

TEM 中电子衍射相机长度的实验分析及计算

王兴和, 周延怀

(南京师范大学 物理科学与技术学院, 江苏 南京 210097)

[摘要] 透射式电子显微镜 (Transmission Electron Microscopy, TEM) 中的电子衍射相机长度, 是电子显微镜设计和对微晶体样品进行电子衍射分析的主要技术参数之一. 依据布拉格 (Bragg) 定律, 经对 TEM 中电子衍射成像光路的探讨与研究, 并通过 TEM 与普通电子衍射仪的电子衍射的对比分析, 导出了 TEM 电子衍射相机长度的精确计算公式, 阐述了 TEM 和普通电子衍射仪的电子衍射相机长度所表征的物理意义的区别. 同时对 TEM 中的电子衍射分辨率指数进行了分析和讨论, 并给出了实际应用金单晶标样精确标定 TEM 电子衍射相机长度的实验方法.

[关键词] 透射式电子显微镜, 电子衍射, 相机长度, 相机常数

[中图分类号] O463⁺.1 [文献标识码] B [文章编号] 1672-1292(2006)04-0071-04

Experimental Analysis and Calculation of Electron Diffraction Camera Length in TEM

WANG Xinghe ZHOU Yanhuai

(School of Physical Science and Technology, Nanjing Normal University, Nanjing 210097, China)

Abstract The camera length of electron diffraction in transmission electron microscopy (TEM) is one of the main technical parameters in designing electron microscope and the electron diffraction analysis to microcrystal sample. According to Bragg law, the formula of calculating TEM electron diffraction camera length is derived from the research on the ray path of electron diffraction images in TEM and the comparison on electron diffraction with ordinary electronic diffractometer. The difference of physical significance of electron diffraction camera length between TEM and ordinary electronic diffractometer is discussed. The resolution index of electron diffraction in TEM is analyzed. The exactly experimental method is given for demarcating electron diffraction camera length by Goldmonocrystal in TEM.

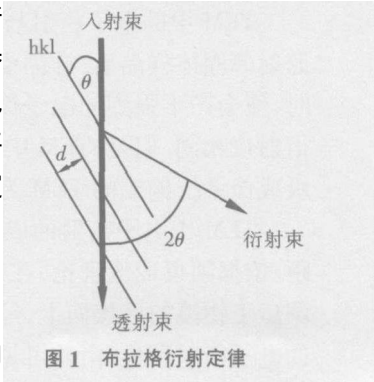
Key words TEM, electron diffraction, camera length, camera constant

0 引言

透射式电子显微镜可在亚微米尺度对微晶体结构样品进行微区电子衍射观察与分析, 并能将样品的微细结构分析与微观形貌观察紧密结合——对应, 这是 TEM 中的电子衍射有别于普通电子衍射仪的一大特征. 相机长度是电子衍射的主要技术参数, TEM 中的电子衍射与普通电子衍射仪的原理基本相同, 但是 TEM 中电子衍射的相机长度与普通电子衍射仪中的相机长度又有所不同. 本文中将对 TEM 中电子衍射相机长度的计算进行分析讨论, 根据布拉格定律确定 TEM 中电子衍射的相机长度.

1 电子衍射的基本原理

如图 1 所示, 波长为 λ 的入射电子束与晶体样品中 hkl 晶面成 θ 掠射角照射到晶体样品上, 在与原入射束成 2θ 角的方向, 相邻平行晶面产生的散



收稿日期: 2006-05-12

作者简介: 王兴和 (1957-), 高级工程师, 主要从事物理电子学的教学与研究. E-mail: wangxinghe@njnu.edu.cn

射电子波的波程差为波长的整数倍时, 它们的相位相同, 因而在该方向产生强的衍射束. 布喇格 (Bragg) 定律给出电子衍射的数学公式描述如下:

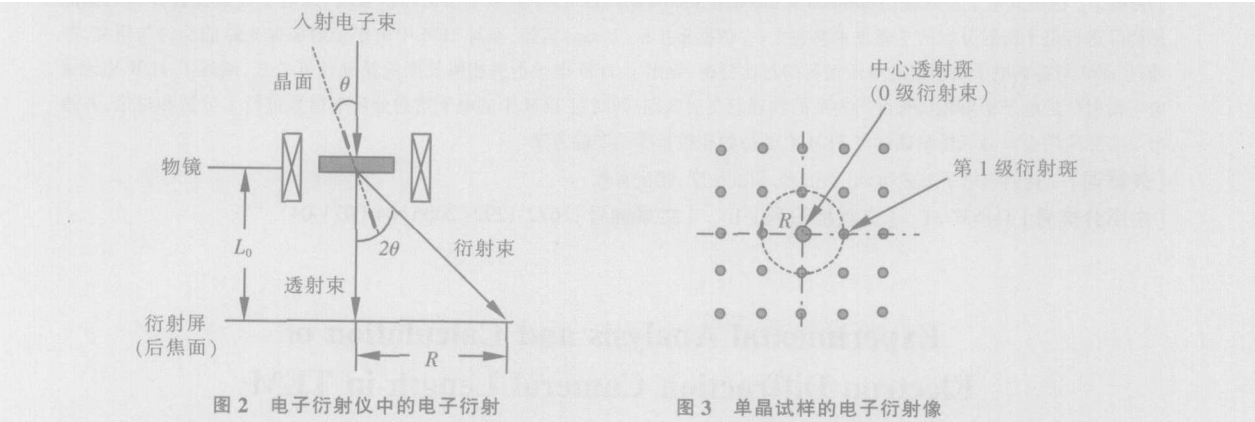
$$2d \sin \theta = n \lambda$$

(1)

式中, $n = 1 \ 2 \ 3 \ \dots$ (是衍射级数), d 是平行晶面组的晶面间距. 式 (1) 是入射电子束产生衍射所应满足的条件, 即布拉格衍射条件.

2 简单电子衍射仪中的电子衍射

简单电子衍射仪的工作原理如图 2 所示, 图 3 是单晶试样的电子衍射像.



设入射电子束照射到晶体样品上时满足布喇格条件, 即入射电子束的入射角 θ 满足式 (1), 则在特定的方向便会产生很强的衍射.

若考虑第一级 (取 $n = 1$) 衍射, 布喇格衍射公式可改写为:

$$2d \sin \theta = \lambda$$

(2)

由图 2 可知, $\text{tg} 2\theta = \frac{R}{L_0}$, 考虑到 θ 是一小量, 所以, 可近似得出:

$$\text{tg} 2\theta \approx 2 \sin \theta \approx \frac{R}{L_0}$$

(3)

$$Rd = L_0 \lambda$$

(4)

式中, L_0 为样品 (物面) 到物镜后焦面 (衍射屏) 的距离, 称为电子衍射仪的相机长度; $L_0 \lambda$ 为电子衍射仪的相机常数; R 为衍射像中第一级衍射斑的衍射半径.

式 (4) 即为简单电子衍射仪中电子衍射的基本公式.

3 TEM 中的电子衍射

TEM 中的电子衍射与简单电子衍射仪中的衍射, 既有相同之处又有所区别. 在 TEM 中, 入射电子束照射薄固体样品后, 样品中的原子与入射电子发生弹性散射, 当散射电子的散射角满足布拉格衍射条件时, 便会产生强烈的电子衍射现象. 原子对入射电子的散射, 是 TEM 电子衍射的基础, 其原理与简单电子衍射仪相同. 但是, TEM 中电子衍射的成像过程与简单电子衍射仪中的衍射成像过程有所不同. 以下以三级成像系统构成的 TEM 为例, 对 TEM 中的电子衍射进行分析讨论.

TEM 中电子衍射的成像过程如图 4 所示, 物镜、中间镜和投影镜构成三级成像系统, f_0 为物镜的焦距. 依据阿贝成像理论, 在物镜的后焦面上得到电子衍射斑花样, 调节中间镜的励磁电流, 使中间镜的物面调焦于物镜的后焦面上, 经中间镜和投影镜两级放大后, 在最终的像面 (荧光屏) 上得到的是一幅放大的电子衍射图像. 由此可见, TEM 中的电子衍射与简单电子衍射仪的不同之处在于 TEM 中所得到的电子衍射图像又经过了二级放大.

