

在选择拒绝域时, 尽可能使在给定的显著水平 α 下的污染 β 很小, $1 - \beta$ 又称为检验的功效.

对于一定的损失 α , 一种检验统计量 $\lambda(x)$ 和对于 λ 值的拒绝域合起来确定一种检验方法, 这拒绝域也反映为样本的一个拒绝域 ω_α , 可表为

$$\int_{x \in \omega_\alpha} L(x|\theta_1) dx = \alpha. \quad (6.29)$$

检验的功效为

$$1 - \beta = \left\langle \left(\frac{L(x|\theta_2)}{L(x|\theta_1)} \middle| \theta = \theta_1 \right) \right\rangle_{\omega_\alpha}. \quad (6.30)$$

因此, 如果选取使

$$\lambda(x) \equiv \frac{L(x|\theta_1)}{L(x|\theta_2)} < \lambda_\alpha \quad (6.31)$$

的 x 值构成的区域为 x 空间的拒绝域, 其中 λ_α 由保证损失为 α 所决定, 则这样得出的检验功效最大

仍以粒子的衰变为例,

$$H: \tau = \tau_K, H': \tau = \tau_\pi,$$

$$L(x|\theta) = \frac{1}{\tau^N} \exp\left(-\sum_{i=1}^N t_i/\tau\right).$$

如果选用 $\mu(t) = \sum_{i=1}^N t_i$, 在显著水平 α 下, ω_α 由下式决定:

$$\alpha = \int_{t \in \omega_\alpha} L(t|\tau_K) dt$$

$$= e^{-\frac{\mu(t)}{\tau_K}} \left\{ 1 + \frac{\mu(t)}{\tau_K} + \frac{1}{2!} \left[\frac{\mu(t)}{\tau_K} \right]^2 + \dots + \frac{1}{(N-1)!} \left[\frac{\mu(t)}{\tau_K} \right]^{N-1} \right\}.$$

由此式解出 $\mu(t)$ 的值称为 μ_α .

由似然比函数给出的拒绝域不等式为

$$\frac{\tau_\pi^N}{\tau_K^N} e^{-\left(\frac{1}{\tau_K} - \frac{1}{\tau_\pi}\right)\mu(t)} < \lambda_\alpha.$$

实际上得到的最后判据为: 若 $\mu(t) = \sum_{i=1}^N t_i > \mu_\alpha$, 则拒绝 $\tau = \tau_K$; 如 $\mu(t) < \mu_\alpha$, 则接受 $\tau = \tau_K$.

在上面的作法中, 我们选用的检验统计量是似然比. 但似然比给出的拒绝域的不等式实际上就是对 $\mu(t)$ 的限制, 因此这限制也就直接和通过 $\mu(t)$ 定拒绝域的式子联系起来.

在上面所讨论的统计假设是采取

$$H: \theta = \theta_1, H': \theta = \theta_2$$

的形式, 这时称为简单假设. 如果参数的可取值不止两组, 要检验的是当把参数的一切可取值分为两个集合, 检验其是否属于第一个集合, 这时称为复杂假设. 复杂假设的检验方法是在简单假设的检验方法基础上, 考虑了复杂假设的特点推广而发展起来的, 这里就不详细介绍了.

新实验技术在材料研究中的应用讲座

第八讲 微分干涉衬度显微镜的原理与应用

高维滨

(中国科学院半导体研究所)

显微镜是材料科学等基础研究的工具. 制造工艺的进步能极大地提高其性能, 也能扩展它的用途. 但是, 显微镜原理上的某些突破, 则起了更重要的作用. 例如, Zernike 提出的“将

物的位相分布转换成象的光强分布”的相位衬度法 (phase contrast). 根据 Zernike 提出的原理, 1947 年制成的相位衬度显微镜, 作为光学信息处理原理的第一个实际应用而获得诺贝尔

奖金^[1]。它使物的不可见的相位分布转变成可见的光强分布,大大地开阔了人们的视野。

基于 Nomarski^[2] 原理发展起来的微分干涉衬度显微镜,由于其优越的性能而被广泛地使用着。本文将介绍其原理及应用。

一、微分干涉衬度显微镜的原理

基于 Nomarski 原理发展起来的微分干涉衬度显微镜,英文缩写简称为 DIC (differential interference contrast) 方法,也称为 Nomarski 方法。其光路原理如图 1 所示。

