

M. E. 海因

电子显微镜

技术现状

科学出版社

电子显微镜 技术现状

M. E. 海因 著
叶 容 译

科学出版社

M. E. HAINE
THE ELECTRON MICROSCOPE
The Present State of the Art
E. & F. N. Spon Ltd.
1961

内 容 简 介

本书着重讨论了有关电子显微镜的一些基本问题,如分辨本领,象衬度等。为了使较多的读者易于接受,书中尽量避免数学推算,而用图表、曲线和公式表示出推算或实验的结果。书中关于仪器性能检验和矫正的部分,对使用者说来可能是特别有兴趣的。有关各种设计问题的内容,可供制造工作者的参考。在需要用实例说明的地方,一般以当时英国性能最高的M-V.E.M. 6型电子显微镜为例。

本书可供设计、制造电子显微镜的工作人员和生物、医学、地质、金属学等领域中使用电子显微镜的科学工作者参考。

电 子 显 微 镜
技 术 现 状

[英] M. E. 海因 著
叶 容 译

*

科 学 出 版 社 出 版

北京朝阳门内大街 117 号
北京市书刊出版业营业许可证书字第 061 号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1965 年 8 月第 5 版 开本: 850×1168 1/32
1965 年 8 月第一次印刷 印张: 6 1/2 插页: 13
印数: 0001—2,700 字数: 189,000

统一书号: 15031·202

本社书号: 3289·15—4

定价: [科六] 1.40 元

序 言

虽然 A. Fleming 早在 1900 年以前即已得到用电子放大的象，但电子显微镜的真正历史只能追溯到廿世纪的二十年代。1925 年 L. de Broglie 提出关于物质颗粒波动性的假说，而 1926 年 Busch 才发表对螺旋管场透镜效应的最初分析。在这以后很快就有电子显微镜的想法，它诞生在柏林，第一台仪器是由 Ruska 和 Knoll 制成的，他们改装了一台可拆卸的高速阴极射线示波器。这一开端导致了该仪器及其应用的持续发展，不仅是在柏林的各实验室，而且在世界各地的许多其他实验室。

这个仪器及其应用上的一些严格要求已经促使设计人员和技术人员充分发挥了他们的技巧和才能。正如常常遇见的那样，对有关原理和限制的更好了解导致更简单和更便宜的设计以及更完善的操作。对于这个仪器的使用者说，了解它的一些原理和限制也是极为重要的。尽量简单而充分地说明这些问题正是写这本书的主要动机。书中尽可能避免用数学，而代之以实验数据。书中给出了有关的文献，但并非应有尽有。这方面的文献极多，本书作者选用的参考目录，更多是为了解说，而不是为了发挥，也许要对许多作者致歉意，他们的论文在本书中没有提及。很自然，选用的论文常是本书作者的一些同事所著，插图也大部分取自他们和作者自己的工作。应该充分承认在一些其他实验室电子显微镜的发展也毫不逊色，特别在德国——它的诞生地——Ruska 教授的实验室、菲利浦斯研究实验室、荷兰的台尔夫特以及美国的 R. C. A. 实验室，这仅仅是一长串研究者和实验室名单的一个开端，他们都对这个领域有很多贡献。特别应该提到已故的 Knoll 教授，他同 Ruska 一起制成了第一台电子显微镜，还有已故的 G. Liebmann

博士,他作为作者的同事,是电子透鏡許多基本研究的創始人,并且曾經是我們所有人得到鼓舞的主要源泉。

M. E. Haine

1959 年 12 月

目 录

序言.....	vii
引論.....	1
第一章 电子显微鏡透鏡的光学性質.....	4
磁透鏡的聚焦性能	8
最小焦长	11
磁透鏡的球面差	12
色差	13
J 象旋转	14
J 畸变	15
象散	16
靜电透鏡	18
靜电透鏡的象散	20
参考文献	21
第二章 电子波、相干性和波传播	22
波动和波动传播	22
显微鏡系统中波的传播	25
发射、波、相干性	32
相干性	36
显微鏡中的相干性	40
第三章 分辨本領的一些理論限制.....	43
几何象差的效应	45
分辨本領为色效应所限制	50
克服各种分辨本領限制的可能性	51
参考文献	55
第四章 象衬度.....	57
电子散射	58
彈性散射	58

