透射电子显微镜在矿物加工与利用中的应用

一、本文概述

透射电子显微镜(Transmission Electron Microscope,简称TEM)作为一种高端的微观分析工具，已经在众多科学领域，特别是材料科学和地质学中发挥了至关重要的作用。特别是在矿物加工与利用领域，透射电子显微镜以其独特的高分辨率成像能力和对材料内部微观结构的深入分析能力，为矿物学家和工程师们提供了重要的技术支持。本文旨在全面探讨透射电子显微镜在矿物加工与利用中的应用，包括其在矿物结构分析、矿物加工过程监控、矿物材料性能改进以及新型矿物材料研发等多个方面的具体实践和应用案例。通过对这些应用的分析和讨论，我们期望能够更深入地理解透射电子显微镜在矿物加工与利用领域的价值和潜力，并推动相关技术的进一步发展。

二、透射电子显微镜的基本原理与特点

透射电子显微镜（TEM）是一种先进的显微成像技术，它利用电子束穿透薄样品来形成图像。其基本工作原理可以简述为：电子枪发射出高速电子束，经过聚焦后穿透薄样品，样品中的原子或分子会对电子束产生散射作用，形成透射电子的波函数。这些波函数随后经过物镜、中间镜和投影镜的放大，最终在荧光屏或感光板上形成图像。由于电子的德布罗意波长比可见光的波长短得多，因此 TEM 的分辨率远高于光学显微镜，可以观察到纳米级别的微观结构。

高分辨率：透射电子显微镜的分辨率通常可以达到原子级别，这使得我们能够观察到样品的精细结构，如晶体结构、原子排列等。

样品制备简单：与扫描电子显微镜（SEM）相比，透射电子显微镜的样品制备相对简单，通常只需要将样品切成薄片即可。

定量分析：透射电子显微镜不仅可以提供样品的形貌信息，还可以通过能量散射谱（EDS）等技术对样品进行定量分析，如元素组成、化学态等。

动态观察：透射电子显微镜还可以通过特殊的装置对样品进行动态观察，如原位加热、电学性能测试等，为研究材料的动态行为提供了有力工具。

透射电子显微镜在矿物加工与利用中发挥着重要作用。例如，通过 TEM 可以观察矿物颗粒的形貌和晶体结构，揭示矿物加工过程中的

微观机制；TEM 还可以用于研究矿物材料的性能优化和改性过程，为矿物加工与利用领域的技术创新和产业升级提供有力支持。

三、透射电子显微镜在矿物加工中的应用

透射电子显微镜（TEM）在矿物加工中发挥了重要的作用，尤其是在理解矿物微观结构、矿物分离过程以及优化加工技术等方面。通过 TEM，我们可以从原子和分子级别上揭示矿物的内部结构和性质，为矿物加工提供更为精确和有效的理论指导。

透射电子显微镜可以帮助我们深入了解矿物的微观结构和晶体形态。通过对矿物样品进行 TEM 观察，我们可以获取到矿物的晶体结构、晶格参数、晶体缺陷、晶体生长等信息，这些信息对于理解矿物的物理和化学性质，以及优化矿物加工过程具有重要意义。

透射电子显微镜在矿物分离过程中也发挥了重要作用。在矿物加工中，经常需要将目标矿物与其他杂质进行分离。TEM 可以用于研究矿物颗粒的形貌、大小和分布，以及矿物颗粒与杂质颗粒之间的相互作用，这些信息有助于我们设计更为有效的矿物分离方法。

透射电子显微镜还可以用于研究矿物加工过程中的物理化学变化。例如，在矿物磨矿、浮选、磁选等过程中，矿物颗粒的表面性质、晶体结构等可能会发生变化。通过 TEM 观察，我们可以揭示这些变化过程，从而优化加工条件，提高加工效率。

透射电子显微镜还可以为矿物加工的新技术和新方法的开发提供有力支持。通过 TEM 观察，我们可以深入了解矿物在加工过程中的行为，从而设计出更为先进、更为高效的加工方法。

透射电子显微镜在矿物加工中的应用为我们提供了一种全新的视角和方法，有助于我们更深入地理解矿物的性质和加工过程，优化加工技术，提高加工效率。

四、透射电子显微镜在矿物利用中的应用

透射电子显微镜（TEM）在矿物利用领域具有广泛的应用，尤其是在纳米尺度上的矿物特性研究和矿物材料改性方面。以下将详细介绍透射电子显微镜在矿物利用中的一些主要应用。

透射电子显微镜在矿物材料的纳米结构研究中起着至关重要的作用。通过对矿物材料进行 TEM 观察，研究者可以直观地了解矿物的微观结构、晶体形貌、相分布以及纳米尺度上的缺陷等关键信息。这些信息对于理解矿物的物理和化学性质，以及优化矿物的加工和利用过程具有指导意义。

透射电子显微镜在矿物材料的改性研究中发挥着重要作用。通过 TEM 观察，研究者可以了解改性过程中矿物材料的微观结构变化，从而揭示改性机理，为优化改性方法提供理论依据。例如，在矿物材料的表面改性过程中，TEM 可以用于观察和分析改性剂在矿物表面的吸附行为、分布状态以及形成的化学键合等关键信息。

透射电子显微镜还可以用于矿物材料的性能评估。通过TEM观察，研究者可以了解矿物材料的晶体结构、晶格缺陷、界面结构等关键信息，从而评估其性能。例如，在矿物材料的力学性能评估中，TEM 可以用于观察和分析材料的位错结构、晶界结构以及纳米尺度上的应力分布等关键信息，为材料的力学性能优化提供理论支持。

透射电子显微镜在矿物资源的开发利用中也发挥着重要作用。通过对矿物资源的 TEM 观察，研究者可以了解资源的微观结构、矿物组成以及纳米尺度上的赋存状态等关键信息，为资源的合理利用提供理论依据。例如，在石油勘探中，TEM 可以用于观察和分析储层岩石的微观结构、孔隙结构以及油气运移规律等关键信息，为油气资源的开发提供理论支持。

透射电子显微镜在矿物利用中的应用涵盖了纳米结构研究、改性研究、性能评估以及资源开发利用等多个方面。随着科学技术的不断发展，透射电子显微镜在矿物利用领域的应用将会更加广泛和深入。

