

# 现代固体力学实验技术

## 透射透射电子显微镜实验报告

学院： 航空航天大学

班级： 工程力学（强基）2101

姓名： 黄于翀

学号： 3210105423

2024 年 3 月 16 日

# 实验报告正文

## 一、实验目的与任务

- 1、熟悉透射电子显微镜的基本构造。
- 2、掌握硅纳米线透射电镜样品的制样。
- 3、初步了解电镜操作过程，拍摄硅纳米线形貌、高分辨透射电镜照片。
- 4、数据分析：根据高分辨晶格条纹计算硅晶格常数。
- 5、拓展：影响透射电子显微镜分辨率的因素。

## 二、透射电镜结构与原理

**实验仪器：**JEM-2100 透射电子显微镜

加速电压 200kV，点分辨率 0.23nm 晶格分辨率 0.14nm

**仪器原理：**透射电镜以波长极短的电子束作为光源，电子束经由聚光镜系统的电磁透镜将其聚焦成一束近似平行的光线穿透样品，再经成像系统的电磁透镜成像和放大，然后电子束投射到主镜筒最下方的荧光屏上而形成所观察的图像。在材料科学研究领域，透射电镜主要可用于材料微区的组织形貌观察、晶体缺陷分析和晶体结构测定。

在 TEM 中，改变中间镜的电流。使中间镜的物平面从一次像平面移向物镜的后焦面，可得到衍射谱，反之，让中间镜的物面从后焦面向下移到一次像平面，就可看到像。这就是为什么 TEM 既能得到衍射谱又能观察像的原因。

**透射电镜结构：**

电子光学部分：照明、成像、观察、记录；

真空部分：机械泵、离子泵、真空测量、显示仪表；

电子部分：高压电源、透镜电源、真空电源、辅助电源；

照明系统：电子枪，聚光镜

成像系统：物镜 (Objective lens)、中间镜 (Intermediate lens)、投影镜 (Projector lens)

观察和记录系统

阴极发射电子→阳极加速→聚光镜会聚→作用样品→物镜放大→中间镜放大→投影镜放大荧光屏成像→照相记录

### 真空系统

为保证电镜正常工作,要求电子光学系统处于真空状态下,需要真空的原因:

高速电子与气体分子相互作用导致电子散射,引起炫光和减低像衬度;

电子枪会发生电离和放电,使电子束不稳定;

残余气体会腐蚀灯丝,缩短其寿命,且会严重污染样品。

## 三、实验步骤

1、Si 纳米线样品的制备

2、样品的装夹

3、电镜操作

常用面板按键说明请见《JEM2100 培训手册》

操作流程 请见 《透射电镜实验学习资料及实验流程》

(以上资料均以上传“学在浙大”网站)

### 4、观察记录 (实验数据请重点关注! 同一组内数据共享)

(1) 现场实验照片, 包括: 制样过程、电镜表征过程;



