

透射电子显微镜电子衍射

姓名： _____

学号： _____

材料与工程学院

目录

第一章 透射电子显微镜结构和主要性能参数.....	1
1.1 概述.....	1
1.2 透射电子显微镜的结构.....	2
1.2.1 电子光学局部.....	3
1.2.2 真空系统.....	5
1.2.3 供电控制系统.....	6
1.3 透射电子显微镜主要的性能参数.....	6
1.3.1 分辨率.....	6
1.3.2 放大倍数.....	6
1.3.3 加速电压.....	7
第二章 透射电镜的成像原理与电子衍射.....	7
2.1 透射电镜的成像方式.....	7
2.2 衬度理论.....	8
2.3 电子衍射原理.....	9
2.3.1 布拉格定律.....	9
2.3.2 倒易点阵与爱瓦尔德球图解法.....	9
2.4 电子衍射根本公式.....	15
2.5 电子显微镜中的电子衍射.....	17
2.5.1 有效相机常数.....	17
2.5.2 选区电子衍射.....	18
2.5.3 透射电镜的电子衍射把戏.....	19
2.6 选区电子衍射考前须知.....	20
2.6.1 常见的几种衍射图谱.....	21
2.6.2 单晶电子衍射把戏的标定.....	21
第三章透射电子显微镜分析样品制备.....	22
3.1 透射电镜复型技术（间接样品）.....	22
3.1.1 塑料——碳二级复型.....	23
3.1.2 萃取复型（半直接样品）.....	24
3.2 金属薄膜样品的制备.....	24
3.2.1 薄膜制备的根本要求.....	24
3.2.2 一般程序.....	24
3.3 陶瓷材料试样的制备.....	25
3.3.1 颗粒试样的制备方法.....	25
3.3.2 陶瓷薄膜试样（离子减薄）.....	25

第一章 透射电子显微镜结构和主要性能参数

1.1 概述

透射电子显微镜(Transmission electron microscopy, 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, 可以到达 0.1~0.2nm, 放大倍数为几万~百万倍。因此, 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 成像的比照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。第一部实际工作的 TEM, 现在在德国慕尼黑的的遗址博物馆展出。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。然而, 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良阴极射线示波器

。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到达更高的放大倍数，因此被称为第一台电子显微镜。在同一年，西门子公司的主席莱因霍尔德·卢登堡提出了电子显微镜的静电透镜的专利。

自从 60 年代以来，商品透射电子显微镜都具有电子衍射功能，而且可以利用试样后面的透镜，选择小至 1 微米的区域进行衍射观察，称为选区电子衍射，而在试样之后不用任何透镜的情形称高分辨电子衍射。带有扫描装置的透射电子显微镜可以选择小至数千埃甚至数百埃的区域作电子衍射观察，称微区衍射。入射电子束一般聚焦在照相底板上，但也可以聚焦在试样上，此时称会聚束电子衍射。

1.2 透射电子显微镜的结构

透射电子显微镜（TEM）是观察和分析材料的形貌、组织和结构的有效工具。TEM 用聚焦电子束作照明源，使用对电子束透明的薄膜试样，以透过试样的透射电子束或衍射电子束所形成的图像来分析试样内部的显微组织结构。图 1.1（a）（b）是两种典型的透射电镜的实物照片。透射电子显微镜的光路原理图如图 1.2 所示。



(a) Philips CM12 透射电镜



(b) JEM-2010 透射电镜

图 1.1 透射电子显微镜

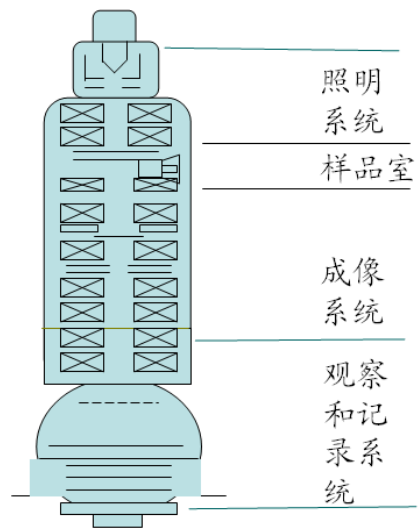
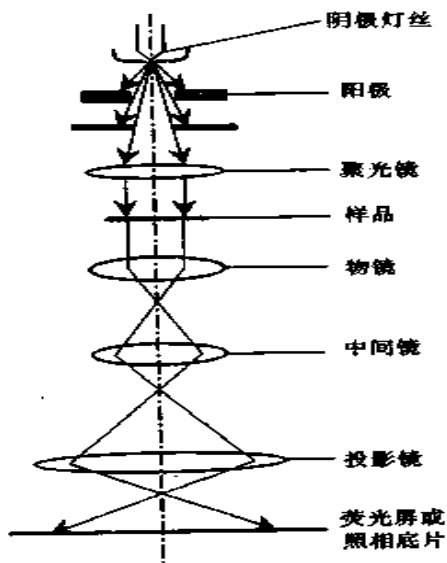