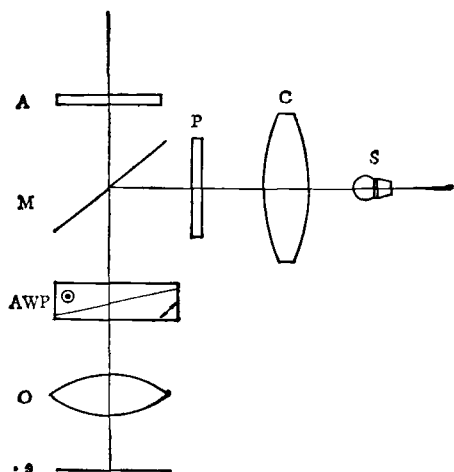


图 1 微分干涉衬度显微镜的光路原理图

S. 光源; C. 聚光镜; P. 起偏振器; M. 半透反射镜,与光轴成 45° 角; AWP 为改进的 Wollaston 棱镜; O. 无应力物镜; A. 检偏振器,与 P 正交 s. 样品表面

与一般显微镜不同之处,多了一个双折射分束元件——改进的 Wollaston 棱镜,另外使用了无内应力物镜和起偏振器与检偏振器。由光源 S 发出的光线经聚光镜 C 会聚后,通过起偏振器 P 变为一束线偏振光,再经 45° 的半透反射镜 M 反射后进入改进的 Wollaston 棱镜。改进的 Wollaston 棱镜的构造如图 2 所示。它是由两片光轴互相垂直的楔形方解石晶片构成。它的作用是:当入射线偏振光的振动方向与该两方解石晶片的光轴成 45° 角时,出射两束强度相同,振动方向互相垂直的线偏振光,而且棱

物理

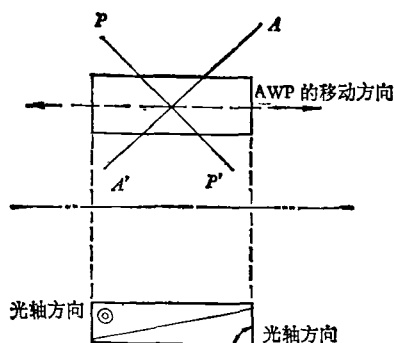


图 2 改进的 Wollaston 棱镜的构造
AA' 和 PP' 表示检偏振器和起偏振器允许通过的振动方向,也标明了棱镜可以移动的方向

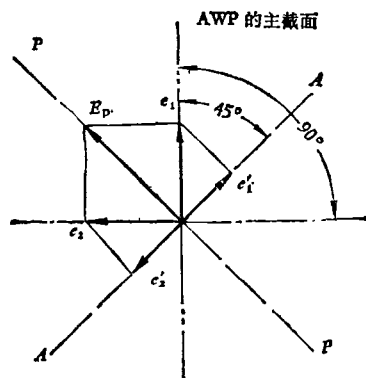


图 3 入射线偏振光 E_p 通过改进的 Wollaston 棱镜分成的两束强度相等,振动方向互相垂直的线偏振光与起偏振器和检偏振器允许通过的振动方向的矢量关系

镜设计保证这两束光以微小的角度相交于物镜的后焦面。通过物镜后,这两束光变为两束平行光束,但两者之间有微小的距离 Δ ,这个距离小于物镜的分辨本领。经样品表面反射,这两束光沿与入射相同的光路经过物镜和改进的 Wollaston 棱镜后,穿过 45° 半透反射镜,再经过检偏器到达目镜。这两束光与起偏器和检偏器的矢量关系如图 3 所示。入射线偏振光 E_p 经改进的 Wollaston 棱镜后分解为两束强度相等,振动方向互相垂直的线偏振光 e_1 和 e_2 ,经样品表面反射后,经 Wollaston 棱镜和 45° 半透反射镜射出。如果不经检偏器,尽管 e_1 和 e_2 之间有光程差,仍不能产生干涉,因为两者的振动方向互相垂直。如经过与起偏器正交的检偏器,则 e_1 和 e_2 在检偏器允许通过的振动

方向上的投影 e_1' 和 e_2' 就能产生干涉, 因为两者的振动方向一致.

