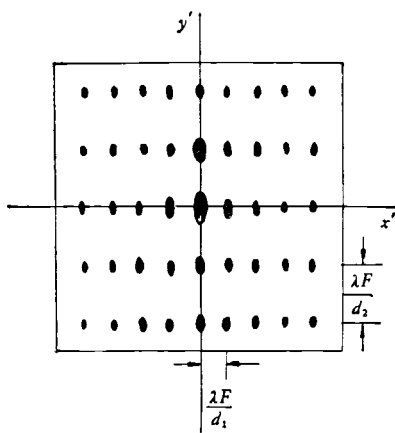


(a)



(b)

图 5.6 正交网格的夫琅和费衍射 (例 2)

$$\left\{ \alpha_1 = \pi a_1 f_x = \frac{\pi a_1}{\lambda F} x', \right.$$

$$\left\{ \alpha_2 = \pi a_2 f_y = \frac{\pi a_2}{\lambda F} y', \right.$$

$$\left\{ \beta_1 = \pi d_1 f_x = \frac{\pi d_1}{\lambda F} x', \right.$$

$$\left\{ \beta_2 = \pi d_2 f_y = \frac{\pi d_2}{\lambda F} y', \right.$$

$$I(x', y') = \left( \frac{\sin \alpha_1}{\alpha_1} \cdot \frac{\sin N_1 \beta_1}{\sin \beta_1} \right)^2$$

$$\times \left( \frac{\sin \alpha_2}{\alpha_2} \cdot \frac{\sin N_2 \beta_2}{\sin \beta_2} \right)^2. \quad (5.14)$$

衍射图样如图 5.6(b)所示,是正交的二维点阵,衍射斑在  $x'$ ,  $y'$  方向的间隔分别与  $d_1$ ,  $d_2$  成反比。

当然,以上列举的是几种简单的夫琅和费衍射,即使不用傅里叶变换这一套手法,我们也早就可以求得结果。重新分析它们的意义在于让我们领会一下用新的光学变换的眼光究竟是如何处理问题的。夫琅和费衍射实现屏函数傅里叶变换的真正价值是衍射场点位置与信息空间频率一一对应,即一定空间频率的光学信息经衍射波落实到夫琅和费衍射场中的特定位置。换句话说,夫琅和费衍射场起分频作用,这就为空间滤波技术和光学信息处理打开了通道,这方面的内容集中于下一讲介绍。

## 新实验技术在材料研究中的应用讲座

### 第四讲 电子通道效应及其应用

廖乾初

(冶金工业部钢铁研究总院)

#### 一、引言

电子通道效应是扫描电镜中的一项重要物理现象,它的发现进一步扩大了扫描电镜在材料科学和金属物理中的应用。

对电子与晶体相互作用的研究表明,入射电子被晶体的散射几率是同它相对于  $(hkl)$  晶面的入射角有关。在某些入射方向下,电子被散射的几率较大(相当于禁道),而在另一些入射方向下,电子被散射的几率较小(相当于通道),这种现象称为电子通道效应。

在扫描电镜中,应用电子通道效应所产生的花样和显微象称为电子通道花样和通道显微象。由于上述花样和显微象能反映晶体的位向、晶体的表面状态以及晶体的不完整性,因此,它在材料科学和金属物理研究中得到广泛的应用。

在晶体结构分析中,电子通道分析技术具有如下优点:

(1) 可对厚块试样的表面进行结晶学分析,选区尺寸可以小到  $1\ \mu\text{m}$ ;

(2) 分析深度主要是  $500\text{--}1000\ \text{\AA}$  的表面层,它比一般 X 射线结构分析的深度(通常为  $1\ \mu\text{m}$ )要小得多;

(3) 在进行晶体结构分析的同时,还能在原位进行形貌观察和成分分析。

近年来,随着场发射扫描电镜的发展,应用高倍的电子通道显微象也曾成功地观察到单个位错和层错。从发展来看,如果能把这种直接观察晶体缺陷的方法同其它表面成分分析技术(如俄歇电子能谱分析)相结合,则无论在冶金研究领域还是在表面研究领域内,都能给出十分有用的综合研究资料。