图 1.2 透射电子显微镜的光路原理图

图 1.3 透射电镜电子光学局部示意图

透射电镜一般是由电子光学局部、真空系统和供电系统三大局部组成。

1.2.1 电子光学局部

整个电子光学局部完全置于镜筒之内，自上而下顺序排列着电子枪、聚光镜、样品室、物镜、中间镜、投影镜、观察室、荧光屏、照相机构等装置。根据这些装置的功能不同又可将电子光学局部分为照明系统、样品室、成像系统及图像观察和记录系统。

图 1.3 为透射电子显微镜电子光学局部示意图。

1 照明系统

照明系统由电子枪、聚光镜和相应的平移对中及倾斜调节装置组成。它的作用：是为成像系统提供一束亮度高、相干性好的照明光源。为满足暗场成像的需要照明电子束可在 2-3 度范围内倾斜。

①电子枪。它由阴极、栅极和阳极构成。在真空中通电加热后使从阴极发射的电子获得较高的动能形成定向高速电子流。

②聚光镜。聚光镜的作用是会聚从电子枪发射出来的电子束，控制照明孔径角、电流密度和光斑尺寸。

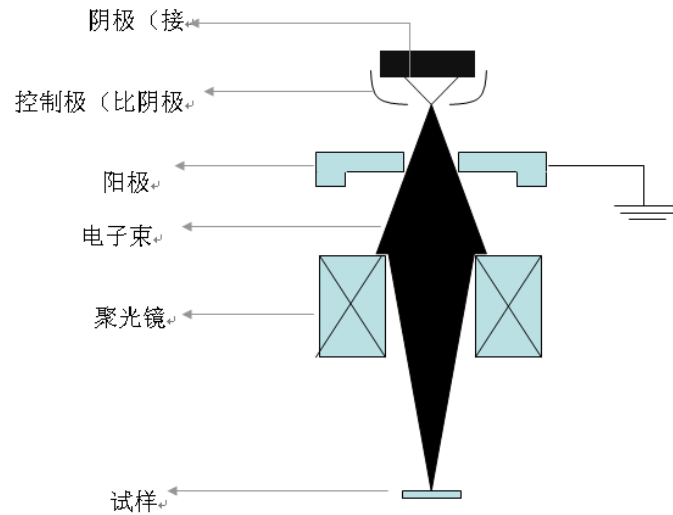


图 1.4 照明系统示意图

2 样品室

样品室中有样品杆、样品杯及样品台。其位于照明局部和物镜之间，它的主要作用是通过试样台承载试样，移动试样。

3 成像系统

一般由物镜、中间镜和投影镜组成。中间镜和投影镜的作用是将来自物镜的图像进一步放大。成像系统补充说明：

- a) 由物镜、中间镜(1、2个)和投影镜(1、2个)组成。
- b) 成像系统的两个根本操作是将衍射把戏或图像投影到荧光屏上。
- c) 通过调整中间镜的透镜电流，使中间镜的物平面与物镜的背焦面重合，可在荧光屏上得到衍射把戏。
- d) 假设使中间镜的物平面与物镜的像平面重合那么得到显微像。