五、案例分析

透射电子显微镜（TEM）在纳米矿物材料的合成与表征中发挥了关键作用。以合成高性能的纳米碳酸钙为例，研究人员通过 TEM 观察了不同反应条件下碳酸钙的形貌、尺寸和晶体结构。在优化反应条件后，成功合成了粒径分布均匀、结晶度高的纳米碳酸钙。TEM 图像清

晰地展示了产物的微观结构，为材料的进一步应用提供了依据。

在矿物加工过程中，杂质的存在往往影响产品的质量。透射电子显微镜的高分辨率成像和能谱分析功能使得矿物杂质的分析与鉴定成为可能。在某铁矿的提纯过程中，研究人员发现了一种难以分离的杂质。通过 TEM 观察和能谱分析，成功鉴定该杂质为一种含铁硅酸盐矿物。这一发现为后续的提纯工艺提供了重要的参考。

透射电子显微镜在矿物资源的高效利用方面也发挥了重要作用。以页岩气开发为例，页岩中复杂的有机质和无机质结构使得页岩气的开发面临巨大挑战。研究人员利用 TEM 对页岩样品进行了详细的微观结构分析，揭示了有机质与无机质之间的相互作用关系。这些发现为优化页岩气开发工艺、提高开采效率提供了重要的理论依据。

透射电子显微镜在矿物加工与利用中的应用涵盖了从纳米尺度上的材料合成与表征，到杂质分析与鉴定，再到资源的高效利用等多个方面。随着技术的不断进步和应用领域的不断拓展，透射电子显微镜将在矿物加工与利用领域发挥更加重要的作用。

六、结论与展望

透射电子显微镜（TEM）在矿物加工与利用中的应用已经取得了显著的成果，它为我们揭示了矿物内部结构的奥秘，深化了我们对矿物性质的理解。通过 TEM 的精确观测和分析，我们可以更有效地进行矿物加工，提高矿产资源的利用率，同时也为矿物利用开辟了新的可

能性。

尽管 TEM 的应用已经相当广泛，但我们仍然面临着一些挑战和限制。例如，TEM 的样品制备过程复杂且耗时，这在一定程度上限制了其在矿物加工中的广泛应用。对于一些特殊的矿物，如含有放射性元素的矿物，TEM 的使用也会受到一些限制。如何进一步优化 TEM 的样品制备方法，以及发展能在极端环境下工作的 TEM 技术，是我们未来需要研究的重要课题。

展望未来，随着科技的进步，我们期待透射电子显微镜在矿物加工与利用中的应用将更加深入和广泛。一方面，随着 TEM 技术的不断发展，我们可以期待更高的分辨率和更精确的分析结果，这将有助于我们更深入地理解矿物的性质和行为。另一方面，随着和大数据等技术的发展，我们可以期待将这些技术与 TEM 相结合，实现矿物加工和利用的智能化和自动化，进一步提高矿产资源的利用率。

透射电子显微镜在矿物加工与利用中的应用前景广阔，我们期待在未来能看到更多的创新和突破，为矿物加工和利用领域的发展做出更大的贡献。

参考资料：

透射电子显微镜(Transmission Electron

Microscope，简称 TEM)，可以看到在光学显微镜下无法看清的小于 2um 的细微结构，这些结构称为亚显微结构或超微结构。要想看清这些结构，就必须选择波长更短的光源，以提高显微镜的分辨率。1932 年 Ruska 发明了以电子束为光源的透射电子显微镜，电子束的波长要比可见光和紫外光短得多，并且电子束的波长与发射电子束的电压平方根成反比，也就是说电压越高波长越短。TEM 的分辨力可达 2nm。

电子显微镜与光学显微镜的成像原理基本一样，所不同的是前者用电子束作光源，用电磁场作透镜。由于电子束的穿透力很弱，因此用于电镜的标本须制成厚度约 50nm 左右的超薄切片。这种切片需要用超薄切片机（ultramicrotome）制作。电子显微镜的放大倍数最高可达近百万倍、由照明系统、成像系统、真空系统、记录系统、电源系统 5 部分构成，如果细分的话：主体部分是电子透镜和显像记录系统，由置于真空中的电子枪、聚光镜、物样室、 物镜、衍射镜、中间镜、 投影镜、荧光屏和照相机。

电子显微镜是使用电子来展示物件的内部或表面的显微镜。高速的电子的波长比可见光的波长短（波粒二象性），而显微镜的分辨率受其使用的波长的限制，因此电子显微镜的理论分辨率（约 1 纳米）远高于光学显微镜的分辨率（约 200 纳米）。

透射电子显微镜（Transmission electron microscope，缩写TEM），简称透射电镜

，是把经加速和聚集的电子束投射到非常薄的样品上，电子与样品中的原子碰撞而改变方向，从而产生立体角散射。散射角的大小与样品的密度、厚度相关，因此可以形成明暗不同的影像，影像将在放大、聚焦后在成像器件（如荧光屏、胶片、以及感光耦合组件）上显示出来。

由于电子的德布罗意波长非常短，透射电子显微镜的分辨率比光学显微镜高的很多，可以达到 1～2nm，放大倍数为几万～百万倍。使用透射电子显微镜可以用于观察样品的精细结构，甚至可以用于观察仅仅一列原子的结构，比光学显微镜所能够观察到的最小的结构小数万倍。TEM 在中和物理学和生物学相关的许多科学领域都是重要的分析方法，如癌症研究、病毒学、材料科学、以及纳米技术、半导体研究等等。

在放大倍数较低的时候，TEM 成像的对比度主要是由于材料不同的厚度和成分造成对电子的吸收不同而造成的。而当放大率倍数较高的时候，复杂的波动作用会造成成像的亮度的不同，因此需要专业知识来对所得到的像进行分析。通过使用 TEM 不同的模式，可以通过物质的化学特性、晶体方向、电子结构、样品造成的电子相移以及通常的对电子吸收对样品成像。