图 3.1 制样过程 1

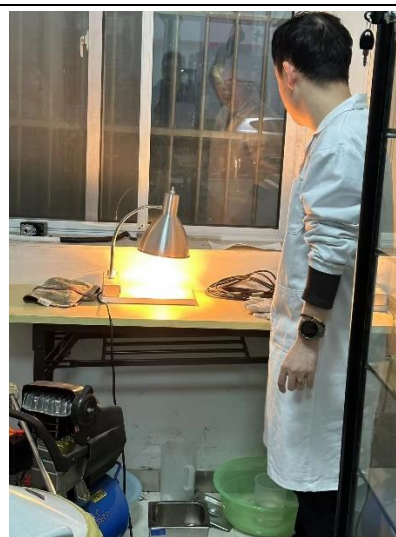


图 3.2 制样过程 2



图 3.3 电镜表征过程 1

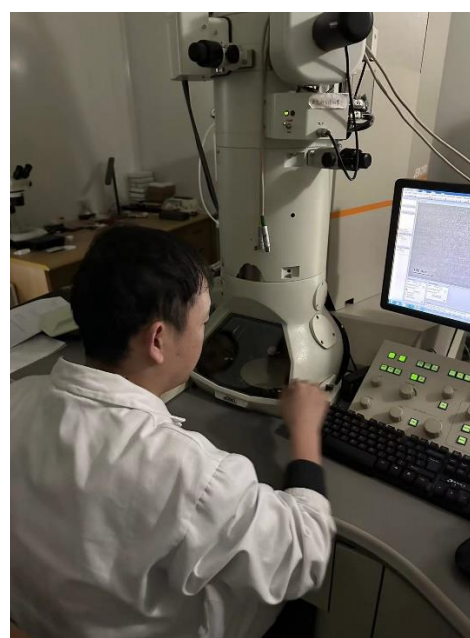


图 3.4 电镜表征过程 2

(2) 透射电镜设备照片，并标注电镜镜筒上各部分名称；

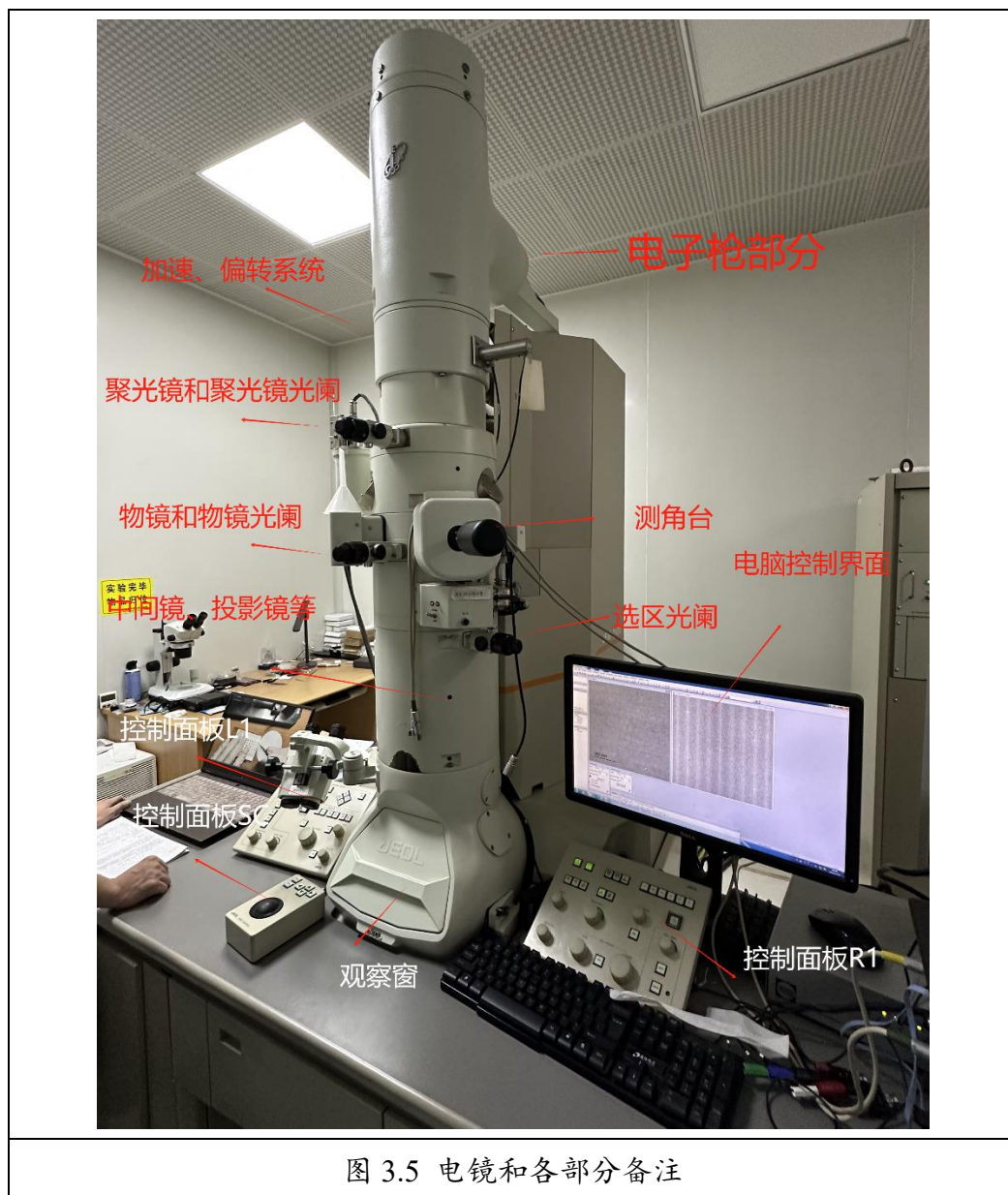


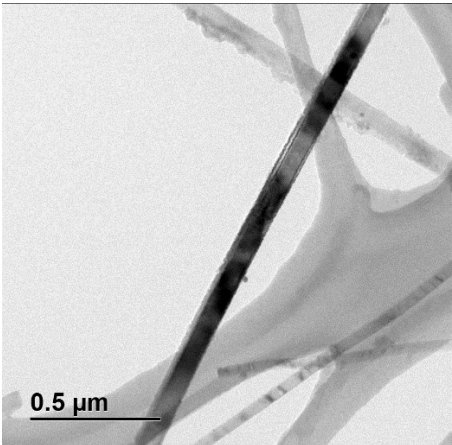
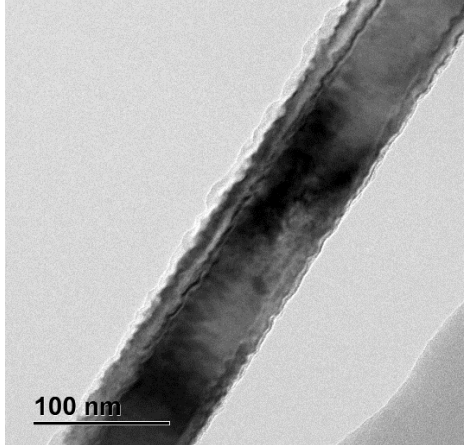
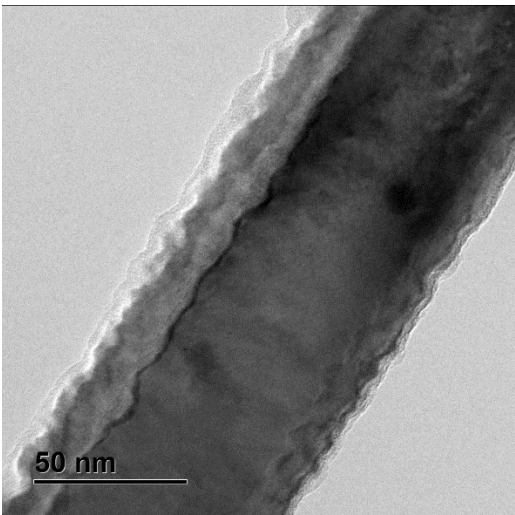
图 3.5 电镜和各部分备注

(3) 透射电镜表征 Si 纳米线图像及电子衍射。

#### 四、实验结果与分析（80 分）

1、Si 纳米线的形貌、包含 10K、50K、100K 形貌图片各一张；



|   |  |
|---|--|
|  <p>0.5 <math>\mu\text{m}</math></p> |  <p>100 nm</p> |
| 图 4.1 Si 纳米线形貌(10K)   | 图 4.2 Si 纳米线形貌(50K)  |
|  <p>50 nm</p>                       |  |
| 图 4.3 Si 纳米线形貌(100K)  |  |