非弹性散射	60
衬度	61
相干波	62
相位角 γ	63
衬度计算	64
振幅衬度	64
相位衬度	65
散焦相位衬度(C' 相位)	65
非弹性散射和衬度	66
延续的被检物	68
参考文献	70
第五章 限制性能的一些实际因素	71
象散	71
矫正的方法和试验	75
矫正象散的实际做法	78
仪器的不稳定性	79
应用试验方法和最佳观察 Fresnel 条纹的一些条件	81
整个试验程序	83
标本对分辨本领的影响	89
结语	91
参考文献	92
第六章 电子枪特性	93
灯丝寿命	94
实际电子枪性能	98
电子枪中电子束的形成机制	104
自偏压	106
结语	109
附录: 亮度	110
参考文献	113
第七章 电子象的观察和记录	114
加强象的可能性	119
电子象的照相记录	123

参考文献	124
第八章 設計考虑	126
照明系统	126
└ 电子枪	127
聚光镜	129
物镜	135
磁设计	137
实际透镜设计	141
投影镜	143
中间镜 145	
└ 电子光学系统的合轴	149
└ 合轴技术	151
└ 双聚光镜的合轴要求	154
└ 合轴机构	155
└ 物镜光闌	158
磁屏蔽	160
标本室和机械台	160
镜筒的机械设计	166
照相机	167
真空接头	168
参考文献	169
第九章 有关技术和仪器	170
电子反射技术	170
局部电子衍射	172
└ 电子探针的应用:	173
点投影电子显微镜 173; 点投影 X 线显微镜 174	
扫描技术	175
└ X 线探针显微分析器	176
其他技术	177
参考文献	177
第十章 标本技术和应用	179
引言	179

结构类型	179
标本载膜	181
将标本装置在载膜上	184
投影	185
标本的几种主要型式	187
薄膜 187; 纤维 188; 薄切片 193; 厚标本 194	
复型技术	194
复型的应用	202
金属 202; 颗粒状材料 202; 生物材料的复型 204	
生物学应用	206
冶金学应用	214
晶体和晶体点阵	215
参考文献	217
汉英名词索引.....	221

引 論

肉眼不能看清物体上小于 0.1 毫米的細微部分。显微鏡实质上是一个获得細微部分的放大象的仪器，使它們能被人看清楚。光的波动性給显微鏡能“分辨”的精细程度规定了一个根本性限度。这个限度与显微鏡的放大率无关，后者能够依靠增多透鏡数目或使用更强的透鏡而无限增大。一个显微鏡能分辨的最小微体称为它的**分辨本領**。由于各种原因，在一个給定的象中所再現的最小細微部分可能大于仪器的分辨本領，为了和分辨本領相区别，称它为**象分辨率**。因此，分辨本領，正如其名称所示，表示仪器在理論上或实际上的分辨能力，而分辨率則指真正得到的效果。

显微鏡的基本部件是透鏡，透鏡的光学性質为大家所熟知，无庸在此贅言。显微鏡的基本光学系統包括一系列透鏡，它們产生一系列累进放大的象。最終象的亮度决定于从被检物进入物鏡的輻射强度及总放大率(M)。由于亮度的減弱和 $1/M^2$ 成正比，因此有必要集聚尽可能多的照明輻射，以便产生可見的亮象。为达到这一目的，物鏡的孔径角——物鏡接收的輻射錐的角度——必須大。这个角度可用由被检物每点发出而进入物鏡的光錐的半角(α)来定义，大家熟知，这个角度增大时透鏡的象差更加严重，因此为了会聚更多的光就需要更完善的透鏡。

