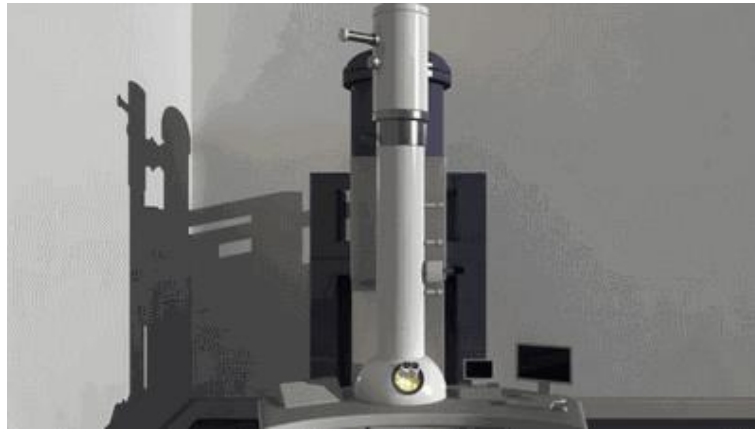
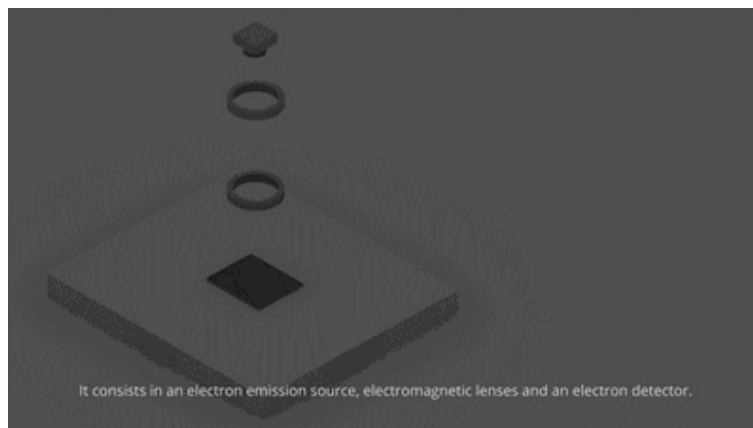


透射电子显微镜（TEM）

透射电镜是把经加速和聚焦的电子束投射到非常薄的样件上，**电子与样品中的原子碰撞，而改变方向，从而产生立体角散射**。散射角的大小与样品的密度、厚度相关，因此，可以形成明暗不同的影像，影像将在放大、聚焦后在成像器件上显示出来。

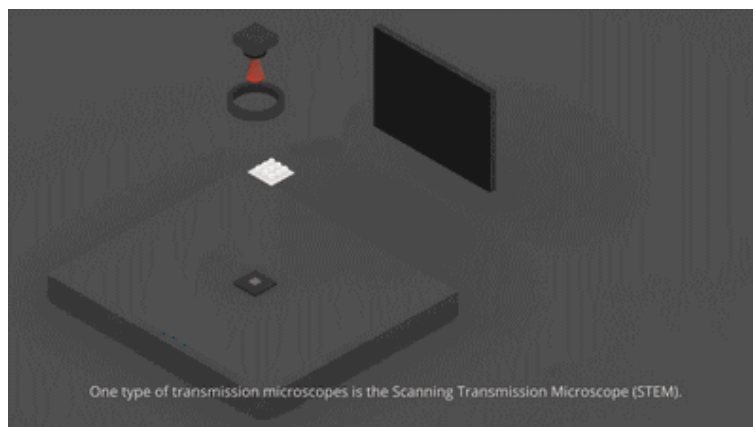


TEM 工作图



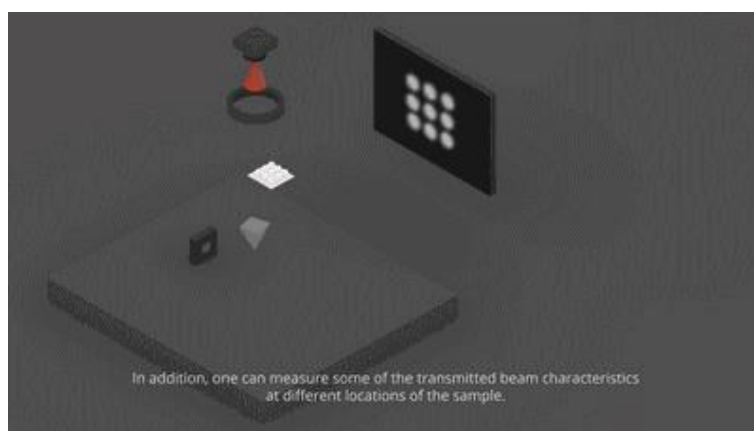
TEM 成像过程

STEM 成像不同于平行电子束的 TEM，它是利用**聚集的电子束在样品上扫描来完成的**，与 SEM 不同之处在于探测器置于试样下方，探测器接收透射电子束流或弹性散射电子束流，经放大后在荧光屏上显示出明场像和暗场像。



STEM 分析图

入射电子束照射试样表面发生弹性散射，一部分电子所损失能量值是样品中某个元素的特征值，由此获得能量损失谱（EELS），利用 EELS 可以对薄试样微区元素组成、化学键及电子结构等进行分析。

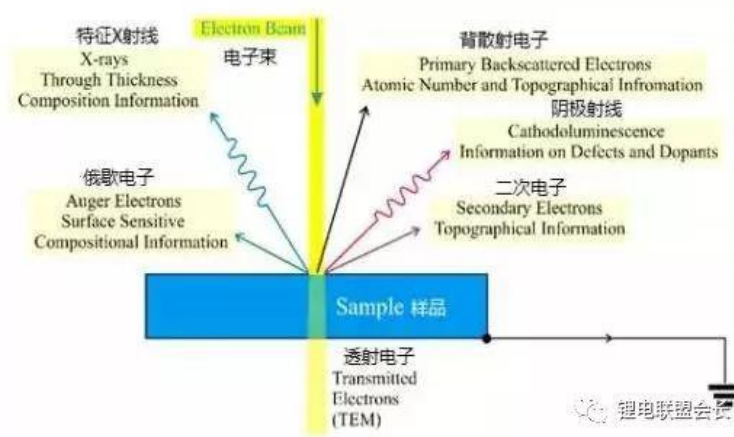


EELS 原理图

1 背景知识

在光学显微镜下无法看清小于 0.2 微米的细微结构，这些结构称为亚显微结构或超细结构。要想看清这些结构，就必须选择波长更短的光源，以提高显微镜的分辨率。1932 年 Ruska 发明了以电子束为光源的透射电子显微镜，电子束的波长比可见光和紫外光短得多，并且电子束的波长与发射电子束的电压平方根成反比，也就是说电压越高波长越短。目前 TEM 分辨力可达 0.2 纳米。

▽ 电子束与样品之间的相互作用图



透射的电子束包含有电子强度、相位以及周期性的信息，这些信息将被用于成像。

2TEM 系统组件

TEM 系统由以下几部分组成：

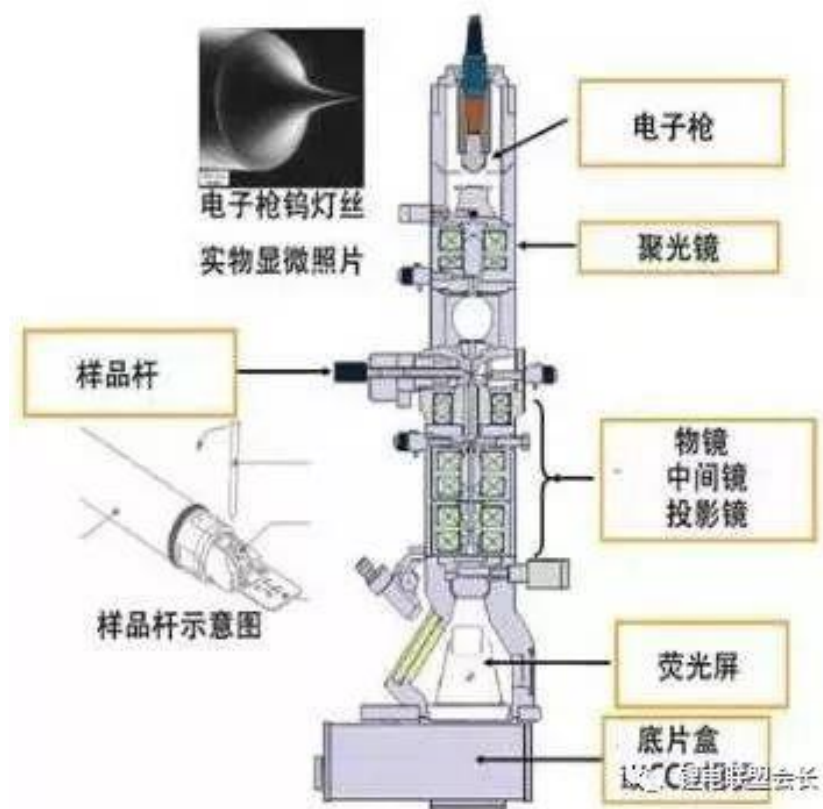
1 **电子枪：**发射电子。由阴极，栅极和阳极组成。阴极管发射的电子通过栅极上的小孔形成射线束，经阳极电压加速后射向聚光镜，起到对电子束加速和加压的作用。

