

# 透射电子显微镜

西瓜<sup>\*</sup>, 杜老师<sup>†</sup>

北京大学 物理学院, 北京 100871

**【摘要】** 透射电子显微镜 (TEM) 是以波长极短的电子束作为照明源, 用电磁透镜将透射电子聚焦成像的一种具有高分辨率、高放大倍数的电子光学仪器。TEM 可以用于对材料的形貌、结构、成分进行原位分析。在材料、物理、化学、信息、生物、医学等领域有着广泛应用。本实验利用 Tecnai T20 透射电子显微镜, 在衍射模式下, 对硅单晶样品和铜多晶样品进行选区电子衍射 (SAED), 并对硅单晶的电子衍射谱进行标定; 在成像模式下, 观察硅晶体样品和碳非晶样品, 得到硅单晶样品的明场像和暗场像。

**【关键词】** 透射电子显微镜 (TEM)、选区电子衍射 (SAED)、衍射衬度像

## transmission electron microscope

Xisense, Prof. Du

Physics Institute, Peking University, Beijing 100871, China

**Abstract:** Transmission electron microscope (TEM) is an electron optical instrument with high resolution and magnification, which uses an extremely short wavelength electron beam as the illumination source and an electromagnetic lens to focus the transmitted electrons for imaging. TEM can be used for in-situ analysis of the morphology, structure, and composition of materials. It has a wide range of applications in materials, physics, chemistry, information, biology, medicine and other fields. In this experiment, Tecnai T20 transmission electron microscope was used to perform selected area electron diffraction (SAED) on silicon single crystal samples and copper polycrystalline samples in diffraction mode, and the electron diffraction spectra of silicon single crystals were calibrated; In imaging mode, observe the silicon crystal sample and carbon amorphous sample to obtain the bright field image and dark field image of the silicon single crystal sample.

**Key Words:** Transmission electron microscopy (TEM), selected area electron diffraction (SAED), diffraction contrast image

## 1 引言

电子显微镜是使用电子来获得物体的内部或表面信息的显微镜<sup>[1-2]</sup>。由于高速电子的德布罗意波长比可见光的波长短, 而显微镜的分辨率受其使用的波长的限制, 因此电子显微镜的理论分辨率 ( $0.1nm$ ) 远高于光学显微镜的分辨率 ( $200nm$ )。

1931 年, Knoll 和 Ruska 发明了世界上第一台 TEM<sup>[3]</sup>, 发展至今已经可以实现  $0.1 \sim 0.2nm$  的空间分辨率和百万倍的放大倍率。

TEM 以波长极短的电子束作为照明源, 用电磁透镜将透射电子聚焦成像。在放大倍数较低的时候, TEM 成像的对比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。通过使用不同的模式, 可以利用物质的化学特性、晶体

\*email: xisense\_wyx@stu.pku.edu.cn

方向、电子结构、样品造成的电子相移以及对电子的吸收实现对样品成像。目前，TEM在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。<sup>[4]</sup>

本实验利用 Tecnai T20 透射电子显微镜，在衍射模式下，对硅单晶样品和铜多晶样品进行选区电子衍射，并对硅单晶的电子衍射谱进行标定；在成像模式下，观察硅晶体样品和碳非晶样品，得到硅单晶样品的明场像和暗场像。实验旨在掌握使用 TEM 进行选区电子衍射、获得明场像和暗场像的操作，学会标定单晶电子衍射谱。通过对样品电子衍射谱的观察，理解电子衍射花样形成的原理；通过改变物镜光阑大小，了解物镜光阑对成像衬度的影响。