然而，使用大孔径还有一个更为重要的理由，前面已經提过显微鏡的分辨本領受到輻射的波动性限制，它的效果是，一个无限小的輻射体所产生的象将是一个半径为 d 的輻射斑：

$$d = 0.61\lambda / \sin \alpha,$$

式中 λ 是被检物和物鏡之間的照明波长。

由此可見，为得最佳的分辨率，需要大的 α 值和短波长輻射。綠光的波长約 5000 Å；紫外綫的波长約 2500 Å。沿着电磁波譜再

往下找,可以找到波长短至 $1 \text{ \AA}$ 或更短的X綫,但遺憾的是迄今沒有設計出滿意的X綫透鏡。

带电粒子束如电子束可在靜电場或磁場中发生偏轉,正如光在两种折射系数不同的介質界面上发生偏轉一样,这个事实暗示将这种束綫聚焦的可能性。在 1926 年 H. Busch 发表了这种透鏡的最初理論分析,采用的是軸对称場,由該工作自然产生电子显微鏡的想法。假若 L. de Broglie 沒有在 1924 年提出运动带电粒子的波动性假說——該假說为 Davison 和 Germer 电子衍射的經典实验所充分証实,人們本有可能认为这样一个显微鏡的分辨本领仅受到电子非常小的尺寸的限制。粒子束的波长由下式决定:

$$\lambda = h/mv,$$

式中 h 是普朗克常数, m 是电子質量, v 是它的速度。由于动能等于位能,电子的速度与它經受的加速靜电位(ϕ)有一定关系:

$$\frac{1}{2} mv^2 = e\phi,$$

$$v = \sqrt{2e\phi/m},$$

式中 e 是电子的电荷,所以:

$$\lambda = h/\sqrt{2em\phi}.$$

将 h 、 e 和 m 的数值代入,并用 $\text{\AA}$ 表示 λ ,

$$\lambda = \sqrt{150/\phi} \text{ \AA}.$$

因此, $\phi = 100$ 千伏时,

$$\lambda = 0.04 \text{ \AA}.$$

这个数值要比光波长短 10^5 倍,而且大大小于固体中的原子間距 ($2-5 \text{ \AA}$),因此,如果可以用大孔径透鏡的話,波长似乎并不构成对分辨本领的特殊限制。

事实上,迄今最好透鏡中所应用的孔径由于受到象差的限制,其半角不超过 $1/100$ 弧度,因此把电子显微鏡可能达到的分辨本领限制在几个 $\text{\AA}$,或大約相当于固体中的原子間距。

在后面数章将看到,在决定上述分辨率可以利用到什么程度

时,衬度考虑起着重要作用. 此外,还将说明在试图达到理论容许的效果时碰到的一些实际困难.

如果要使大小为 d 的细部能为肉眼看见,必须产生一放大象,象中该细部的大小应大于肉眼的分辨率 (0.1—0.3 毫米). 当 d 只有几个 $\text{\AA}$ 时,放大率必须很大(接近 $\times 10^6$). 只要放大方法所造成的分辨率限度并不超过物镜的限度,则究竟采用何种方法以获得上述放大率并无真正重要性. 因此,一部分放大率常可通过照相放大得到,这时只需在中等放大率下摄取电子象. 当然,这种大照相的分辨率受照相底片“颗粒”的限制.

由于在大气压的空气中电子的平均自由射程很短,因此整个显微镜系统必须处于高真空,当然也必须能够方便地换标本和照相底片. 为此显微镜系统必须不断地抽气. 为了节省时间,常利用气阀来换入标本和照相底片.

通常由加速的电子产生照明电子束,这些电子由电子枪中一个热钨丝阴极发射出来,阴极上加着一个负的直流加速电压. 由于磁透镜的焦距决定于电子能量以及透镜励磁电流,因此有必要稳定加速电压和透镜电流. 如要达到很高的分辨本领,则稳定度要求是很严格的,只容许十万分之几或更小的变动. 就静电透镜而言,如果透镜和电子枪是在同一电源下工作,则上述变动可得到补偿.

以上简短陈述了电子显微镜原理的诸要点,后面各章将依次讨论设计和操作中的一些详情.