1 **聚光镜：**将电子束聚集得到平行光源。

1 **样品杆：**装载需观察的样品。

- 1 **物镜**：聚焦成像，一次放大。
- 1 **中间镜**：二次放大，并控制成像模式（图像模式或者电子衍射模式）。
- 1 **投影镜**：三次放大。
- 1 **荧光屏**：将电子信号转化为可见光，供操作者观察。
- 1 **CCD 相机**：电荷耦合元件，将光学影像转化为数字信号。

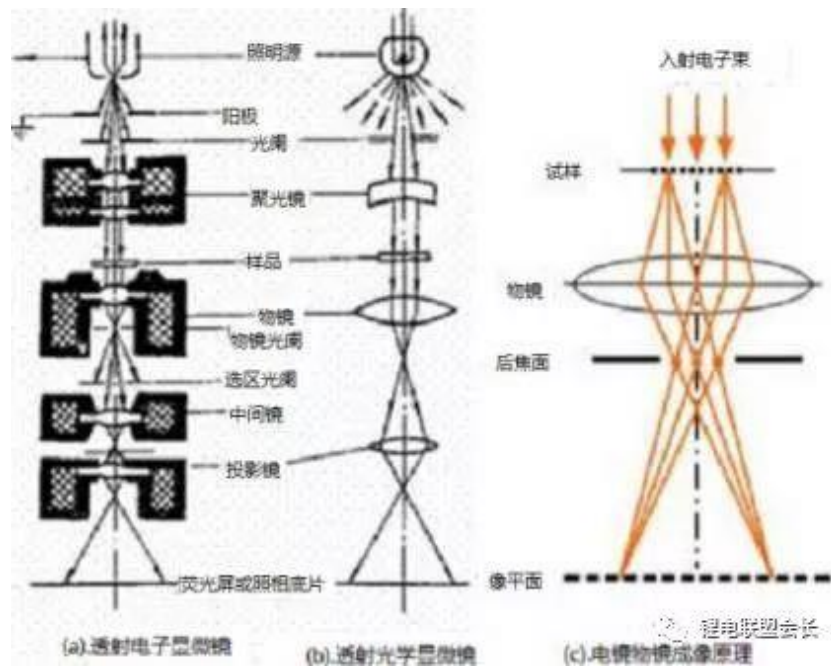
▽ 透射电镜基本构造示意图



3 原理

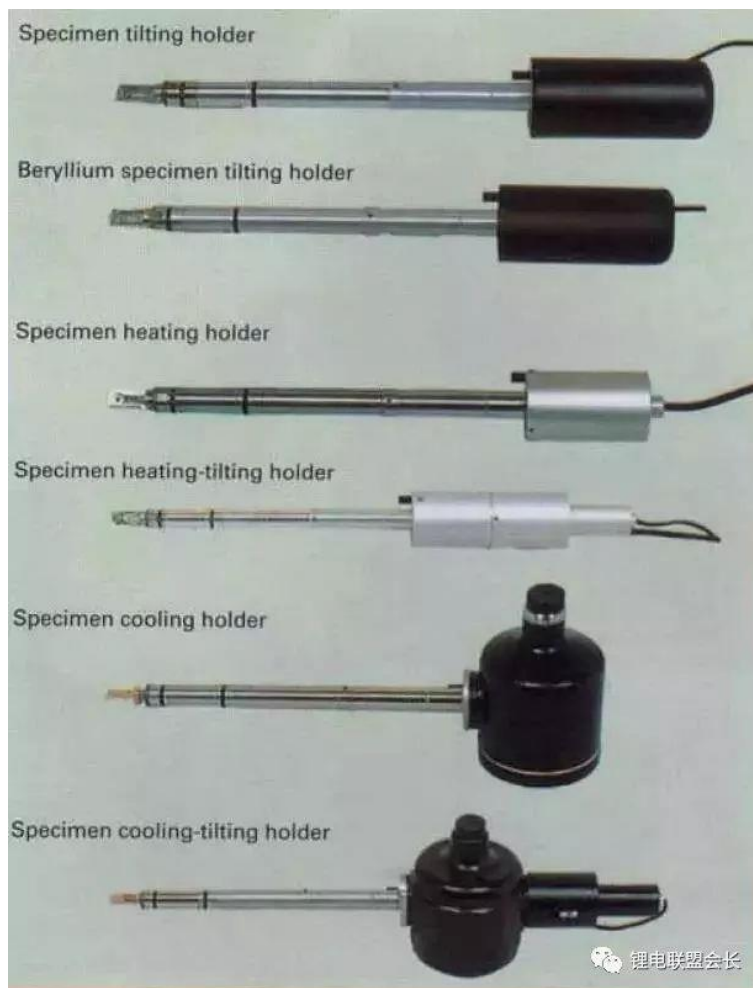
透射电镜和光学显微镜的各透镜及光路图基本一致，都是光源经过聚光镜会聚之后照到样品，光束透过样品后进入物镜，由物镜会聚成像，之后物镜所成的一次放大像在光镜中再由物镜二次放大后进入观察者的眼睛，而在电镜中则是由中间镜和投影镜再进行两次接力放大后最终在荧光屏上形成投影供观察者观察。电镜物镜成像光路图也和光学凸透镜放大光路图一致。

▽ 电镜和光镜光路图及电镜物镜成像原理

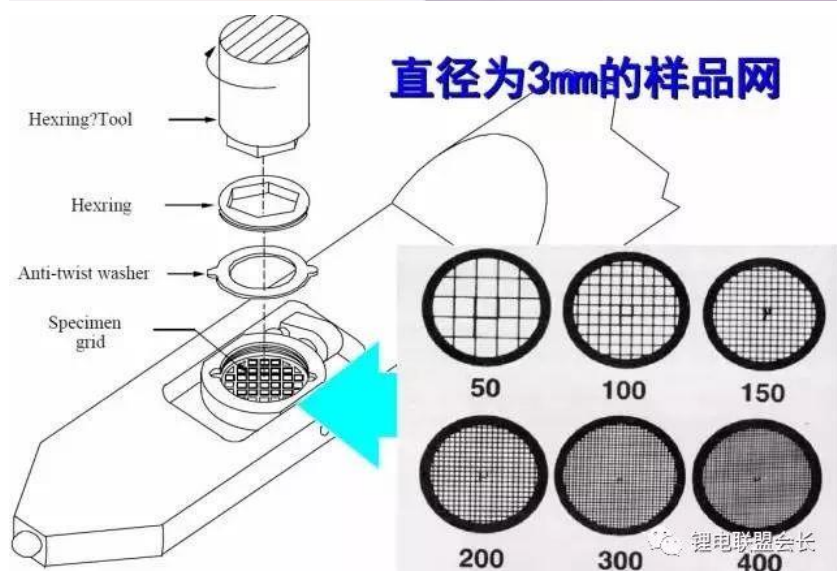


4 样品制备

1TEM 样品台



样品台的顶端



2 对样品的要求

1. 样品一般应为厚度小于 100nm 的固体。
 2. 感兴趣的区域与其它区域有反差。
 3. 样品在高真空中能保持稳定。
 4. 不含有水分或其它易挥发物，含有水分或其他易挥发物的试样应先烘干除去。
 5. 对磁性试样要预先去磁，以免观察时电子束受到磁场的影响。
- TEM 样品常放置在直径为 3mm 的 200 目样品网上，在样品网上常预先制作约 20nm 厚的支持膜。