## 2 TEM 结构

透射电子显微镜主要由电子光学系统、真空系统和电源与控制系统三大部分组成。<sup>[5]</sup>

### 2.1 电子光学系统

根据功能不同，可以将电子光学系统分为照明系统、样品室、成像系统和图像观察与记录系统。

#### 2.1.1 照明系统

TEM 的照明系统由电子枪、聚光镜和相应的平移对中及倾斜调节装置组成，它的作用是提供一束亮度高、相干性好和束流稳定的照明源。

##### (a) 电子枪

电子枪是透射电子显微镜的光源，要求发射的电子束亮度高、电子束斑的尺寸小，发射稳定度高。

电子枪可以分为热电子发射型和场发射型两种类型。

热电子发射型电子枪由阴极、阳极和栅极组成。阴极和阳极之间加有高电压，高电压使电子加速射出，形成定向高速电子流。在阴极和阳极之间有一栅极，对电子有排斥作用，通过改变它的电位来控制电子束流和束斑的大小。

场发射型电子枪包括热场发射和冷场发射两种类型。在金属表面加一个强电场，金属表面的势垒就变小，金属内部的电子可以从金属表面隧穿出来，这种现象称为场发射。

冷场发射不需要热能，有非常好的能量分辨率。但是，冷场发射是在室温下进行的，发射极上会吸附分子而产生发射噪声，使发射电流逐渐降低。必须定期进行除去吸附分子层的闪光处理，即在发射极尖端上瞬时通过大电流，除去尖端表面吸附分子层。

热场发射是在施加强电场的状态下，将发射极加热到比热电子发射低的温度(1600~1800K)。由于电场的作用，电子越过变低的势垒发射出来，称为肖特基效应。由于加热，电子的能量发散比冷场发射稍增大，但发射不产生离子吸附，发射噪声大大降低，而且不需要闪光处理，可以得到稳定的发射电流。

##### (b) 聚光镜

TEM 的聚光镜、物镜、中间镜和投影镜均是“电磁透镜”。

聚光镜的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。现在的 TEM 在原双聚光镜系统中再增加一个小聚光镜，并利用物镜的前置磁场来获得不同的照明条件，比如电子衍射或能谱模式等。

为了消除聚光镜的像散，在第二聚光镜下方装有电磁式消像散器。另外，为了能够方便地调整电子束的照明位置，在聚光镜与样品之间设有一个电子束对中装置，实施电子束平移、倾斜的调整以及电子束扫描，它们是通过电磁偏转线圈来实现调节的。

#### 2.1.2 样品室

样品室用于承载样品杆和样品，使样品能够做平移、倾斜及旋转，以便于选择感兴趣的样品区域或位向进行观察。样品室内还可以安装具有加热、冷却或拉伸等功能的侧插式原位样品杆，满足相变、形变等过程的原位动态观察。样品室有一气锁装置，以便在更换样品时，仍然能保证镜筒的高真空状态。

### 2.1.3 成像系统

成像系统由物镜、中间镜和投影镜组成。TEM 分辨本领的高低，主要取决于物镜的优劣。

物镜是一个强激励短焦距的透镜，它的放大倍数较高，一般为 100~300 倍。在物镜后焦面上有多孔可动的物镜光阑，用于降低球差和提高图像衬度；在物镜极靴附近装有一组电磁消像散器，减小物镜的像散；物镜像平面处有多孔选区光阑，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。

中间镜和投影镜将来自物镜给出的样品形貌像或是衍射花样进行分级放大并投射到荧光屏或相机上。通过成像系统透镜的不同组合可以使 TEM 从 50 倍左右的低倍到一百万倍以上的高倍的放大倍率内变化。

### 2.1.4 图像观察与记录系统

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。通过观察窗，我们能够观察到荧光屏上呈现的电子显微像和电子衍射花样。观察室外备有 10 倍的双目光学显微镜，用于对图像和衍射花样的聚焦。竖起荧光屏，观察到的图像和衍射花样就被记录在荧光屏下方的照相底片或相机上。