## 二、扫描电镜的成象原理

### 1. 扫描电镜的成象过程和特点

在扫描电镜中,它通常采用  $2\text{--}30\text{keV}$  能量范围的扫描电子束作为照明源,然后通过入射电子与试样间的相互作用,从试样中激发出各种电子信号,如二次电子、背反射电子、俄歇电子等。其中用作几何形貌观察的信号主要是二次电子,用作晶体分析的信号主要是背反射电子,等等。

为了获得放大的扫描电子象,常规的方法是用探测器把从试样激发出的电子信号俘获,信号经过信号处理系统和放大系统,变成控制电压,最后输送到显象管的栅极,用来调制显象管的亮度。因为在显象管中的电子束和镜筒中的电子束是同步扫描的,其亮度是由试样激发出的电子信号的强度来控制,因而可以得到一

个反映试样表面状态的扫描电子象,并且所获得的扫描电子象具有如下几何特点:

(1) 照明源、试样和成象平面三者之间的等效几何关系是属于极射投影关系;

(2) 镜筒中的电子束在试样上作光栅状扫描,产生连续的信息。然后通过放大器的上升时间来控制输出的信号电压,这样就可以在成象平面上形成一系列的象元。通常一幅扫描电子象是由分解为一百万个象元依次记录而构成的;

(3) 每个象元同试样上一一定的位置相对应,也同一定的电子束入射角相对应。

了解上述特点,对分析电子通道花样的成象几何关系会有帮助。

### 2. 成象的质量控制

对扫描电子像质量的评价,通常从信噪比、线分辨率、焦深和衬度这几个方面去衡量。在观察电子通道效应的情况时,还要考虑到角分辨率、衬度分辨率和选区尺寸的要求等。其中如何正确地选择电子束参数是十分重要的。

在扫描电镜中,控制成象质量的电子束参数有如下几个:

(1) 电子束的开角  $2\alpha$

它决定了图象的角分辨率和焦深。电子束的开角愈小,相应图象可以获得较高的角分辨率和焦深。

(2) 电子束斑的直径  $d$

它决定了图象的线分辨率和分析区域的尺寸。电子束斑的尺寸愈小,相应的图象可以获得较好的线分辨率和较小的选区尺寸。

(3) 扫描角范围  $\gamma$

它决定了分析角度的范围和选区尺寸。在观察选区电子通道花样的情况时, $\gamma$ 角愈小,相应获得的选区尺寸也较小。

(4) 电子束的强度  $I$

它决定图象的衬度分辨率。可以证明<sup>[1]</sup>,获得一幅足够衬度分辨率图象的必要条件是

$$I \geq 100 \frac{N^2 e}{\tau C^2}, \quad (1)$$

式中  $C$  为能分辨的最低衬度,  $e$  为电子的电荷,

$\tau$  为帧扫描时间,  $N$  为扫描线的数目.

此外, 对于任何光学系统, 电子束的强度  $I$  还和电子束的高斯斑直径  $d_0$  以及电子束的开角  $2\alpha$  有如下关系:

$$I = \frac{\pi^2}{4} B d_0^2 \alpha^2, \quad (2)$$

式中  $B$  为灯丝的亮度.

在讨论电子通道效应的观察条件时, 要对上述电子束参数提出具体要求.

### 三、电子通道效应<sup>[2]</sup>

当用扫描电镜去观察比较完整的晶体试样的表面形态时, 如果入射电子束的扫描角范围足够大, 则可以看到一些规则分布的线或带构成的花样叠加在正常的形貌像上. 这种花样较类似于在透射电镜中所观察到的菊池花样, 故当时把这种花样称为菊池花样. 但是现在已经清楚, 它和菊池花样的本质不同, 它不是一种电子散射后的衍射效应, 而是一种电子通道效应, 故我们把这种花样称为电子通道花样.

