再相遇。

图1—3 电子斜射到均匀磁场时描绘出的轨道。〔21〕

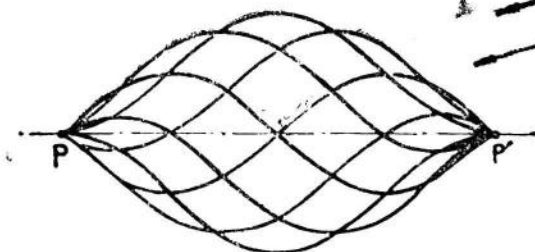
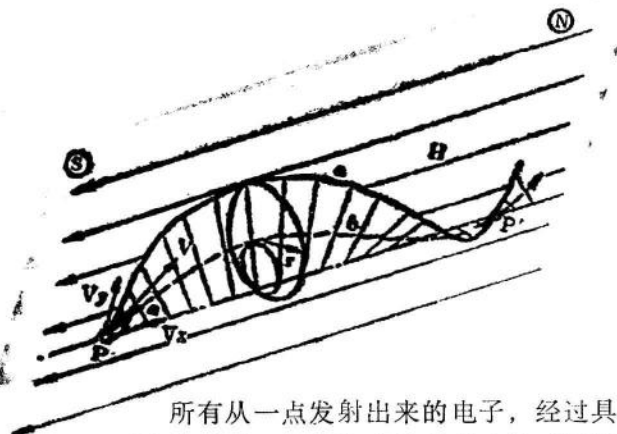


图1—4 电子在轴对称的磁场作用下的运动轨迹

所有从一点发射出来的电子，经过具有轴对称的磁场，在它们各自描绘出的不同螺旋轨道之后，将在另一点相会合。这一原理是与光学凸透镜原理相似的。如图1—4所示。

但是，这种相似性是有限的，因为在无象差光学凸透镜中，所有平行于透镜光轴的光线

会聚于后聚焦面上的一点。而电子在均匀磁场中，就不显示这样的会聚。

在电子光学系统中，使用的是一种具有旋转对称非均匀的磁场，这种磁级装置叫做磁透镜。如果一束电子沿着透镜主轴方向射入透镜，其中精确地沿轴线运动的电子不受磁力作用，不改变运动方向，而其他与主轴平行的入射电子则作圆锥螺旋运动。一束平行于主轴的入射电子，通过电磁透镜后，将被聚焦在轴线上一点，即焦点。这与光学玻璃凸透镜，对平行轴线入射的光线聚焦作用十分相似。这表明，电磁透镜与光学凸透镜具有相似的光学性质，如图1—6所示。

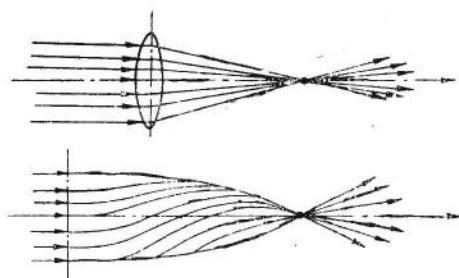


图1—6 电磁透镜与光学透镜工作原理对比(7)

电磁透镜的物距 L_1 、象距 L_2 和焦距 f 三者之间关系，也可以用薄透镜成像原理公式表达：

$$\frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} = \frac{1}{f}$$

电磁透镜的象放大倍数(M)也可以用下式表明：

$$M = \frac{L_2}{L_1}$$

磁透镜的放大倍数等于象距 L_2 和物距 L_1 之比。

磁透镜分为几种：一种是无铁芯的多层线圈型的螺旋管；另一种用软铁包住线圈，使漏磁减少，将磁场集中在铁芯的内孔隙里；还有一种用软铁包住线圈，并使磁场集中在被插入的极靴小孔隙中。如图1—5a、b、c所示，c是一种强磁透镜。由于透镜焦距与所采用的磁场强度有关，磁场越强、焦距越短、放大倍数也就越大。所以，现代电子显微镜的成象物镜大多数采用短焦距的强磁透镜。