## 2.2 真空系统

真空系统用于保证电子的稳定发射和在镜筒内不与空气分子碰撞而改变电子原有的轨迹，同时保证高压稳定性和防止样品污染。

## 2.3 电源与控制系统

电源系统主要是为透射电子显微镜提供稳定的加速电压和电磁透镜电流。

控制系统主要包括透射电子显微镜的计算机控制和分析数据的计算机处理。

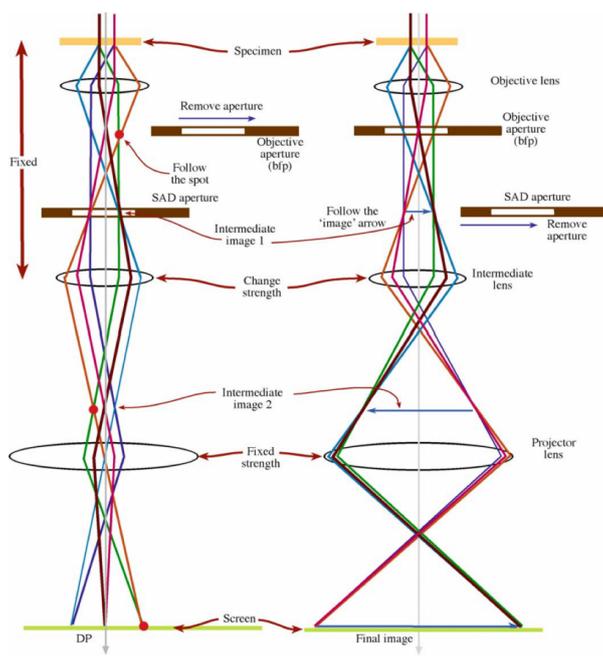


图 1 TEM 内部光路示意图 (左图为获得选区电子衍射谱的光路，右图为获得衍射衬度像的光路)

## 3 TEM 工作原理

电子枪发射的电子束在阳极加速电压作用下加速，经聚光镜会聚成平行电子束照射到样品上。由于样品各微区厚度、原子序数或晶体结构及取向的不同，穿过样品的电子束强度产生差别，这些穿过样品的电子束携带样品本身的结构信息，经物镜、中间镜、投影镜接力聚焦放大，以图像或衍射花样的形式显示于荧光屏上。

如图1，TEM 主要有两种工作模式。衍射模式下，在物镜像平面插入选区光阑，选择样品感兴趣的区域，此时令投影镜后焦面位于荧光屏，我们可以获得选区电子衍射谱。成像模式下，令投影镜像平面位于荧光屏，我们可以获得普通形貌像；若在衍射模式下，在物镜后焦面插入物镜光阑，分别选择零级衍射斑或非零级衍射斑，再切换至成像模式，我们可以分别获得对应的衍射衬度像，即明场像和暗场像。