第一章 电子显微镜透镜的光学性质

一个以速度 v 运行的电子在静电场或磁场中将受到一个加速力的作用,在静电场中,这个力是:

$$eE = e \frac{dV}{ds},$$

式中 e 是电子的电荷, E 是场强 (等于电位的空间导数 dV/ds), 加速的方向就是场的方向。

在磁场中,加速力是 Hev , 其中 H 是磁场强。力的方向垂直于运动方向和场方向二者。显然,知道了这些简单关系和某一系统中场的分布后,就能计算电子通过场的轨迹。在本书中不拟多谈这些计算方法,其他书(Liebmann, 1950)对此有很好的描述。为了了解电子显微镜,只需要知道这些计算的结果,亦即透镜本身的性质。这些性质,后面将会看到,可以相当准确地用简单公式或曲线组来表示。虽然如此,仍有必要对透镜中电子轨迹的形状略知一二,因为它们在某些方面与比较普通的光学系统中的轨迹有所不同。最重要的区别是,在电子透镜中有效折射系数是连续变化的,而在复合光学透镜中,折射系数的突变发生于玻璃界面上。

静电透镜的最简单形式如图 1.1 所示,由两个同轴圆筒或光

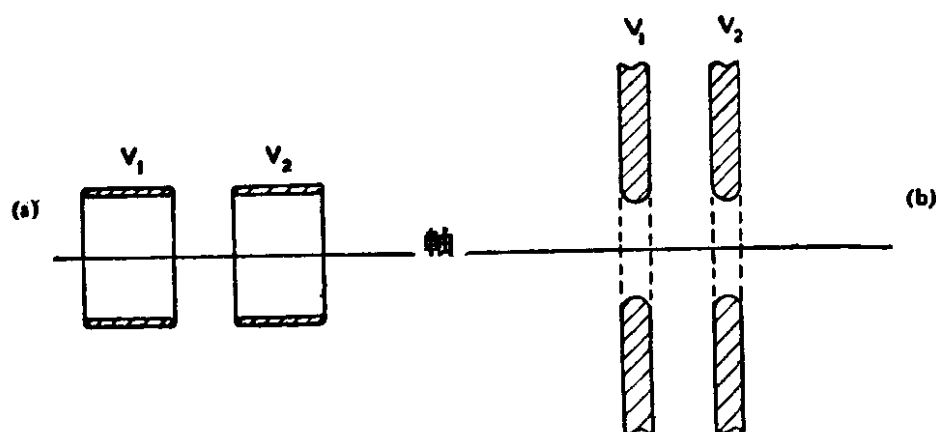


图 1.1. 简单的二圆筒(a)和二光阑(b)静电透镜。

關構成,二者間有一電位差($V_2 - V_1$)。這種型式的透鏡用在電子顯微鏡中並不方便,因為它要求顯微鏡的不同部分處於不同的電位。一種更加方便的裝置(單透鏡)示於圖 1.2,它由三個同軸圓筒或光闌構成,外側的兩個與鏡體(地)相連,中間的一個連到電子槍陰極。圖 1.3 表示一個實際的這種型式透鏡的截面圖,中間極按陰極高壓的要求予以絕緣。這個裝置實際上是一個雙透鏡,前半是一個減速透鏡(因為它的場使電子減速),而後一半是一個加速透鏡。圖 1.4(a) 表示場的分布和一條典型的電子軌迹(虛綫)。圖 1.4 (b) 表示離開透鏡軸一定距離處的場徑向分量。透鏡作用自然是靠了徑向場,可以看出在透鏡的兩外端徑向