电子通道花样具有如下特点:

(1) 这种花样通常在比较完整的晶体和扫描角大于布喇格角  $\theta_B$  时才可以观察到;

(2) 这种花样的衬度效应比正常的形貌衬度效应要弱得多, 其中用背反射电子信号来成像比其它电子信号具有较强的衬度效应;

(3) 这种花样不随试样的平移而改变, 但随着试样绕其表面的水平轴倾动或垂直轴旋转而使花样整体移动或转动;

(4) 这种花样所出现的衬度带的带宽与  $2\theta_B$  成正比, 并同电子束的加速电压  $V^{1/2}$  成反比.

根据上述分析, 人们自然会想到它是一种与晶体结构有关的位向衬度效应. 如果我们再联系扫描电子象的特点 (即每一个象元的亮度是同一定的电子束入射角相对应), 则很容易分析电子通道花样的成象过程.

如图 1 所示, 设某  $(hkl)$  晶面垂直于晶体表面, 而入射电子束相对于  $(hkl)$  晶面而连续改变

其入射角 [见图 1(a)]. 由于在显象管中, 电子束  $P'A'$ ,  $P'B'$ ,  $P'C'$ , 和  $P'D'$  的亮度分别是由镜筒中相应的  $PA$ ,  $PB$ ,  $PC$  和  $PD$  入射方向所激发出的背反射电子信号的强度来调制. 如果电子束的入射方向在  $\gamma < \theta_B$  区域, 被背反射电子的数目较大, 在  $\gamma > \theta_B$  的区域, 被背散射的电子数目较小, 则在荧光屏对应于  $\gamma < \theta_B$  的位置上将出现一个亮度较大的衬度带, 如图 1(b) 所示.

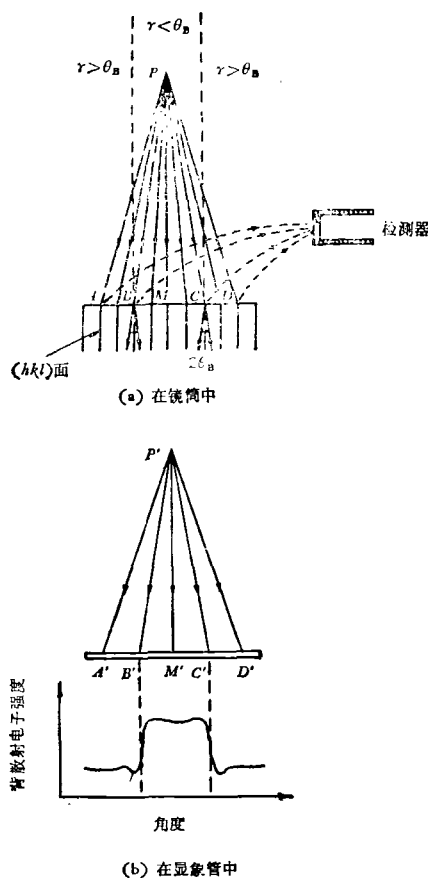


图 1 厚块试样产生的电子通道花样的衬度带示意图  
 $PM$  为镜筒中电子束的投射轴或光轴即  $\gamma = 0^\circ$  时的电子束入射方向;  $P'M'$  为对应于  $PM$  在显象管中电子束的投射轴;  
 $\angle BPM = \angle CPM = \theta_B$

因为在晶体中包含有不同指数的晶面, 故在显示屏上呈现出一系列规则排列的衬度带所组成的花样, 如图 2 所示.

这些衬度带称为属于某  $(hkl)$  晶面的电子通道带, 或简称为  $(hkl)$  通道带.