3 纳米粉末样品的制备方法

1. 纳米颗粒都小于铜网的小孔，因此要先制备对电子束透明的支持膜。
2. 将支持膜放在铜网上，再把粉末放在膜上，送入电镜分析。
3. 粉末或颗粒样品制备的关键取决于能否使其均匀分散到支持膜上。
4. 用超声波分散器将需要观察的粉末在分散介质（不与粉末发生作用）中分散成悬浮液。

5. 用滴管滴几滴在覆盖有支持膜的电镜铜网上，待其干燥(或用滤纸吸干)后，即成为电镜观察用的粉末样品。
6. 微米粉末样品通过研磨转为纳米颗粒，如催化剂等。



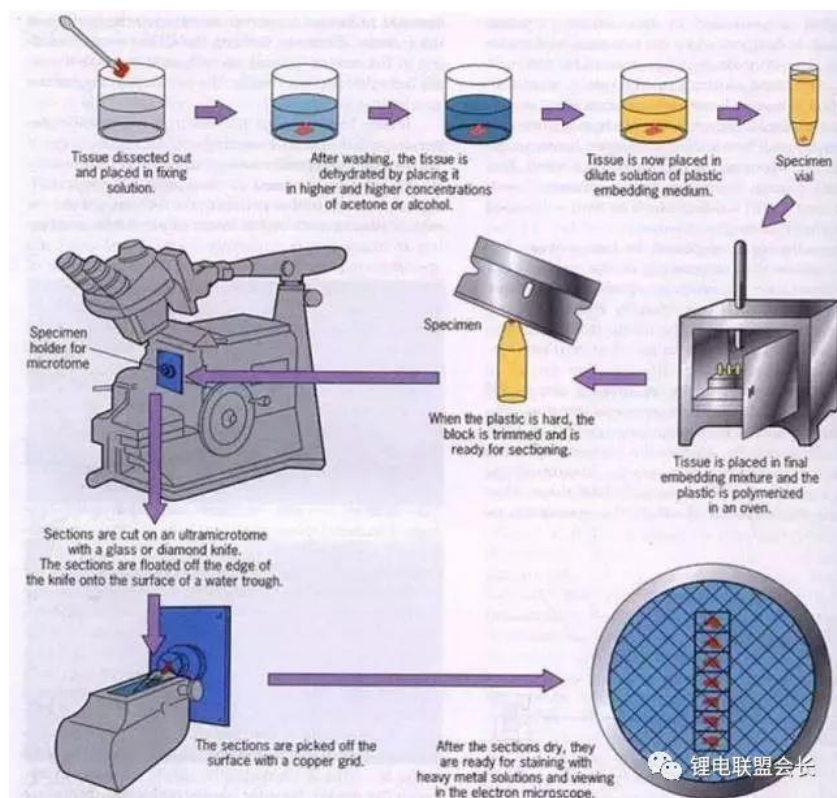
4 块状样品的制备方法

4.1 超薄切片法

超薄切片方法多用于生物组织、高分子和无机粉体材料等。



超薄切片过程图



4.2 离子轰击减薄法

离子轰击减薄法多用于矿物、陶瓷、半导体及多相合金等。



1. 将待观察的试样按预定取向切割成薄片,再经机械减薄抛光等过程预减薄至 30-40 μm 的薄膜。

2. 把薄膜钻取或切取成尺寸为 2.5-3mm 的小片。

3. 装入离子轰击减薄装置进行离子轰击减薄和离子抛光。

原理:

在高真空中, 两个相对的冷阴极离子枪, 提供高能量的氩离子流, 以一定角度对旋转的样品的两面进行轰击。

当轰击能量大于样品材料表层原子的结合能时, 样品表层原子受到氩离子激发而溅射、经较长时间的连续轰击、溅射, 最终样品中心部分穿孔。

穿孔后的样品在孔的边缘处极薄, 对电子束是透明的, 就成为薄膜样品。

4.3 电解抛光减薄法

电解抛光减薄方法适用于金属与部分合金。



4.4 聚焦离子束法

适用于半导体器件的线路修复和精确切割。

聚焦离子束系统 (FIB), 利用源自液态金属镓的离子束来制备样品。

通过调整束流强度, FIB 可以对样品的指定区域进行快速和极精细的加工。其汇聚扫描方式可以是矩形、线形或点状。FIB 可以制备供扫描透射电镜观测用的各种材料的薄膜样品。

4.5 复型技术

复型技术用于材料表面形貌及断口的观察分析中。

所谓复型, 就是把样品表面形貌复制出来, 其原理与侦破案件时用石膏复制罪犯鞋底花纹相似。

复型法实际上是一种间接或部分间接的分析方法, 因为通过复型制备出来的样品是真实样品表面形貌组织结构细节的薄膜复制品。

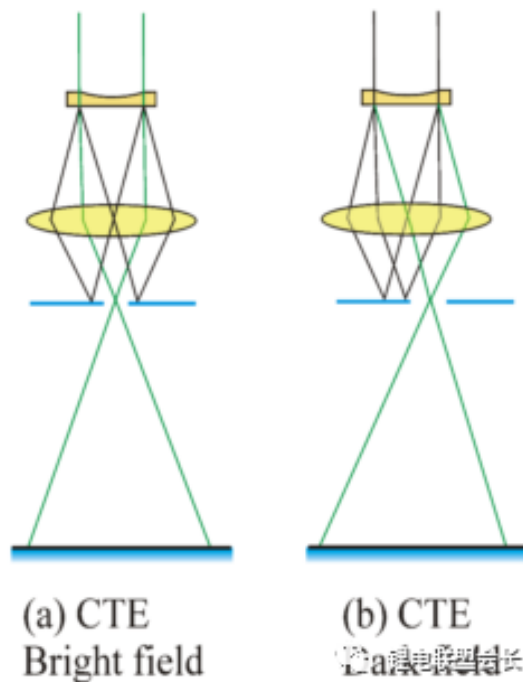
5 图像类别

(1) 明暗场衬度图像

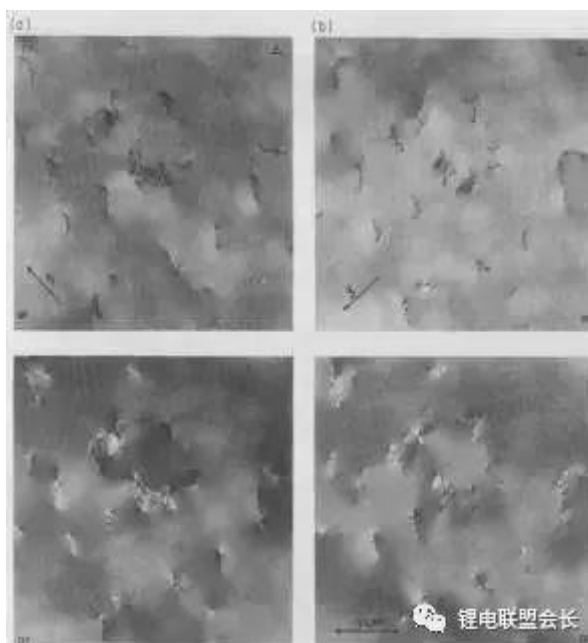
明场成像 (Bright field image): 在物镜的背焦面上, 让透射束通过物镜光阑而把衍射束挡掉得到图像衬度的方法。