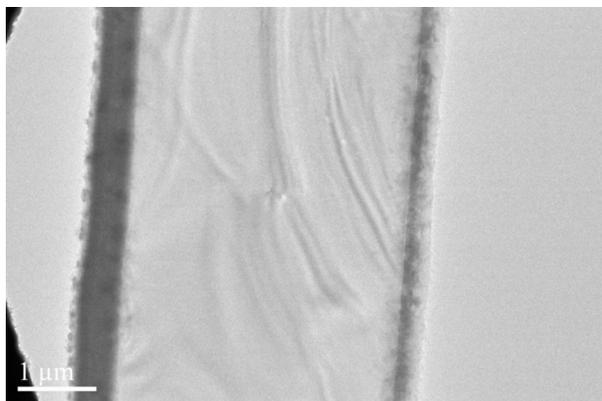
## 4 实验

### 4.1 实验装置

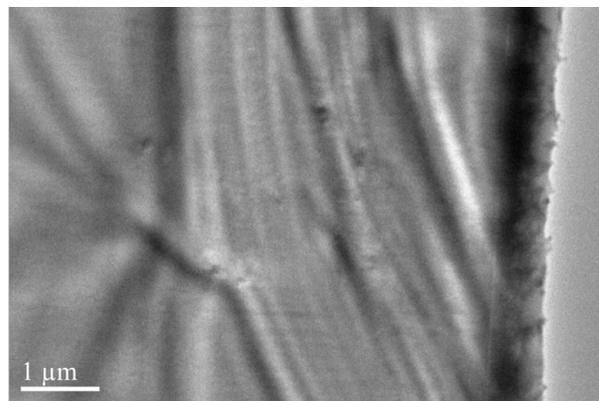
本实验使用 Tecnai T20 透射电子显微镜。其具体结构见图1。其中，电子枪为热电子发射型电子枪。阴极为 LaB6 灯丝。工作电压为 80/120/200keV。

### 4.2 实验步骤

- 检查电镜状态：确认 Gun 低于 20Log，Column 低于 22Log，Camera 低于 30Log；确保高压按钮“High Tension”为黄色，右侧显示 200keV。样品杆位置接近 0。
- 冷阱中加满液氮，并安装样品，插入样品杆。
- 样品观察：确认 Column 示数为 6□22。点击 Col.Valves Colsed 按钮，使其变为灰色。此时荧光屏上可以看到光斑。若光斑不圆，则对聚光镜调像散。
- 将电子束聚焦到样品表面：找到样品位置，调节样品高度，使图像在荧光屏上衬度最低；再调节 Focus，细调聚焦，使图像衬度最低。若非晶的衍射图样不是圆形，则对物镜调节像散。
- 获得形貌图像：选择样品感兴趣的区域，选择合适的放大倍数，将光斑散开至满屏，调节 Focus，使图像衬度最弱，抬起荧光屏，拍摄图像。
- 进行选区电子衍射：首先获得清晰形貌像，将感兴趣的区域移动到荧光屏中心；将光斑调节到最小，切换至 Diffraction 模式，调节样品角度，使得荧光屏上光斑对称；切换至成像模式，插入选区光阑，调节光阑位置，使光斑在刚才的荧光屏中心位置；切换至 Diffraction 模式，调节 Intensity 和 Focus，使衍射光斑为边缘锐利的圆形，且亮度适中；抬起荧光屏，拍摄选区电子衍射花样。
- 获得明场像和暗场像：撤去选区光阑，插入物镜光阑，调节光阑位置，使得只有 0 级衍射斑透过，对应明场像；或某个非零级衍射斑透过，对应暗场像；切换至成像模式，将光斑散开至满屏，调节 Focus，使图像衬度最低；抬起荧光屏，拍摄明场像和暗场像。



(a) 低倍镜下的样品衬度图



(b) 高倍镜下的样品衬度图

图 2 样品形貌像

## 5 结果及讨论

### 5.1 样品的简单形貌像观察

在成像模式下，不加选区衍射光阑和物镜光阑，可以得到样品的简单形貌像如图2。

形貌像可以分为4个部分，从左至右依次是单晶硅、多晶铜、无定形碳和真空，图像亮度从高到低排序为真空、无定形碳、单晶硅和多晶铜。根据形貌像衬度产生原理，图像亮度与样品厚度和材料原子序数反相关。结合材料原子序数(C: 6, Si: 14, Cu: 29)，若认为样品厚度均匀，则图像亮度与材料原子序数的关系与预期一致。

在低倍形貌像中，可以看到，单晶硅部分表面不平整，存在褶皱。

在高倍形貌像中，可以看到样品的更多细节，在硅和铜的交界处，存在亮度介于硅和铜的区域，可能是由于硅与铜之间的扩散作用，或是较薄的铜薄膜覆盖在硅上；在铜和碳的交接处，同样存在这种区域。同时，可以看到，无定形碳表面并不光滑，存在很多小突起。

