

透射电子显微镜

王艺霖*

物理学院 学号:2200011456

摘要: 透射电子显微镜 (TEM) 是以波长极短的电子束作照明源而进行放大成像的大型显微分析设备. 本实验利用 TEM, 对样品进行了多种观测. 首先利用 TEM 的成像模式观察了样品的形貌, 接着利用衍射模式分别观察了样品中单晶硅、多晶铜和非晶的电子衍射花样, 并且对单晶硅的电子衍射花样进行了标定. 最后, 对样品进行了衍射衬度成像, 观察了样品的明场像和暗场像.

关键词: TEM, 电子衍射, 衍射衬度

I. 引言

透射电子显微镜 (Transmission Electron Microscope, TEM) 是利用高能电子束充当照明光源而进行放大成像的大型显微分析设备. 1933 国科学家 Ruska 和 Knoll 研制出了世界上第一台 TEM, 随后西门子公司在 1939 年研年, 德制出了第一台商用 TEM, 人类对微观世界的科学研究有了更加强力的武器. TEM 使用波长极短的电子束作照明源, 用电磁透镜将穿过样品的电子聚焦成像, 具有很高的分辨率和放大倍数. 随着科学技术的不断发展, TEM 的分辨率和放大倍数也不断提高, 可以对材料的形貌、结构、成分等进行分析, 在材料、物理、化学、生物等领域有着极为广泛的应用.

本实验利用 TEM 对样品分别进行形貌观察、电子衍射、衬度成像, 并对单晶电子衍射的图样进行标定, 对 TEM 的原理和操作进行学习.

II. 实验

A. 实验装置

* e-mail: wylin@stu.pku.edu.cn; mobile number: 15837187296

本实验使用的 TEM 型号为 Tecnai T20，采用热电子发射型电子枪作为电子束源，其结构示意图和实际照片如图 1 所示。

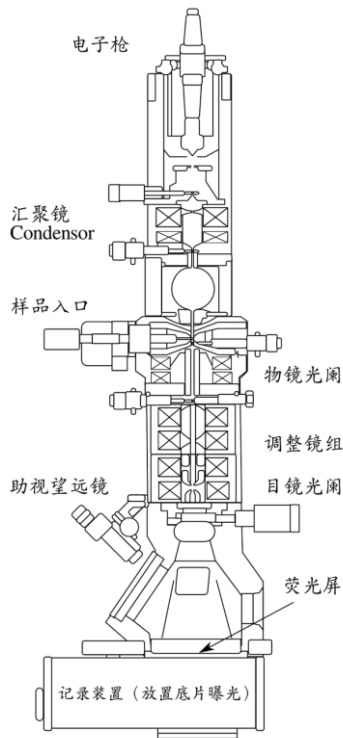


图 1 TEM 结构示意图和实验所用的 T20

TEM 的主要结构包括三部分：电子光学系统、真空系统和电源与控制系统组成，下面将分别介绍。

1. 电子光学系统：主要由照明系统、样品室、成像系统和观察与记录系统构成。

1.1 照明系统

TEM 的照明系统的作用是提供亮度高、相干性好和束流稳定的电子束，主要由电子枪和聚光镜以及相应的平移对中及倾斜调节装置组成。

电子枪要求发射的电子束亮度高、电子束斑尺寸小、发射的稳定度高，分为热电子发射型和场发射型；本实验中的 T20 是热电子发射型，由六硼化镧 (LaB_6) 阴极、阳极和栅极（控制极）组成。

聚光镜是电场和磁场做成的透镜，其作用是会聚从电子枪发射出来的电子束，控制束斑尺寸和照明孔径角。

1.2 样品室

样品室位于照明系统和物镜之间，它的主要作用是通过样品室承载样品杆和样品，并且可以使样品进行平移倾斜和旋转，以便于选择目标样品区域或位向进行观察分析。

1.3 成像系统

成像系统由物镜、中间镜和投影镜组成。

物镜是一个强激磁短焦距的透镜，放大倍数一般为 100-300 倍，是用来获得第一幅高分辨率电子显微图像或电子衍射花样的透镜。物镜还配有放置在后焦面上的物镜光阑和极靴附近的电磁消像散器，以及像平面处的多孔选区光阑，通过调节光阑孔径，可以用来选择和限制选区电子衍射操作中所需要的视场范围。