暗场成像 (Dark field image): 将入射束方向倾斜 2θ 角度, 使衍射束通过物镜光阑而把透射束挡掉得到图像衬度的方法。

▽ 明暗场光路示意图



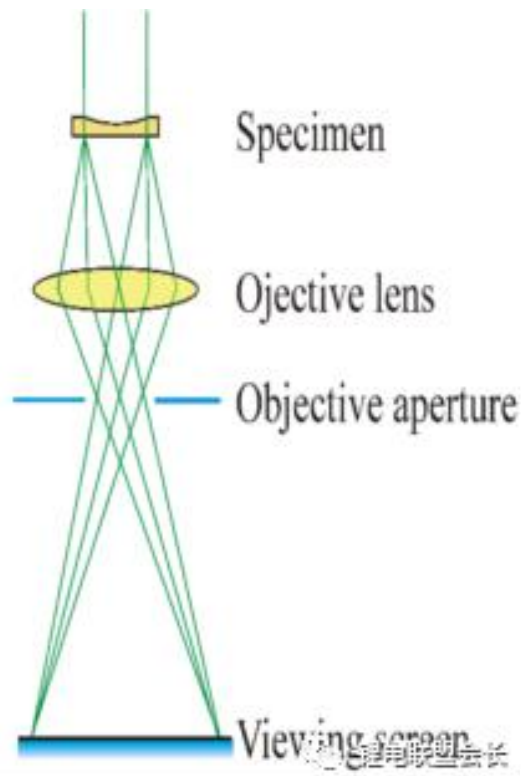
▽ 硅内部位错明暗场图



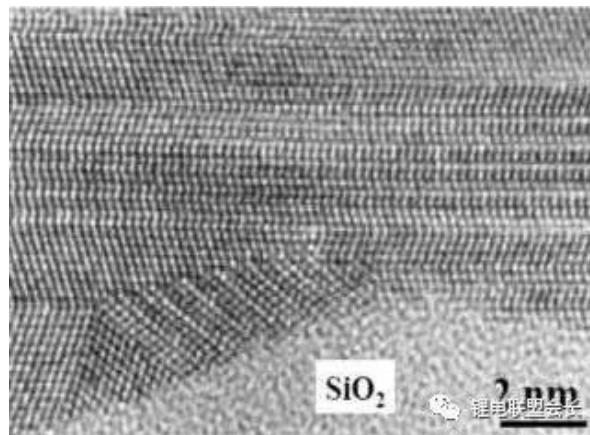
(2) 高分辨 TEM (HRTEM) 图像

HRTEM 可以获得晶格条纹像（反映晶面间距信息）；结构像及单个原子像（反映晶体结构中原子或原子团配置情况）等分辨率更高的图像信息。但是要求样品厚度小于 1 纳米。

▽ HRTEM 光路示意图



▽ 硅纳米线的 HRTEM 图像



来源：《Characterization Techniques of Nanomaterials》[书]

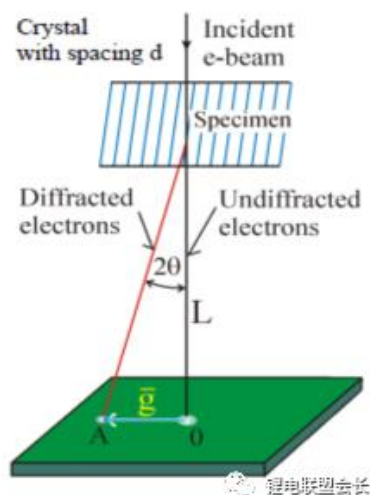
(3) 电子衍射图像

1 选区衍射 (Selected area diffraction, SAD)：微米级微小区域结构特征。

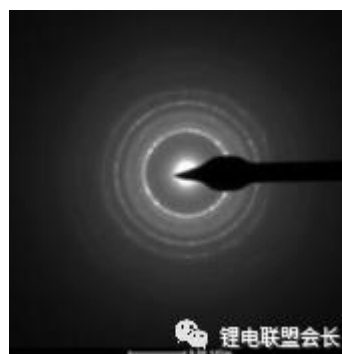
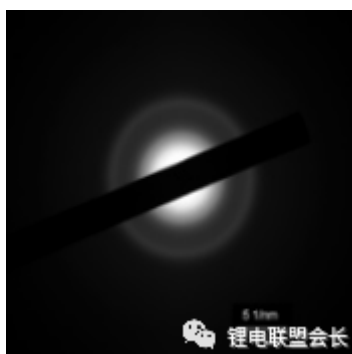
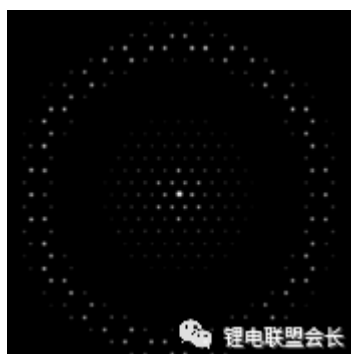
1 会聚束衍射 (Convergent beam electron diffraction, CBED)：纳米级微小区域结构特征。

1 微束衍射 (Microbeam electron diffraction, MED)：纳米级微小区域结构特征。

▽ 电子衍射光路示意图



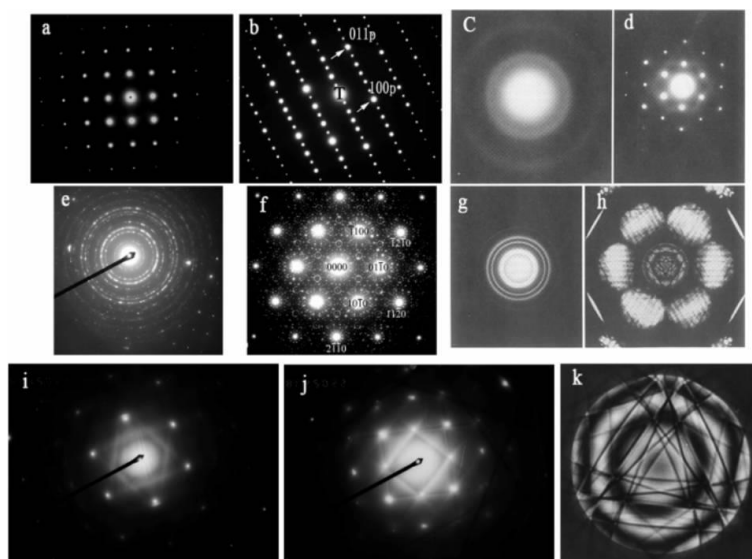
来源：《Characterization Techniques of Nanomaterials》[书]
 ▽单晶氧化锌电子衍射图▽无定形氮化硅电子衍射图▽铅镍铜合金电子衍射图



电子衍射原理

电子衍射谱的种类

在透射电镜的衍射花样中，对于不同的试样，采用不同的衍射方式时，可以观察到多种形式的衍射结果。如单晶电子衍射花样，多晶电子衍射花样，非晶电子衍射花样，会聚束电子衍射花样，菊池花样等。而且由于晶体本身的结构特点也会在电子衍射花样中体现出来，如有序相的电子衍射花样会具有其本身的特点，另外，由于二次衍射等会使电子衍射花样变得更加复杂。



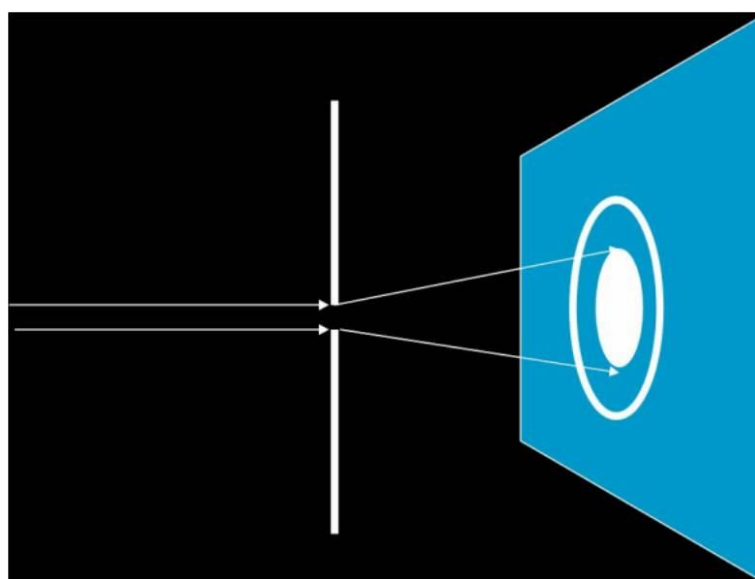
上图中，图 a 和 d 是简单的单晶电子衍射花样，图 b 是一种沿 $[111]_p$ 方向出现了六倍周期的有序钙钛矿的单晶电子衍射花样（有序相的电子衍射花样）；图 c 是非晶的电子衍射结果，图 e 和 g 是多晶电子的衍射花样；图 f 是二次衍射花样，由于二次衍射的存在，使得每个斑点周围都出现了大量的卫星斑；图 i 和 j 是典型的菊池花样；图 h 和 k 是会聚束电子衍射花样。

在弄清楚为什么会出现上面那些不同的衍射结果之前，我们应该先搞清楚电子衍射的产生原理。电子衍射花样产生的原理与 X 射线并没有本质的区别，但由于电子的波长非常短，使得电子衍射有其自身的特点。

电子衍射谱的成像原理

在用厄瓦尔德球讨论 X 射线或者电子衍射的成像几何原理时，我们其实是把样品当成了一个几何点，但实际的样品总是有大小的，因此从样品中出来的光线严格地讲不能当成是一支光线。之所以我们能够用厄瓦尔德来讨论问题，完全是由于反射球足够大，存在一种近似关系。如果要严格地理解电子衍射的形成原理，就有必要搞清楚两个概念：

