

分析电镜的原理及其应用

刘 维

各种材料的力学、物理和化学性质都与其显微组织有关。也就是与组成相的微观形貌，晶体结构和化学成份密切相关。人们一直在不遗余力地改进研究它们的手段。电子显微镜的出现和不断完善使形貌观察的放大倍率从光学显微镜的一个多倍提高到几十万倍，达到了能分辨原子的水平。X射线衍射，电子衍射和中子衍射等几种晶体结构分析方法，则各有所长，互相补充，使晶体结构分析也达到了很高的水平。近年来，由于材料研究的需要，又出现了将形貌观察同结构分析和成份分析集中在一台仪器上的分析电镜。它已成为材料科研中的有力工具。下面首先简单介绍分析电镜的原理即电子与物质相互作用产生的各种信息。然后介绍分析电镜的应用实例，说明分析电镜的特点、应用范围和发展趋势。

一、电子与物质的相互作用

当一束聚焦的电子束入射到试样上时，电子因试样内原子的库仑场作用而发生散射。此散射分弹性散射和非弹性散射两种。在前者的情况下，电子只改变方向，不改变能量。而后者的电子之方向和能量都改

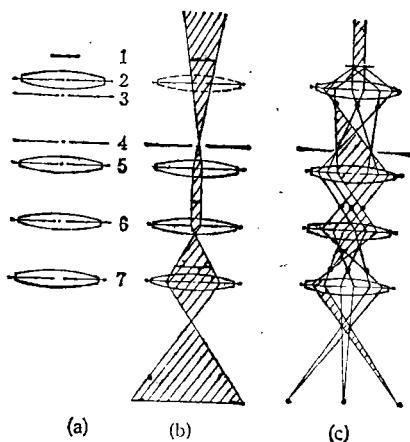


图1 电子显微镜的透镜、放大象和电子衍射的原理
图(a)电镜的透镜系统 1.样品, 2.物镜, 3.物镜光栅, 4.选区光栏, 5.中间镜, 6.第二中间镜, 7.投影镜; (b)放大象的形成原理; (c)电子衍射的形成原理。

变了,一部分能量转变为二次电子、X射线等。

1. 弹性散射。

根据弹性散射原理,制成了透射电子显微镜,其原理如图1所示。

电子显微象的成象原理与光学显微镜有相似之处,但不完全相同。它大致可分为吸收衬度象、衍射衬度象和位相衬度象等三种。吸收衬度象就是一般的放大象(如图1(b))与光学显微镜一样。由于试样各部分厚薄不均,对电子的散射能力也大小不等。通过物镜后、物镜光栏对它们的吸收不同,因而造成衬度不同的形貌象。再经过中间镜和投影镜的进一步放大,在电镜的荧光屏上形成了吸收衬度象。对于薄的晶体样品,各部分的厚度相差不多,但由于晶体取向的不一致,在荧光屏上也能形成一定衬度的形貌象。这是由于衍射而形成的衬度,称为衍射衬度象。对于更薄的样品(如厚度小于100埃)。由于试样与电子相互作用后只改

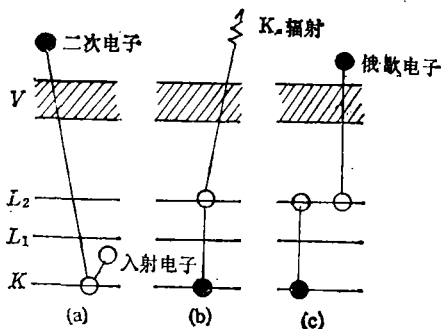


图2 入射电子与原子交换能量的几种过程

变了电子的位相,由不同的位相改变的电子相互干涉形成了分辨率高的位相衬度象。

因为电子和光一样,也具有波动性,故它和X射线一样,在晶体上会产生衍射现象。即入射波与通过晶体原子散射后的电子波相互干涉,在物镜后焦面上会出现电子衍射花样。图1(c)是其成象原理。

2. 二次发射电子

二次发射电子是指入射电子在单电子激发过程中被入射电子从试样中轰击出来的电子,(如图2(a))。二次电子能量很小,一般小于50电子伏特。它只能从

很薄的试样表面层激发出来,所以二次电子与试样表面状态有关.利用二次电子来显示试样表面形态的结构非常有效,可以得到较高的空间分辨率.用聚焦的电子束沿试样表面扫描,可用激发出来的二次电子成象.扫描电镜就是用这个原理制造出来的.扫描电镜得到的象有很大的景深.立体感很强,是研究固体表面形态的有力工具.