第一台 TEM 由马克斯·克诺尔和恩斯特·鲁斯卡在 1931 年研制，

这个研究组于1933年研制了第一台分辨率超过可见光的TEM，而第一台商用TEM于1939年研制成功。

大型透射电镜（conventional

TEM）一般采用 80-300kV 电子束加速电压，不同型号对应不同的电子束加速电压，其分辨率与电子束加速电压相关，可达 2-1nm，高端机型可实现原子级分辨。

低压小型透射电镜（Low-Voltage electron microscope，LVEM）采用的电子束加速电压（5kV）远低于大型透射电镜。较低的加速电压会增强电子束与样品的作用强度，从而使图像衬度、对比度提升，尤其适合高分子、生物等样品；同时，低压透射电镜对样品的损坏较小。

分辨率较大型电镜低，1-2nm。由于采用低电压，可以在一台设备上整合透射电镜、扫描电镜与扫描透射电镜

冷冻电镜（Cryo-microscopy）通常是在普通透射电镜上加装样品冷冻设备，将样品冷却到液氮温度（77K），用于观测蛋白、生物切片等对温度敏感的样品。通过对样品的冷冻，可以降低电子束对样品的损伤，减小样品的形变，从而得到更加真实的样品形貌。

恩斯特·阿贝最开始指出，对物体细节的分辨率受到用于成像的光波波长的限制，因此使用光学显微镜仅能对微米级的结构进行放大观察。通过使用由奥古斯特·柯勒和莫里茨·冯·罗尔研制的紫外光显微镜，可以将极限分辨率提升约一倍。由于常用的玻璃会吸收紫外线，这种方法需要更昂贵的石英光学元件。当时人们认为由于光学波

长的限制，无法得到亚微米分辨率的图像。

1858 年，尤利乌斯·普吕克认识到可以通过使用磁场来使阴极射线弯曲。这个效应早在 1897 年就由曾经被费迪南德·布劳恩用来制造一种被称为阴极射线示波器的测量设备，而实际上早在 1891 年，里克就认识到使用磁场可以使阴极射线聚焦。后来，汉斯·布斯在 1926 年发表了他的工作，证明了制镜者方程在适当的条件下可以用于电子射线。

1928 年，柏林科技大学的高电压技术教授阿道夫·马蒂亚斯让马克斯·克诺尔来领导一个研究小组来改进阴极射线示波器。这个研究小组由几个博士生组成，这些博士生包括恩斯特·鲁斯卡和博多·冯·博里斯。这组研究人员考虑了透镜设计和示波器的列排列，试图通过这种方式来找到更好的示波器设计方案，同时研制可以用于产生低放大倍数（接近 1:1）的电子光学原件。1931 年，这个研究组成功的产生了在阳极光圈上放置的网格的电子放大图像。这个设备使用了两个磁透镜来达到更高的放大倍数，因此被称为第一台电子显微镜。在同一年，西门子公司的研究室主任莱因霍尔德·卢登堡提出了电子显微镜的静电透镜的专利。

1927 年，德布罗意发表的论文中揭示了电子这种本认为是带有电荷的物质粒子的波动特性。TEM 研究组直到 1932 年才知道了这篇论文，随后，他们迅速的意识到了电子波的波长比光波波长小了若干数量级，理论上允许人们观察原子尺度的物质。1932 年四月，鲁斯卡建议建造一种新的电子显微镜以直接观察插入显微镜的样品，而不是观察格点或者光圈的像。通过这个设备，人们成功的得到了铝片的衍射图像和正常图像，其超过了光学显微镜的分辨率的特点仍然没有得到完全的证明。直到 1933 年，通过对棉纤维成像，才正式的证明了 TEM 的高分辨率。然而由于电子束会损害棉纤维，成像速度需要非常快。

1936 年，西门子公司继续对电子显微镜进行研究，他们的研究目的使改进 TEM 的成像效果，尤其是对生物样品的成像。此时，电子显微镜已经由不同的研究组制造出来，如英国国家物理实验室制造的 EM1 设备。1939 年，第一台商用的电子显微镜安装在了 I. G Farben-Werke 的物理系。由于西门子公司建立的新实验室在第二次世界大战中的一次空袭中被摧毁，同时两名研究人员丧生，电子显微镜的进一步研究工作被极大的阻碍。

第二次世界大战之后，鲁斯卡在西门子公司继续他的研究工作。在这里，他继续研究电子显微镜，生产了第一台能够放大十万倍的显

微镜。这台显微镜的基本设计仍然在今天的现代显微镜中使用。第一次关于电子显微镜的国际会议于 1942 年在代尔夫特举行，参加者超过 100 人。随后的会议包括 1950 年的巴黎会议和 1954 年的伦敦会议。

随着 TEM 的发展，相应的扫描透射电子显微镜技术被重新研究，而在 1970 年芝加哥大学的阿尔伯特·克鲁发明了场发射枪，同时添加了高质量的物镜从而发明了现代的扫描透射电子显微镜。这种设计可以通过环形暗场成像技术来对原子成像。克鲁和他的同事发明了冷场电子发射源，同时建造了一台能够对很薄的碳衬底之上的重原子进行观察的扫描透射电子显微镜。

理论上，光学显微镜所能达到的最大分辨率，d，受到照射在样品上的光子波长 λ 以及光学系统的数值孔径，NA，的限制：

二十世纪早期，科学家发现理论上使用电子可以突破可见光光波波长的限制（波长大约 400 纳米-700 纳米）。与其他物质类似，电子具有波粒二象性，而他们的波动特性意味着一束电子具有与一束电磁辐射相似的性质。电子波长可以通过德布罗意公式使用电子的动能得出。由于在 TEM 中，电子的速度接近光速，需要对其进行相对论修正：

h 表示普朗克常数，m0 表示电子的静质量，E 是加速后电子的能量。电子显微镜中的电子通常通过电子热发射过程从钨灯丝上射出，或者采用场电子发射方式得到。随后电子通过电势差进行加速，并通过静电场与电磁透镜聚焦在样品上。透射出的电子束包含有电子强度、相位、以及周期性的信息，这些信息将被用于成像。

从上至下，TEM 包含有一个可能由钨丝制成也可能由六硼化镧制成的电子发射源。对于钨丝，灯丝的形状可能是别针形也可能是小的钉形。而六硼化镧使用了很小的一块单晶。通过将电子枪与高达 10 万伏-30 万伏的高电压源相连，在电流足够大的时候，电子枪将会通过热电子发射或者场电子发射机制将电子发射入真空。该过程通常会使用栅极来加速电子产生。一旦产生电子，TEM 上边的透镜要求电子束形成需要的大小射在需要的位置，以和样品发生作用。