中间镜和投影镜是将来自物镜给出的样品形貌像或是衍射图样进行分级放大并投射到荧光屏或相机上。

1.4 观察与记录系统

图像观察与记录系统由带铅玻璃窗口的观察室和照相室组成，投影镜给出的最终电子图像显示在荧光屏上，透过观察窗，我们可以观察到荧光屏上呈现的电子显微像和电子衍射图样。将荧光屏竖起后，它们就被记录在荧光屏下方的 CCD 相机中。

2. 真空系统

为了保证电子的稳定发射和在镜筒内不与空气发生碰撞而改变轨迹，同时为了保证高压稳定性和防止样品污染，需要体系保持真空。真空系统一般由机械泵、扩散泵、离子泵、分子泵和电子阀门组成。

3. 电源与控制系统

电源系统主要是为 TEM 提供稳定的加速电压和电磁透镜电流，控制系统主要包括

TEM 的计算机控制和分析数据的计算机处理.

B. 实验内容

1. TEM 样品形貌观察

按照标准操作流程,将样品放置到双倾杆上,并将样品杆置入 TEM. 调节样品高度后,即可对样品的形貌进行观察.

2. TEM 电子衍射花样

选定要观察的区域后将 TEM 的工作模式调整为衍射模式,TEM 会自动调整中间镜,使得物镜后焦面成像在接收装置上,从而可以观察到电子衍射花样. 在本实验中,对样品中的单晶硅、多晶铜以及非晶进行电子衍射花样观察,并对单晶硅的电子衍射花样进行标定.

3. TEM 衍射衬度成像

在物镜后焦面上放置一光阑,如果其只允许透射斑通过,此时所成的像被称为明场像;如果只允许某个衍射斑的电子通过,则得到的像被称为暗场像,也就是衍射衬度成像. 通过这种方式,主要光强所集中的透射斑电子被阻拦,得到的像有很高的衬比度,因此可以用来分析晶体的位错、缺陷等微观结构. 本实验所使用的 T20 可以在明场模式和暗场模式下分别调节,使得只有透射斑或某个衍射斑透过物镜光阑. 本实验分别观察样品的明场像和暗场像,学习物镜光阑的使用和明场像、暗场像的实验方法.

III. 结果与讨论

1. TEM 样品形貌观察

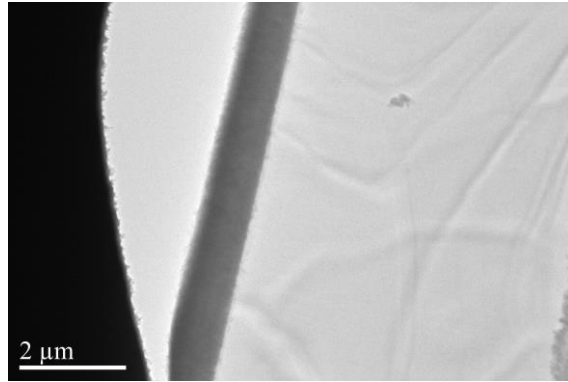


图 2 TEM 样品形貌观察

利用 TEM 对样品的形貌进行观察，得到的图像如图 2 所示，可以看到 TEM 可以达到很高的放大倍数。

2. TEM 电子衍射花样

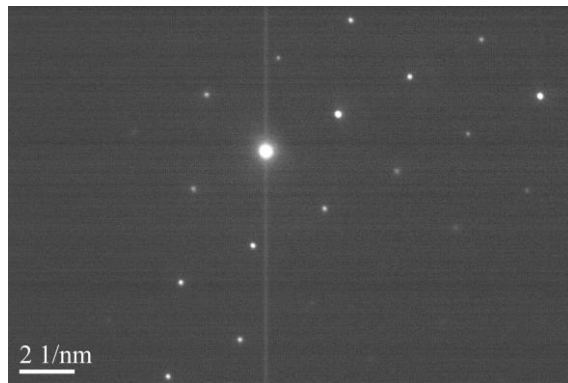


图 3 单晶硅的电子衍射花样

利用 TEM 的衍射模式对单晶硅进行观察，得到的电子衍射花样如图 3 所示，可以看到规则的衍射斑图。查阅单晶硅的晶体结构得知，有 $a=b=c=5.430\text{nm}$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ ，对图 3 中的电子衍射花样进行标定，可以得到图中 A,B 两个点的指标分别为 $(1, \bar{1}, \bar{1}), (1, \bar{1}, 1)$ ，由此可以对图中其他点也进行相应的标定。