1. 光程差的引入

e_1 和 e_2 之间的光程差可以有两种方式引入. 当移动改进的 Wollaston 棱镜时, 由于寻常光和非寻常光所经的光程有变化, 可以引入光程差, 我们把由移动改进的 Wollaston 棱镜而引入的光程差记为 δ_0 . 当 e_1 和 e_2 射向样品表面的倾斜部分时也能引入光程差, 由样品表面引入的光程差我们记为 δ . 图 4 表明由样品表面倾斜部分引入光程差 δ 的情形. 利用简单的计算可以求出 e_1 和 e_2 之间的光程差为:

$$\delta = 2\overline{BC} = \overline{AC} \cdot 2 \cdot \tan\theta = 2\Delta \tan\theta.$$

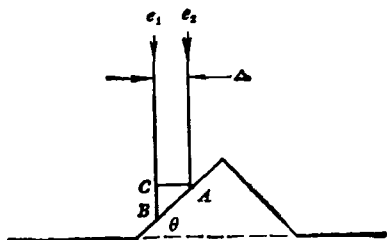


图 4 样品表面倾斜部分引入光程差的示意图 (Δ 为 e_1 和 e_2 之间的微小距离, 是个常数, 其大小决定于改进的 Wollaston 棱镜和物镜)

e_1 和 e_2 之间的总光程差为 δ_0 与 δ 之和, 从而可以推知 e_1 和 e_2 在检偏器允许通过方向的投影 e_1' 和 e_2' 之间的光程差亦为 δ_0 与 δ 之和. 当总光程差为零, 得 e_1' 和 e_2' 反相, 对各种波长的光亦即对各种颜色的光, e_1' 和 e_2' 的总强度为零. 当总光程差不为零, 对某一波长满足加强的条件: $[2\pi(\delta_0 + \delta)]/\lambda = (2n + 1)\pi$ 则视场中充满这种波长的颜色. 其中 λ 是某种光的波长, n 是整数.

我们看到当样品表面平整, 没有倾斜的部分, 即对任何位置 $\theta=0$, 则总光程差决定于 δ_0 , 即决定于改进的 Wollaston 棱镜引入的光程差. 视场中充满这种满足干涉加强条件的光的色彩, 当样品表面某一局部有倾斜存在, 则在倾斜部分引入外加光程差 δ , 在视场中该倾斜部分有异于平整部分的干涉色. 不同的倾斜角度 θ 对应于不同的干涉色. 这些倾斜部分以异于平

整部分的干涉色而形成衬度, 称为干涉衬度.

2. 干涉象衬度的形成

从几何光学的观点来看, 两束分离的光束能产生两个分离的象, 但是改进的 Wollaston 棱镜设计得使两束光分离的距离远小于物镜的分辨本领, 使人的眼睛看不到双象.

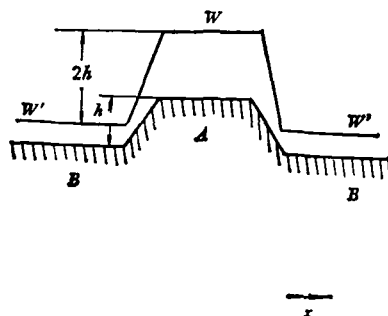


图 5 垂直于样品表面入射的平面波, 在具有一个平台 A 的样品表面 BAB 反射后所形成的波阵面 $W''W''$

如样品, 表面为 BB (见图 5), 其中 A 为一凸起的平台, 高度为 h , 被 A 表面反射产生的波前为 W , 被 B 表面反射产生的波前为 W' . 从图 5 可知, 平台 A 侧面的斜率可表示为 dh/dx , 而被样品表面反射后产生的波前 $W''W''$ 中倾斜侧面的斜率可表示为 $d(2h)/dx$.