对电子束的控制主要通过两种物理效应来实现。运动的电子在磁场中将会根据右手定则受到洛伦兹力的作用，因此可以使用磁场来控制电子束。使用磁场可以形成不同聚焦能力的磁透镜，透镜的形状根据磁通量的分布确定。电场可以使电子偏斜固定的角度。通过对电子束进行连续两次相反的偏斜操作，可以使电子束发生平移。这种作用在 TEM 中被用作电子束移动的方式，而在扫描电子显微镜中起到了非常重要的作用。通过这两种效应以及使用电子成像系统，可以对电子束通路进行足够的控制。与光学显微镜不同，对 TEM 的光学配置可以非常快，这是由于位于电子束通路上的透镜可以通过快速的电子开关进行打开、改变和关闭。改变的速度仅仅受到透镜的磁滞效应的影响。

一般来说，TEM 包含有三级透镜。这些透镜包括聚焦透镜、物镜、和投影透镜。聚焦透镜用于将最初的电子束成型，物镜用于将穿过样品的电子束聚焦，使其穿过样品（在扫描透射电子显微镜的扫描模式中，样品上方也有物镜，使得射入的电子束聚焦）。投影透镜用于将电子束投射在荧光屏上或者其他显示设备，比如胶片上面。TEM 的放大倍数通过样品于物镜的像平面距离之比来确定。另外的四极子或者六极子透镜用于补偿电子束的不对称失真，被称为散光。TEM 的光学配置于实际实现有非常大的不同，制造商们会使用自定义的镜头配置，比如球面像差补偿系统 或者利用能量滤波来修正电子的色差。

TEM 的成像系统包括一个可能由颗粒极细（10-100 微米）的硫化锌制成荧光屏，可以向操作者提供直接的图像。还可以使用基于胶片或者基于 CCD 的图像记录系统。通常这些设备可以由操作人员根据需要从电子束通路中移除或者插入通路中。

透射电镜的总体工作原理是：由电子枪发射出来的电子束，在真空通道中沿着镜体光轴穿越聚光镜，通过聚光镜将之会聚成一束尖细、明亮而又均匀的光斑，照射在样品室内的样品上；透过样品后的电子束携带有样品内部的结构信息，样品内致密处透过的电子量少，稀疏处透过的电子量多；经过物镜的会聚调焦和初级放大后，电子束进入下级的中间透镜和第第 2 投影镜进行综合放大成像，最终被放大了的

电子影像投射在观察室内的荧光屏板上；荧光屏将电子影像转化为可见光影像以供使用者观察。本节将分别对各系统中的主要结构和原理予以介绍。

电子束穿过样品时会携带有样品的信息，TEM 的成像设备使用这些信息来成像。投射透镜将处于正确位置的电子波分布投射在观察系统上。观察到的图像强度，I，在假定成像设备质量很高的情况下，近似的与电子波函数的时间平均幅度成正比。若将从样品射出的电子波函数表示为Ψ，则

不同的成像方法试图通过修改样品射出的电子束的波函数来得到与样品相关的信息。根据前面的等式，可以推出观察到的图像强度依赖于电子波的幅度，同时也依赖于电子波的相位。虽然在电子波幅度较低的时候相位的影响可以忽略不计，但是相位信息仍然非常重要。高分辨率的图像要求样品尽量的薄，电子束的能量尽量的高。因此可以认为电子不会被样品吸收，样品也就无法改变电子波的振幅。由于在这种情况下样品仅仅对波的相位造成影响，这样的样品被称作纯相位物体。纯相位物体对波相位的影响远远超过对波振幅的影响，因此需要复杂的分析来得到观察到的图像强度。例如，为了增加图像的对比度，TEM 需要稍稍离开聚焦位置一点。这是由于如果样品不是一个相位物体，和 TEM 的对比度传输函数卷积以后将会降低图像的对比度。

TEM 中的对比度信息与操作的模式关系很大。复杂的成像技术通过改变透镜的强度或取消一个透镜等等构成了许多的操作模式。这些模式可以用于获得研究人员所关注的特别信息。

TEM 最常见的操作模式是亮场成像模式。在这一模式中，经典的对比度信息根据样品对电子束的吸收所获得。样品中较厚的区域或者含有原子数较多的区域对电子吸收较多，于是在图像上显得比较暗，而对电子吸收较小的区域看起来就比较亮，这也是亮场这一术语的来历。图像可以认为是样品沿光轴方向上的二维投影，而且可以使用比尔定律来近似。对亮场模式的更复杂的分析需要考虑到电子波穿过样品时的相位信息。

由于电子束射入样品时会发生布拉格散射，样品的衍射对比度信息会由电子束携带出来。例如晶体样品会将电子束散射至后焦平面上离散的点上。通过将光圈放置在后焦平面上，可以选择合适的反射电子束以观察到需要的布拉格散射的图像。通常仅有非常少的样品造成的电子衍射会投影在成像设备上。如果选择的反射电子束不包括位于透镜焦点的未散射电子束，那么在图像上没有样品散射电子束的位置上，也就是没有样品的区域将会是暗的。这样的图像被称为暗场图像。

现代的 TEM 经常装备有允许操作人员将样品倾斜一定角度的夹具，以获得特定的衍射条件，而光圈也放在样品的上方以允许用户选择能够以合适的角度进入样品的电子束。

这种成像方式可以用来研究晶体的晶格缺陷。通过认真的选择样品的方向，不仅能够确定晶体缺陷的位置，也能确定缺陷的类型。如果样品某一特定的晶平面仅比最强的衍射角小一点点，任何晶平面缺陷将会产生非常强的对比度变化。然而原子的位错缺陷不会改变布拉格散射角，因此也就不会产生很强的对比度。

