

# 微衍射及其图像分析<sup>1)</sup>

朱 静

(冶金部钢铁研究总院,北京 100081)

叶 恒 强

(中国科学院金属研究所固体原子像研究开放实验室,沈阳 110015)

本文介绍了该项目研究背景、研究工作的基本思路,研究工作的创新之处及研究结果的科学意义及应用前景。

随着人们对物质世界探索的深入以及高技术新材料向亚微米级工程化的发展,要求从更细小的尺度去认识物质的结构。大量的科学实验表明,物质的一些特性如力学、电磁性质,不仅仅取决于物质的完整结构,而且受缺陷结构的影响尤为强烈。因此,缺陷的原子构型的研究也日益受到人们的关注。通常的X射线衍射及选区电子衍射所能提供的探测范围分别为毫米及微米量级。在这些实验中,单个线、面缺陷所提供的信息往往由于太微弱而被上述探测范围的平均信息所掩盖。由于科学研究的深入及仪器制造的发展,现在已经有可能将电子束会聚到纳米大小。自70年代末期以来,各种试图从nm量级的区域内获取形貌、成分及原子排列综合信息的技术迅速发展。其中微衍射是指衍射的信息来自试样上直径小于数十纳米的区域的衍射方法。在80年代初,朱静和J. M. Cowley<sup>[1,2]</sup>利用具有高相干性光源的透射扫描电子显微镜,首次给出晶体中典型的面缺陷(如有序合金Cu<sub>3</sub>Au中反相畴界,面心立方的层错、孪晶等)的特征微衍射图,并运用弱相位物体电子衍射的运动学理论给与了解释,这为微衍射技术在物质结构与缺陷的研究,开拓了崭新的领域。

利用电子微衍射能够得到几个或几十个原子面内的结构信息。但是,由于这样得到的衍射信息对每一个或几个原子面上的构型变化都

十分敏感,而且电子微衍射本身与源的相干性及电子与物质的动力相互作用都有密切关系,因而得到的衍射花样往往非常复杂,使人们难以从衍射花样中得到有用的信息。我们的研究内容就是从衍射原理出发,系统阐明了影响电子微衍射成像的各种因素,提出分析复杂的微衍射花样的方法及运用于研究晶体中缺陷的原子构型的实测。这些研究的创新之处在于:

1. 进行了电子微衍射成像理论的定量模拟,系统地分析了入射电子束源的相干性、晶体的厚度、晶体中需观察特征区域与入射电子束中心的相对位置,电子束源的尺寸和试样的结构特征等关键因素对电子微衍射图的影响。可以举二个例子说明上述理论分析的重要性。在这之前,人们普遍认为微衍射只是简单地把电子束缩小到一定尺寸,但同时又发现在光源的相干性不够高的情况下(如普通透射电镜用LaB<sub>6</sub>灯丝的透射扫描模式),所得到的微衍射图能提供的细节不多。我们的分析表明,只有保证电子束源的高度相干性,某些比较精细结构的信息,如单个反相畴界造成超点阵衍射斑的分裂,才会清楚显示;否则电子束源的低相干性将会模糊这些细节。又如微束衍射极其敏感于电子束与样品的相对位置。如图1显示的微衍射花样,样品为有序Cu<sub>3</sub>Au,电子束照射的

1) 本项目获1989年国家自然科学奖四等奖。

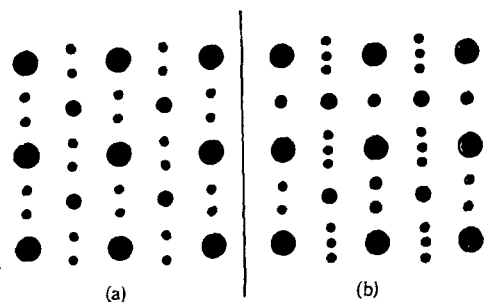


图1 微衍射图像计算模拟[电子束尺寸 2nm, 试样厚度为 2nm, 试样区特征: 含  $L1_2$  结构的第二类反相畴界, 其中 (a) 电子束中心位于畴界面上. (b) 电子束中心偏离畴界面 0.5nm]

样品区域含一个第二类畴界, 试样厚 2nm, 电子束斑直径为 2nm. 若电子束中心位于畴界面上, 则得到图 1(a) 所显示的衍射花样; 若电子束中心偏离此畴界 0.5nm, 则得图 1(b).

2. 进行了电子微衍射图的动力衍射模拟: 我们将电子衍射动力理论的多层法应用于计算微衍射图的几何构形及强度分布, 使得对任意复杂的电子衍射有了分析解释的理论基础. 例如, 金属间化合物  $Fe_7Mo_6$  相属于菱形点阵, 但它的  $\{001\}$  衍射图上点阵消光的  $\{100\}$  衍射斑出现了明显的强度. 相应的高分辨晶格像表明它内部有高密度的非基面平面缺陷, 使得晶格像中的完整区域只有数十个 nm 大小. 这些平面缺陷的存在破坏了  $Fe_7Mo_6$  晶体的三次对称, 因而使  $\{100\}$  衍射斑出现强度是可以理解的. 但是, 从晶格像的完整区得到的微衍射图中  $\{100\}$  仍有明显强度, 这说明在垂直于  $[001]$  方向的基面上同样存在着层错. 基于这些层错模型的运动学理论计算仍不足以解释  $\{100\}$  衍射斑的高强度; 只有在考虑了动力衍射之后, 才可以明确得知, 当晶体厚度超过 10nm, 点阵消光的  $\{100\}$  衍射的强度便有可能与基体衍射  $\{110\}$  的强度相比较. 图 2 显示了这种动力学衍射效应.

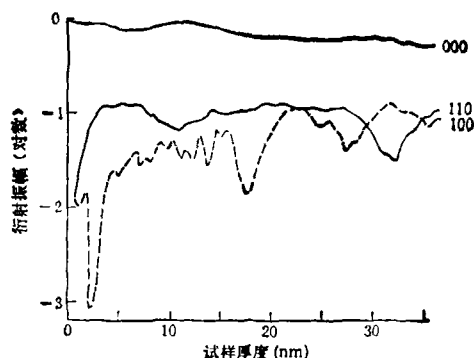


图2 含层错的  $\mu$  相的动力学散射因子

3. 发展了对具有非周期性点阵畸变的晶体缺陷的微衍射图分析: G.P.(I) 区是时效强化合金溶质原子偏聚区, 由于溶质原子与基体原子的尺寸差别, G.P.(I) 区的出现势必引起基体的点阵畸变. 我们利用弹性力学知识对这种有点阵畸变缺陷的晶体计算了基体的位移函数, 然后利用弱相位体衍射理论计算得出了 G.P.(I) 区的微衍射花样强度分布图.

本项研究的科学意义在于对电子微衍射的实验与分析理论作了系统的研究, 为物质的 nm 尺度的结构分析作出了贡献. 电子微衍射与高分辨电子显微学、分析电子显微学等相辅相成, 为在 nm 以至原子尺度提供物质的形貌、结构与成分的准确信息, 因此同属对物质超显微组织进行表征的前沿技术. 它的应用前景在微电子材料、超晶格、表面与界面结构、纳米材料、催化剂表面反应及其产物、合金中预沉淀和复合材料界面等一些领域的基础研究中引起重视, 并为这些材料的进一步研究发展提供基本数据.

- [1] Jing Zhu and J. M. Cowley, *Acta Cryst., A*, **38**(1982), 718.
- [2] Jing Zhu and J. M. Cowley, *J. Appl. Cryst.*, **16**(1983), 171.