

## 电子通道花样的几何测量和解释

廖乾初 蓝芬兰

(冶金工业部钢铁研究总院)

在扫描电镜中,应用电子通道效应所产生的花样称为电子通道花样(简称为ECP)。作为ECP的应用和分析基础,首先必须对ECP进行几何测量和结晶学注释。本文作为1982年第11卷第12期《物理》讲座栏内“电子通道效应及其应用”<sup>[1]</sup>一文在实验方法上的补充,以便对这个专门的问题进行系统的阐述。

### 一、ECP的成象几何关系

在文献[1]中曾系统地阐述了ECP的成象几何关系的特点。根据这些特点,并引入等效投射距离 $R$ 这个参数,则可以画出ECP的

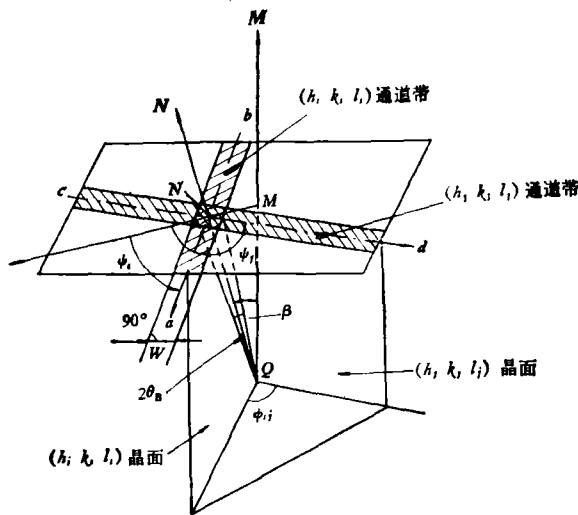


图1 ECP成象的等效几何关系

$\vec{N}$ ——晶带轴 $\vec{QN}$ 的单位矢量;  $N$ ——晶带轴与成象平面的交点(简称为晶带轴极点);  $\vec{M}$ ——镜筒光轴(或投射轴)的单位矢量;  $M$ ——光轴(或投射轴)与成象平面的交点(简称为投射原点);  $\beta$ —— $\vec{N}$ 与 $\vec{M}$ 之间的夹角;  $\overline{QM} = R$ , 即等效投射距离;  $\psi$ ——通道带轴线和 $\overline{MN}$ 夹角;  $\overline{MN} = R \tan \beta$

成象等效几何关系,如图1所示。

在图1中,两个相交的电子通道带依次属于 $(h, k, l)_1$ 晶面和 $(h, k, l)_2$ 晶面,这两个晶面的晶带轴为 $\vec{QN}$ ,它并不平行于光轴 $\vec{QM}$ 。并且 $(h, k, l)_1$ 电子通道带的轴线[它定义为 $(hkl)$ 晶面和成象平面相交之迹]为 $ab$ ;  $(h, k, l)_2$ 电子通道带的轴线为 $cd$ ,其它符号意义见图1。

根据图1的等效几何关系,可以证明:

1. 每个 $(hkl)$ 电子通道带的中心线近似与轴线的位置重合<sup>[2]</sup>;
2. 如果从 $M$ 点到垂直于电子通道带轴线的位置去测量带宽 $W$ ,则 $W$ 和布喇格角 $\theta_B$ 间有如下关系存在<sup>[2]</sup>:

$$W = \frac{\{[(R^2 + R^2 \tan^2 \beta \sin^2 \psi)^{1/2} (1 - \sin^2 \beta \cos^2 \psi)^{1/2}]\}}{\cos \beta} \times 2\theta_B, \quad (1)$$

式中符号意义见图1。

3. 两相交电子通道带间夹角 $\Phi_{ij}$ 和相应的晶面夹角 $\phi_{ij}$ 间有如下关系<sup>[3]</sup>:

$$\cos \Phi_{ij} = \frac{\cos(\phi_j - \phi_i) - \sin^2 \beta \cos \phi_i \cos \phi_j}{\sqrt{1 - \sin^2 \beta \cos^2 \phi_i} \sqrt{1 - \sin^2 \beta \cos^2 \phi_j}}, \quad (2)$$

式中 $\Phi_{ij}$ 为两电子通道带间夹角,  $\Phi_{ij} = \phi_j - \phi_i$ ;  $\phi_i$ 为 $(h, k, l)_1$ 通道带的轴线和 $\overline{MN}$ 夹角;  $\phi_j$ 为 $(h, k, l)_2$ 通道带的轴线和 $\overline{M'N}$ 夹角。