### 5.2 单晶硅的电子衍射花样标定

在成像模式下，将选区光阑调节至样品感兴趣的位置，切换至衍射模式，可以得到样品的选区电子衍射花样。单晶硅的选取电子衍射花样如图3：

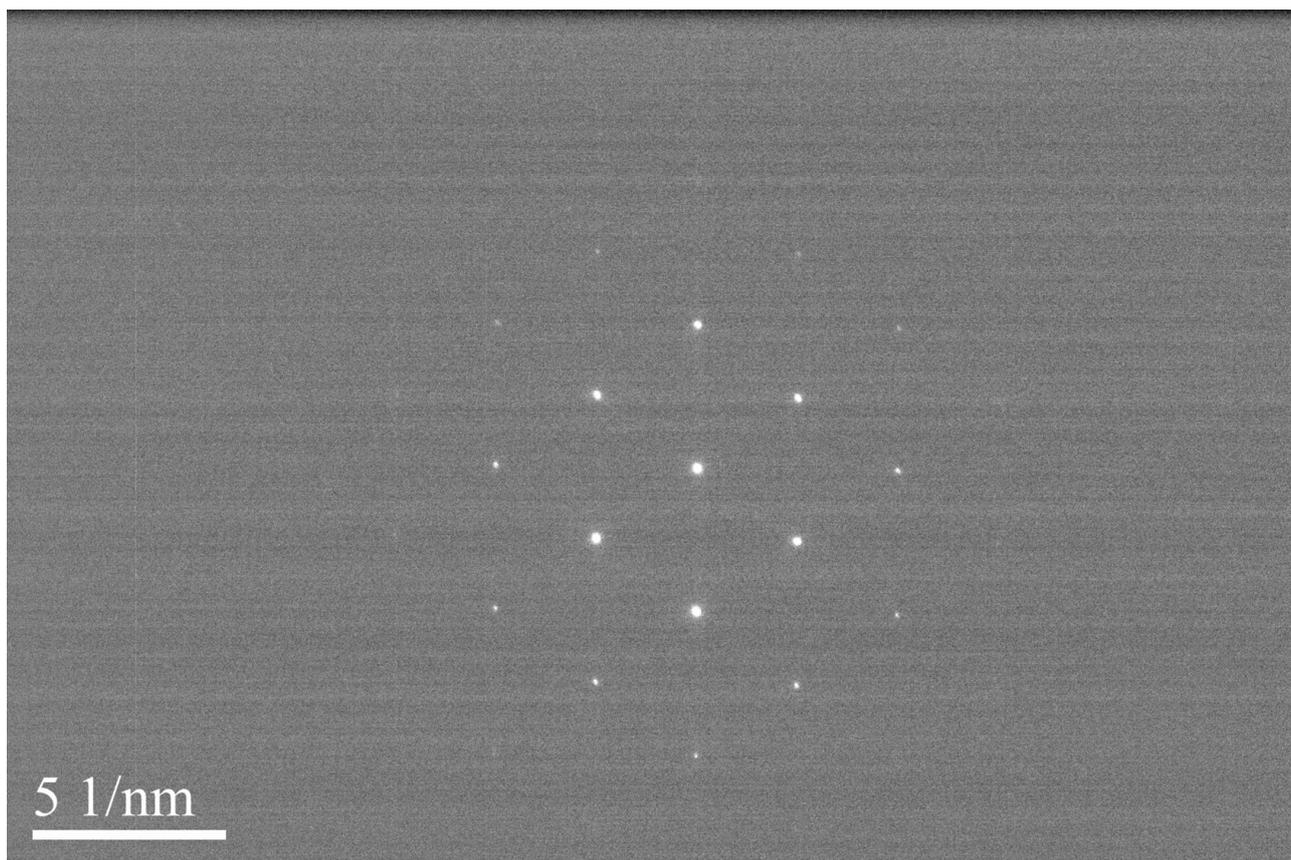


图3 单晶硅选区电子衍射花样

利用软件 Digital Micrograph 对单晶硅的 SAED 花样标定，结果如图4。

可以看到，实验得到的单晶硅 SAED 花样和金刚石结构的标准花样相同，因此，晶体硅的结构为金刚石结构。



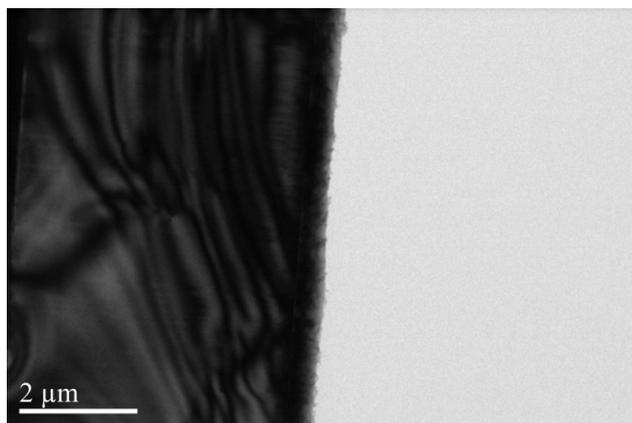
表 2 利用各衍射点数据得到的晶胞参数

衍射点	晶面	晶面间距/nm	晶胞参数/nm
1	$\bar{1}\bar{1}1$	0.3204	0.5549
2	$1\bar{1}1$	0.3226	0.5588
3	200	0.2706	0.5412
4	$11\bar{1}$	0.3104	0.5376
5	$\bar{1}\bar{1}1$	0.3054	0.5290
6	$\bar{2}00$	0.2704	0.5408
平均值			0.5437

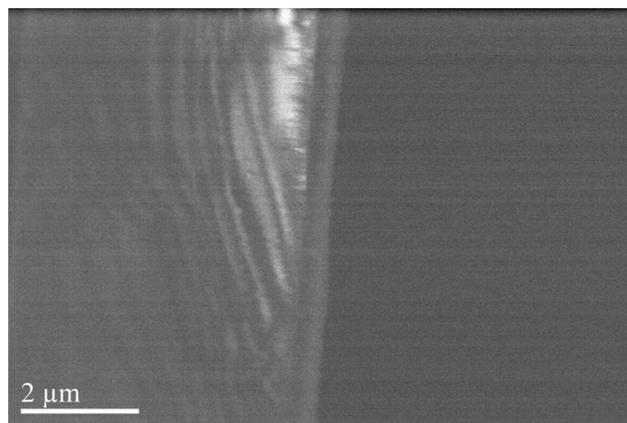