通过使用采用电子能量损失光谱学这种先进技术的光谱仪，适当的电子可以根据他们的电压被分离出来。这些设备允许选择具有特定能量的电子，由于电子带有的电荷相同，特定能量也就意味着特定的电压。这些特定能量的电子可以与样品发生特定的影响。例如，样品中不同的元素可以导致射出样品的电子能量不同。这种效应通常会导致色散，然而这种效应可以用来产生元素成分的信息图像，根据原子的电子-电子作用。

电子能量损失光谱仪通常在光谱模式和图像模式上操作，这样就可以隔离或者排除特定的散射电子束。由于在许多图像中，非弹性散射电子束包含了许多操作者不关心的信息，从而降低了有用信息的可观测性。电子能量损失光谱学技术可以通过排除不需要的电子束有效提高亮场观测图像与暗场观测图像的对比度。

晶体结构可以通过高分辨率透射电子显微镜来研究，这种技术也被称为相衬显微技术。当使用场发射电子源的时候，观测图像通过由电子与样品相互作用导致的电子波相位的差别重构得出。然而由于图像还依赖于射在屏幕上的电子的数量，对相衬图像的识别更加复杂。这种成像方法的优势在于可以提供有关样品的更多信息。

如前所述，通过调整磁透镜使得成像的光圈处于透镜的后焦平面处而不是像平面上，就会产生衍射图样。对于单晶体样品，衍射图样表现为一组排列规则的点，对于多晶或无定形固体将会产生一组圆环。对于单晶体，衍射图样与电子束照射在样品的方向以及样品的原子结构有关。通常仅仅根据衍射图样上的点的位置与观测图像的对称性就可以分析出晶体样品的空间群信息以及样品晶体方向与电子束通路的方向的相对关系。

衍射图样的动态范围通常非常大。对于晶体样品，这个动态范围通常超出了 CCD 所能记录的最大范围。因此 TEM 通常装备有胶卷暗盒以记录这些图像。

对衍射图样点对点的分析非常复杂，这是由于图像与样品的厚度和方向、物镜的失焦、球面像差和色差等等因素都有非常密切的关系。尽管可以对格点图像对比度进行定量的解释，然而分析本质上非常复杂，需要大量的计算机仿真来计算。

衍射平面还有更加复杂的表现，例如晶体格点的多次衍射造成的菊池线。在会聚电子束衍射技术中，会聚电子束在样品表面形成一个极细的探针，从而产生了不平行的会聚波前，而汇聚电子束与样品的作用可以提供样品结构以外的信息，例如样品的厚度等等。

照明系统包括电子枪和聚光镜 2 个主要部件，它的功用主要在于向样品及成像系统提供亮度足够的光源，电子束流，对它的要求是输出的电子束波长单一稳定，亮度均匀一致，调整方便，像散小。

由阴极（cathode）、阳极（anode）和栅极（grid）组成，图 4-14 为它的剖面结构示意图和实物分解图。

（1）阴极 阴极是产生自由电子的源头，一般有直热式和旁热式 2 种，旁热式阴极是将加热体和阴极分离，各自保持独立。在电镜中通常由加热灯丝（filament）兼做阴极称为直热式阴极，材料多用金属钨丝制成，其特点是成本低，但亮度低，寿命也较短。灯丝的直径约为 10～12mm，当几安培的加热电流流过时，即可开始发射出自由电子，不过灯丝周围必须保持高度真空，否则就象漏气灯泡一样，加热的灯丝会在倾刻间被氧化烧毁。灯丝的形状最常采用的是发叉式，也有采用箭斧式或点状式的（图 4-15），后 2 种灯丝发光亮度高，光束尖细集中，适用于高分辨率电镜照片的拍摄，但使用寿命更短。

阴极灯丝被安装在高绝缘的陶瓷灯座上（图 4-16），既能绝缘、耐受几千度的高

在一定的界限内，灯丝发射出来的自由电子量与加热电流强度成正比，但在超越这个界限后，电流继续加大，只能降低灯丝的使用寿命，却不能增大自由电子的发射量，我们把这个临界点称做灯丝饱和点，意即自由电子的发射量已达“满额”，无以复加。正常使用常把灯丝的加热电流调整设定在接近饱和而不到的位置上，称做“欠饱和点”。这样在保证能获得较大的自由电子发射量的情况下，可以最大限度地延长灯丝的使用寿命。钨制灯丝的正常使用寿命为 40h 左右，现代电 镜中有时使用新型材料六硼化镧（LaB6）来制作灯丝，其价格较贵，但发光效率高、亮度大（能提高一个数量级），并且使用寿命远较钨制灯丝长得多，可以达到 1000h ，是一种很好的新型材料。

（2）阳极 为一中心有孔的金属圆筒，处在阴极下方，当阳极上加有 数十千伏或上百千伏的正高压？？ 加速电压时，将对阴极受热发射出来的自由电子产生强烈的引力作用，并使之从杂乱无章的状态变为有序的定向运动， 同时把自由电子加速到一定的运动速度（与加速电压有关，前面已经讨论过）， 形成一股束流射向阳极靶面。凡在轴心运动的电子束流，将穿过阳极中心的圆孔射出电子枪外，成为照射样品的光源。

（3）栅极位于阴、阳极之间，靠近灯丝顶端，为形似帽状的金属物，中心亦有一小孔供电子束通过。栅极上加有 0～1000V 的负电

压（对阴极而言），这个负电压称为栅偏压 VG，它的高低不同，可由使用者根据需要调整，栅极偏压能使电子束产生向中心轴会聚的作用，同时对灯丝上自由电子的发射量也有一定的调控抑制作用。

（4）工作原理 图 4-17 表明，在灯丝电源 VF 作用下，电流 IF 流过灯丝阴极，使之发热达 2500℃以上时，便可产生自由电子并逸出灯丝表面。加速电压 VA 使阳极表面聚集了密集的正电荷，形成了一个强大的正电场，在这个正电场的作用下自由电子便飞出了电子枪外。调整 VF 可使灯丝工作在欠饱和点，电镜使用过程中可根据对亮度的 需要调节栅偏压 VG 的大小来控制电子束流量的大小。

电镜中加速电压 VA 也是可调的，VA 增大时，电子束的波长 λ 缩短，有利于电镜分辨力的提高。同时穿透能力增强，对样品的热损伤小，但此时会由于电子束与样品碰撞，导致弹性散射电子的散射角随之增大，成像反差会因此而有所下降，所以，在不追求高分辨率观察应用时，选择较低的加速电压反而可以获得较大的成像反差，尤其对于自身反差对比较小的生物样品，选用较低的加速电压有时是有利的。