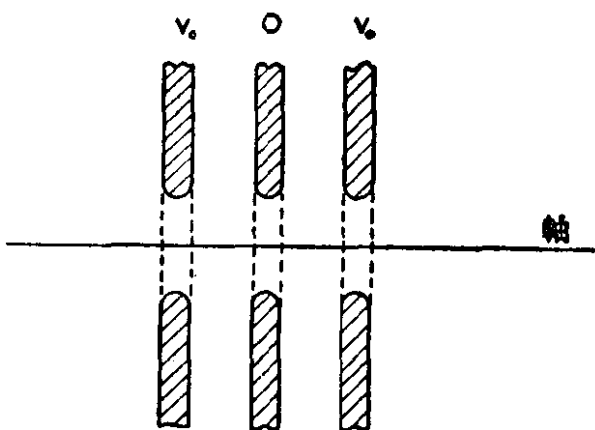


圖 1.2. 三電極單透鏡

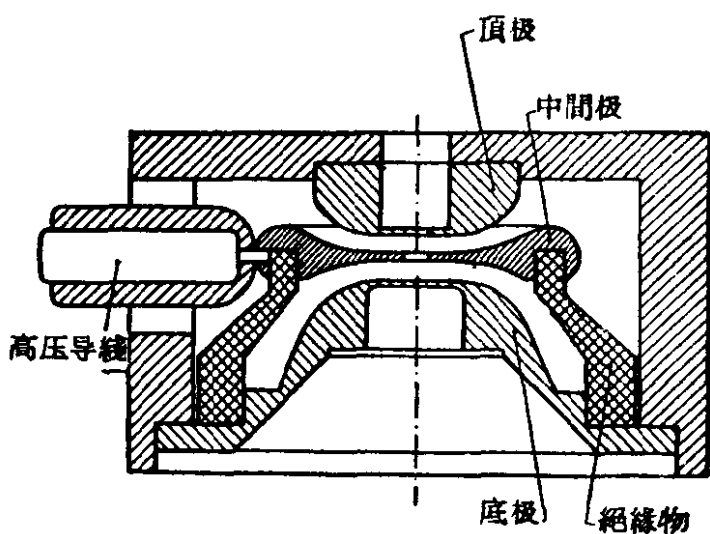


圖 1.3. 典型單透鏡的截面圖

場是向外的(負透鏡作用),而在透鏡的中部徑向場是向內的(正透鏡作用)。透鏡中部的電位比較接近陰極電位,電子在這裡通過得較慢,因此向內的場有較大的作用,所以總的透鏡作用是正的。

圖 1.5 表示一個典型磁透鏡的截面圖,它由一個鐵迴路(A)和一個勵磁螺綫管綫圈(B)構成,鐵迴路在(C)處有一間隙,該處互

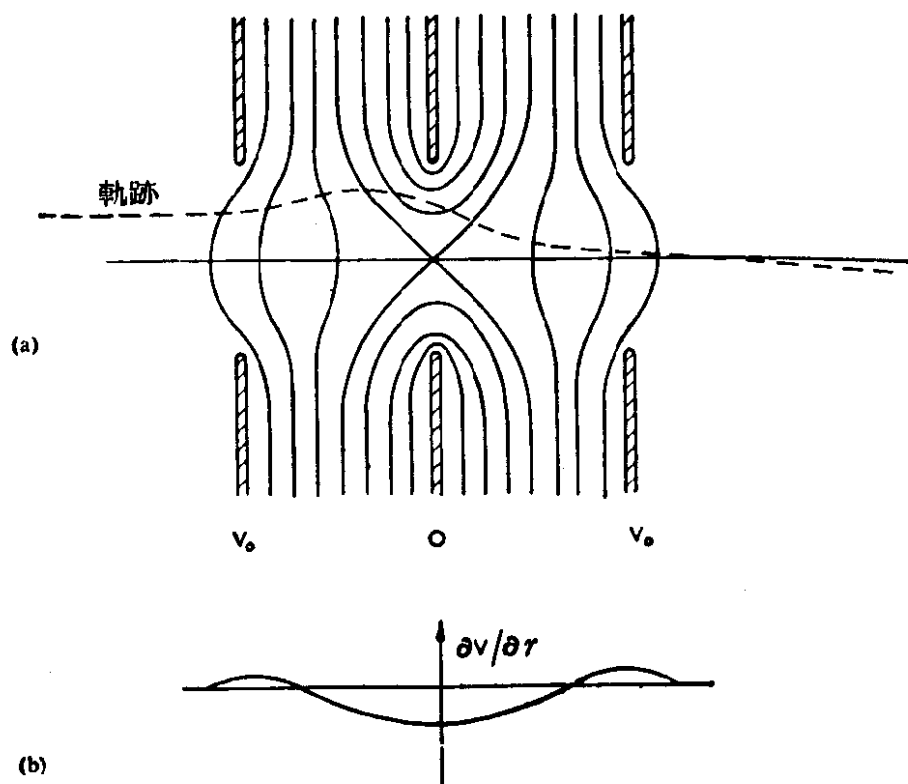


图 1.4. (a) 三光闌单透镜的等位面分布和典型的电子轨迹;
(b) 单透镜中电子场径向分量的分布.