2、300K、600K 高分辨图片各一张；

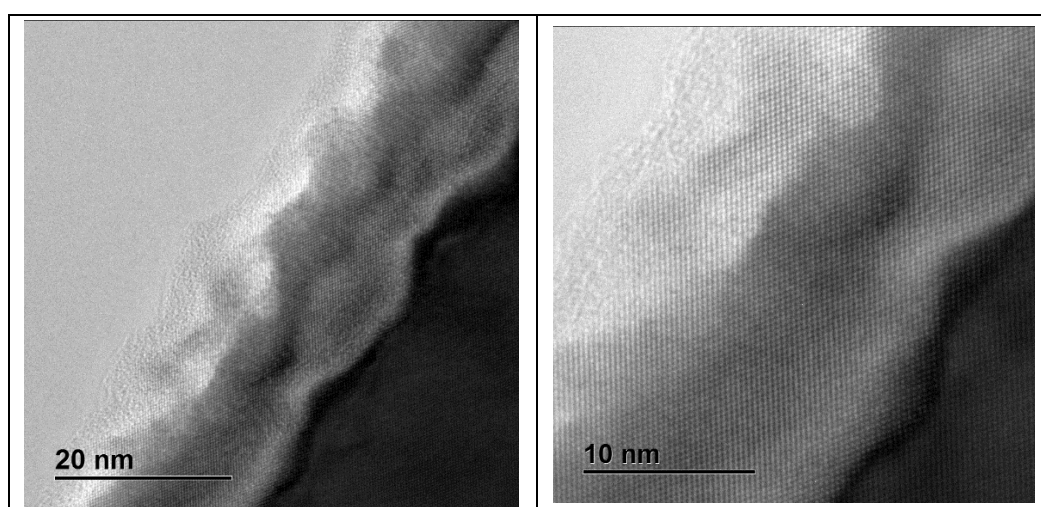


图 4.4 Si 纳米线高分辨率图片  
(300K)

图 4.5 Si 纳米线高分辨率图片  
(600K)

3、拍摄相机常数分别为 20、40 时选取电子衍射照片各一张（拍照时要尽量选取正带轴）；

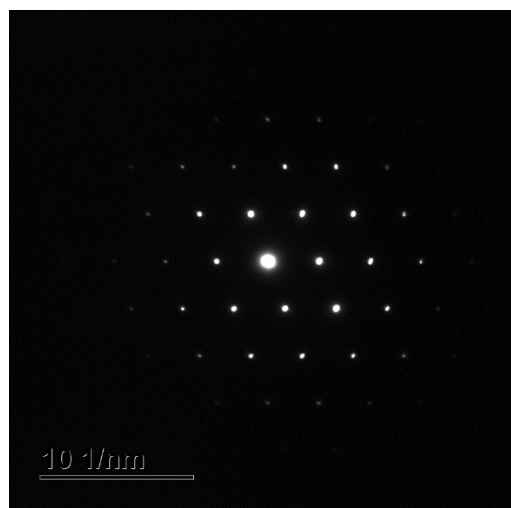


图 4.6 Si 纳米线电子衍射照片  
(相机常数 20)