还有一种新型的电子枪场发射式电子枪（见图 4-18），由 1 个阴极和 2 个阳极构成，第 1 阳极上施加一稍低（相对第 2 阳极）的吸附电压，用以将阴极上面的自由电子吸引出来，而第 2 阳极上面的极高电压，将自由电子加速到很高的速度发射出电子束流。这需要超高电压和超高真空为工作条件，它工作时要求真空度达到 10-7Pa，热损耗极小，使用寿命可达 2000

h；电子束斑的光点更为尖细，直径可达到 10nm 以下，较钨丝阴极（大于 10nm）缩小了 3 个数量级；由于发光效率高，它发出光斑的亮度能达到 10 A/cm·s，较钨丝阴极（106 A/cm·s）也提高了 3 个数量级。场发射式电子枪因技术先进、造价昂贵，只应用于高档高分辨电镜当中。

聚光镜处在电子枪的下方，一般由 2～3 级组成，从上至下依次称为第第 2 聚光镜（以 C1 和 C2 表示）。关于电磁透镜的结构和工作原理已经在上一节中介绍，电镜中设置聚光镜的用途是将电子枪发射出来的电子束流会聚成亮度均匀且照射范围可调的光斑，投射在下面的样品上。C1 和 C2 的结构相似，但极靴形状和工作电流不同，所以形成的磁场强度和用也不相同。C1 为强磁场透镜，C2 为弱磁场透镜，各级聚光镜组合在一起使用，可以调节照明束斑的直径大小，从而改变了照明亮度的强弱，在电镜操纵面板上一般都设有对应的调节旋扭。CC2 的工作原理是通过改变聚光透镜线圈中的电流，来达到改变透镜所形成的磁场强度的变化，磁场强度的变化（亦即折射率发生变化）能使电子束的会聚点上下移动，在样品表面上电子束斑会聚得越小，能量越集中，亮度也越大；反之束斑发散，照射区域变大则亮度就减小。通过调整聚光镜电流来改变照明亮度的方法，实际上是一个间接的调整方法，亮度的最大值受到电子束流量的限制。如想更大程度上

改变照明亮度，只有通调整前面提到的电子枪中的栅极偏压，才能从根本上改变电子束流的大小。在 C2 上通常

装配有活动光阑，用以改变光束照明的孔径角，一方面可以限制投射在样品表面的照明区域，使样品上无需观察的部分免受电子束的轰击损伤；另一方面也能减少散射电子等不利信号带来的影响。

样品室处在聚光镜之下，内有载放样品的样品台。样品台必须能做水平面上、Y 方向的移动，以选择、移动观察视野，相对应地配备了 2 个操纵杆或者旋转手轮，这是一个精密的调节机构，每一个操纵杆旋转 10 圈时，样品台才能沿着某个方向移动 3mm 左右。现代高档电镜可配有由计算机控制的马达驱动的样品台，力求样品在移动时精确，固定时稳定；并能由计算机对样品做出标签式定位标记，以便使用者在需要做回顾性对照时依靠计算机定位查找，这是在手动选区操作中很难实现的。 生物医学样品在做透射电镜观察时，基本上都是将原始样品以环氧树脂包埋，然后用非常精密的超薄切片机切成薄片，刀具为特制的玻璃刀或者是钻石刀。切下的生物医学样品的厚度通常只有几十个纳米（nm），这在一般情况下用肉眼是不能直接看到的，必须让切片飘浮在水面上，由操作熟练的技术人员借助特殊的照明光线，并以特殊的角

度才能观察到如此薄的切片。切好的薄片被捞放在铜网上，经过染色和干燥后才能用于观察.透射电镜样品的制作是一个漫长、复杂而又精密的过程，技术性非常强。但是我们前面介绍过，要想获得优良的电镜影像，制做优良的样品标本乃是非常重要的第一步。

盛放样品的铜网根据需要可以是多种多样的,直径一般均为3mm ，通常铜网上有多少个栅格，我们就把它称作多少目。之所以选择铜制作样品网，是由于它不会与电子束及电磁场发生作用，同理还可以选择其他导磁率低的金属材料（如镍）制作样品网，样品网属于易耗品，铜网加工容易、成本低，故使用十分普及。

透射电镜常见的样品台有 2 种: ①顶入式样品台，要求样品室空间大，一次可放入多个（常见为 6 个）样品网，样品网盛载杯呈环状排列。使用时可以依靠机械手装置进行依次交换。优点是每观察完多个样品后，才在更换样品时破坏一次样品室的真空，比较方便、省时间; 但所需空间太大，致使样品距下面物镜的距离较远，不适于缩短物镜焦距，会影响电镜分辨力的提高。②侧插式样品台，样品台制成杆状，样品网载放在前端，只能盛放 1～2 个铜网。样品台的体积小，所占空间也小，可以设置在物镜内部的上半端，有利于电镜分辨率的提高。缺点是一次不能同时放入多个样品网，每次更换样品必须破坏一次样品室的真空，略嫌不便。

在性能较高的透射式电镜中，大多采用上述侧插式样品台，为的是最大限度地提高电镜的分辨能力。高档次的电镜可以配备多种式样的侧插式样品台，某些样品台通过金属联接能对样品网加热或者致冷，以适应不同的用途。样品是先盛载在铜网上，然后固定在样品台上的，样品台与样品握持杆合为一体，是一个非常精巧的部件。样品杆的中部有一个“0”形橡胶密封圈，胶圈表面涂有真空脂，以隔离样品室与镜体外部的真空（两端的气压差极大，比值可达 10～10）。 样品室的上下电子束通道各设了一个真空阀，用以在更换样品时切断电子束通道 ，只破坏样品室内的真空，而不影响整个镜筒内的真空，这样在更换样品后样品室重又抽回真空时，可节省许多时间。当样品室的真空度与镜筒内达到平衡时， 再重新开启与镜筒相通的真空阀。