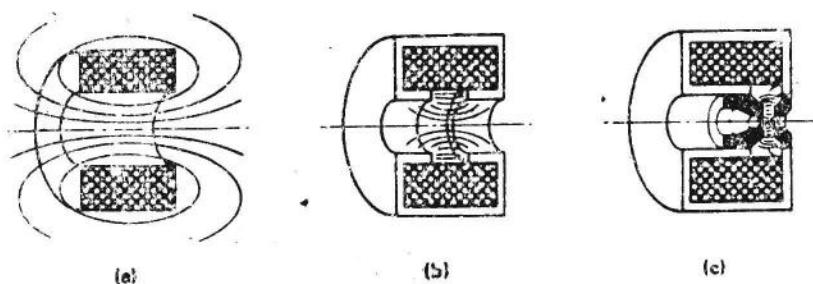


图1—5 磁场型电子透镜(21)

第三节 电磁透镜的象差、分辨本领、景深和焦长

1. 电磁透镜的象差

电磁透镜存在有各种象差：一类是因透镜磁场几何上的缺陷产生的，叫做几何象差。它包括球面象差(球差)、象散和象畸变。另一类是电子波长或能量非单一性引起的，叫做色

差。还有一种象差，是由衍射效应引起的象差，叫衍射象差。

(1) 球面象差 (球差)

球面象差，是指在电磁透镜磁场中，近轴区域磁场对电子束的折射能力与远轴区域磁场对电子束的折射能力不同而产生的。也就是说一个理想的物点所散射的电子，经过具有球差的电磁透镜后，不能会聚于同一个象点上，而被分别会聚在一定的轴向距离上。在轴向距离范围内，存在着一个最小的散焦斑。必须尽可能减小球差引起的最小散焦斑的尺寸，以利提高透镜的分辨本领。

球差最小散焦斑半径 (γ_s) 可表示为：

$$\gamma_s = \frac{1}{4} C_s \alpha^3$$

式中 C_s 表示电磁透镜球差系数； α 表示电磁透镜半孔径角。

从上式看，球差最小散焦斑半径与球差系数成正比，与半孔径角 α^3 成正比。

增加极靴孔隙中的磁场强度，就会降低球面象差系数。在电子束的距径上，放置一个适当大小的圆孔 (光阑)，就能减小电子束发射角，因而就减小了球面象差。但光阑孔不能太小，大小就会使衍射象差变得明显了，所以需要适当选择光阑。图 1—7, a) 表示了球面象差产生的基本原理。

球差，除了影响透镜分辨本领外，还会引起图象畸变，包括正球差、负球差、旋转畸变等，如图 1—8 所示。

(2) 色差

色差是由于成象电子波长 (或能量) 变化引起电磁透镜焦距变化而产生的一种象差。一个物点散射的、具有不同波长 (或能量) 的电子，进入透镜磁场后，如果不能聚焦到一个象点上，而分别交在一定的轴向距离范围内，在轴向距离范围内存在着一个最小散焦斑，即色差散焦斑，如图 1—7, b) 所示。其半径 γ_c 由下式确定：

$$\gamma_c = c_c \cdot \alpha \left| \frac{\Delta E}{E} \right|$$

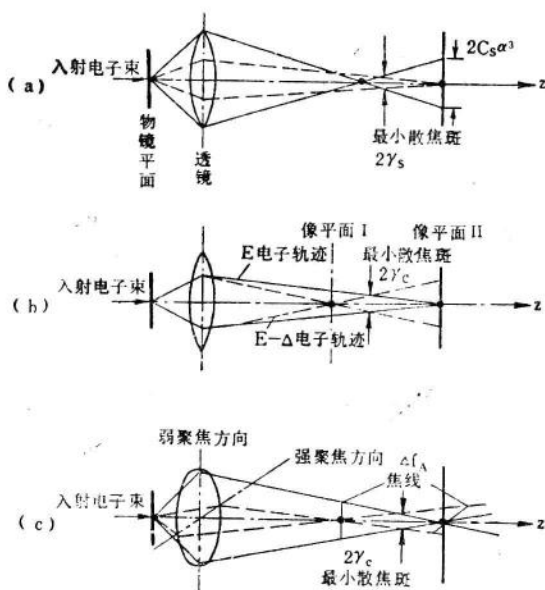


图 1—7 电磁透镜的象差 (7)