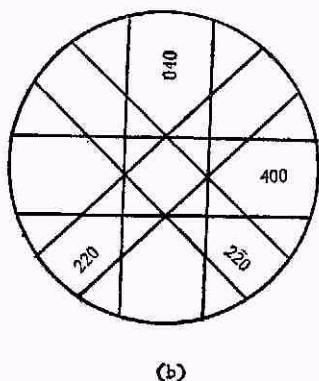
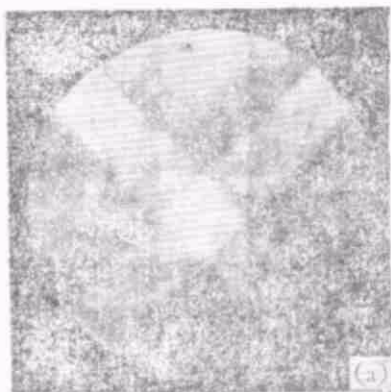


图2 从(001)硅单晶所获得的电子通道花样  
(a)为通道花样; (b)为注释结果

#### 四、在晶体中电子通道的机制

##### 1. 双光束模型

为什么电子束在  $\gamma > \theta_B$  方向入射的情况下被反射的几率较小,而在  $\gamma < \theta_B$  方向入射的情况下背反射的几率较大呢? 这可以用双光束近似模型来解释。

双光束模型的观点是: 在晶体中运动的电子行为可以用两个 Bloch 波来描述,这两个平面波均受晶格的周期场调制。其中一个波为通道波  $\psi_A$ ,其最大振幅是在晶体中两原子面之间的中间位置,不易发生背散射;另一个波为散射波  $\psi_B$ ,其最大振幅是在晶体中原子面上,易发生背散射(见图3)。

对于波长为  $\lambda$  的人射电子束,随着相对于  $(hkl)$  的人射角  $\gamma$  不断改变(见图1),其通道波和散射波的振幅是不同的。如果  $(hkl)$  面的晶

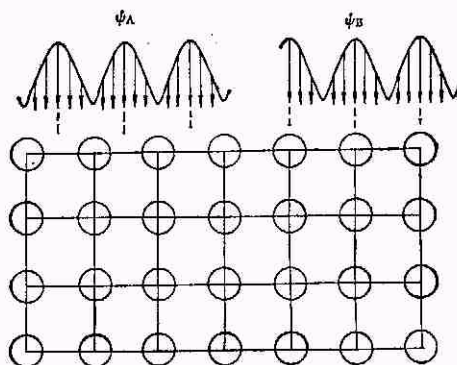


图3 通道波和散射波相对于晶格平面的位置  
 $\psi_A$  为通道波;  $\psi_B$  为散射波

面间距是  $d$ , 则产生衍射的条件为

$$2d \sin \theta_B = \lambda. \quad (3)$$

当电子束的人射角刚好等于衍射角时, 则  $\psi_A = \psi_B$ ; 当电子束的人射角大于衍射角时, 则  $\psi_A > \psi_B$ ; 当电子束的人射角小于衍射角时, 则  $\psi_A < \psi_B$ 。

因为  $\psi\psi^*$  ( $\psi^*$  是波函数  $\psi$  的共轭波函数) 是代表电子的几率, 并且

$$\psi_A\psi_A^* + \psi_B\psi_B^* = 1, \quad (4)$$

故电子入射到晶体的几率  $\psi_A\psi_A^*$  是同它相对于  $(hkl)$  晶面的人射角有关, 当  $\gamma < \theta_B$  时,  $\psi_A\psi_A^*$  较小; 当  $\gamma > \theta_B$  时,  $\psi_A\psi_A^*$  较大。这种现象就是电子通道效应。

##### 2. FB 模型<sup>[3]</sup>

双光束模型能定性解释电子通道效应现象, 但由于它假定了入射电子是用两个 Bloch 波的线性叠加来描述, 故未免过于简化。事实上在晶体中入射电子的波函数应当用一系列的 Bloch 波的线性叠加来描述, 因此, P. B. Hirsch 等人提出了多光束的模型。

当入射电子进入晶体中后, 它将受到晶格中原子多次散射而不断发生能量和方向的改变。我们可以把散射电子分为两类: 一类是散射角小于  $90^\circ$  的电子, 称为前散射电子; 另一类是散射角大于  $90^\circ$  的电子, 称为背散射电子。如果描述背散射电子的分布函数能够求得, 就可以按多光束模型对所有  $j$  个 Bloch 波进行线性叠加, 从而计算出背散射电子的总强度, 它就