处于样品室紧贴样品台，是电镜中的第 1 个成像元件，在物镜上产生哪怕是极微小的误差，都会经过多级高倍率放大而明显地暴露出来，所以这是电镜的一个最重要部件，决定了一台电镜的分辨本领，可看作是电镜的心脏。

（1）特点 物镜是一块强磁透镜，焦距很短，对材料的质地纯度、加工精度、使用中污染的状况等工作条件都要求极高。致力于提高一台电镜的分辨率指标的核心问题，便是对物镜的性能设计和工艺制作的综合考核。尽可能地使之焦距短、像差小，又希望其空间大，便于

样品操作，但这中间存在着不少相互矛盾的环节。

（2）作用

进行初步成像放大，改变物镜的工作电流，可以起到调节焦距的作用。电镜操作面板上粗、细调焦旋扭，即为改变物镜工作电流之用。

为满足物镜的前述要求，不仅要将样品台设计在物镜内部，以缩短物镜焦距；还要配置良好的冷却水管，以降低物镜电流的热飘移；还装有提高成像反差的可调活动光阑，及其要达到高分辨率的消像散器。对于高性能的电子显微镜，都通过物镜装有以液氮为媒质的防污染冷阱，给样品降温。

中间镜（intemediate lens）和投影镜（projection lens）

在物镜下方，依次设有中间镜和第 1 投影镜、第 2 投影镜，以共同完成对物镜成像的进一步放大任务。从结构上看，它们都是相类似的电磁透镜，但由于各自的位置和作用不尽相同，故其工作参数、励磁电流和焦距的长短也不相同。电镜总放大率：

即为物镜、中间镜和投影镜的各自放大率之积。当电镜放大率在使用中需要变换时，就必须使它们的焦距长短相应做出变化，通常是改变靠中间镜和第 1 投影镜线圈的励磁工作电流来达到的。电镜操纵面板上放大率变换钮即为控制中间镜和投影镜的电流之用。

对中间镜和投影镜这类放大成像透镜的主要要求是：在尽可能缩短镜筒高度的条件下，得到满足高分辨率所需的最高放大率，以及为寻找合适视野所需的最低放大率；可以进行电子衍射像分析，做选区衍射和小角度衍射等特殊观察；同样也希望它们的像差、畸变和轴上像散都尽可能地小。

透射电镜的最终成像结果，显现在观察室内的荧光屏上，观察室处于投影镜下，空间较大，开有 1～3 个铅玻璃窗，可供操作者从外部观察分析用。对铅玻璃的要求是既有良好的透光特性，又能阻断线散射和其他有害射线的逸出，还要能可靠地耐受极高的压力差以隔离真空。

由于电子束的成像波长太短，不能被人的眼睛直接观察，电镜中采用了涂有荧光物质的荧光屏板把接收到的电子影像转换成可见光的影像。观察者需要在荧光屏上对电子显微影像 进行选区和聚焦等调整与观察分析，这要求荧光屏的发光效率高，光谱和余辉适当，分辨力好。多采用能发黄绿色光的硫化锌-镉类荧光粉做为涂布材料，直径约在 15～20cm。

荧光屏的中心部分为一直径约 10cm 的圆形活动荧光屏板，平放时与外周荧屏吻合，可以进行大面积观察。使用外部操纵手柄可将活动荧屏拉起，斜放在 45° 角位置，此时可用电镜置配的双目放大镜，

在观察室外部通过玻璃窗来精确聚焦或细致分析影像结构；而活动荧光屏完全直立竖起时能让电子影像通过，照射在下面的感光胶片上进行曝光。

在观察中电子束长时间轰击生物医学样品标本，必会使样品污染或损伤。所以对有诊断分析价值的区域，若想长久地观察分析和反复使用电镜成像结果，应该尽快把它保留下来，将因为电子束轰击生物医学样品造成的污染或损伤降低到最小。荧光屏上的粉质颗粒的解像力还不够高，尚不能充分反映出电镜成像的分辨本领。将影像记录存储在胶片上照相，便解决了这些问题。

照相室处在镜筒的最下部，内有送片盒（用于储存未曝光底片）和接收盒（用于收存已曝光底片）及一套胶片传输机构。电镜生产的厂家、机型不同，片盒的储片数目也不相同，一般在 20～50 片/盒左右，底片尺寸日本多采用 5㎜×118㎜，美国常用 5㎜×6㎜，而欧州则用 90㎜×120㎜。每张底片都由特制的一个不锈钢底片夹夹持，叠放在片盒内。工作时由输片机构相继有序地推放底片夹到荧光屏下方电子束成像的位置上。曝光控制有手控和自控两种方法，快门启动装置通常并联在活动荧光屏板的扳手柄上。电子束流的大小可由探测器检测，给操作者以曝光指示；或者应用全自动曝光模式由计算机控制，按程序选择曝光亮度和最佳曝光时间完成影像的拍摄记录。

现代电镜都可以在底片上打印出每张照片拍摄时的工作参数，如：加速电压值、放大率 、微米标尺、简要文字说明、成像日期、底片序列号及操作者注解等备查的记录参数。观察室与照相室之间有真空

隔离阀。以便在更换底片时，只打开照相室而不影响整个镜筒的真空。

电镜的操作面板上的CRT显示器主要用于电镜总体工作状态的显示、操作键盘的输入内容显示、计算机与操作者之间的人机对话交流提示以及电镜维修调整过程中的程序提示、故障警示等。

电镜镜筒内的电子束通道对真空度要求很高，电镜工作必须保持在10-3～10Pa以上的真空度（高性能的电镜对真空度的要求更达10Pa以上），因为镜筒中的残留气体分子如果与高速电子碰撞，就会产生电离放电和散射电子，从而引起电子束不稳定，增加像差，污染样品，并且残留气体将加速高热灯丝的氧化，缩短灯丝寿命。获得高真空是由各种真空泵来共同配合抽取的。

机械泵因在其他场合使用非常广泛而比较常见，它工作时是靠泵体内的旋转叶轮刮片将空气吸入、压缩、排放到外界的。机械泵的抽气速度每分钟仅为160L左右 ，工作能力也只能达到1～01Pa，远不能满足电镜镜筒对真空度的要求，所以机械泵只做为真空系统的前级泵来使用。