a) 球差 b) 色差 c) 象差

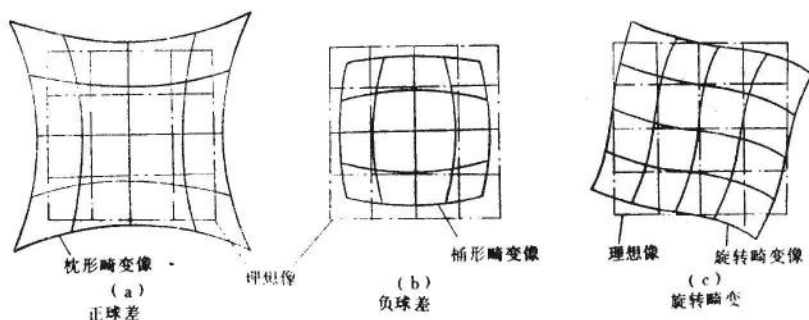


图 1—8 象畸变〔8〕

式中： c_c 表示电子透镜色差系数，随激磁电流增大（使聚光镜刻度减小）而减小； α 表示电磁透镜孔径半角； $\Delta E/E$ 表示电子束能量变化率。

克服色差象散的办法有：改善加速电压的稳定性；b) 增加极靴中的磁场强度，降低色差系数 c_c ；样品不要太厚，减少电子能量损失的差异。

(3) 象散

象散是由透镜磁场非旋转对称，引起的一种象差。这种象差是由下列几种原因引起的：a) 极靴材料不均匀；b) 机械加工的精度差；c) 电子束路径污染。一般采用消象散器来消除象散，象散严重时，则需要清洗电镜，甚至更换极靴。象散散焦斑半径可以表示为：

$$\gamma_A = \frac{\Delta f_A \alpha}{2}$$

式中 Δf_A 为由透镜磁场非旋转对称性产生的焦差； α 为透镜的半孔径角。见图1—7c。

(4) 衍射象差

衍射象差是一种波动光学象差，增大电磁透镜的半孔径角，就可以减小这种象差，但却会引起球差增大，只有兼顾两个方面选择最佳孔径角。

2. 电磁透镜的分辨本领

分辨本领取决于透镜的象差和衍射效应所产生的散焦斑（或称埃利斑）尺寸的大小。

光学显微镜在最佳情况下，分辨本领可以达到照明光波波长的二分之一，即半波长。电子束的波长比可见光的波长小五个数量级，如果电磁透镜象差（特别是球差）能得到较好的矫正，那末它的分辨本领理应达到照波的半波长 $0.02 \text{ \AA}$ 极限值（按加速电压为 $80 \sim 100 \text{ KV}$ 计算值）。由于至今还没有找到一种矫正球差的有效办法，而是采用尽可能小的孔径角成象。随透镜孔径角的减小，虽然球差散焦斑半径显著地减小了，但衍射效应引起的埃利斑半径却增大了。目前还不能制造具有大孔径角、低球差、高分辨率的电磁透镜。采用小孔径角的电磁透镜成象，只能达到 $1.4 \text{ \AA}$ 左右晶格分辨率，比极限值 $0.02 \text{ \AA}$ 还差100倍左右。

3. 电磁透镜的景深和焦长

由于采用小孔径角成象，所以电磁透镜具有一些重要的特点，即景深（或场深）大，焦长很长。

(1) 景深

样品都具有一定的厚度，当透镜焦距、象距一定时，只有样品表面与透镜的理想物平面相重合，这时透镜象平面上才能获得理想图象。而偏离理想物平面的物点都在一定程度上失

焦，它们在象平面上将产生一个具有一定尺寸的失焦园斑。如果失焦园斑尺寸小于由象差和衍射效应造成的散焦斑，那末对透镜象的分辨本领并不产生什么影响。如图 1—9 所示。因此，透镜的景深 (D_f) 可以定义为，透镜的物平面允许的轴向偏差值称作景深。它与电磁透镜分辨本领 $\Delta \gamma_0$ 、孔径半角 α 之间的关系为：

$$D_f = \frac{2 \Delta \gamma_0}{\tan \alpha} \approx \frac{2 \Delta \gamma_0}{\alpha}$$