是产生电子通道衬度效应的主要来源。这种把多重散射电子简化为前散射和背散射电子的计算方法,称为前后散射模型,或简称为FB模型。

虽然FB模型对入射电子被晶体的多重散射过程作了简化,但由它可以得出如下重要结果:

(1) 电子通道效应来源于背散射电子,其中声子散射是主要的散射机制。从理论上进行定量计算表明,利用低能损失电子的信号来成象,可以获得最大的衬度效应(估计为75%);如用全部背散射电子的信号来成象,则只能获得40%的衬度效应。

(2) 电子通道效应的信息主要来自~1000埃的表面层,故表面状态对电子通道的衬度效应有明显的影响。

### 3. 多重散射模型——蒙特-卡罗方法<sup>[4]</sup>

虽然FB模型能定量地计算电子通道效应的衬度来源,但理论计算结果并不符合实验的测量结果,这表明电子被晶体多重非弹性散射过程的细节仍应认真考虑,这就是多重非弹性散射模型的基本出发点。

采用蒙特-卡罗方法来模拟电子的非弹性散射过程,并且用入射电子的方向作为参量来描述非弹性散射强度,则可以得出两种电子通道衬度,一种是带类型衬度,一种是线类型衬度,它分别是同声子激发过程和芯电子激发过程相对应。对硅晶体试样的分析表明,这两种衬度效应是同检测器和试样位置的几何配置情况有关。例如,随着试样的倾斜角增加,则线类型衬度增加,但带类型衬度减小。

### 4. 多重散射的电子输运模型<sup>[5]</sup>

按输运模型的观点,入射电子在晶体中所发生的散射过程可以归结为电子的输运过程。在统计物理上,这个过程可以用电子的分布函数 $I_s$ 来描述。分布函数代表某一时刻和某一地点找到一个具有一定速度的被散射电子的几率。从普遍的输运方程出发,并结合电子的散射条件,就可以确定 $I_s$ 。如果 $I_s$ 是已知,就可以把它对整个晶体求积分,从而计算出背散射电子通量,它就是电子通道的衬度效应来源。

用电子输运模型计算得到的电子通道衬度效应,同实验的定量测量结果比较符合,而且可以定量地估计“信息深度”。在扫描电镜中分析许多实际问题时,知道分析信息的深度是十分重要的。

## 五、观察条件和基本光路

### 1. 必要条件

因为电子通道的衬度效应很弱,而且它同入射电子相对于 $(hkl)$ 晶面的入射角有关,因此,观察电子通道效应的条件是:

(1) 考虑到电子通道的衬度效应很弱,为了保证其衬度分辨率。根据(1)式,如果 $N = 10^3$ ,  $\tau = 100s$ ,则对电子束强度的要求是

$$I > \begin{cases} 2 \times 10^{-8} A, & \text{二次电子成象, } C = 0.05. \\ 3.3 \times 10^{-9} A, & \text{背反射电子成象, } C = 0.40. \\ 2 \times 10^{-9} A, & \text{低能损失电子成象, } C = 0.75. \end{cases} \quad (5)$$

(2) 考虑到电子通道的衬度效应同电子束的入射角有关,为了保证其角分辨率,对电子束开角的要求是

$$2\alpha < 10^{-3} \text{rad}. \quad (6)$$

(3) 采用适当的人射电子扫描方式(它取决于电子光学光路的选择),使入射电子束相对于晶体表面法线连续改变其入射角。目前有两类方法,即电子束扫描法和电子束摇摆法,如图4所示。

### 2. 标准扫描光路

这种光路同观察一般扫描电子象时所采用的光路相同[见图4(a)],电子束是以正金字塔型方式在试样表面上扫描,所以称为标准扫描光路。在实际应用时,适当地选择透镜电流和末级透镜光阑尺寸,以减小入射电子束的开角和增加扫描角范围,就可以观察电子通道效应。

系统的研究表明<sup>[6]</sup>,在标准扫描光路的基础上采用不同的光路参数,可以构成三种不同性质的光路,即聚焦电子束光路、非聚焦电子束光路和准直电子束光路。后两种光路特别适于观察电子通道花样,其中非聚焦电子束光路适