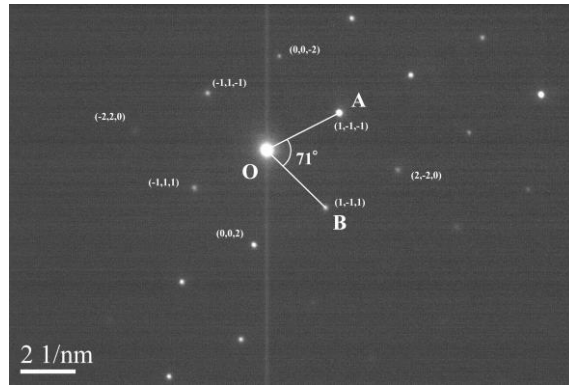


图 4 单晶硅电子衍射花样的标定

使用同样的方法分别对样品边缘的多晶铜和非晶进行电子衍射花样的观察，得到的结果分别如图 5 和图 6 所示。

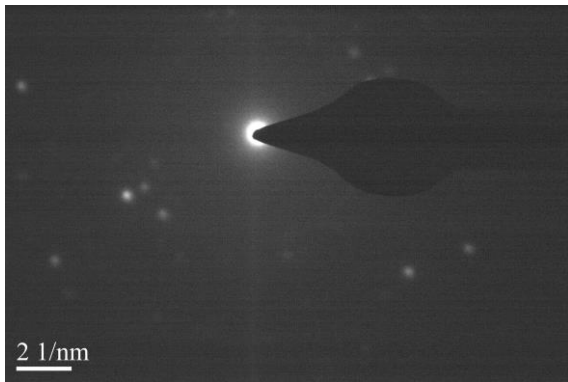


图 5 多晶铜的电子衍射花样

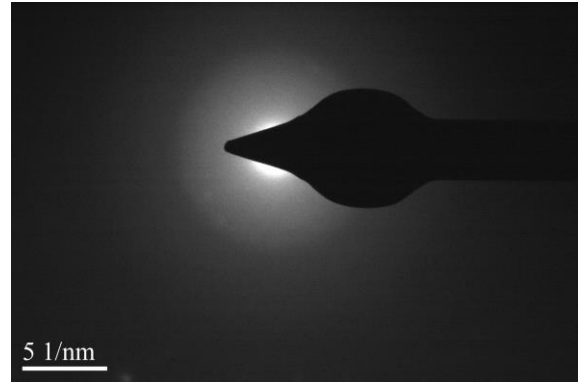
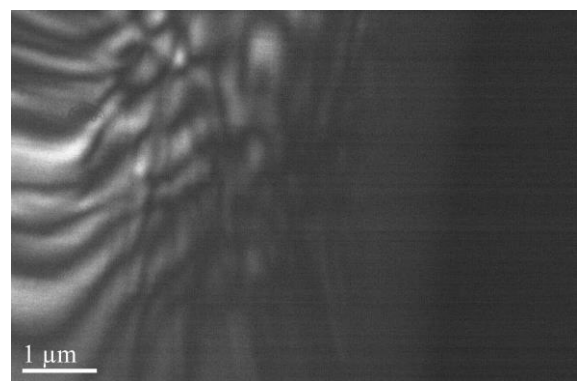
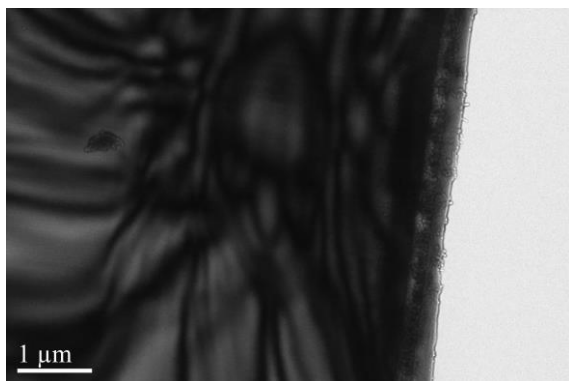