当两束分离的平面波垂直于样品表面被反射, 则产生两个分离的波前, 如图 6 所示. 其中 (a) 表示入射的两束波之间没有程差, 即由改进的 Wollaston 棱镜引入的程差: $\delta_0 = 0$, (b) 表示 $\delta_0 \neq 0$ 的情况. 根据图 6 可以计算横坐标一点 x 两个反射的波前之间的光程差, 如果 $w(x)$ 表示反射波波前的高度, 对第一种情况 (a) 所示总的程差为 $\delta_0 + \delta = 0 + \Delta(\partial w/\partial x)$; 对第二种情况 (b) 所示总程差为 $\delta_0 + \delta = \delta_0 + \Delta(\partial w/\partial x)$. 其中 Δ 是两束平面波分开的距离, 为常数, 它决定于改进的 Wollaston 棱镜和显微镜的物镜. 通过以上的计算可知, 由样品表面引入的程差 δ 正比于 $(\partial w/\partial x)$, 即正比于波前的高度对横坐标的微分. 而这个微分相应于样品表面高度对横坐标的微分. 由于这个微分在样品表面的不同部分可以具有不同的数值, 因而具有不同的光程差, 出现不同的干涉色, 所以

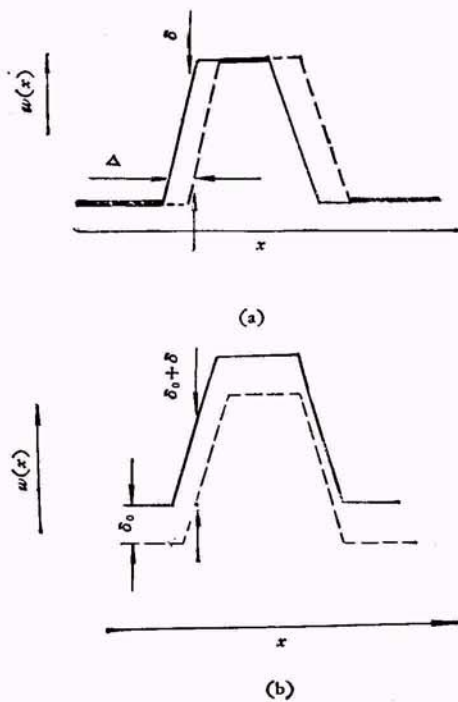


图6 两个分离的波前
(a) $\delta_0 = 0$; (b) $\delta_0 \neq 0$

称为“微分干涉”衬度。

总之，当 $\delta_0 = 0$ 时，样品非倾斜部分在视场中是全暗的，样品具有倾斜的部分，随倾斜的大小不同而出现不同的干涉色；当 $\delta_0 \neq 0$ 时，样品非倾斜部分在视场中是由 δ_0 决定的干涉色，而倾斜部分则随着倾斜的程度不同，具有不同的干涉色。

二、应用

由于微分干涉显微镜能对不同倾斜度的部分产生不同彩色的衬度，因而提高了象的对比度，这十分有利于观察。它的应用可分三个方面。

1. 彩色衬度下的观察

这种方式相当于普通显微镜的明场观察。当调节改进的 Wollaston 棱镜的位置，使样品非倾斜部分具有一定的干涉色。由于 δ_0 连续可调，干涉色可以连续变化，随着 δ_0 由小变大，干涉色可以按紫、蓝、绿、黄、橙、红的顺序连续变

物理

化。样品倾斜部分则由于引入 δ ，因而有异于平整部分的干涉色，而且由于倾斜的大小不同， δ 也不同，因而有不同的干涉色。在视场中就出现了美丽的彩色衬度。适当移动改进的 Wollaston 棱镜的位置，可以获得最有利于观察的衬度，见图 7。

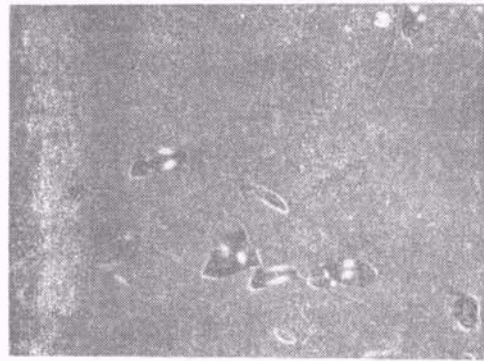


图7 Si, (001), Wright^[3] 腐蚀剂, 位错露头及位错线, $\times 500$

2. $\delta_0 = 0$ 时的观察

这种方式相当于普通显微镜的暗场观察。由于样品上的非倾斜部分 $\delta = 0$ ，故总程差为零，此时 e_1 和 e_2 两束波在检偏器允许振动通过方向上的投影 e'_1 和 e'_2 (见图 3) 反相，故在视场中是全暗的。而在样品倾斜的部分引入光程差 $\delta \neq 0$ ，因此会出现干涉色，如图 8 所示。