从上式可以看出电磁透镜孔径半角越小，景深越大。一般的电磁透镜 $\alpha = 10^{-2} - 10^{-3}$ 弧度， $D_f = (200 \sim 2000) \Delta \gamma_0$ 。若 $\Delta \gamma_0 = 10 \text{ \AA}$ ， $D_f = 2,000 \sim 20,000 \text{ \AA}$ 。这样可以得到清晰样品图象。

(2) 焦长

当透镜焦距和物距一定时，象平面在一定的轴向距离内移动，也会引起失焦。如果失焦斑尺寸小于透镜象差和衍射引起的散焦斑大小，那么这种轴向移动对分辨率不会产生影响。这种象平面允许的轴向偏差定义为透镜的焦长 (DL)。从图 1—10 可以看到 DL 与分辨本领 Δr_0 及象点所张的孔径半角 β 之间关系为：

$$DL = \frac{2 \Delta \gamma_0 M}{\tan \beta} \approx \frac{2 \Delta \gamma_0 M}{\beta}$$

$$\because \beta = \frac{\alpha}{M}$$

$$\therefore DL = \frac{2 \Delta \gamma_0}{\alpha} \cdot M^2$$

式中 M 为透镜放大倍数。

当电磁透镜放大倍数和分辨本领一定时，焦长随孔径半角 α 减小而增大。若 $\Delta \gamma_0 = 10 \text{ \AA}$ ， $\alpha = 10^{-2}$ 弧度， $M = 200$ 倍时， $D_f = 8 \times 10^7 \text{ \AA} = 8 \text{ mm}$ 。

多级电磁透镜组成的电子显微镜，放大倍数等于各级透镜放大倍数之积，因此最终图象的焦长更长了，约为 $10 \sim 20 \text{ cm}$ 。这样就可以容易地拍摄清晰的电子图象。

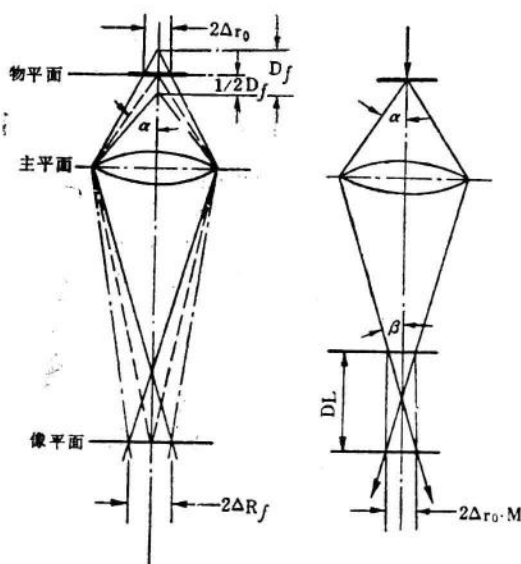


图 1—9 电磁透镜景深 [7] 图 1—10 电磁透镜焦长 [7]

第四节 电子显微镜与光学显微镜的比较

电子显微镜与光学显微镜有着许多相似的地方，但也有许多不同之处。电子显微镜在分辨本领率、放大倍数、景深立体感等方面有着明显的优点。电子显微镜的发明、发展，开拓了许多新的研究领域。但电子显微镜也有一些局限性，需要光学显微镜来补充许多不足之处，表1—2将电子显微镜与光学显微镜作了基本特点对比。