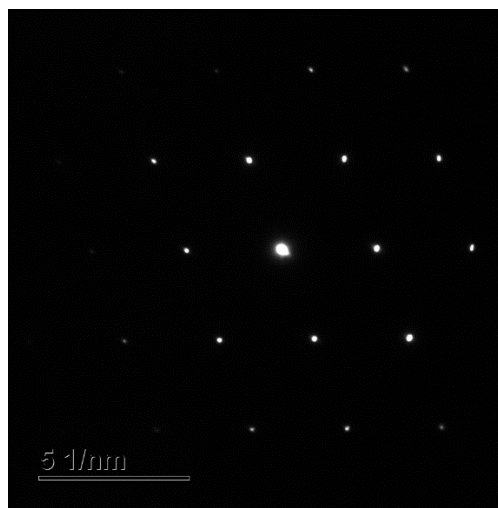
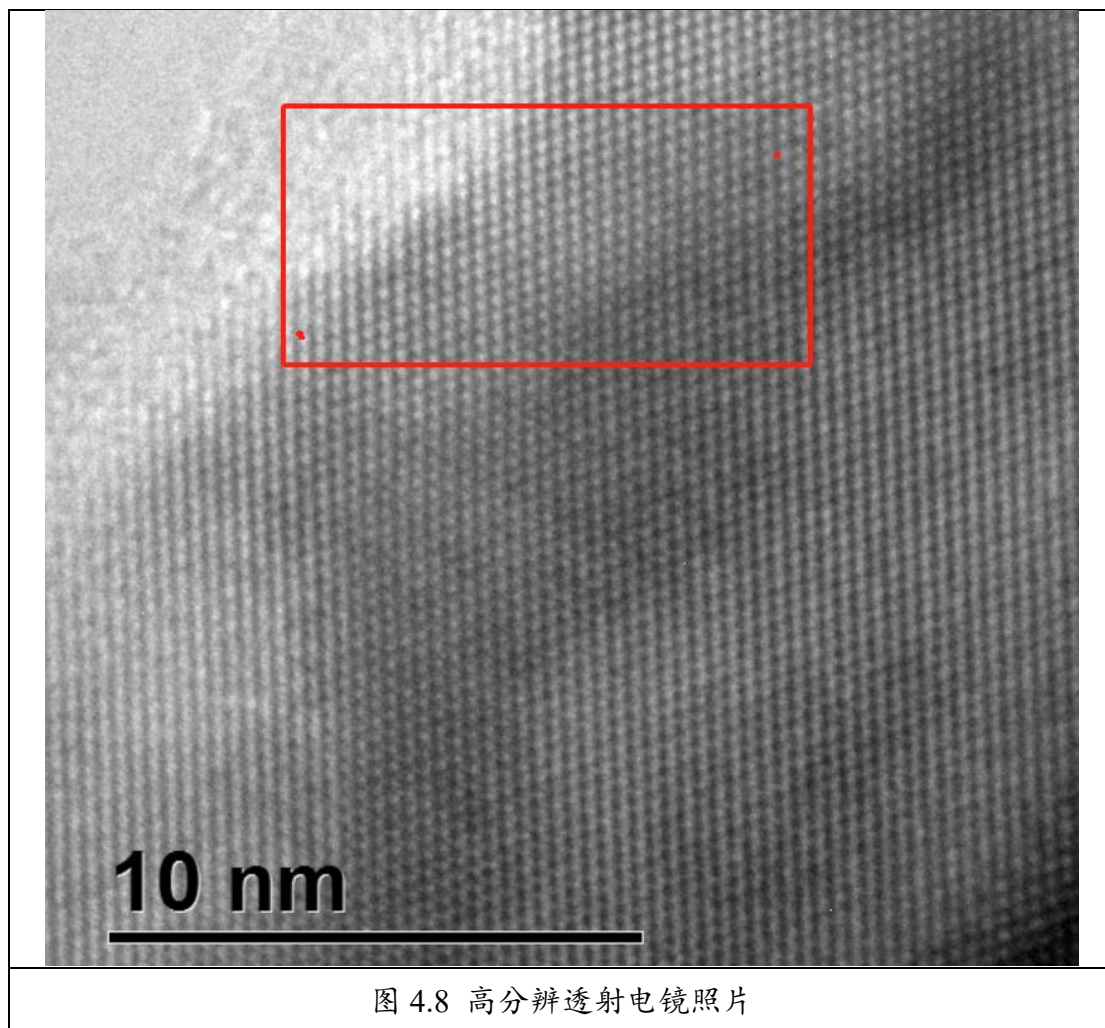


图 4.7 Si 纳米线电子衍射照片  
(相机常数 40)

#### 4、数据分析：

(1) 根据高分辨透射电镜照片，获得硅晶格条纹，计算硅晶格常数。



根据获得的高分辨率图片，选取了 31 个较为清晰的 Si 晶格并将首尾连线后根据比例尺得到长度为 9.60nm。因此可以计算出 Si 晶面间距 $d = \frac{l}{n} = 0.310nm$ ，相应地，可以得到晶格常数 $a = \sqrt{3}d = 0.537nm$ 。