Fresnel（菲涅尔）衍射和 Fraunhofer（夫朗和费）衍射。所谓 Fresnel（菲涅尔）衍射又称为近场衍射，而 Fraunhofer（夫朗和费）衍射又称为远场衍射。在透射电子显微分析中，即有 Fresnel（菲涅尔）衍射（近场衍射）现象，同时也有 Fraunhofer（夫朗和费）衍射（远场衍射）。Fresnel（菲涅尔）衍射（近场衍射）现象主要在图像模式下出现，而 Fraunhofer（夫朗和费）衍射（远场衍射）主要是在衍射情况下出现。



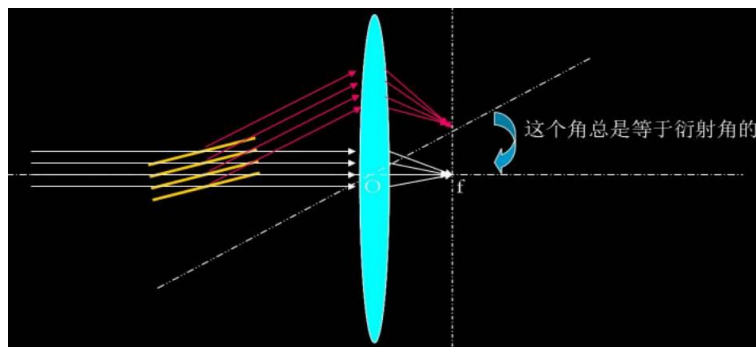
小孔的直接衍射成像（不加透镜）就是一个典型的 Fresnel（菲涅尔）衍射（近场衍射）现象。在电镜的图像模式下，经常可以观察到圆孔的菲涅尔环。

Fraunhofer（夫朗和费）衍射是远场衍射，它是平面波在与障碍物相互作用后发生的衍射。严格地讲，光束之间要发生衍射，必须有互相叠加，平行光严格意义上是不能叠加的，所以在没有透镜的前提下，夫朗和费衍射只是一种理论上的概念。但是在很多情况下，可以将衍射当成夫朗和费衍射来处理，X 射线衍射就是这样一种情况。虽然 X 射线是照射在晶体中的不同晶面上，但是由于晶面间距的值远远小于厄瓦尔德球（X 射线波长的倒数），即使测试时衍射仪的半径跟晶面间距比也是一个非常大的值，所以 X 射线衍射可以当成夫朗和费衍射处理，

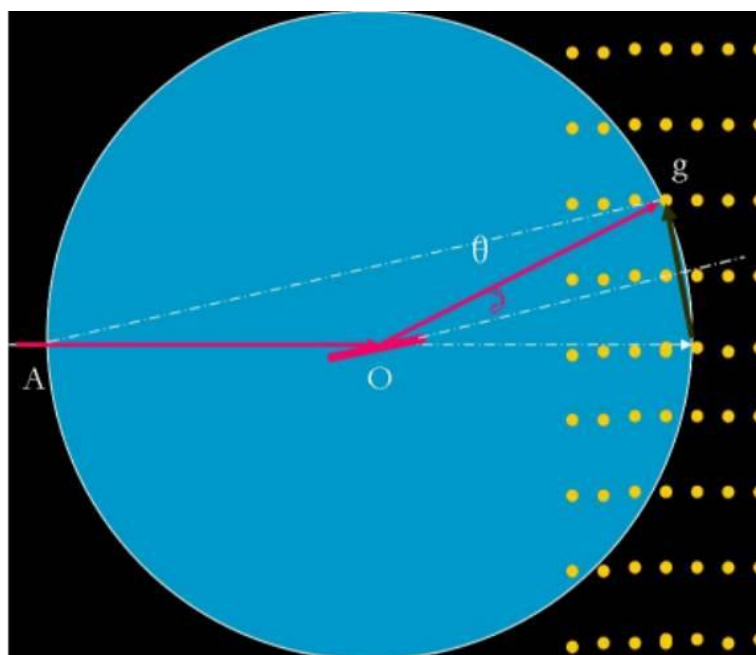
因为此时不同晶面上的 X 射线叠加在一点上时，它们的衍射角仍然会非常接近布拉格角。

论：X 射线并非严格的夫朗和费衍射，但可以将其当成夫朗和费衍射处理。

电子衍射是有透镜参与的 Fraunhofer（夫朗和费）衍射，所以与 X 射线衍射的相比，它才是严格的远场衍射。



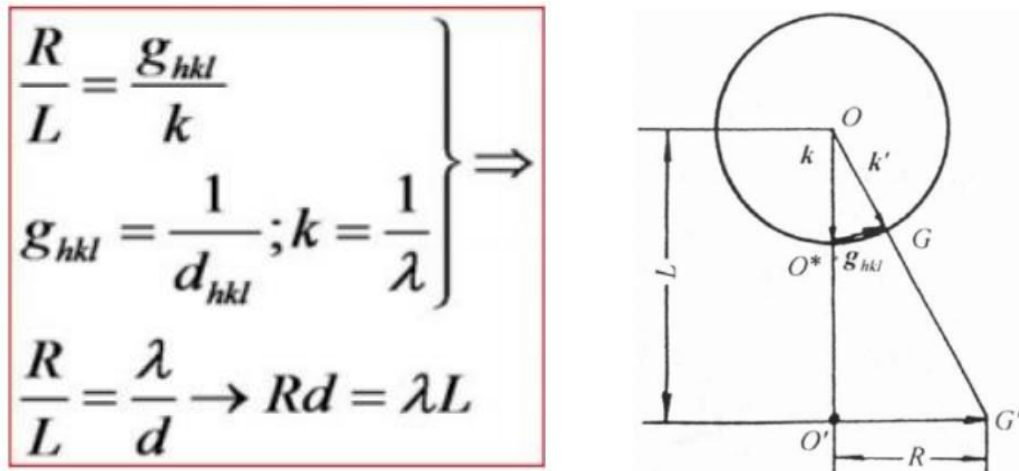
上图只是给出了晶体在某个方向的平行光能彼此加强时，一定会在透镜的背焦面上会聚成一个加强的衍射斑点。而晶体究竟会在哪些方向产生平行光之间彼此加强的衍射，最终还是取决于它满不满足布拉格方程，即厄瓦尔德几何条件。下图是单晶电子的厄瓦尔德示意图，图中的比例关系中，反射球的尺度被大大缩小。



如上图所示，如果倒易点阵都是理想意义上的点，那么根本不可能使某个零层倒易面上的点同时满足布拉格方程，即其上的每个点同时落在厄瓦尔德球上。因此之所以能得到单晶电子衍射花样，是因为电子衍射有其自身的特点。首先电子波的波长非常短，因为与其对应的厄瓦尔德球半径会非常大（远大于地球），因此与倒易点阵相交的地方接近是一个平面（个人并不认可这一观点，因为倒易点阵的矢量也会非常大，总的来说必须满足布拉格条件，而且我们记录时不可能做出一个这个大的设备）。但是厄瓦尔德球半径与倒易矢之间的比例关系确实发生了变化，指数不是太高的晶面其布拉格角都会在几度的范围内。第二个原因是在电镜下观察的是薄膜样品，因此在垂直于厚度的方向，倒易点会拉长为倒易杆。

如前所述，标准电子衍射花样应该是零层倒易面的比例图像，它实际上是对透射电镜中物镜的背焦面上的图像的放大。

右图是倒易矢量、电子波的波数、相机长度与电子衍射花样中的衍射斑点的矢量之间的示意图，由图马上可以得到下面的比例关系：



通常将 $K = \lambda L = Rd$ 称为相机常数，而 L 被称为相机长度。

上面的示意图中，比例关系没有问题，但我们应该注意的是，倒易球是非常大的，而相机长度不可能太大。所以上面的示意图如果把相机长度放在倒易球内就会更加接近实际。

实际上在电子衍射操作时，没有放大以前，衍射花样就在物镜的背焦面上，相机长度就是物镜的焦距 f_0 ，我们在底片上得到的焦距是经过中间镜和投影镜放大后的结果，所以实际处理时的相机长度值就是： $L = f_0 M_{IMP}$ 。

来源：《Characterization Techniques of Nanomaterials》[书]

