

实验三 透射电子显微分析

一、实验目的

1. 了解透射电子显微镜的结构和工作原理
2. 了解透射电子显微镜样品制备的方法。
3. 了解透射电镜的分析方法。

二、实验原理

透射电子显微镜是以波长极短的电子束作为照明源，用电磁透镜聚焦成像的一种高分辨本领、高放大倍数的电子光学仪器。

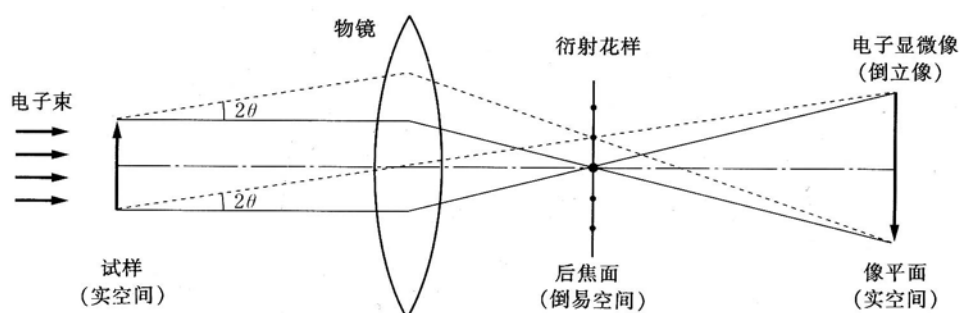


图 1 利用光学透镜表示电子显微像成像过程的光路图

三、实验仪器设备及流程

本实验用仪器为日本电子公司生产的 JEM-2010 UHRTEM 高分辨电镜。仪器性能指标：加速电压 200KV，线分辨率 1.43Å，点分辨率 1.9Å。它由电子光学系统、电源与控制系统及真空系统三部分组成。电子光学系统是透射电子显微镜的核心，它分为三部分，照明系统、成像系统和观察记录系统。

(1) 照明系统

照明系统由电子枪、聚光镜和相应的平移对中、倾斜调节装置组成。其作用是提供一束亮度高、照明孔径角小、平行度好、束流稳定的照明源。

电子枪是透射电子显微镜的电子源，常用的是热阴极三极电子枪。本机用的是六硼化镧电子枪。

聚光镜用来会聚电子枪射出的电子束，以最小的损失照明样品，调节照明强度、孔径角、和束斑大小。一般采用双聚光镜系统

(2) 成像系统

成像系统主要是由物镜、中间镜和投影镜组成。

物镜是用来形成第一幅高分辨率电子显微图像或电子衍射花样的透镜。透射电子显微镜分辨本领的高低主要取决于物镜。物镜的分辨本领主要决定于极靴的形状和加工精度。物镜的后焦面上安放的是物镜光阑。

中间镜是一个弱激磁的长焦距变倍透镜。如果把中间镜的物平面和物镜的像平面重合，则在荧光屏上得到一幅放大像，这就是电子成像操作；如果把中间镜的物平面和物镜的后焦面重合，则在荧光屏上得到一幅电子衍射花样，这就是电子衍射操作。

投影镜的作用是把经中间镜放大(或缩小)的像(或电子衍射花样)进一步放大，并投影到荧光屏上。

目前，高性能的透射电子显微镜大都采用5级透镜放大，即中间镜和投影镜有两级，分第一中间镜和第二中间镜，第一投影镜和第二投影镜。

(3) 观察记录系统

观察和记录装置包括荧光屏、照相机构和计算机。

2、透射电镜的主要部件

(1) 样品平移与倾斜装置(样品台)