3.1 TEM 中电子衍射的相机长度

图 5 为 TEM 中零级 ($n = 0$) 和第一级 ($n = 1$) 电子衍射成像示意图. 对于晶格间距为 d 的第一级 ($n = 1$) 衍射斑, 依据布拉格衍射条件可知

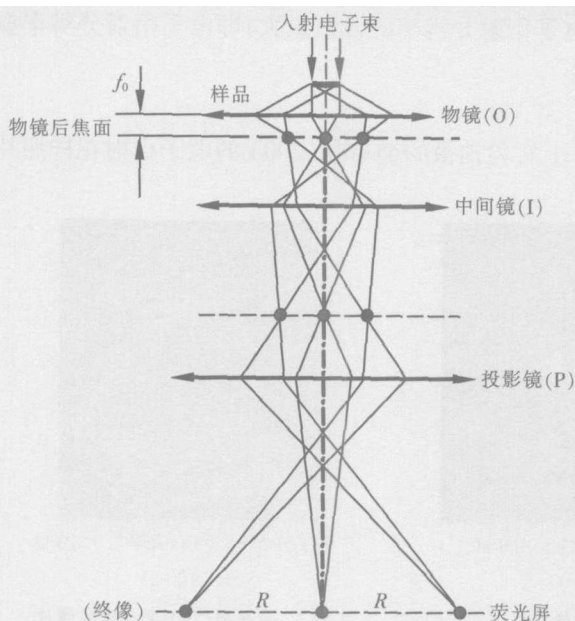


图4 TEM中的电子衍射

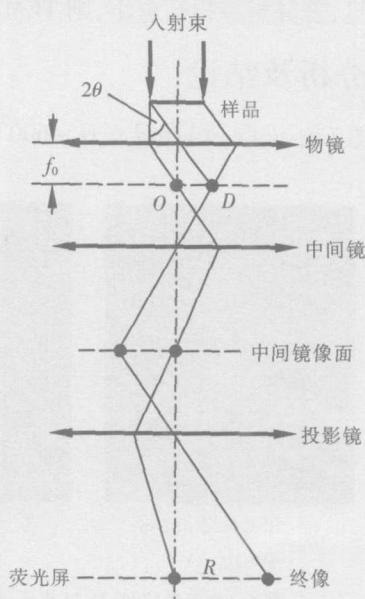


图5 TEM相机长度的计算

$$2d \sin \theta = \lambda \quad (5)$$

因为电镜中的衍射是小角度衍射, 所以近似有 $\tan 2\theta \approx 2\sin \theta$ 另由图 5 中的几何关系可得:

$$2\sin \theta \approx \tan 2\theta = \frac{OD}{f_0} \quad (6)$$

$$d \frac{OD}{f_0} = \lambda \quad (7)$$

设中间镜的放大倍数为 M_I , 投影镜的放大倍数为 M_P , 依据成像关系可得: $R = OD \cdot M_I \cdot M_P$. 即:

$$OD = \frac{R}{M_I M_P} \quad (8)$$

将式 (8) 代入式 (7) 得: $Rd = f_0 \cdot M_I \cdot M_P \cdot \lambda$ 定义:

$$L = f_0 \cdot M_I \cdot M_P \quad (9)$$

则有

$$Rd = L\lambda \quad (10)$$

将式 (10) 与式 (4) 作对比分析, 可见 L 与简单电子衍射仪的相机长度 L_0 既相类似, 又有所不同, L_0 是简单电子衍射仪中物面到物镜后焦面的距离, 而 L 则是 TEM 中物镜焦距、中间镜及投影镜放大倍数的乘积. 故而, 将 L 称为 TEM 的象征相机长度 (通常简称为 TEM 的相机长度); “ $L\lambda$ ” 则称为 TEM 的相机常数. 式 (10) 是在 TEM 中进行电子衍射分析的基本公式.

3.2 TEM 中电子衍射的衍射分辨率

由式 (10) 可知, 一定的相机常数下, 若 TEM 电子衍射像中第一级衍射斑到中心透射斑 (即零级衍射斑) 的距离 R 愈小, 则晶面间距 d 愈大. 通常把仪器可测量的最大晶面间距 (亦即可分辨的最大 d 值) 称为 TEM 的电子衍射分辨率. 由式 (10) 还可知, 一定的电子波长下, 若 TEM 的相机长度 L 愈大, 可测量的最大晶面间距愈大, 即仪器的电子衍射分辨率也愈大.