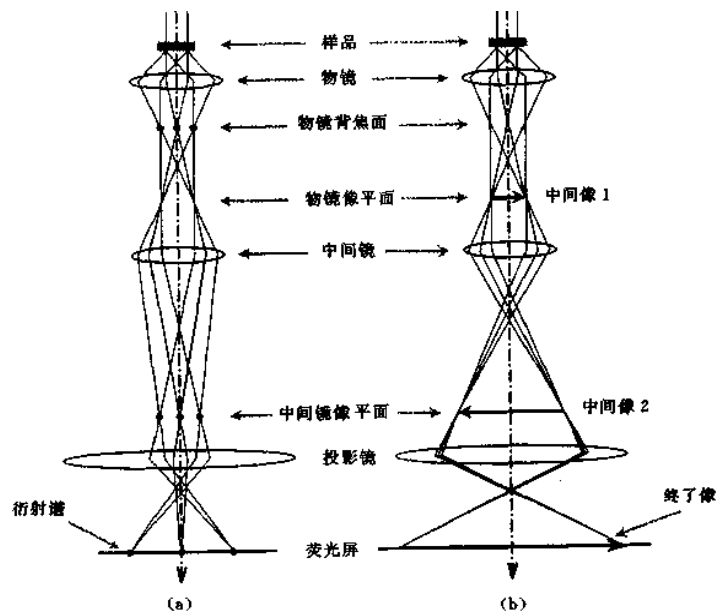


图 1.5 透射电镜成像系统的两种根本操作：(a) 将衍射谱投影到荧光屏；(b) 将显微像投影到荧光屏

4 图像观察与记录系统

该系统由荧光屏、照相机、数据显示等组成。在分析电镜中，还有探测器和电子能量分析等附件，见图 1.6。

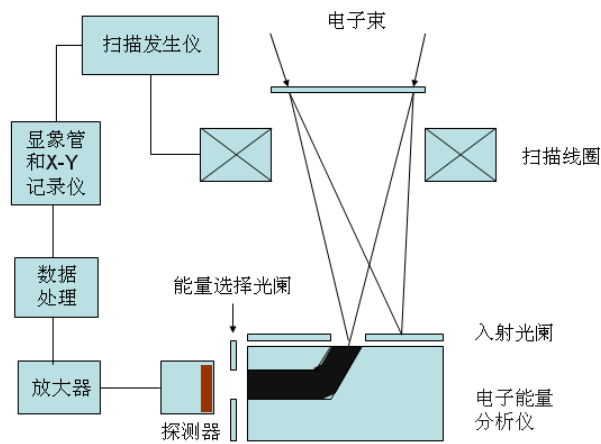


图 1.6 透射电镜图像观察与记录系统示意图

1.2.2 真空系统

真空系统由机械泵、油扩散泵、换向阀门、真空测量仪泵及真空管道组成。它的作用是排除镜筒内气体，使镜筒真空度至少要在 10^{-3} pa 以上。如果真空度低的话，电子与气体分子之间的碰撞引起散射而影响衬度，还会使电子栅极与阳极间高压电离导致极间放电，剩余的气体还会腐蚀灯丝，污染样品。

1.2.3 供电控制系统

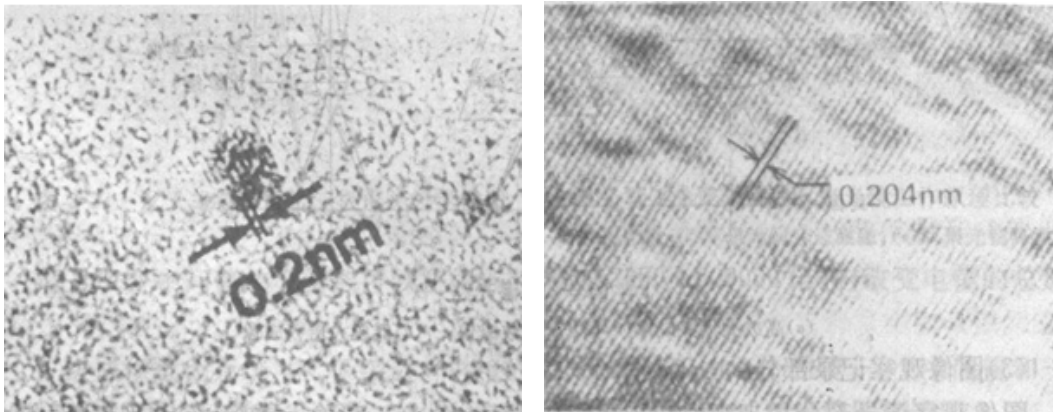
加速电压和透镜磁电流不稳定将会产生严重的色差及降低电镜的分辨本领，所以加速电压和透镜电流的稳定度是衡量电镜性能好坏的一个重要标准。