300K 时, 晶体硅的晶胞参数  $a = 0.543\text{nm}$ , 与实验值  $a = 0.5437\text{nm}$  几乎没有偏差。可见, TEM 可以对很小的区域内的样品进行选区电子衍射, 并给出相对精确的衍射结果。相比之下, 一般的 X 射线衍射需要尺寸大、均匀性好。从这一方面可以看出电子衍射技术的优势。

### 5.3 单晶硅的衍射衬度像

在衍射模式下, 将物镜光阑调节至透射斑 (对应明场像) 或各级衍射斑 (对应暗场像), 切换至成像模式, 可以得到样品的衍射衬度像。样品衍射衬度像如图 5



(a) 样品的明场像



(a) 样品的暗场像

图 5 样品的明场像和暗场像

根据明场像原理, 明场像的亮度反映了样品中各部分透射电子成分。对比明场像和简单形貌像图 2, 可以看到, 单晶硅部分明显变暗, 多晶铜部分整体变暗、亮暗相间, 非晶碳部分亮度略微变暗。这是由于电子束经过单晶硅时, 基本都满足布拉格条件, 发生衍射, 因此透射束中硅的贡献很少, 导致明场像很暗; 电子束经过多晶铜时, 部分满足布拉格条件, 这部分的明场像变暗, 而其他部分不满足布拉格条件, 这部分的明场像亮度不变, 因此多晶铜的明场像亮暗相间; 电子束经过非晶碳基本不发生衍射, 因此非晶碳的明场像亮度理论上应该基本不变, 实验中亮度变暗是因为调节了电子束强度。