(2) 电子束倾斜与平移装置

(3) 光阑：1、聚光镜光阑。2、物镜光阑。3、选区光阑。

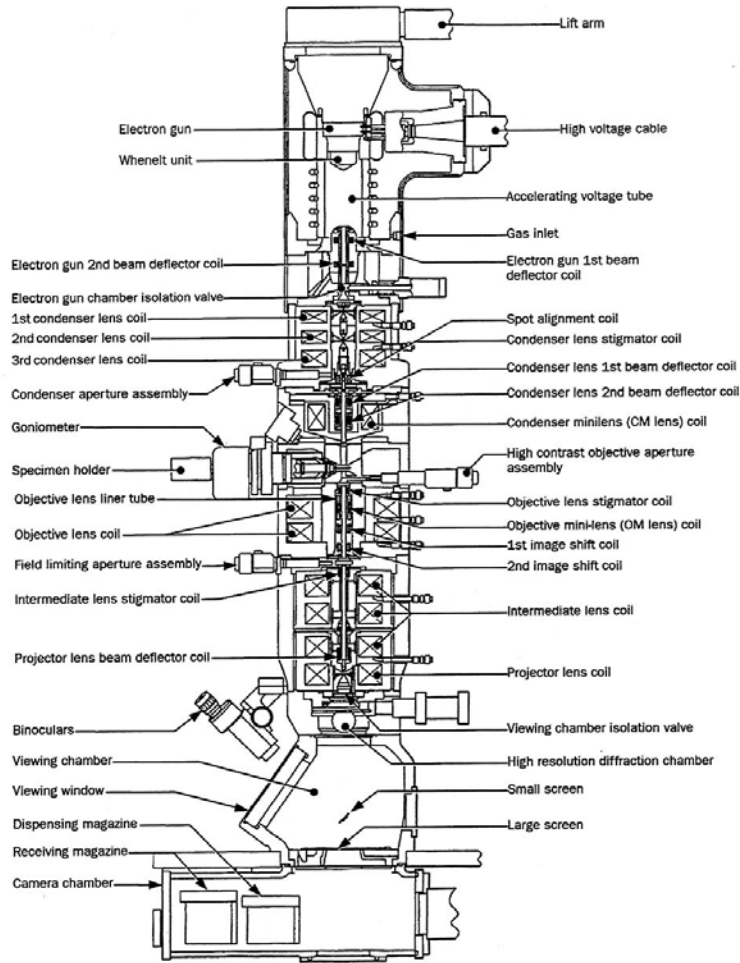


图 2 JEM-2010 透射电镜剖面图

3、透射电镜的成像衬度

透射电镜的成像衬度分为质厚衬度、衍射衬度和相位衬度。

质厚衬度是由于非晶试样中各部分厚度和密度差别导致对入射电子的散射程度不同而形成的衬度。

衍射衬度是基于晶体薄膜内各部分满足衍射条件的不同而形成的衬度。根据衍射衬度原理形成的电子图像称为衍衬像。在实验中，既可以选择特定的像区进行电子衍射(选区电子衍射)，也可以选择一定的衍射束成像,称为选择衍射成像。选择单光束用于晶体的衍衬像，选择多光束用于晶体的晶格像。若物镜光阑套住其后焦面的中心透射斑，形成的电子图像称为明场像(BF)，若物镜光阑套住其后焦面的某一衍射斑,形成的电子图像称为暗场像(DF)。

相位衬度: 衍射束和透射束或衍射束和衍射束由于物质的传递引起的波的相位的差别而形成的衬度。

入射电子波照射到极薄试样上后，入射电子受到试样原子散射，分为透射波和散射波两

部分，它们之间相位差为 $\pi/2$ 。如果物镜没有像差，且处于正焦状态，透射波与散射波相干结果产生的合成波振幅相同或相接近，强度差很小，所以不能形成像衬度。如果引入附加的相位差，使散射波改变 $\pi/2$ 位相，那么，透射波与合成波的振幅就有较大差别从而产生衬度，这种衬度称为相位衬度。常用方法是利用物镜的球差和散焦。在加速电压、物镜光阑和球差一定时，适当选择散焦量使这两种效应引起的附加相位变化是 $(2n-1)\pi/2$, $n=0, 1, 2, \dots$ ，就可以使相位差变成强度差，从而使相位衬度得以显示出来。

高分辨电子显微像是相位衬度的一种，相位衬度还包括波纹像、费涅尔条纹、层错条纹等。高分辨电子显微像种类包括一维条纹像、二维晶格像、一维结构像、二维结构像和原子像等。钛酸钠铋的高分辨显微像如图 3 所示。