透射电镜的电路主要由高压直流电源、透镜励磁电源、偏转器线圈电源、电子枪灯丝加热电源，以及真空系统控制电路、真空泵电源、照相驱动装置及自动曝光电路等局部组成。另外，许多高性能的电镜上还装备有扫描附件、能谱仪、电子能量损失谱等仪器。

1.3 透射电子显微镜主要的性能参数

1.3.1 分辨率

分辨率是 TEM 的最主要性能指标，表征电镜显示亚显微组织、结构细节的能力。透射电镜的分辨率分为点分辨率和线分辨率两种。点分辨率能分辨两点之间的最短距离，线分辨率能分辨两条线之间的最短距离，通过拍摄晶体的晶格象测定，又称晶格分辨率。透射电镜点分辨率和线分辨率照片如图 1.7 所示。



(a) 点分辨率 (硅蒸镀膜)

(b) 线分辨率 (金)

图 1.7 测量透射电镜分辨率的照

1.3.2 放大倍数

透射电镜的放大倍数是指电子图像对于所观察试样区的线性放大率。目前高性能 TEM 的放大倍数范围为 80~100 万倍。不仅考虑最高和最低放大倍数，还要考虑是否覆盖低倍到高倍的整个范围。将仪器的最小可分辨距离放大到人眼可分辨距离所需的放大倍数称为有效放大倍数。一般仪器的最大倍数稍大于有效放大倍数。透射电镜的放大倍数可用下面的公式来表示：

$$M_{\text{总}} = M_{\text{物}} \cdot M_{\text{中}} \cdot M_{\text{投}} = AI_{\text{中}}^2 - B$$

其中 M 为放大倍数，A、B 为常数， $I_{\text{中}}$ 为中间镜激磁电流，单位为 mA。以下是对透射电镜放大倍率的几点说明：

- a) 人眼分辨本领约 0.2mm，光学显微镜约 0.2 μm 。
- b) 把 0.2 μm 放大到 0.2mm 的 M 是 1000 倍,是有效放大倍数。
- c) 光学显微镜分辨率在 0.2 μm 时，有效 M 是 1000 倍。
- d) 光学显微镜的 M 可以做的更高，但高出局部对提高分辨率没有奉献，仅是让人眼观察舒服。

1.3.3 加速电压

加速电压是指电子枪阳极相对于阴极灯丝的电压，决定了发射的电子的波长 λ 。电压越高，电子束对样品的穿透能力越强（厚试样）、分辨率越高、对试样的辐射损伤越小。普通 TEM 的最高 V 一般为 100kV 和 200kV，通常所说的 V 是指可到达的最高加速电压。高分辨透射电子显微镜。

第二章 透射电镜的成像原理与电子衍射

2.1 透射电镜的成像方式

透射电镜的成像方式主要有两种，一种明场像，一种暗场像。明场像为直射电子所成的像，图像清晰。暗场像为散射电子所成的像，图像有畸变，且分辨率低。中心暗场像为入射电子束对试样的倾斜照射得到的暗场像，图像不畸变且分辨率高。成像电子的选择是通过在物镜的背焦面上插入物镜光阑来实现的。图 2.1 为双光束衍射条件下的衍衬成像方法。