选择图 4 中的衍射点 1 得到图 5 中的暗场像, 该暗场像反映了样品中各部分对晶面  $[\bar{1}\bar{1}1]$  衍射的成分。图中较亮的区域即为满足对晶面  $[\bar{1}\bar{1}1]$  的布拉格条件的区域。

## 6 结论

本次实验,我们利用 Tecnai T20 透射电子显微镜,对单晶硅、多晶铜、非晶碳样品进行了形貌观察,验证了形貌像亮度与材料原子序数的反相关关系。

我们对单晶硅进行了选区电子衍射,并对得到的衍射花样进行标定,通过与标准衍射花样对比,我们证明了单晶硅的晶体结构为金刚石结构,并计算得到了晶胞参数  $a = 0.5437\text{nm}$ ,与 300K 下的标准值相差 0.1%。验证了电子衍射方法在晶体学的优势。

通过拍摄单晶硅的明场像和暗场像,我们实现了对样品中各位置对透射或某一衍射成分贡献的成像。

## 致谢

感谢杜进隆老师耐心专业的指导。

感谢秦梓博同学的积极协助。

## 参考文献

- [1] RUSKA E. The development of the electron microscope and of electron microscopy[J]. Reviews of modern physics, 1987, 59(3): 627.
- [2] WILLIAMS D B, CARTER C B, WILLIAMS D B, et al. The transmission electron microscope[M]. Springer, 1996.
- [3] RUSKA E. The development of the electron microscope and of electron microscopy[J]. EMSA Bulletin, 1988, 18(2): 53-61.
- [4] GOODHEW P J, HUMPHREYS J. Electron microscopy and analysis[M]. CRC press, 2000.
- [5] 高鹏、马秀梅、杜进隆. 电镜室近代物理实验 TEM 讲义 202308[J]. pec.pku.

## 附录 A: 思考题

### 1. 选区电子衍射中选区是如何确定的?

在成像模式下,不插入选区光阑,调焦,使得形貌像衬度最小,此时电子束聚焦在样品表面;将感兴趣的区域移动至荧光屏中心,方便定位选区位置;插入选区光阑,移动光阑,使得光斑位于刚才的中心位置,此时透射电子束来自选区位置;再切换到衍射模式,即可获得选区电子衍射谱。

### 2. 一幅电子衍射花样可以给我们提供哪些晶体学信息?

首先通过衍射花样的形状(点、环、大光斑)可以判断出样品是单晶、多晶或非晶;其次,对于晶体,通过与标准衍射花样对比,可以得到样品的晶体结构;最后,测量各衍射点位置,可以得到各衍射点对应的晶面、晶面间距,从而得到晶体的晶胞参数,测量个衍射点强度,可以得到各晶面衍射的成分大小。

### 3. 衍射衬度像的主要应用有哪些?

实际晶体中存在缺陷,缺陷处晶面与电子束相对方向发生了变化,有缺陷区域和无缺陷区域满足布拉格条件的程度不一样,从而产生了衬度。通过衍射衬度像,可以判断晶体内的缺陷。对于基本上为完整晶体,但存在一定程度上的厚薄不均匀性或微小的取向变化的样品,衍射衬度像将出现等厚条纹或等倾条纹;对于含有缺陷的样品,衍射衬度像将反映缺陷的类型和性质。

### 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?

在第 3 部分中,我们解释了形貌观察和电子衍射分析两大功能的原理。通过改变各电磁透镜上电流大小,可以改变透镜焦距,从而,使投影镜后焦面位于荧光屏,对应电子衍射分析功能;使投影镜像平面位于荧光屏,对应形貌观察功能。

## 附录 B: GMS 软件的使用

本文使用的 GMS 软件来自<https://blog.sciencenet.cn/blog-3410545-1171428.html>的安装包分享。在这里对其表示感谢。