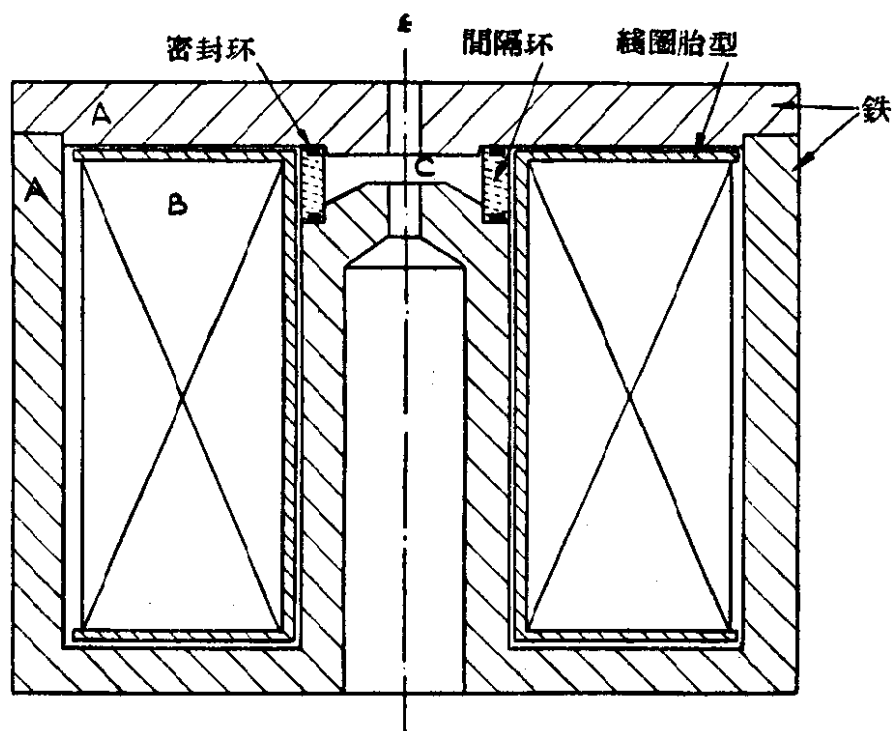


图 1.5. 典型磁透镜的截面图.

相平行的极面上钻有贯穿过铁的轴孔。

电子显微镜透镜的一些重要性质是焦长、焦距、球面差、色差以及因对称性不够产生的象散(由制造中误差产生),对于投影镜,还有称做畸变的象差。其他一些象差就其大小而言可予忽略。

焦长和焦距的定义见图 1.6,该图中 OZ 为透镜轴,垂直于轴并标以 $z = 0$ 的直线代表中央平面。一条电子轨迹进入透镜,交轴于 F_0 , F_0 与透镜中心的距离为 z_0 ,离开透镜时的电子轨迹平行于轴。