因此,如果从(1)式和(2)式的定量关系出发,则涉及到的几何参数有:投射原点的位置 $M$ 、晶带轴极点的位置 $N$ 、等效投射距离 $R$ 、电子通道带的宽度 $W$ 和电子通道带间的角度如 $\phi_i, \phi_j$ 等。下面,我们将系统地说明上述几何

参数的测量方法和应注意事项。

## 二、ECP 的几何测量

### 1. 投射原点位置的确定

当扫描线圈的电流等于零，则扫描电子束变成静止入射的电子束。此时，电子束的入射方向和投射轴重合。根据这个原则，可以采取依次截断帧扫描和行扫描电源的办法，在显象管的荧光屏上依次获得单根水平扫描线  $xx'$  和垂直扫描线  $yy'$ ，其交点  $O$  即为投射原点，见图 2。

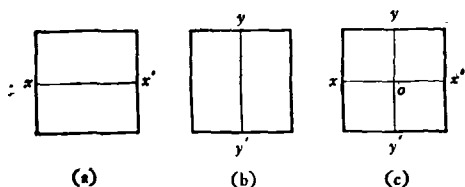


图 2

(a) 帧扫描电源截断后的行扫描线；(b) 行扫描电源截断后的帧扫描线；(c) 把 (a)(b) 叠加在一起而确定投射原点位置

### 2. 晶带轴极点位置的确定

由于每一电子通道带的中心线是代表所属晶面和成象平面交截之迹，因此，一晶带轴所属的任意两通道带中心线的交点，即为该晶带的晶带轴极点。

### 3. 等效投射距离的确定

等效投射距离  $R$  本身是一个与工作距离  $D$  和电子束加速单压  $V$  有关的函数，因此，从实验上确定  $R$  时，应当测量在不同  $V$  和  $D$  条件下  $R$  的值，制成工作曲线，以备查用。

关于从实验上确定  $R$  的方法，通常是采用一块  $\langle 111 \rangle$  位向的完整硅单晶体，放在一个经过准确校正过的测角试样台上，在某一规定加速电压和工作距离的工作条件下，按正常方法获得电子通道花样后，调节测角试样台，使  $\langle 111 \rangle$  晶带轴的极点和投射原点重合，并使 (660) 通道带平行于荧光屏的  $x$  轴（即水平方向），测量 (660) 通道带宽  $W_0$ 。再调节测角试样台，使硅

单晶绕  $x$  轴转一任意角度  $\beta$ （一般不超过  $2^\circ$ ），测量此时 (660) 带的带宽  $W$  和晶带轴极点到投射原点的距离  $\overline{MN}$ ，如图 3 所示：

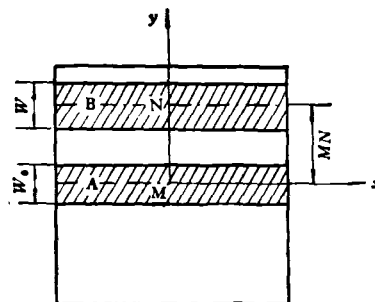


图 3 应用测角试样台和标准硅单晶法确定  $R$

(a) 起始态时 (660) 通道带的位置；(b) 绕  $x$  轴转  $\beta$  角后 (660) 通道带的位置

在图 3 (a) 的情况下， $\beta = 0^\circ$ ， $\psi = 90^\circ$ ，则(1)式可以简化为

$$W_0 = R \cdot 2\theta_{660}. \quad (3)$$

在图 3 (b) 的情况下， $\beta \neq 0^\circ$ ， $\psi = 90^\circ$ ，则(1)式可以简化为

$$W = \frac{R^2 + \overline{MN}^2}{R} \cdot 2\theta_{660}, \quad (4)$$

式中  $\overline{MN} = R \tan \beta$  (见图 1)。

联立求解(3)式和(4)式，可以得到

$$R = \overline{MN} \sqrt{W_0 / (W - W_0)}. \quad (5)$$

因为  $\theta_{660}$  的值是已知（参看表 1， $\theta_{660} = 3\theta_{220}$ ）， $\overline{MN}$ 、 $W_0$  和  $W$  均可以从硅单晶的电子通道花样中测得，故可用(4)式或(5)式去确定  $R$  的值。

表 1 硅单晶的晶面指数和布喇格角的关系

反射指数	$2\theta_B$ (度)			
	30kV	20kV	10kV	5kV
111	1.26	1.58	2.22	3.16
220	2.06	2.56	3.64	5.16
311	2.44	3.00	4.26	6.06
400	2.96	3.64	5.16	7.32

采用(5)式的优点是  $R$  同布喇格角无关，相应地不要求准确地知道电子束的加速电压。

由一系列的  $V$  和  $D$  值得  $R$  值后, 就可以画出  $R$  对  $V$  和  $D$  的关系曲线如图 4 所示. 应用此工作曲线, 就不难找出任何  $V, D$  条件下的  $R$  值.