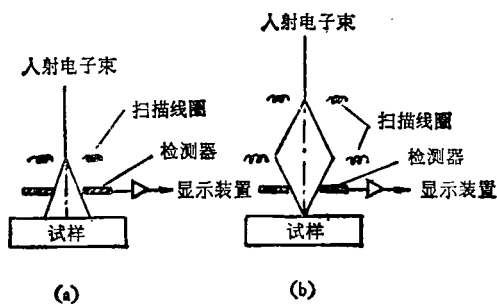


图4 使电子束入射角连续改变的两种方式  
(a)为电子束扫描法；(b)为电子束摇摆法

用于两透镜系统的扫描电镜，而准直电子束光路可以获得较高的花样的角分辨率 ( $2\alpha < 10^{-4}$  rad)。

标准扫描光路的特点是：电子束在试样表面一定距离内扫描。因此，它的分析区域比较大，通常为1—2mm，而且这种光路所观察到的电子通道花样通常是叠加在正常的形貌象上。

### 3. 选区电子束摇摆光路

这种光路同观察一般扫描电子象时所采用的光路不同，电子束不再是在试样表面上扫描，而是用倒金字塔型的方式，以试样上某固定点作枢点，前后左右地来回摇摆 [见图 4(b)]。由于所观察到的电子通道花样是来自表面某一点，故这种光路称为选区光路，相应所得花样称为选区电子通道花样。

系统的研究表明<sup>[7]</sup>，为了在  $10\mu\text{m}$  以内的微区中获得选区电子通道花样，最好是采用单偏转摇摆的聚焦电子束光路，其选区尺寸可用下式确定：

$$F = d_0 + \frac{1}{2} C_s r^3, \quad (7)$$

式中  $d_0$  为电子束的高斯斑直径， $r$  为摇摆角范围， $C_s$  为末级透镜的球差系数。

目前，选区尺寸可以小到  $1\mu\text{m}$ ，故它在塑性变形、断裂和相变等有关问题的研究中得到广泛的应用。

## 六、电子通道花样的基本测量和注释

对电子通道花样进行几何测量、衬度测量

和结晶学注释，是对电子通道花样进行分析和应用的基础。

对电子通道花样进行几何测量时，通常采用某特殊直角坐标系（三个坐标轴依次为镜筒的光轴、电子束的行扫描方向和电子束的帧扫描方向）去测量每一通道带的位置、宽度和带间夹角等。对电子通道花样进行衬度测量时，通常是采用临界电流法<sup>[8]</sup>。这是因为获得一幅具有足够衬度分辨率图象的条件是：入射电子束的强度应当大于某一一定的临界值。因此，这个电流的临界值可以作为衡量电子通道效应本征衬度的量度。

所谓对电子通道花样进行结晶学注释，就是标出属于每一通道带的晶面指数。目前有三种方法，即比较法、解析法和相似性原理分析法等。有关这三种方法的详细介绍，请参阅文献 [9,10]。

## 七、应 用

电子通道分析技术可应用在如下三个方面：

1. 对电子通道花样的几何特征进行分析，可以研究一些晶体材料的晶体结构类型和结晶位向关系等；
2. 对电子通道花样的质量进行分析，可以研究一些表面现象，如氧化和污染等；
3. 根据晶体不完整性对电子通道花样的影响，可以研究晶体材料的塑性变形，回复和再结晶，辐照损伤，相变和断裂以及表面位错密度的测定等。

电子通道分析技术的应用范围很广，限于篇幅，下面着重介绍有代表性的应用实例。

### 1. 外延生长

在 (100) 硅单晶的基体上真空生长锗层的研究中<sup>[11]</sup>，如果在基体区域和锗层区域依次观察选区电子通道花样，则在两个区域均可以获得电子通道花样，但后者不如前者清晰，这个结果表明锗层也是一种单晶层，但晶体的完整性不如硅基体。