6 设备厂家

世界上能生产透射电镜的厂家不多，主要是欧美日的大型电子公司，比如德国的蔡司（Zeiss），美国的FEI公司，日本的日立（Hitachi）等。

7 疑难解答

1. 做TEM测试时样品的厚度最厚是多少？

TEM的样品厚度最好小于100nm，太厚了电子束不易透过，分析效果不好。

2. 请问样品的穿晶断裂和沿晶断裂在SEM图片上有各有什么明显的特征？

在SEM图片中，沿晶断裂可以清楚地看到裂纹是沿着晶界展开，且晶粒晶界明显；穿晶断裂则是裂纹在晶粒中展开，晶粒晶界都较模糊。

3. 做TEM测试时样品有什么要求？

很简单，只要不含水分就行。如果样品为溶液，则样品需要滴在一定的基板上（如玻璃），然后干燥，再喷碳就可以了。如果样品本身导电就无需喷碳。

4. 水溶液中的纳米粒子如何做TEM？

透射电镜样品必须在高真空中检测，水溶液中的纳米粒子不能直接测。一般用一个微栅或铜网，把样品捞起来，然后放在样品预抽器中，烘干即可放入电镜里面测试。如果样品的尺寸很小，只有几个纳米，选用无孔的碳膜来捞样品即可。

5. 粉末状样品怎么做TEM？

扫描电镜测试中粉末样品的制备多采用双面胶干法制样，和选用合适的溶液超声波湿法制样。分散剂在扫描电镜的样品制备中效果并不明显，有时会带来相反的作用，如干燥时析晶等。

6. EDS 与 XPS 测试时采样深度的差别？

XPS 采样深度为 2-5nm，EDS 采样深度大约 1 μ m。

7. 能谱，有的叫 EDS，也有的叫 EDX，到底哪个更合适一些？

能谱的全称是：Energy-dispersive X-rays spectroscopy

国际标准化术语：EDS-能谱仪；EDX-能谱学。

8. TEM 用铜网的孔洞尺寸多大？

捞粉体常用的有碳支持膜和小孔微栅，小孔微栅上其实也有一层超薄的碳膜。拍高分辨的，试样的厚度最好要控制在 20nm 以下，所以一般直径小于 20nm 的粉体才直接捞，颗粒再大的话最好是包埋后离子减薄。

9. 在透射电镜上观察到纳米晶，在纳米晶的周围有非晶态的区域，我想对非晶态的区域升温或者给予一定的电压（电流），使其发生变化，原位观察起变化情况？

用原子力显微镜应该可以解决这个问题。

10. Mg-Al 合金怎么做 SEM，二次电子的？

这种样品的正确测法应该是先抛光，再腐蚀。若有蒸发现象，可以在样品表面镀上一层金。

11. 陶瓷的 TEM 试样要怎么制作？

切片、打磨、离子减薄、FIB(强烈推荐)

12. 透射电子显微镜在分子材料研究中的应用方面的资料？

殷敬华 莫志深 主编 《现代高分子物理学》（下册） 北京：科学出版社，2001[第十八章 电子显微镜在聚合物结构研究中的应用]

13. 透射电镜中的微衍射和选区衍射有何区别？

区别就是电子束斑的大小。选区衍射束斑大约有 50 微米，束斑是微米级就是微衍射。微衍射主要用于鉴定一些小的相。

14. SEM 如何看氧化层的厚度？通过扫描电镜看试样氧化层的厚度，直接掰开看断面，这样准确吗？

通过扫描电镜看试样氧化层的厚度，如果是玻璃或陶瓷这样直接掰开看断面是可以的；如果是金属材料可能在切割时，样品结构发生变化就不行了，所以要看是什么材料的氧化层。

15. TEM 对微晶玻璃的制样要求？

先磨薄片厚度小于 500 μ m，再到中心透射电镜制样室进行减薄，然后离子减薄。

16. 电子能量损失谱由哪几部分组成？

EELS 和 HREELS 是不同的系统。前者一般配合高分辨透射电镜使用，而且最好是场发射枪和能量过滤器。一般分辨率能达到 0.1eV-1eV，主要用于得到元素的含量，尤其是轻元素的含量。而且能够轻易得到相应样品区域的厚度。而 HREELS 是一种高真空的单独设备，可以研究气体分子在固体表面的吸附和解离状态。

17. 研究表面活性剂形成的囊泡，很多文献都用 cryoTEM 做，形态的确很清晰，但所里只能作负染，能很好的看出囊泡的壁吗？

高分子样品在电子束下结构容易破坏，用冷冻台是最好的方式。做负染是可以看到壁的轮廓，但是如果细致观察，没有冷冻台大概不行吧？我看过高分子样品都是看看轮廓就已经很满意了，从来没有提到过更高要求的。

18. hkl 指的是什么？

(hkl) 表示晶面指数

{hkl} 表示晶面族指数

[hkl] 表示晶向指数表示晶向族指数

(h, k, -h-k, 1) 六方晶系的坐标表示法

19. 电镜测试中调高放大倍数后，光斑亮度及大小会怎样变化？

变暗，因为物镜强了，焦距小了，所以一部分电流被遮挡住了，而亮度和电流成正比的。由于总光束的强度是一定的，取放大倍率偏大则通过透镜的电子束少，反则电子束大。调节 brightness 就是把有限的光聚在一起。

20. 氧化铝 TEM 选取什么模式？

氧化铝最好用 lowdose 模式，这样才会尽量不破坏晶体结构。

21. ZSM-5 的 TEM 如何制样？

在玛瑙研钵中加上酒精研磨，在超声波中分散，滴到微栅上就可以了。辐照的敏感程度与 SiAl 比有关，SiAl 比越大越稳定。

22. 对于衍射强度比较弱，寿命比较短的高分子样品，曝光时间是长一些还是短一些？

因为衍射比较弱，虽然长时间曝光是增加衬度的一种方法，但是透射斑的加强幅度更大，反而容易遮掩了本来就弱的多得点，而且样品容易损坏，还是短时间比较合适。拍介孔分子筛的衍射，比较弱，放 6-8s，效果比长时间的好。

23. 请教 EDXS 的纵坐标怎么书写？

做了 EDXS 谱，发现各种刊物上的图谱中，纵坐标不一致。可能是因为绝对强度值并不太重要，所以 x 射线能谱图纵坐标的标注并没有一个统一的标准。除了有 I/CPS、CPS、Counts 等书写方法外，还有不标的，还有标成 Intensity 或 Relative Intensity 的，等等。具体标成什么形式，要看你所投杂志的要求。一般标成 CPS 的比较多，它表示 counts per second，即能谱仪计数器的每秒计数。

24. EDAX 和 ED 相同吗？

EDAX 有两个意思，一指 X 射线能量色散分析法，也称 EDS 法或 EDX 法，少用 ED 表示；二是指最早生产波谱仪的公司—美国 EDAX 公司。当然生产能谱仪的不只 EDAX 公司，还有英国的 Oxford 等。

EDAX 指的是扫描电子显微镜 (SEM) 或透射电子显微镜 (TEM) 上用的一种附属分析设备—能谱仪，或指的是最早生产能谱仪的公司—美国伊达克斯有限公司，或这种分析技术。当我们在电镜上观察电子显微图像的同时，可以用这种附属设备分析显微图像上的一个点，或一个线或一个面上各个点所发射的 X 射线的能量和强度，以确定显微图像上我们感兴趣的哪些点的元素信息（种类和含量）。

25. 二次衍射？

由于电子在物质内发生多次散射，在一次散射不应当出现的地方常常出现发射，这种现象称为二次衍射。在确定晶体对称性引起的小光反射指数的规律性时，必须注意这种二次衍射现象。二次衍射点是一次衍射的衍射波再次发生

衍射的结果。二次衍射点可以出现在运动学近似的两个衍射点的倒易矢量之和所在的位置。特别是，在通过原点的轴上二次衍射点出现的可能性很大。另外也要充分注意其强度也变强。

26. 什么是超晶格？

1970 年美国 IBM 实验室的江崎和朱兆祥提出了超晶格的概念。他们设想如果用两种晶格匹配很好的半导体材料交替地生长周期性结构，每层材料的厚度在 100nm 以下，如图所示，则电子沿生长方向的运动将会产生振荡，可用于制造微波器件。他们的这个设想两年以后在一种分子束外延设备上得以实现。可见，超晶格材料是两种不同组元以几个纳米到几十个纳米的薄层交替生长并保持严格周期性的多层膜，事实上就是特定形式的层状精细复合材料。