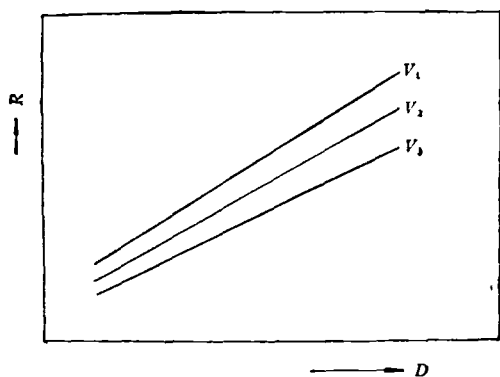


图 4 实验测得  $R$  对  $V$  和  $D$  的关系  
( $V_1 > V_2 > V_3$ )

#### 4. 电子通道带宽度的测量问题

从电子通道花样去确定通道带的宽度时, 要注意下面两个事实:

(1) 电子通道带并不是一个严格平行宽度的带, 而是一个稍呈曲率的带. 因此, 在测量某一通道带的带宽时, 应当从  $M$  点到垂直于电子通道带轴线的位置上去测量, 才能代入(1)式中去计算布喇格角的价值;

(2) 电子通道带两边缘本身也具有一定的宽度, 如图 5 所示, 建议从相对亮度等于  $1/2$  的

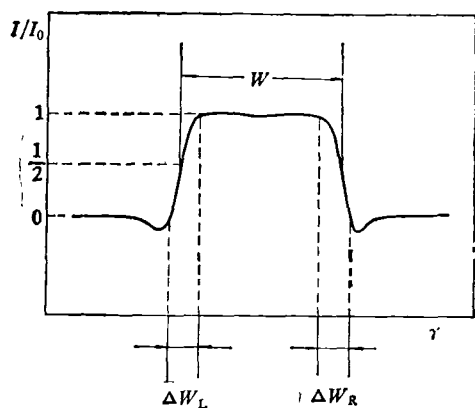


图 5 电子通道带的边缘宽度  
( $\Delta W_L$  和  $\Delta W_R$  分别为左右边缘宽度;  $I/I_0$  为相对强度;  $\gamma$  为扫描角范围)

位置去确定  $W$  的值.

实验表明, 所属晶面指数愈大的电子通道带, 其边缘宽度就愈小, 相应地, 确定其真实带宽也愈准确.

一般地说, 如果由扫描电镜本身的扫描发生器非线性所引起象的畸变可以忽略, 则测量  $W$  的准确度估计可在  $\pm 0.5\text{mm}$  范围以内.

#### 5. 电子通道带间夹角的测量问题

为了从电子通道带间夹角几何关系去推算所属晶面的夹角关系, 首先必须测量每一通道带的中心线和  $\overline{MN}$  间的夹角  $\phi$ , 才能应用(2)式进行计算.

从图 1 的等效几何关系可以看出:  $\overline{MN}$  矢量约定是从  $M$  往  $N$ , 并且  $\overline{A}$  矢量、 $\overline{C}$  矢量和  $\overline{N}$  矢量间构成右手螺旋关系. 因此, 当测量  $\phi$  时, 应统一以  $\overline{MN}$  为基准线, 从逆时针方向对每一电子通道带的中心线量取  $\phi$  值. 如测量方向错误, 则将会导致错误的计算结果.

一般地说, 测量  $\phi$  的误差主要来源于显象管的象畸变. 但在扫描电镜中, 一般象畸变很小, 且可以采用透射电镜的标准方格网 (常用 200 筛孔的标准格网) 进行检查和校正. 因此, 只要仔细测量, 则测量  $\phi$  的准确度估计在  $\pm 0.5^\circ$  范围以内.