图 6 非晶的电子衍射花样

3.衍射衬度像的观察



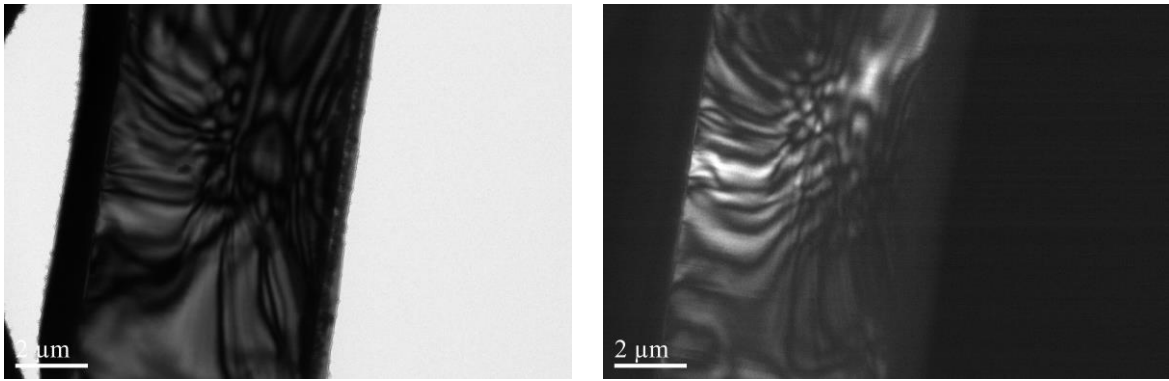


图 7 两种不同放大倍数下样品的明场像和暗场像

对样品的明场像和暗场像的观察如图 7 所示，可以看到利用衍射斑电子所成的暗场像相比于明场像具有更高的衬比度。

IV. 结论

在本实验中，对 TEM 的基本原理和操作方法进行了学习。首先利用 TEM 的显微成像模式对样品的形貌进行了观察；接着利用衍射模式依次观察了样品中的单晶硅、多晶铜和非晶的电子衍射花样，并且利用已知的单晶硅晶体结构对单晶硅进行了电子衍射花样标定；最后学习了衍射衬度成像，并分别观察了样品的明场像和暗场像，对于衍射衬度有了更加深入的理解。

[1] 吴思诚，荀坤. 近代物理实验[M]. 第4版. 北京: 高等教育出版社, 2015.

思考题

1.选区电子衍射中选区是如何确定的？

选区电子衍射中的选区是由选区光阑确定的，选区光阑位于物镜的像平面内，通过调整选区光阑，可以用来选择和限制选区电子衍射操作中所需要的视场范围。

2.一幅电子衍射花样可以提供哪些晶体学信息？

电子衍射花样可以让我们了解晶体的晶体结构，包括晶型、晶体常数、晶面取向等。晶体中如果含有多个相，不同的相会产生不同的衍射花样，通过对衍射花样的分析，我们可以对样品中含有的不同的相及其转变过程进行分析。此外，晶体中的缺陷、应变等也会对衍射斑的位置、强度等造成影响，电子衍射花样中也可能包含这些信息。

3.衍射衬度像的主要应用有哪些？

衍射衬度像相比于明场像具有更高的衬比度，适合于观察和分析晶体中的缺陷，如位错等。对于纳米尺度的结构，暗场像可以提供更高的衬比度，从而有利于对这些微观结构进行观察和分析。衍射衬度像还适用于对晶体中的界面、应变等进行分析。

4.在透射电镜中，形貌观察和电子衍射分析这两大功能的转换是如何实现的？

这两大功能的转换主要由成像系统中的中间镜完成。电子经过样品衍射后通过物镜成像，如果利用中间镜使物镜所成的像成到接收装置上，则可以观察到样品的形貌；而如果中间镜将物镜的焦平面成像至接收装置上，就可以观察到电子衍射花样。