## 2. 塑性变形和断裂

这是电子通道分析技术最重要的应用方面。例如在 304 奥氏体不锈钢的疲劳断裂研究中<sup>[12]</sup>，直接从室温下进行疲劳实验所得到的断口上不能得到电子通道花样，这表明原来的疲劳断口表面发生相当大的塑性变形。如果对电子通道花样进行位向分析，则发现每一小裂面并非一种晶面，而可能是(110)，(111)，(112)或(114)晶面，其中(114)晶面最多。因为在面心立方金属中，孪晶的形成可使〈110〉方位转向〈114〉方位，故可以预期，在断裂过程中发生孪晶变形。

## 3. 辐照损伤

因为扫描电镜的照明电子束本身可以作为辐照源，故采用扫描电镜的电子通道分析技术去研究晶体试样的辐照损伤最为方便。

例如，对于一些碱盐如 NaF, KCl, NaCl 和 KBr 等，当用扫描电镜进行观察时，其原始的电子通道花样十分清晰。但随着观察时间延长，试样被电子辐照的时间相应增加，则电子通道花样逐渐变得模糊，最后消失。如果把晶体试样进行退火，则电子通道花样又重新出现。根据电子通道花样的衬度效应随辐照时间的变化情况，可以推算出晶体中点缺陷在辐照和退火过程中的变化情况<sup>[13]</sup>。

## 4. 表面研究

例如在工业纯铝的表面氧化研究中<sup>[14]</sup>，分析表面经过仔细的化学抛光，然后观察从其表面获得的电子通道花样，并分析所得花样的衬度效应随退火温度的变化。结果表明，随着退火温度的升高，所形成氧化膜的厚度增加，电子通道花样的质量变坏，而且(220)电子通道带的衬度下降程度近似与退火温度成线性关系。因此，如果入射电子束的加速电压已知，相应电子束贯穿晶体的深度已知，就可以定量地计算表面氧化层的厚度。

## 5. 晶体中位错密度的测定

晶体中位错的存在将使电子通道花样的质量降低（如角分辨率和衬度效应下降等）。因此，根据选区电子通道花样质量下降的程度，可

以提供位错密度的半定量估计<sup>[15]</sup>。

## 八、展 望

电子通道效应在材料科学上应用，在 1972 年前后便已进行了全面的探索并奠定了基础，但其应用原理、分析方法和应用范围仍在不断地完善和发展过程中。

关于电子通道分析技术在结晶学分析方面的应用，目前已有一套比较成熟的分析方法。今后的努力方向是如何进一步发展在更小的选区（例如，0.1 $\mu\text{m}$ ）上获得电子通道花样，并把全部分析程序用电子计算机控制和操作。可以预期，随着选区尺寸的减小和电子计算机的应用，这种分析技术将更会显示出其独到的优点。

有关电子通道衬度效应的分析应用方面，目前主要采用标样法，即从试样上确立试样状态和衬度效应的定量关系，然后画出工作曲线，再用透射电镜的观察结果进行标定。因此，在应用上存在一定的局限性。今后，如果我们能够从理论上建立试样状态和衬度效应的关系，则在晶体缺陷、塑性变形和断裂等研究方面，将会使我们获得更深入和更有用的资料。但目前理论分析上仍极其初步，还没有取得重大的突破。

随着实验技术的发展，如果把场发射电子枪、能量分析器和电子计算机技术应用到扫描电镜中，则图象的分辨率有可能达 5—10  $\text{\AA}$  左右。因此，应用电子通道效应来观察晶体缺陷是很有前途的。由于它可以直接观察厚块试样的表面晶体缺陷，更能反映晶体表面的真实情况，故在这方面的应用可能是今后主要发展方向之一。

## 参 考 文 献

- [1] V. G. Cosslett, *Optik*, **36**(1972), 85.
- [2] D. G. Coates, *Phil. Mag.*, **21**(1967), 1197.
- [3] P. B. Hirsch, and C. J. Humphreys, *Proceeding of 2nd Annual SEM Symposium*, IIT Research Institute, Chicago, Illinois, (1969), p451.
- [4] T. Yamamoto, M. Mori, and I. Ishida, *Phil. Mag. A*, **38**(1978), 439.

（下转第 762 页）