27. 明场像的晶格中白点是金属原子吗？

由于受电子束相干性、透镜的各种像差、离焦量以及样品厚度等因素的影响得到的高分辨像一般不能直接解释，必须进行图像模拟，所以图中白点是不是金属原子不好说，要算一下才知道。

28. 碳管如何分散做 TEM？

看碳管最好用微栅，由于碳膜与碳管反差太弱，用碳膜观察会很吃力。尤其是单壁管。另外注意不要将碳膜伸进去捞，（这样会两面沾上样品，聚不好焦）样品可以滴、涂、抹、沾在有碳膜的面上，表面张力过大容易使碳膜撑破。

29. 不同极靴的分辨率？

极靴分为：超高分辨极靴、高分辨极靴、高倾斜极靴。超高分辨极靴点分辨率在 0.19nm，高分辨极靴点分辨在 0.24nm，但是实际情况是达不到的。场发射与 LaB6 的分辨率是一样的，就是速流更加稳定，亮度高是 LaB6 亮度的 100 倍。

30. 如果机器放电了——电子枪内充足氟里昂到规定指标。

在电压正常，灯丝电流也正常的情况下，把所有的光阑都撤出，但是还是看不到光线——电子枪阀未打开。

撤出所有光阑，有光束，但是有一半被遮挡住，不知是什么原因——shut 阀挡着部分光线。

31. 标尺大小怎么写？

标尺只能用 1、2、5 这几个数比如 1、2、5、10、20、50、100、200、500，没有用其他的。

32. TEM 和 STEM 图像的差别？

TEM 成像：照明平行束、成像相干性、结果同时性、衬度随样品厚度和欠焦量发生反转。由于所收集到散射界面上更多的透过电子，像的衬度更好！

STEM 成像：照明会聚束、成像非相干、结果累加性，在完全非相干接收情况下像的衬度不随样品厚度和欠焦量反转，可对更厚一点的样品成像。

33. 纳米环样品（nanorings）怎么制样？

土办法，把铜网放到你的样品里，手动摇一会即可。这样做样品可以不用乙醇分散的，观察前用洗耳球吹掉大颗粒即可，一般的纳米级样品这样都能挂样。只是刮样的均匀度比较差些。

还有取一点样品放到研钵里，用铜网像工地筛沙一样多抄几次也是可以的。

34. 关于醋酸双氧铀的放射性

醋酸双氧铀中铀 236 的半衰期长达 2400 万年，没多大问题，可以放心用！

35. 内标法

采用已知晶格样品（金颗粒），在相同电镜状态下（高压），对应一些列相机长度，相机长度 L 就是你说的 0.4、0.8 和 1 米，通过电镜基本公式 $H=Rd=LS$ ，（ H 相机常数 s 为波长），可以得到一组相机常数，保留好。以后就可以很方便的用了

36. 什么软件可以模拟菊池图？

JEMS 可以，画电子衍射花样的时候选上菊池线就行了。

37. 透射电镜的金属样品怎么做？

包括金属切片、砂纸打磨、冲圆片、凹坑研磨、双喷电解和离子减薄、FIB 制样（块体样品的制样神器）。

38. 透射电镜薄膜样品制备的几种方法（真空蒸发法，溶液凝固法，离子轰击减薄法，超薄切片法，金属薄膜样品的植被）的介绍

可以参考《电子显微分析》章晓中老师、《材料评价的分析电子显微学方法》刘安生老师

39. 四氧化钨的问题

样品用四氧化钨溶液浸泡，一方面可以对弹性体进行染色，一方面可以使塑料硬化。四氧化钨挥发性果真强，把安酞瓶刻痕，放进厚玻璃瓶，用橡皮塞塞紧，晃破安酞瓶，用针筒注蒸馏水，使其溶解，当把橡皮塞拿开换成玻璃塞时，发现橡皮塞口部已经完全被熏黑！使用时一定要加防护，戴防护面具，手套，在毒气柜中操作，毒气柜上排气一定要好。这样对自己和他人都好！

40. 制作高分子薄膜（polymer film）电镜样品

一般都是在玻璃或者 ITO 衬底上甩膜后，泡在水中，然后将膜揭下来。不过对于厚度小于 100nm 的薄膜，是很难用这种方法揭下来的。高分子溶液甩膜在光滑的玻璃上面（玻璃要用 plasma 处理过），成膜后立即放在水里面，（不要加热和烘干，否则取不下来）利用水的张力，然后用塑料镊子从边缘将薄膜与玻璃分开，可以处理大约 70nm 的膜。然后将膜放在 grid 上面就可以了！

41. 如何将三个晶面指数转化成四个的晶面指数？

三轴晶面指数 (hkl) 转换为四轴面指数为 $(hkil)$ ，其中 $i=-(h+k)$
六方晶系需要用四轴指数来标定，一般的晶系如立方、正交等用三轴指数就可以了。

42. 能谱的最低探测极限

在最佳的实验条件下，能谱的最低探测极限在 0.01-0.1% 上下，离 ppm 还有些距离。如果可以制成 TEM 样品，也许可以试试电子全息。半导体里几个 ppm 的参杂可以用这个方法观察到。

43. CCD 比 film 的优势

当前的 TEM CCD 已经可以完全替代底片，在像素点尺寸（小于 20um）、灵敏度、线性度、动态范围、探测效率和灰度等级均优于 film。由于 CCD 极高的动态范围，特别适合同时记录图像和电子衍射谱中强度较大的特征和强度较弱的精细结构。

44. 小角度双喷，请教双喷液如何选择？

吴杏芳老师的书上有一个配方：

Cu 化学抛光：50%硝酸 + 25%醋酸 + 25%磷酸 20 摄氏度

CuNi 合金：电解抛光 30mL 硝酸+50mL 醋酸+10mL 磷酸

——电子显微分析实用方法，吴杏芳 柳得樽编

45. 非金属材料在喷金时，材料垂直于喷金机的那个垂直侧面是否会有金颗粒喷上去？

喷金时正对喷头的平面金颗粒最多，也是电镜观察的区域，侧面应该少甚至没有，所以喷金时一般周围侧面用铝箔来包裹起来增加导电性。

46. Z 衬度像是利用 STEM 的高角度暗场探测器成像，即 HAADF。能否利用普通 ADF 得到 Z 衬度像？

原子分辨率 STEM 并不是 HAADF 的专利，ADF 或明场探头也可以做到，只是可直接解释性太差，失去了 Z 衬度的优势。HAADF 的特点除了收集角高以外，其采集灵敏度也大大高于普通的 ADF 探头。高散射角的电子数不多，更需要灵敏度。ADF 的位置通常很低，采集角不高（即使是很短的相机长度），此外它的低灵敏度也不适合弱讯号的收集。

47. 透射电镜简单分类？

透射电镜根据产生电子的方式不同可以分为热电子发射型和场发射型。热电子发射型用的灯丝主要有钨灯丝和六硼化镧灯丝；场发射型有热场发射和冷场发射之分。

根据物镜极靴的不同可以分为高倾转、高衬度、高分辨和超高分辨型。

48. TEM 要液氮才能正常操作吗？

不同于能谱探头，TEM 液氮冷却并不是必须的，但它有助于样品周围的真空度，也有助于样品更换后较快地恢复操作状态。

49. 磁性粒子做电镜注意事项？

1. 磁性粒子做电镜需要很谨慎，建议看看相关的帖子

2. 分散剂可以用表面活性剂，但是观察的时候会有局部表面活性剂在电子束辐照下分解形成污染环，妨碍观察。

50. 电压中心和电流中心的调整？

HT wobbler 调整的是电压中心，OBJ wobbler 调整的是电流中心，也有帮助聚焦的 wobbler—image x 和 imagey。

51. 水热法制备的材料如何做电镜？

水热法制备的材料容易含结晶水，在电子束的辐照下结构容易被破坏，试样在电镜的高真空中过夜，有利于去掉部分结晶水。估计你跟操作的老师说了，他就不让你提前放样品了。

52. TEM 磁偏转角是怎么一会事，而又怎样去校正磁偏转角？

一般老电镜需要校正磁偏转角，新电镜就不用做了。现在的电镜介绍中都为自动校正磁偏转角。

53. 分子筛为什么到导电？

分子筛的情况应该跟硅差不多吧。纯硅基本不导电，单硅原子中的电子不像绝缘体中的电子束缚的那么紧，极少量的电子也会因电子束的作用而脱离硅原子，形成少量的自由电子。留下电子的空穴，空穴带有正电，起着导电作用。