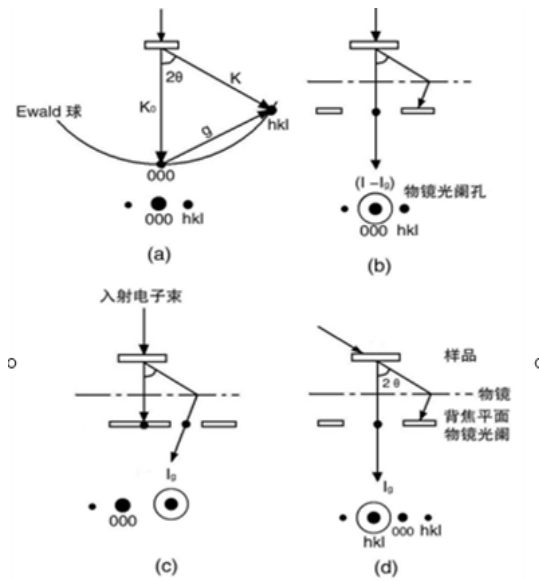


图 2.1 双光束衍射条件下的衍衬成像方法

(a) 双光束衍射条件 (b) 明场成像

(c) 暗场成像 (d) 中心暗场成像

2.2 衬度理论

衬度的定义为显微图像中不同区域的明暗差异。分为质厚衬度和衍射衬度两种。

1 质厚衬度

质厚衬度是非晶体样品衬度的主要来源。样品不同微区存在原子序数和厚度的差异形成的。来源于电子的非相干散射， Z 越高，产生散射的比例越大； d 增加，将发生更多的散射。不同微区 Z 和 d 的差异，使进入物镜光阑并聚焦于像平面的散射电子 I 有差异，形成像的衬度。 Z 较高、样品较厚区域在屏上显示为较暗区域。图像上的衬度变化反映了样品相应区域的原子序数和厚度的变化。质厚衬度受物镜光阑孔径和加速 V 的影响。选择大孔径〔较多散射电子参与成像〕，图像亮度增加，散射与非散射区域间的衬度降低。选择低电压〔较多电子散射到光阑孔径外〕，衬度提高，亮度降低。支持膜法和萃取复型，质厚衬度图像比拟直观。

2 衍射衬度

衍射衬度是来源于晶体试样各局部满足布拉格反射条件不同和结构振幅的差异。例如电压一定时，入射束强度是一定的，假为 L ，衍射束强度为 ID 。在忽略吸收的情况下，透射束为 $L-ID$

。这样如果只让透射束通过物镜光阑成像，那么就会由于样品中各晶面或强衍射或弱衍射或不衍射，导致透射束相应强度的变化，从而在荧光屏上形成衬度。形成衬度的过程中，起决定作用的是晶体对电子束的衍射。这就是衍射衬度的由来。

2.3 电子衍射原理

2.3.1 布拉格定律

由 X 射线衍射原理得出布拉格方程的一般形式：

$$\begin{aligned} 2d \sin \theta &= \lambda \\ \sin \theta &= \frac{\lambda}{2d} \leq 1 \\ \lambda &\leq 2d \end{aligned}$$

这说明，对于给定的晶体样品，只有当入射波长足够短时，才能产生衍射。而对于电镜的照明源——高能电子束来说，比 X 射线更容易满足。通常的透射电镜的加速电压为 100~200kV，即电子波的波长为 $10^{-2} \sim 10^{-3} \text{nm}$ 数量级，而常见晶体的晶面间距为 $10^0 \sim 10^{-1} \text{nm}$ 数量级，于是：

$$\begin{aligned} \sin \theta &= \frac{\lambda}{2d} \approx 10^{-2} \\ \theta &\approx 10^2 \text{ rad} \leq 1 \end{aligned}$$

这说明，电子衍射的衍射角总是非常小，这是它的把戏特征之所以区别 X 射线衍射的主要原因。

2.3.2 倒易点阵与爱瓦尔德球图解法

1、倒易点阵的概念

晶体的电子衍射（包括 X 射线单晶衍射）结果得到的是一系列规那么排列的斑点。这些斑点虽然与晶体点阵结构有一定对应关系，但又不是晶体某晶面上原子排列的直观影像。人们在长期实验中发现，晶体点阵结构与其电子衍射斑点之间可以通过另外一个假象的点阵很好的联系起来，这就是倒易点阵。通过倒易点阵可以把晶体的电子衍射斑点直接解释成晶体相应晶面的衍射结果，也可以说，电子衍射斑点就是与晶体相对应的倒易点阵中某一截面上阵点排列的像。

倒易点阵是与正点阵相对应的量纲为长度倒数的一个三维空间（倒易空间）点阵，它的真面目只有从它的性质及其正点阵的关系中才能真正了解。

（1）倒易点阵中单位矢量的定义

设正点阵的原点为 O，基矢为 **a**、**b**、**c**，倒易点阵的原点为 O*，基矢为 **a***、**b***、**c***（图 3.1），那么有：

$$\mathbf{a}^* = \frac{\mathbf{b} \times \mathbf{c}}{V}, \mathbf{b}^* = \frac{\mathbf{c} \times \mathbf{a}}{V}, \mathbf{c}^* = \frac{\mathbf{a} \times \mathbf{b}}{V}$$