根据查询到的数据，Si 晶格常数为 0.543nm，故实验的相对误差为 1.10%。

(2) 根据衍射照片，计算硅晶格常数。



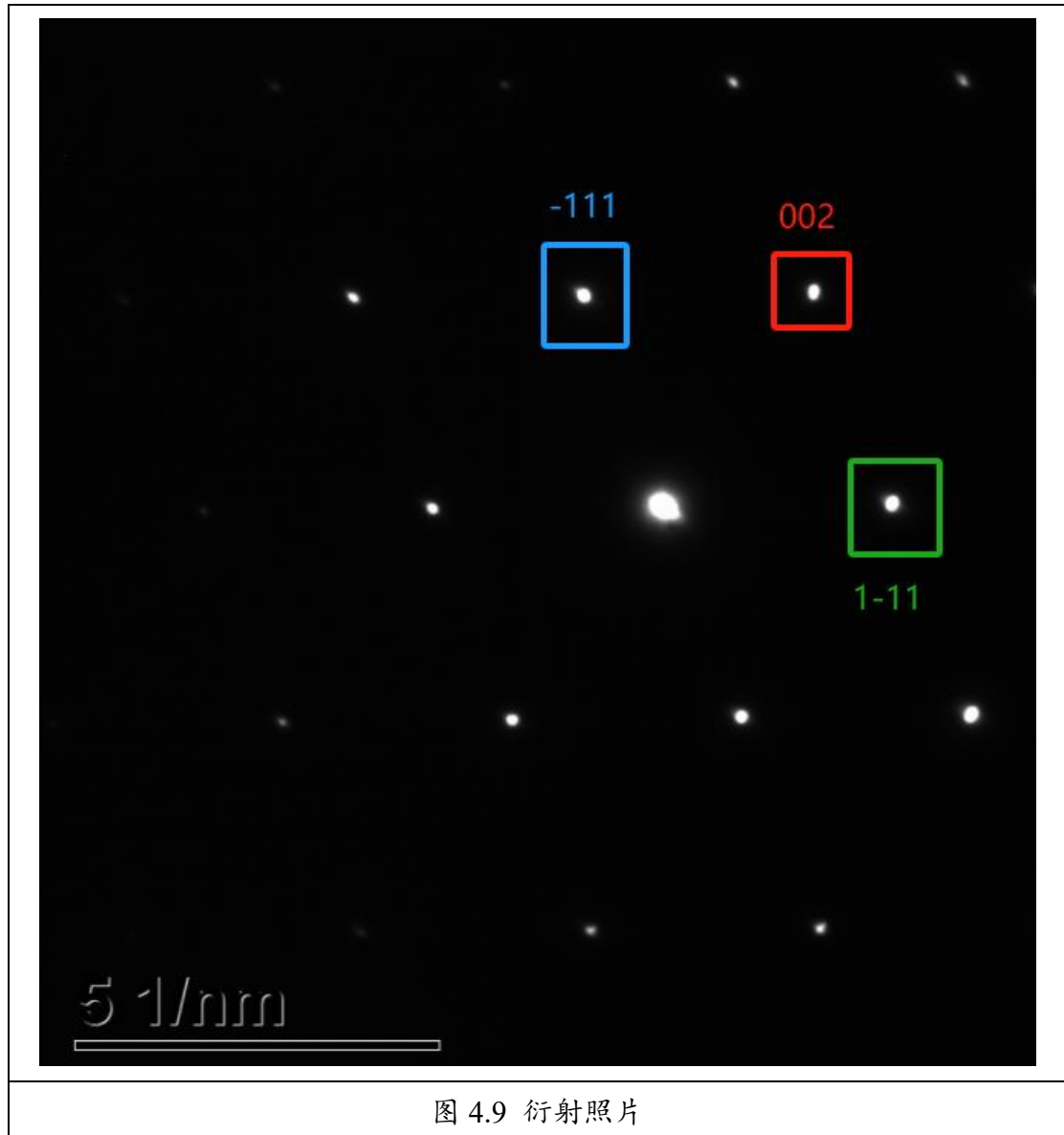


图 4.9 衍射照片

选取(0,0,2)面，根据比例尺测量得到 $\frac{1}{d_{(0,0,2)}} = 3.625\text{nm}^{-1}$ ，因此晶面间距 $d_{(0,0,2)} = 0.276\text{nm}$ ，晶格常数 $a = 2d_{(0,0,2)} = 0.552\text{nm}$ ，相对误差为 1.66%。