54. 电子衍射图谱中都会发现有一个黑色的影子，是指示杆的影子，影子的一端指向衍射中心。为什么要标记出这个影子在衍射图谱中呢？

beam stopper 主要为了挡住过于明亮的中心透射斑，让周围比较弱的衍射斑也能清晰的显现。

55. HAADF-STEM 扫描透射电子显微镜高角环形暗场像

高分辨或原子分辨原子序数 (Z) 衬度像 (high resolution or atomic resolution Z-contrast imaging) 也可以叫做扫描透射电子显微镜高角环形暗场像 (HAADF-STEM) 这种成像技术产生的非相干高分辨像不同于相干相位衬度高分辨像, 相位衬度不会随样品的厚度及电镜的焦距有很大的变化。像中的亮点总是反映真实的原子。并且点的强度与原子序数平方成正比, 由此我们能够得到原子分辨率的化学成分信息。

56. TEM 里的潘宁规

测量真空度的潘宁规不测量了, 工程师让拆下清洗, 因为没有 " 内卡钳 ", 无法完全拆卸, 只好用 N 2 吹了一会儿, 重新装上后也恢复正常了, 但是工程说这样治标不治本, 最好是拆卸后用砂纸打磨, 酒精清洗。

57. 电子衍射时可否用自动曝光时间, 若手动曝光, 多少时间为宜?

电子衍射不能用自动曝光, 要凭经验。一般 11 或 16 秒, 如果斑点比较弱, 要延长曝光时间。

58. CCD 相机中的 CCD 是什么意思?

电荷耦合器件: charge-coupled device

具体可以参见《材料评价的分析电子显微方法》中 Page35—42 页。

59. 有公度调制和无公度调制

有许多材料在一定条件下, 其长程关联作用使得晶体内部局域原子的结构受到周期性调制波的调制。若调制周期是基本结构的晶格平移矢量的整数倍, 则称为有公度调制; 若调制周期与基本结构的晶格平移矢量之比是个无理数, 称为无公度调制。涉及的调制结构可以是结构上的调制, 成分上的调制, 以及磁结构上的调制。调制可以是一维的、二维的, 和三维的。

60. 高分辨的粉末样品需要多细?

做高分辨的粉末样品, 就是研磨得很细、肉眼分辨不了的颗粒。几十个纳米已经不算小了。颗粒越小, 越有可能找到边缘薄区做高分辨, 越有利于能损谱分析; 颗粒越大, 晶体越容易倾转到晶带轴 (比如做衍射分析), X-光的计数也越高。

61. 电镜灯丝的工作模式?

钨或 LaB6 灯丝在加热电流为零时, 其发射电流亦为零。增加加热电流才会有发射电流产生, 并在饱和点后再增加加热电流不会过多地增加发射电流。没有加热电流而有发射电流, 实际上就是冷场场发射的工作模式。但这也需要很强的引出电压 (extraction voltage) 作用在灯丝的尖端。

62. 晶体生长方向?

晶体生长方向就是和电子衍射同方向上最低晶面指数的一个面, 然后简化为互质的指数即可。比如如果是沿着晶体的生长方向上是 (222), 那么应该 (111) 就是生长方向。

63. N-A 机制

小单晶慢慢长大, 最后重结晶成单晶, 叫做 N-A 机制, nucleation-aggregation mechanism.

64. 透射电镜能否获得三维图象?

可以做三维重构, 但需要特殊的样品杆和软件。

65. 纳米纤维 TEM

做 PAN 基碳纤维，感觉漂移现象可能是两个原因造成的：一是样品没有固定好，二是导电性太差。我们在对纤维样品做电镜分析时一般采用把纤维包埋然后做超薄切片的方法，如果切的很薄（30~50nm），可以不喷金，直接捞到铜网中观察即可。

66. 离子减薄过程

在离子减薄之前，应该用砂纸和钉薄机对样品进行机械预减薄，机械预减薄后样品的厚度为大约 10 微米，再进行离子减薄。离子减薄时，先用大角度 15-20 度快速减薄，然后再用小角度 8-10 度减至穿孔。

67. 四级-八级球差矫正器的工作原理？

如果想要了解一下原理，看看相关的文章就可以了。比如

Max Haider et al, Ultramicroscopy 75 (1998) 53-60

Max Haider et al, Ultramicroscopy 81 (2000) 163-175

68. 明场象和暗场象

明场象由投射和衍射电子束成像，

暗场象由某一衍射电子束（110）成像，看的是干涉条纹。

69. 在拍照片时需要在不同的放大倍数之间切换，原先调好的聚光镜光阑往往会在放大倍数改变后也改变位置，也就是光斑不再严格同心扩散，为什么？

这很正常，一般做聚光镜光阑对中都是在低倍（40K）做，到了高倍（500K）肯定会偏，因为低倍下对中不会对得很准。

一般来说，聚光镜光阑我都是最先校正的，动了它后面那几项都要重新调的。准备做高分辨的时候，一般直接开始就都在准备拍高分辨的倍数下都合好了，这样比较方便。

70. 能量过滤的工作原理是什么？

能量过滤像的工作原理简单的可以用棱镜的分光现象来理解，然后选择不能能量的光来成像。

能量过滤原理是不同能量（速度）电子在磁场中偏转半径不一样（中学时经常做的那种计算在洛伦兹力作用电子偏转半径的题），那么在不同位置上加上一个 slit，就这样就过滤出能量了。

71. 真空破坏的后果

影响电镜寿命倒不会，影响灯丝寿命是肯定的。

72. EDX 成分分析结果每次都变化

EDX 成分分析结果每次都变化的情况其实很简单，在能谱结果分析软件中，View 菜单下有个 Periodic table，在其 ROI 情况下选择你要作定量的元素，鼠标右键选出每个元素所要定量的峰，重新作定量就不会出现你所说的问

73. 使用 2010 透射电子显微镜时，发现：当 brightness 聚到一起时，按下 imag x 呈现出两个非同心的圆，调整 focus 就会使 DV 只不等于零。请问各位，如果想保持 dv=0，需要进行怎样的调整？

把 dv 调节到 +0，然后用 z 轴调节样品高度，使 imagex 的呈最小抖动即可。

74. 图象衬度问题

乐凯的胶片衬度比柯达的要差一些，但性价比总是不错的。建议使用高反差显影液来试试。可以用暗场提高衬度，用暗场拍有机物形貌！

75. 高分子染色的问题

磷钨酸是做负染样品用的染液,我们通常用 1%或 2%的浓度,浓度大了会出现很多黑点或结晶状团块.另外样品本身浓度很关键,可多试几个浓度.样品中如果有成分易与染液结合的也会出现黑点或黑聚集团.磷钨酸用来染色如尼龙即聚酰胺可使其显黑色,以增加高分子材料的衬度。而钨酸可以使带双键的高分子材料显黑色。根据自己的要求选择合适的染色剂是观察的关键!

76. 什么是亚晶?

亚晶简单的说就是在晶粒内部由小角晶界分隔开的,小角晶界主要由位错构成,相邻的亚晶的晶体取向差很小。

77. FFT 图与衍射图有什么对应的关系呢?

它们都是频率空间的二维矢量投影,都是和结构因子有关的量,都可以用于物相标定,但在衍射物理中含义不同,运算公式不同,不可混为一谈。

FFT 是针对 TEM 图像的像素灰度值进行的数学计算,衍射是电子本身经过样品衍射后产生的特殊排列。

78. 调幅结构的衍射图什么样的?

衍射斑点之间有很明显的拉长的条纹。

80. 什么是明场、暗场、高分辨像?

在衍射模式下,加入一个小尺寸的物镜光阑,只让透射束通过得到的就是明场像;只让一个衍射束通过得到的就是暗场像;加一个大的物镜光阑或不加,切换的高倍(50 万倍以上)成像模式,得到高分辨像。当然能不能得到高分辨像还要看晶带轴方向、样品的厚度和离焦量等是否合适。

8 参考书籍

《电子衍射图在晶体学中的应用》 郭可信,叶恒强,吴玉琨著;

《电子衍射分析方法》 黄孝瑛著;

《透射电子显微学进展》 叶恒强,王元明主编;

《高空间分辨分析电子显微学》 朱静,叶恒强,王仁卉等编著;

《材料评价的分析电子显微方法》 (日)进藤大辅,及川哲夫合著,刘安生译。