3. 特征X射线

如果入射电子激发试样原子的内层电子,使原子处于激发态,则它有恢复到低能量的基态的趋势.其中一种方式是外层电子跃迁到内层电子空位,同时放出X射线.(如图2(b)所示)这种X射线的波长是由下式给出的:

$$E_K - E_{L_2} = h\nu/\lambda_{K\alpha}$$

其中, E_K 、 E_{L_2} 分别是 K 、 L_2 能级上电子的能量, $\lambda_{K\alpha}$ 是产生X射线的波长. $h\nu$ 是常数.由于 E_K 、 E_{L_2} 都有特定的数值,随元素的不同而异.所以放出的X射线的波长 $\lambda_{K\alpha}$ 也有特征值.这样,用它就可以对试样中含有的元素进行分析.特征X射线的产额随物质的原子序数的增大而增加.所以X射线能谱分析方法只适用于重元素.

4. 电子能量损失

原子从激发态转变到基态释放能量的另外一种方式是外层电子跃迁到内层电子空位,同时将多余的能量传给另一外层电子使其电离成为二次电子.这种二次电子称为俄歇电子,产生过程如图2(c)所示.这种俄歇电子的产额随原子序数的减少而增加.故用它可对轻元素的成份进行分析.这种仪器称为电子能量损失谱.它补充了X射线能谱分析的不足、特别适用于轻元素的成份分析.

二、分析电镜的功能及其应用

利用电子与物质相互作用产生的各种信息,已分别制造出相应的仪器.目前,为了适应材料科研中所提出的综合分析的要求.又制出了将上述几种功能集中在一台仪器上而具有多种用途的分析型电子显微镜.它能对同一试样进行透射、扫描观察和进行X射线能谱,电子能量损失谱分析.

分析电镜自问世以来,已经在生物、医学、材料等研究领域得到了广泛的应用.下面给出几个典型的应用实例.

1. 利用电子衍射方法,发现了具有五次对称性的准晶体.图3是在Al-Mn合金中,具有五次对称性的电子衍射花样.

2. 透射电子显微象

根据上述透射电子成象原理,可以得到反映外观形貌的吸收衬度象.如图4a所给出的石棉纤维的电子显微象,可以得出纤维的尺寸形态等特征.也可以

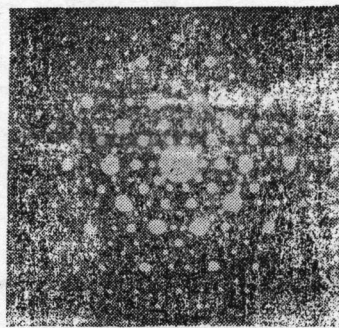
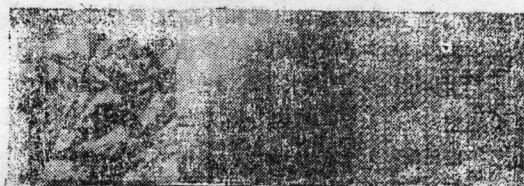


图3 Al-Mn合金中,准晶态沿五次取向的电子衍射花样.



(a) ($\times 10000$) (b) ($\times 30000$) (c) ($\times 500000$)

图4 三种衬度形成的电子显微象

得到反映晶体内部结构关系的衍射衬度象.如图4(b)所给出的高 T_c 氧化物超导体YBCO的110孪晶的电子显微象,象上宽的条带状结构,是取向相差 90° 的110

孪晶.还可以得到分辨率高的晶体结构位相衬度象.图4c给出了高 T_c 氧化物超导体YBCO的高分辨电子显微象.

3. 二次电子象

4. X射线能谱和电子能量损失谱分析

图5是用二次电子成象得到的SrTiO₃陶瓷体的形貌象.它给出了立体感很强的陶瓷颗粒、晶界以及空洞的清晰形貌放大象.

在电镜观察中,除对试样的形貌和结构做观察和分析外,有时还要知道所观察

区域的成份.在分析电镜中,作这样的观察就十分方便.当对样品做完形貌观察后,只要改变一下观察的模式,就能对观察的区域做成份分析.如果样品是重元素构成的,就应用X射线能谱分析.如果样品是由轻元素构成的,就用电子能量损失谱分析.

综合上述,分析电镜是将电子与物质相互作用产生的各种信息,充份的加以利用的仪器.使用起来极为方便.它是目前对生物、医学、矿物学及材料进行研究的极好综合分析手段.