### 三、ECP 的结晶学注释

作为对 ECP 的分析和应用基础, 首先必须对 ECP 进行结晶学注释, 即标出属于每一通道带的晶面指数(或反射指数). 目前有三类方法, 即比较法、解析法和相似性原理分析法, 下面分别介绍这三种方法的要点.

#### 1. 比较法<sup>[4]</sup>

比较法的注释原理是: 同类晶体结构的 ECP, 在相同位向下其电子通道花样的几何分布规律是完全相同的. 为了应用比较法, 首先必须从实验上(或理论上)制备各类晶体结构的标准电子通道图 (它是由一系列已知位向晶体所得到的电子通道花样, 按严格的几何位向关系拼成一个赤面投影三角形图<sup>[5]</sup>).

如果各种晶体结构的标准电子通道图已经预先制备好,就可以把分析试样得到的电子通道花样同标准图比较,从而直接标出被分析的电子通道花样中每一通道带所属晶面指数。

在实际应用过程中,从分析试样所获得的电子通道花样往往很不完整,使得它同相应的标准电子通道图进行几何分析比较时发生困难。在这种情况下,可以采取如下条件来获得被分析试样的电子通道花样:

$$V_s = \left(\frac{a_N}{a_s}\right)^2 V_N, \quad (6)$$

式中  $a_N$  为制备标准电子通道图所用晶体的晶格常数,  $V_N$  为制备标准电子通道图时所用的电子束加速电压,  $a_s$  为被分析试样的晶格常数,  $V_s$  为观察被分析试样的电子通道花样时所用的加速电压。

测量被分析电子通道花样中各通道带的带宽,并同相应的标准电子通道图比较。如果它和标准电子通道图中某一通道带的宽度相等,则它们两者间将具有相同的晶面指数。

## 2. 解析法<sup>[6]</sup>

表2 标志  $Mo$  晶体的 ECP 的  $(hkl)$  的步骤(示例)

通道带	$h^2 + k^2 + l^2$		可能晶面指数 $(hkl)$	电子通道带间夹角 $\phi$			标定的晶面指数 $(hkl)$
	计算结果	最近整数		A	B	C	
A	5.65	6	112		155°		$2\bar{1}1$
B	9.55	10	310			59°	310
C	5.65	6	112	146°			$12\bar{1}$

## 3. 相似性原理分析法

在实际应用中,由于比较法和解析法都存在一定的局限性,故近年来又发展了一种所谓相似性原理分析法<sup>[6]</sup>。这种注释方法的原理是:既然同类晶体结构的 ECP 的几何分布规律完全相同,则在数学上可以用两个特征量来描述。系统分析结果表明,最合适的两个特征量是:两个相交的电子通道带间夹角  $\phi$  及其带宽比值  $K$ 。如果对被分析的电子通道花样,测量其任意两个相交的电子通道带的  $(K, \phi)$  值,就可以用查标准数据表的方法,注释出相应这

解析法的注释原理是:根据电子通道花样的几何测量数据(如电子通道带宽度  $W$  等)去计算布喇格角。再应用布喇格公式换算成相应的晶面间距  $d$ ,然后参考由电子通道带间夹角推算得到的晶面夹角关系,通过验证或分析计算,最后算出每一通道带所属晶面的晶面指数(或反射指数)。

如果直接测量的几何量是通道带的宽度  $W$ ,则由(1)式和布喇格公式,可以得到

$$d = (12.236/\sqrt{V})[(R^2 + R^2 \tan^2 \beta \sin^2 \phi)^{1/2} \times (1 - \sin^2 \beta \cos^2 \phi)^{1/2}]/(W \cos \beta), \quad (7)$$

式中  $V$  为观察电子通道花样时所采用的电子的加速电压,单位是伏,  $d$  为带宽等于  $W$  的电子通道带所属晶面的晶面间距。

如果被分析晶体属于立方晶系,则晶面指数  $(hkl)$  和晶面间距  $d$  间有如下简单关系:

$$d = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (8)$$

式中  $a$  为被分析晶体的晶格常数。

因为  $a$ ,  $V$  和  $R$  均已知,故对电子通道花样进行几何测量,就可以通过(7)式和(8)式去求出  $(hkl)$ 。其分析步骤如表2所示:

两个电子通道带的晶面指数。实际应用和误差分析表明,用这种方法得到的注释结果是唯一的。

同上述两种注释方法比较,这种方法具有如下优点:(1)注释方法简单,速度快,而且结果是唯一的;(2)不需要知道电子束的加速电压  $V$  和等效投射距离  $R$ ;(3)对于立方晶系,即使不知道被分析晶体的晶格常数,也能进行结晶学注释;(4)适用于电子通道花样极不完整的情况。只要有一对相交的电子通道带出现,就可以进行结晶学的注释。