选取(-1, 1,1)面，根据比例尺测量得到 $\frac{1}{d_{(-1,1,1)}} = 3.092\text{nm}^{-1}$ ，因此晶面间距 $d_{(-1,1,1)} = 0.323\text{nm}$ ，晶格常数 $a = \sqrt{3}d_{(-1,1,1)} = 0.559\text{nm}$ ，相对误差为 2.95%。

选取(1, -1,1)面，根据比例尺测量得到 $\frac{1}{d_{(1,-1,1)}} = 3.125\text{nm}^{-1}$ ，因此晶面间距 $d_{(1,-1,1)} = 0.320\text{nm}$ ，晶格常数 $a = \sqrt{3}d_{(1,-1,1)} = 0.554\text{nm}$ ，相对误差为 2.03%。

(3) 比较两种计算方法结果, 说明哪种方法更准确, 并指出可能误差来源。

从得到的结果来看, 根据高分辨率透射电镜照片计算和通过衍射照片进行计算进行相比, 使用高分辨率透射电镜照片更加精确。

可能的误差来源有如下几种。

1. 使用照片进行测量时无法避免的误差, 如确定 Si 原子的中心, 测量工具的精度有限等。但是方法一采用了累积法, 取了 31 个 Si 原子, 故误差会小一些;
2. 使用电子显微镜时菊池结中心难以完美地与视场中心重合, 导致带轴不正;
3. 使用电子显微镜调整 Z 轴时, 没有调到抖动最小的时候, 导致得到的照片不完全清晰, 这给测量也带来了困扰;

## 五、拓展问题 (20 分)

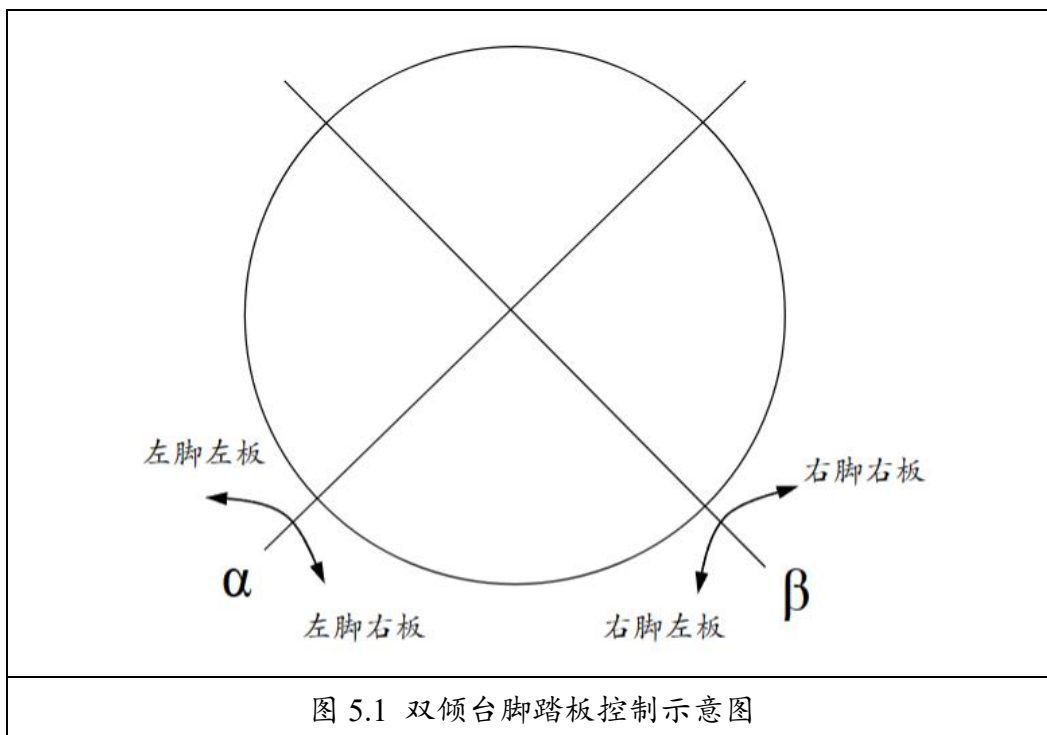
1、请查阅相关文献, 透射电子衍射原理, 典型的衍射照片如下图, 说明要获得相应的透射电镜衍射照片应该如何操作电镜。(注: 请以 JEOL 2100 电镜为例说明, 具体操作请参考《JEM2100 培训手册》) (10 分)