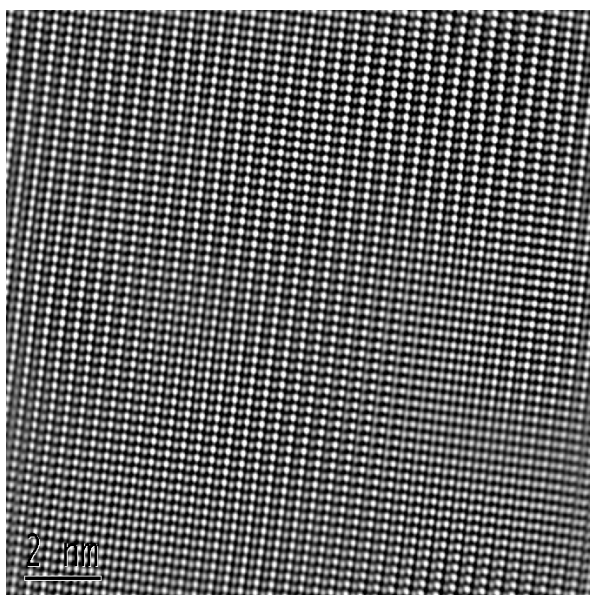


图 3. 钛酸钠铋的高分辨显微像

4、电子衍射方法

- (1) 选区电子衍射：选择特定像区的各级衍射束成谱。选区是通过置于物镜像平面的选区光阑来进行的。
- (2) 微束电子衍射：是利用经聚光镜系统会聚的、很细的电子束对试样进行衍射。电子束直径最小可达 50nm。
- (3) 高分辨电子衍射
- (4) 高分散性电子衍射(小角度电子衍射)：为了拉开大间距晶面衍射斑点或小角度衍射束斑点和透射斑点之间的距离，一便于分辨和分析。物镜关闭增大了有效相机长度

- (5) 会聚束电子衍射：是用会聚成一定会聚角的电子束对试样进行衍射会聚角由第二聚光镜光阑孔直径决定。会聚束经晶体试样衍射后成透射束的明场圆盘和衍射束的暗场圆盘，这些衍射盘中的强度分布细节极其对称性给出晶体结构的三维信息。

5、试样的制备方法

- (1) 粉碎方法
- (2) 电解减薄方法
- (3) 化学减薄方法
- (4) 化学减薄方法
- (5) 超薄切片方法
- (6) 离子减薄方法
- (7) 聚焦离子束方法
- (8) 真空蒸涂方法

四、实验操作步骤

自己选定两种方案的一种：

方案一：纳米材料表征

- 一、试样的准备：自己选定一种一维纳米材料，如碳纳米管、纳米线或纳米带。
- 二、透射电镜试样制备。自己选定以下的方法：
 1. 粉末法。自己设计工艺路线。所用设备：真空镀膜仪、真空干燥箱等。
 2. 切片法。自己包埋试样，然后进行切片。所用设备：超薄切片机、制刀机、冰箱、加热板和真空干燥箱等。
- 三、电镜观察。在指导老师的指导下，选择区域，获得高质量的高分辨电子显微像。所用设备：200kV 高分辨透射电镜。

方案二：晶体材料的物相分析

- 一、试样准备：自己选定一种固体结晶质材料，如方解石、石英、萤石、 SrTiO_3 、 BaTiO_3 等。
- 二、试样制备：机械磨薄和离子减薄。所用设备：离子减薄仪、 $\Phi 3\text{mm}$ 冲片器、磨片机、凹坑研磨机和加热板等。
- 三、用透射电子显微镜进行电子衍射，获得二到三张电子衍射图。所用设备：200kV 透

射电镜。

五、数据处理

- 1、衍射图谱分析。根据所得的电子衍射图，自己设计分析方案，编制计算机程序，确定物相结构。
- 2、高分辨电子显微像分析：从图像上测定晶面间距，根据 JCPDS 卡片确定晶面指数，然后确定图像的方向；如果图像能观察到晶体缺陷，简单指出缺陷的类型、晶体中的取向等信息，并对性能的影响加以讨论。

六、分析讨论题

1. TEM 的图像衬度有哪些？
2. TEM 有哪些分析功能？
3. 选区电子衍射的基本公式是什么？如何进行电子衍射图谱的标定？

(执笔人：施书哲)