扩散泵的工作原理是用电炉将特种扩散泵油加热至蒸汽　状态，高温油蒸汽膨涨向上升起，靠油蒸汽吸附电镜镜体内的气体，从喷嘴朝着扩散泵内壁射出，在环绕扩散泵外壁的冷却水的强制降温下，油蒸汽冷却成液体时析出气体排至泵外，由机械泵抽走气体，油蒸汽冷却成液体后靠重力回落到加热电炉上的油槽里循环使用。扩散泵的抽气速度很快，约为每秒钟 570L 左右，工作能力也较强，可达 10～10Pa。但它只能在气体分子较稀薄时使用，这是由于氧气成分较多时易 使高温油蒸气燃烧，所以扩散泵通常与机械泵串联使用，在机械泵将镜筒真空度抽到一定程度时，才启动扩散泵。

近年电镜厂商在制作中为实现超高压、超高分辨率，必须满足超高真空度的要求，为此在电镜的真空系统中又推出了离子泵和涡轮分子泵，把它们与前述的机械泵和油扩散泵联用可以达到 10Pa 的超高真空度水平。

像散（指轴上像散）的产生除了前面介绍的材质、加工精度等原因以外，实际上在使用过程中，会因为各部件的疲劳损耗、真空油脂的扩散沉积、以及生物医学样品中的有机物在电子束照射下的热蒸发污染等众多因素逐渐积累，使得像散也在不断变化。所以像散的消除在电镜制造和应用之中都成了必不可少的重要技术。

早期电镜中曾采用过机械式消像散器，利用手动机械装置来调整

电磁透镜周围的小磁铁

组成的消像散器，来改变透镜磁场分布的缺陷。但由于调整的精确性和使用的方便性均难令人满意，这种方式已被淘汰。消像散器由围绕光轴对称环状均匀分布的 8 个小电磁线圈构成，用以消除（或减小）电磁透镜因材料、加工、污染等因素造成的像散。其中每 4 个互相垂直的线圈为 1 组，在任一直径方向上的 2 个线圈产生的磁场方向相反，用 2 组控制电路来分别调节这 2 组线圈中的直流电流的大小和方向，即能产生 1 个强度和方向可变的合成磁场，以补偿透镜中所原有的不均匀磁场缺陷（图中椭圆形实线），以达到消除或降低轴上像散的效果。

一般电镜在第 2 聚光镜中和物镜中各装有 2 组消像器，称为聚光镜消像散器和物镜消像散器。聚光镜产生的像散可从电子束斑的椭圆度上看出，它会造成成像面上亮度不均匀和限制分辨率的提高。调整聚光镜消像散器（镜体操作面板上装有对应可调旋钮），使椭圆形光斑恢复到最接近圆状即可基本上消除聚光镜中存在的像散。

物镜像散能在很大程度上影响成像质量，消除起来也比较困难。通常使用放大镜观察样品支持膜上小孔在欠焦时产生的费涅尔圆环的均匀度，或者使用专门的消像散特制标本来调整消除，这需要一定的经验和操作技巧。在一些高档电镜机型之中，开始出现了自动消像散和自动聚焦等新功能，为电镜的使用和操作提供了极大的方便。

最理想的电镜工作状态，应该是使电子枪、各级透镜与荧光屏中心的轴线绝对重合。但这是很难达到的，它们的空间几何位置多多少少会存在着一些偏差，轻者使电子束的运行发生偏离和倾斜，影响分辨力；稍微严重时会使电镜无法成像甚至不能出光（电子束严重偏离中轴，不能射及荧光屏面）。为此电镜采取的对应弥补调整方法为机械合轴加电气合轴的操作。

机械合轴是整个合轴操作的先行步骤，通过逐级调节电子枪及各透镜的定位螺丝，来形成共同的中心轴线。这种调节方法很难达到十分精细的程度，只能较为粗略地调整，然后再辅之以电气合轴补偿。

电气合轴是使用束取向调整器的作用来完成的，它能使照明系统产生的电子束做平行移动和倾斜移动，以对准成像系统的中心轴线。束取向调整器分枪（电子枪）平移、倾斜和束（电子束）平移、倾斜线圈两部分。前者用以调整电子枪发射出电子束的水平位置和倾斜角度；后者用以对聚光镜通道中电子束的调整。均为在照明光路中加装的小型电磁线圈，改变线圈产生的磁场强度和方向，可以推动电子束做细微的移位动作。

合轴的操作较为复杂，不过在合轴操作完成后，一般不需经常调整。只是束平移调节作为一 个经常调动的旋钮，放在电镜的操作面板上，供操作者在改变某些工作状态（如放大率变换）后，将偏移了

的电子束亮斑中心拉回荧光屏的中心，此调节器旋钮也称为“亮度对中”钮。

如前所述，为限制电子束的散射，更有效地利用近轴光线，消除球差、提高成像质量和反差

，电镜光学通道上多处加有光阑，以遮挡旁轴光线及散射光。光阑有固定光阑和活动光阑 2 种，固定光阑为管状无磁金属物，嵌入透镜中心，操作者无法调整（如聚光镜固定光阑）。活动光阑是用长条状无磁性金属钼薄片制成，上面纵向等距离排列有几个大小不同的光阑孔，直径从数十到数百个微米不等，以供选择使用。活动光阑钼片被安装在调节手柄的前端，处于光路的中心，手柄端在镜体的外部。活动光阑手柄整体的中部，嵌有“0”形橡胶圈来隔离镜体内外部的真空。可供调节用的手柄上标有 4 号定位标记，号数越大，所选的就孔径越小。光阑孔要求很圆而且光滑，并能在 、Y 方向上的平面里做几何位置移动，使光阑孔精确地处于光路轴心。活动光阑的调节手柄，应能让操作者在镜体外部方便地选择光阑孔径，调整、移动活动光阑在光路上的空间几何位置。

电镜上常设 3 个活动光阑供操作者变换选用：①聚光镜 C2 光阑，孔径约在 20～200μm 左右，用于改变照射孔径角，避免大面积照射对样品产生不必要的热损伤。光阑孔的变换会影响光束斑点的大小和照明亮度；②物镜光阑，能显著改变成像反差。孔径约在 10～100μm

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

https://d.book118.com/646122130113010110