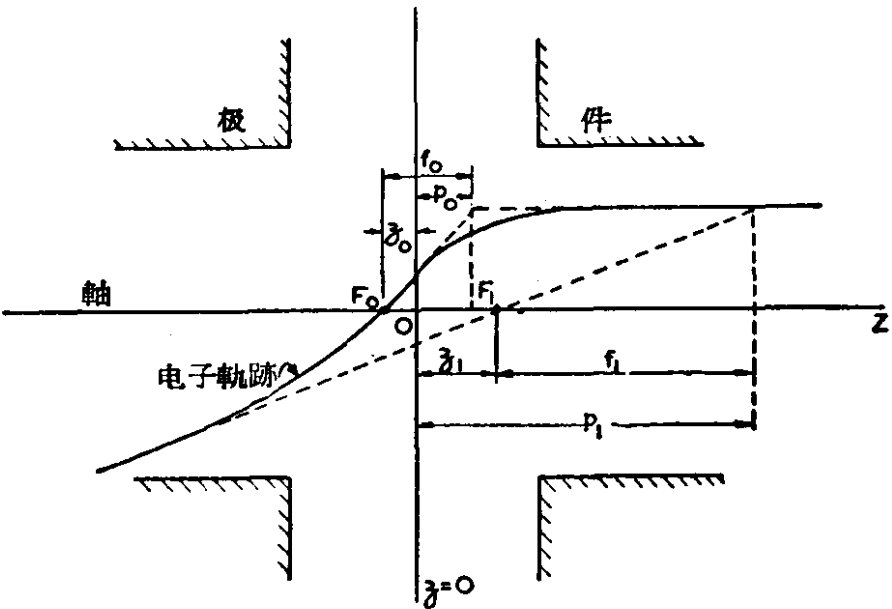


图 1.6. 电子透镜中焦长和焦距定义的示意图。

当这个透镜用作物镜时,如要得到无穷大放大率,被检物应放在 F_0 处。这很接近于通常使用的条件,因为电子显微镜每级透镜的放大率通常为 100 或更大。作一条与轨迹相切于 F_0 的直线,它与平行于轴的出射线的延长线相交于一点,该点距离透镜中心为 p_0 ,通过交点的平面为主平面,物镜的焦长为:

$$f_0 = p_0 + z_0.$$

当这个透镜用作投影镜时,入射线如果继续前进而不偏转的话,将交轴于 F_1 ,距离透镜中心为 z_1 ,再前进,将与出射线相交于一点,该点距离透镜中心为 p_1 。这时有效焦长是:

$$f_1 = p_1 - z_1.$$

因此,这个透镜用作投影镜时的焦长要大于用作物镜时的。

造成这个差别的原因是,在投影鏡中,电子射綫在到达象平面之前发生弯曲。当焦点位于透鏡外面时,亦即在弱透鏡的情况下,該差別即行消失,故对于弱透鏡

$$f = f_1 = f_0 = z_1.$$

对于靜电透鏡,有一些 f_0 值要求被检物位于靜电場中,这些 f_0 值是不可使用的,因为这时被检物将使場畸变;如果被检物或它的支筒是磁性的,則在磁透鏡中也会发生同样的情况,但一般說,这是可以避免的。

普通电子显微鏡透鏡的**球面差**都是正的,就是說,远軸电子通过透鏡时被折射的程度按比例地高于近軸(傍軸)电子。球面差的大小用常数 C_s 表示,

$$\delta r = MC_s \alpha^3,$$

式中 M 为放大率, α 为一电子射綫在物平面中与軸构成的角度, δr 是它抵达象平面时产生的径向誤差。如果还原到物平面上,則該誤差为:

$$\delta r = C_s \alpha^3.$$

所有在角度范围 $0 - \alpha_0$ 內的电子射綫綜合产生一散焦盘,它的最小半径为 $1/4 C_s \alpha_0^3$ 。当在波动光学基础上考虑成象問題时,这个散焦盘的意义不太重要,見第三章。但常数 C_s 的意义不变,需要知道的是这个常数随透鏡設計而有的变化。

磁透鏡的聚焦性能

若干研究者进行了磁透鏡聚焦性能和象差的計算,这方面有重要貢獻者为以下諸人: Glaser (1941) 根据解析場分布并适应于計算分布計算了这些性能; Lenz (1950) 計算了場和軌迹,从而也計算了透鏡性能; Liebmann 和 Grad (1951) 利用 Liebmann (1950a) 的电阻網絡类比法,得到准确度很高的 ($\sim 1:10^4$) 場分布,由此計算了軌迹和性能。这三位研究者得到的結果很一致,同时也符合其他研究者得到的实验測定結果。这里給出的所有数据均根据 Liebmann 的結果。