定义: TEM 的电子衍射分辨率指数为

$$\eta_d = \frac{R_{\min}}{L} \quad (11)$$

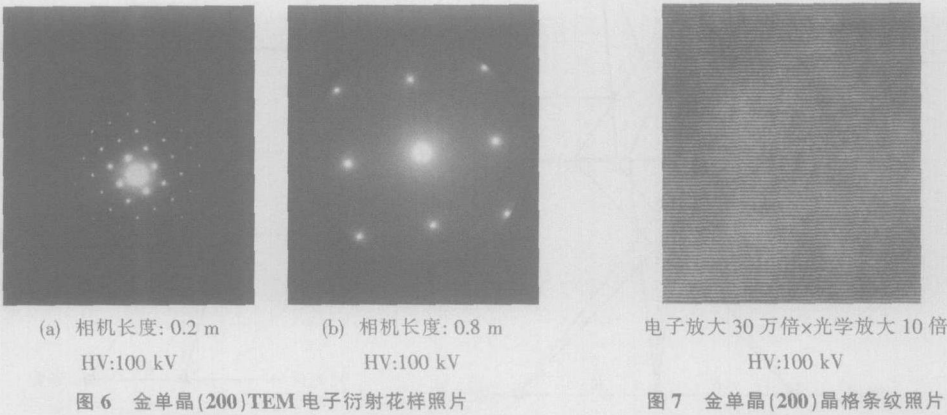
$$d_{\max} = \frac{L\lambda}{R_{\min}} = \frac{\lambda}{\eta_d} \quad (12)$$

式中, R_{\min} 是 TEM 电子衍射像 (或照相底片) 上可分辨的第一级衍射斑到中心透射斑 (即零级衍射斑) 的最小距离; d_{\max} 是 TEM 可分辨的最大晶面间距, 即电子衍射分辨率; λ 是入射电子束的电子波长.

由此可见, 若分辨率指数愈小, 则 TEM 中电子衍射分辨率的 d 值愈大, 即电子衍射分辨率愈高.

4 实验分析及结论

图 6和图 7给出了一组在日立 H - 600TEM 上实验拍摄的金单晶 (200) 的电子衍射花样照片和晶格条纹照片.



实验所用标样金单晶 (200) 的晶格间距为 0. 204 nm, 入射电子束的加速电压为 100 KV, 其考虑相对论效应修正后的电子波长计算如下

$$\lambda = \frac{1.226}{\sqrt{U_r}}(\text{nm}) \tag{13}$$

式中, U_r 为入射电子的加速电压的相对论修正电压.

$U_r = U_0(1 + 0.978 \times 10^{-6} U_0) = 100 \times 10^3 (1 + 0.978 \times 10^{-6} \times 100 \times 10^3) = 109.78 \times 10^3 \text{ V}$
将电压值代入式 (13) 得电子波长 $\lambda = 3.7 \times 10^{-9} \text{ mm}$

从图 6(a) 上测量出 (200) 晶面的第 1 级衍射斑的衍射半径 $R = 3.7 \text{ mm}$, 依据式 (10) 计算得相机长度为: $L = 204 \text{ mm}$, 上述测试结果与仪器标称相机长度 0.2 m 的误差为 $\delta = \frac{204 - 0.2 \times 10^3}{0.2 \times 10^3} = 2 \%$.

从图 6(b) 上测量出 (200) 晶面的第 1 级衍射斑的衍射半径 $R = 14.9 \text{ mm}$, 依据式 (10) 计算得相机长度为: $L = 821.51 \text{ mm}$, 上述测试结果与仪器标称相机长度 0.8 m 的误差为 $\delta = \frac{821.51 - 0.8 \times 10^3}{0.8 \times 10^3} = 2.7 \%$.

以上分析表明, TEM 中的电子衍射与简单电子衍射仪中的电子衍射都是在物镜的后焦面上形成电子衍射花样, 这是两者的共同之处. 但 TEM 中电子衍射的终像是物镜后焦面上形成的电子衍射花样, 又经中间镜和投影镜进行了二级放大. 因而, 两者间电子衍射的相机长度也有所不同.

[参考文献] (References)

[1] 朱宜, 张存圭. 电子显微镜的原理和使用 [M]. 北京: 北京大学出版社, 1983
ZHU Y i; ZHANG Cungi. Principles & Application of Electron Microscopy [M]. Beijing Peking University Press 1983 (in Chinese)
[2] 邵健中. 电子离子光学仪器原理 [M]. 杭州: 浙江大学出版社, 1988
SHAO Jianzhong. Principles of Electron and Ion Optical Instrument [M]. Hangzhou Zhejiang University Press 1988 (in Chinese)
[3] 洪班德, 崔约贤. 材料电子显微分析实验技术 [M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1990
HONG Bandē CUI Y uexian. Electron Microscopy Technique of Materials [M]. Harbin Harbin Institute of Technology Press 1990 (in Chinese)

[责任编辑: 丁蓉]