式中，V 为正点阵中单胞的体积：

$$V = \mathbf{a} \mathbf{g}(\mathbf{b} \times \mathbf{c}) = \mathbf{b} \mathbf{g}(\mathbf{c} \times \mathbf{a}) = \mathbf{c} \mathbf{g}(\mathbf{a} \times \mathbf{b})$$

说明某一倒易基矢垂直于正点阵中和自己异名的二基矢所成平面。

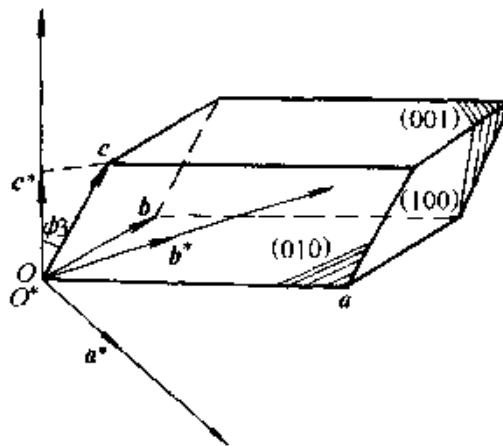


图 3.1 倒易基矢和正空间基矢之间的关系

(2) 倒易点阵的性质

(a) 根据式 (10-1) 有:

$$\begin{aligned} a^* \cdot a = a^* \cdot b = a^* \cdot c = b^* \cdot a = b^* \cdot b = b^* \cdot c = c^* \cdot a = c^* \cdot b = c^* \cdot c = 0 \\ a^* \cdot a = b^* \cdot b = c^* \cdot c = 1 \end{aligned}$$

即正倒点阵同名基矢点乘为 1, 异名基矢点乘为 0。

(b) 在倒易点阵中, 由原点 O^* 指向任意坐标为 hkl 的阵点的矢量 g_{hkl} (倒易矢量) 为:

$$g_{hkl} = ha^* + kb^* + lc^* \quad (10-4)$$

式中 hkl 为正点阵中的晶面指数, 上式说明:

- 1、倒易矢量 g_{hkl} 垂直于正点阵中相应的 (hkl) 晶面, 或平行于它的法向 N_{hkl} ;
- 2、倒易点阵中的一个点代表的是正点阵的一组晶面 (图 3.2);
- 3、倒易矢量的长度等于正点阵中相应晶面间距的倒数, 即: $g_{hkl} = 1/d_{hkl}$ 。
- 4、对正交点阵, 有: $a^* \parallel a, b^* \parallel b, c^* \parallel c, a^* = 1/a, b^* = 1/b, c^* = 1/c$

5、只有在立方点阵中, 晶面法向和同指数的晶向是重合 (平行) 的, 即倒易矢量 g_{hkl} 是与相应指数的晶向 $[hkl]$ 平行的。

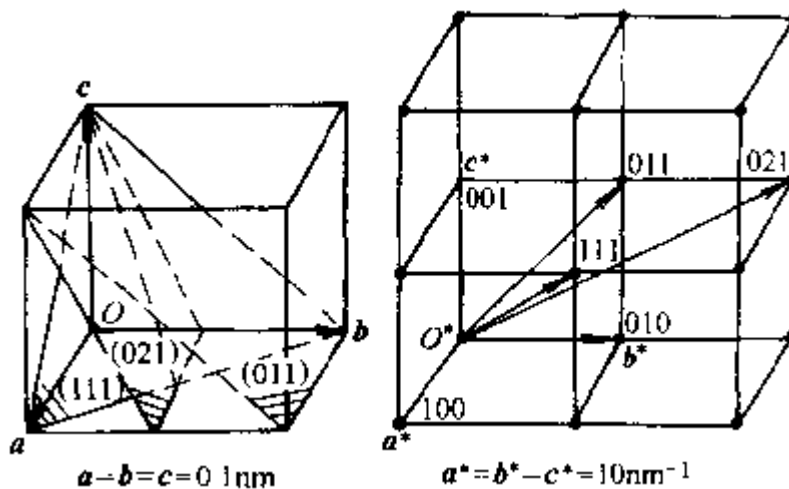


图 3.2 正点阵和倒易点阵的几何对应关系

2、爱瓦尔德球图解法

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/725211123341012011>