基于上述,相似性原理分析法是一种普遍适用的快速注释方法。

#### 四、位向关系分析

ECP 分析技术的最基本应用之一是分析晶体位向的关系。因为 ECP 成象的等效几何关系也符合极射赤面投影关系,故分析方法比较简单。为了分析方便起见,通常令被分析晶体的表面垂直于扫描电镜的光轴。在这种条件下,在 ECP 中的投射轴极点就是被分析晶体表面法线的极点。如果 ECP 已经进行了结晶学注释,就可以确定被分析表面的结晶位向。

从 ECP 去分析晶体位向的方法如图 6 所示,共存在两种情况:

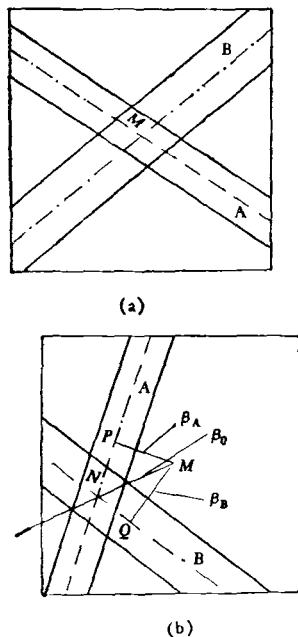


图 6 从 ECP 去分析晶体的位向  
(a) 晶带轴平行于光轴的情况; (b) 晶带轴不平行于光轴的情况

(1) 如果两相交电子通道带所属晶带轴的极点和投射原点重合[图 6(a)],则晶带轴方向  $[u, v, w]$  即代表被分析晶体表面的法线的结晶方向,并有如下关系存在:

$$u:v:w = \left| \begin{array}{cc} k_1 & l_1 \\ k_2 & l_2 \end{array} \right| : \left| \begin{array}{cc} l_1 & h_1 \\ l_2 & h_2 \end{array} \right| : \left| \begin{array}{cc} h_1 & k_1 \\ h_2 & k_2 \end{array} \right|, \quad (9)$$

式中  $(h_1 k_1 l_1)$  为 A 电子通道带所属晶面指数;  $(h_2 k_2 l_2)$  为 B 电子通道带所属晶面指数。

(2) 如果两相交电子通道带所属晶带轴的极点和投射原点不重合[图 6(b)],则作  $\overline{MP}$  垂直于 A 通道带的轴线而相交于 P 点,  $\overline{MQ}$  垂直于 B 通道带的轴线而相交于 Q 点。因为在极射赤面投影图中,晶面之迹和其极点间有  $90^\circ$  关系存在。如果被分析晶体表面法线的方向余弦为  $(A, B, C)$ ,则  $(A, B, C)$  可以用如下关系来确定:

$$\begin{cases} Ah_1 + Bk_1 + Cl_1 = \sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \\ \quad \times \cos(90^\circ - \beta_A), \\ Ah_2 + Bk_2 + Cl_2 = \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2} \\ \quad \times \cos(90^\circ - \beta_B), \\ Au + Bv + Cw = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \\ \quad \times \cos \beta_0, \end{cases} \quad (10)$$

其中(参看图 1 几何关系)  $\cos \beta_0 = \overline{MN}/R$ ;  $\cos \beta_A = \overline{MP}/R$ ;  $\cos \beta_B = \overline{MQ}/R$ ; R 为等效投射距离;其它符号意义和(9)式相同。

解联立方程(10)式,就可以求出  $(A, B, C)$ ,然后把  $(A, B, C)$  化为三个互质整数  $(x, y, z)$ ,  $(x, y, z)$  就是被分析表面晶体的结晶方向。

如果将上述方法应用到多晶体中,把每个

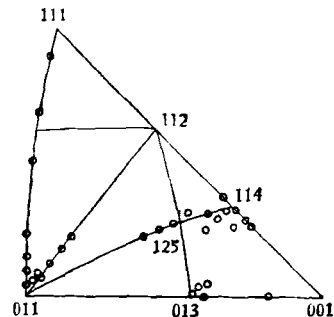


图 7 冷轧后经过退火的 Pb-Sn 合金的晶粒位向分布  
(用 ECP 技术测定)

(下转第 723 页)