(1) 准备工作: 用牙签将少量硅纳米线颗粒混合于酒精中, 然后置于超声震荡机中使其充分分散。然后用毛细管将 3~5 滴溶液滴在铜基支持微栅上烘干。再将支持微栅装入双倾杆, 启动透射电子显微镜并插入样品杆。

(2) 获得衍射图像: 将物镜调回标准电压, 调整样品高度(Z)至正焦, 位置至中心, 再调焦至衬度最差的正焦。撤掉物镜光阑, 加选区光阑并调到中心。以恰好套住感兴趣区域为最佳。过大引入干扰信息或透射斑与背景过强, 过小则光太弱。顺时针旋转聚光旋钮, 将光散开。切换到衍射模式, 此时应观察到衍射图像。

(3) 转正带轴: 正焦状态下, 撤出物镜光阑、选区光阑, 将光斑聚到最小, 集中于样品上。切换到衍射模式, 此时应能看到菊池线。进行倾转操作同时配合平移样品, 将菊池线交点移到中心。切回成像模式, 将电子束散开, 加选区

光阑做衍射。带轴可能不是恰好正的，再微调倾转。菊池花样模式下沿着一条菊池线的方向将不同的菊池线交点顺次移到中心。



(4)拍摄照片：先通过顺时针旋转 Brightness 旋钮将光散开，再用 beam stopper 挡住透射束，以免损伤 CCD。按 F1 抬屏，插入相机，在显示屏上选取位置和调焦合适后点击 Stop acquire 拍摄照片。

2、请观看视频《Video Journey Inside the FEI Titan Transmission Electron Microscope》（mp4 视频文件已经上传“学在浙大”），根据视频内容解释 FEI 电镜进行了哪些方面的改进，提升了透射电子显微镜的分辨率。（10 分）

(1) 场发射电子源相比于传统的热阴极电子源具有更小的发射面积和更高的电子流密度，可以提供更高的电子束亮度和更小的发散角度，从而提高分辨率；

(2) 在电子源下方采用单色仪(monochromator)，将电子源的能量分布缩小到 100meV，因此将横向分辨率提高到 70pm；

(3) 采用了 60-300kV 的电子加速器，具有高穿透能力、高对比度、减小对光敏感试样的撞击损坏。其与聚光镜球差矫正器配合，能在此范围内均提供高

分辨率；

(4) 采用了第三代聚光镜球差校正器，能在原子尺度的探针上提供极高的电流，在亮场和暗场以及更大的视场范围提供 STEM 成像的亚埃级原子分辨率；

(5) Super-X-detector 在样品周围对称放置四个探测器，结合聚光镜球差校正器，实现了原子化学尺度的高分辨率；

(6) 图像球差校正器减小了 H-R-TEM 模式中的离域效应，将分辨率提高到亚埃级尺度，能够在 300kV 电压下无伪影地确定界面处的原子配位和间隙原子。

3、本题为选做（10 分）（实验报告满分 100 分，超过 100 分按照 100 分记）

请解释透射电镜球差校正器的原理。

透射电镜球差校正器的原理主要是通过通过在电子透镜入射面附近添加一个可调的电场来校正透射电镜的球差。在透射电镜中，电子束穿过样品后，受到物质的散射和吸收作用，电子在透射途中发生许多的散射和偏转。这些散射和偏转会导致电子束发生球差，使得电子束通过透射电镜屏幕时无法形成完美的环形图案。

透射电镜球差校正器的核心任务就是将这些球差进行有效地校正，使得透射电镜能够准确成像样品的形态和结构。透射电镜球差校正器通过调节球差校正器上的极片，改变电子透镜的电场强度和方向，使得电子束在透射途中的偏转方向和速度符合预期，从而实现球差的校正。