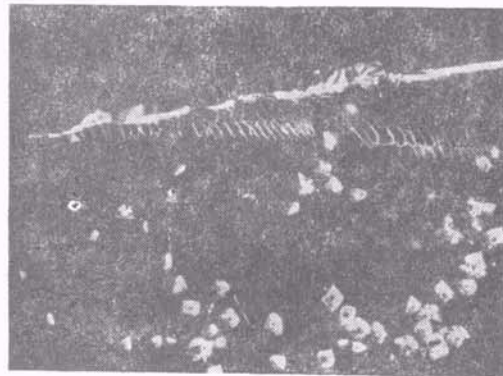


图8 GaAs, 掺 Te, A/B 腐蚀剂, 位错网络, 暗场 ($\delta_0 = 0$), $\times 300$

3. 利用强度反衬进行观察

对某些金相样品，与图 5 所示的情况相比，其凸起高度 h 很小，侧面斜率也很小，如图 9 所示。这样的样品用强度反衬的方法观察可以获

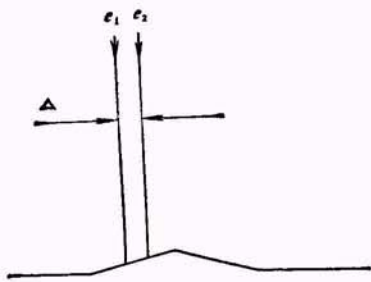


图 9 样品表面的凸起高度很小,侧面倾斜也很小,引起 e_1 和 e_2 之间的光程差 $\delta \ll \lambda$

得良好的效果。这种方法是将 δ_0 调到很小,但要能看到样品平整部分的细节,此时倾斜度很小的侧面能引入很小的光程差。注意由于斜率很小,故这个程差一般不超过 $\lambda/10$ 。此时,有较强的对比度,如图 10 所示。

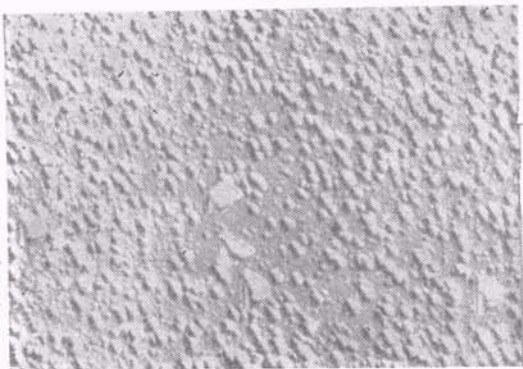


图 10 Si, (111), Wright 腐蚀剂, 微缺陷, $\times 1000$

总之,微分干涉衬度显微镜具有高灵敏度,为了得到具体的印象,下面给出几个应用的实例:

1. 近年来对半导体材料 Si 中的微缺陷的研究进行了许多工作。金相显微镜是用得较多的一种工具。微缺陷组成漩涡状的形态,由许多腐蚀小丘或小坑组成,它们的侧面坡度极小,高度或深度又很小,用一般显微镜很难得到清晰的图象。用扫描电镜得到的象,衬度也不理想,而使用微分干涉衬度显微镜则能获得满意的结果。图 11 所示是一个漩涡的局部,由于小丘的密度不同而形成明暗相间的带。

2. 对无漩涡缺陷的 Si 单晶,也往往有尺度极小的,孤立的微缺陷,用普通显微镜观察衬度



图 11 Si 单晶中的漩涡带, (111), Wright 腐蚀剂 $\times 32$

极小,更拍摄不到清楚的照片。但是用干涉微分衬度显微镜,用强度反衬法则能清楚地见到微缺陷。图 12 所示,在起伏不平的背底上,有一大的坑和若干个较小的丘,由于尺度极小,使用了较高的放大倍数。