表1—2 电子显微镜与光学显微镜的基本特点

序号	特点内容	电 子 显 微 镜	光 学 显 微 镜
1.	照 射 束	电子束 ($\lambda = 0.037 \text{ \AA} \sim \infty$)	光束 ($\lambda = 4000 \sim 7500 \text{ \AA}$)
2.	媒 质	真空 ($10^{-4} \sim 10^{-8}$ 托左右)	大气
3.	透 镜	电子透镜 (电磁透镜)	光学 (玻璃) 透镜
4.	分 辨 率	透射电镜为 $1.4 \text{ \AA}$ ， 扫描电镜为 $60 \text{ \AA}$ 。	可见光区为： $2000 \text{ \AA}$ ， 紫外光区为： $1000 \text{ \AA}$ 。
5.	放大倍数	$\times 10 \sim \times 1$ 百万倍，连续可调	$\times 10 \sim \times 2000$ 倍，更换透镜调节放大倍数。
6.	景 深	在1000倍时，景深约为 $30 \mu\text{m}$ 。	在1000倍时，景深约为 $0.1 \mu\text{m}$
7.	聚焦原理	电子聚焦	机械聚焦
8.	主要图象	透射电子象，二次电子象，背散射电子象，吸收电子象，x射线面扫描象、x射线线扫描象。等等……。	光学透射象、反射象及其他干涉象。
9.	图象特点	黑白反差的电子图象，高分辨原子象、格子象及各种衍射图象。	光的吸收、反射、透过形成光学图象，产生七色光的颜色及干涉颜色。
10.	主要附件	①电子衍射装置， ②特征X射线波谱仪， ③特征X射线能谱仪， ④电子能量损失谱仪； ⑤俄歇电子谱仪， ⑥阴极发光装置， ⑦电子通道花样附件， ⑧微粒分析仪， ⑨热台、冷台， ⑩拉伸、旋扭、压缩， ⑪电动势放大器。 等等……。	①带偏光、反光附件， ②锥光附件， ③费氏台及旋转针， ④热台和冷台， ⑤油浸法应用。 等等……。

从上述电子显微镜与光学显微镜对比，我们就能大致了解电子显微镜的基本优缺点，以及制造、操作的困难和复杂性。但是，电子显微镜又有许多明显的优势，具有一些其他测试方法没有的功能。它能把微区 (几个 μm)，甚至超微区 ($100 \text{ \AA}$ 以下) 的形貌、成分、结构三个主要测试方面的内容结合起来，电子显微分析术开创了一个新的研究天地。

第二章 电子束和物质之间的相互作用

高速运动的电子束轰击样品物质,就会产生许多物理信息,主要有二次电子、背散射电子、俄歇电子、吸收电子、连续X射线、特征X射线、X荧光、阴极发光、透射电子、衍射电子、电动势场等。如图2—1所示。

入射电子受原子核的散射,一般只改变运动方向,并不损失能量(或者能量损失甚微),这种散射叫做弹性散射。如果入射电子不仅使电子改变运动方向,而且使电子有不同程度的能量损失,这种散射叫非弹性散射。

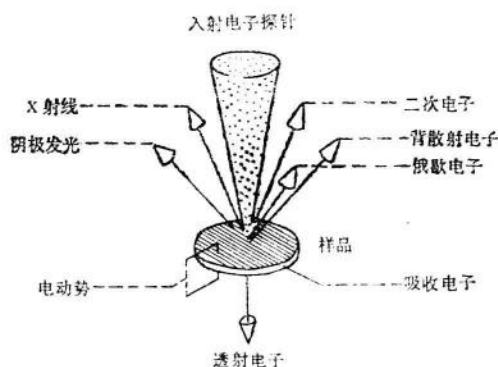


图2—1 从样品中得到的信号

第一节 几种物理信息

高能电子入射固体解,与原子核和核外电子发生弹性和非弹性散射过程,同时激发固体样品产生不同性质的物理信息,只有了解这些物理信息的特点,才能设法检测它们、利用它们。

1. 几种电子信息

高能电子轰击固体样品,会产生一些电子信号,主要有:二次电子、背散射电子、吸收电子、透射电子、衍射电子等。

(1) 背散射电子

背散射电子,是被固体样品原子反射回来的一部分入射电子,其中包括弹性背散射电和非弹性背散射电子。入射电子只受到原子核单次或很少几次大角度弹性散射后,被反射回来的电子,能量没有或几乎没有发生变化,这种电子叫做弹性背散射电子。还有一些电子与核外电子,特别是价电子作用,除电子运动方向改变,入射电子能量也不同程度地损失部分,这种电子叫做非弹性背散射电子。