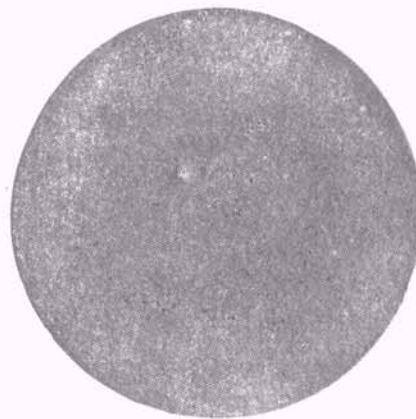
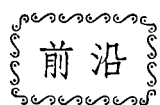


图 12 Si 中的微缺陷, (100), Secco 腐蚀剂, $\times 1000$



图 13 Si, (001), Wright 腐蚀剂, 热氧化层错, $\times 1000$

3. 图 13 所示是一个 (001), Si 晶片, 经热氧化后产生的氧化层错. 与 (001) 面成 54.7° 角的四个 {111} 面按四次对称分布, 因而形成了四种取向的氧化层错. 又因 (001) 面与金相表面有一定的交角, 故四种层错的表面与金相面也有互异的倾角, 因而形成不同的干涉衬色. 在同一种背景颜色下, 四个 {111} 面上的层错各具有不同的颜色, 有着十分清晰的彩色衬度.



具有微微秒时间分辨率的电子衍射

当一个超短激光脉冲照射到晶体表面上时, 在微微秒的时间尺度内, 晶格发生怎样的变化, 是一个在理论和应用上都很有意义的问题. 例如, 用微微秒激光脉冲使掺杂半导体激光退火, 可以产生比通常的溶解度极限高几个数量级的掺杂浓度. 但这一现象的动力学过程还不很清楚. 最好用衍射分析来直接考察这种快速的结构变化. 然而现在还没有能与激光脉冲同步的微微秒 X 射线或电子探测束, 而 X 射线衍射分析的时间分辨率只能达到毫微微秒的量级.

罗彻斯特大学的 Mourou 和 Williamson^[1,2] 最近提出了一个十分巧妙的方案, 可使电子衍射的时间分辨率达到微微秒的量级, 并能与激光脉冲同步. 其方法是把原来用于微微秒技术中记录光信号的条纹照相机的偏转板去掉 (或不用), 直接把光阴极产生的电子束脉冲引出, 打在一个薄样品上, 在样品后面的磷光荧光屏上观测衍射花样. 原则上, 这样产生的电子束脉冲可以同打在光阴极上的激光脉冲有同样的脉冲宽度. 他们已经完成了这个方案的可行性实验, 用锁模 Nd:YAG 激光器输出的 30 微微秒、1.06 微米的激光, 经四倍频后, 变成 0.27 微米的激光, 打在条纹照相机的光阴极上, 产生

江德生同作者进行了有益的讨论, 许振嘉对本文作了指正, 谨向他们表示深切的谢意.

参 考 文 献

- [1] 母国光等, 光学, 人民教育出版社, (1978), 397.
- [2] Introduction Book for Olympus Microscope.
- [3] M. Wright, *J. Electrochem. Soc.*, **124-5** (1977), 757.

100 微微秒脉宽的电子束脉冲. 通过 20 千电子伏的静电加速, 聚焦到 300 埃厚的 Al 样品上. 在荧光屏上清楚地出现四个衍射环, 计算得到晶格常数同已知的 Al 的晶格常数是一致的. 他们指出, 这里电子束脉冲比激光脉冲宽, 原因是所用的激光太强. 他们认为, 降低激光的强度, 完全可以使电子束脉冲达到与激光脉冲有同样的宽度. 他们进行的第二步实验是用分色镜, 把四倍频后的激光束分成两束, 把 0.27 微米的一束 (探测束) 引向光阴极, 剩余的 1.06 微米的一束引向样品, 使样品退火. 适当延迟探测束, 就能观测到衍射花样随时间演变的过程. 将要做的第三步工作是要获得几百毫微微秒宽的电子束脉冲, 使电子衍射达到微微秒的分辨率, 能观测微微秒时间尺度内发生的相变过程. 他们特别指出, 可以用一个很小的, 只要有微焦耳输出的激光器就能看到衍射花样.

(顾世杰)

参 考 文 献

- [1] *Phys. Today*, **36-2** (1983), 17.
- [2] G. Mourou, S. Williamson, *Appl. Phys. Lett.*, **41** (1982), 44.