

# 耕耘不息 求索不止

——记吴自勤教授对电子显微学的贡献

张庶元<sup>1</sup> 李方华<sup>2</sup>

(1 中国科学技术大学结构分析中心 合肥 230026)

(2 中国科学院物理研究所 北京 100190)

在中国电子显微学领域,吴自勤教授是一位勤奋工作、求实进取、成绩卓著而深受同行敬重的学者。在他临近八十华诞之际,我们撰写这篇贺文,希望能弘扬他为电子显微学和中国电镜事业的发展所做出的贡献。

## 1 电子显微学领域勤勉的探索者

凡是与吴自勤教授接触过的人,都能感受到他儒雅的学者气质。他学识功底深厚,洞察事物敏锐,善于分析和解决问题。30余年来,吴自勤教授在电子显微学的多个领域持续不断地探索研究,取得了诸多有价值的成果。具体体现在如下几个方面:

### 1.1 X射线能谱(EDS)无标样定量分析方法的研究

上世纪70年代,商用X射线能谱仪开始广泛配置在扫描电镜(SEM)和透射电镜(TEM)上,用于试样中元素成分的分析。由于电子和试样相互作用的复杂性,以及当时技术条件的局限性,早期的X射线能谱(energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS)的分析精度不高,误差较大,难以对试样进行准确的定量分析。吴自勤教授从70年代后期开始,便致力于EDS定量分析方法的探索,是国内最早从事这方面研究的学者之一。

1980年至1982年期间,吴自勤教授等在物理学报上相继发表了几篇研究论文,提出了SEM中EDS无标样定量分析的新方法——直接无标样法。该方法根据电子束激发标识X射线的物理规律和经验公式,建立了标识X射线强度与元素含量间的定量关系,直接计算出多元合金的成分。利用该方法编制的软件对多种试样进行了成分分析,并与Russ方法进行比较,结果同样准确,计算程序更简单。同期,吴自勤等还发展了一种有衬底薄膜的无标样分析法,直接利用薄膜和衬底所发出的X射线强度来测定薄膜的成分,并同时确定薄膜的厚度。这种方法对不同衬底和薄膜样品的分析也都获得了很好的结果。



图1 1984年9月吴自勤同到中国科大讲学的A. Howie教授等人的合影(前排自左到右:钱临照夫人, F. R. N. Nabarro, 钱临照;后排自左到右:吴自勤, 刘文汉, A. Howie, 金能楹)

80年代后期,吴自勤教授把更多的注意力转向TEM中EDS的无标样定量分析方法的研究。TEM中的样品为薄试样,薄试样的成分可由Cliff-Lorimer因子 $k_{AB}$ 确定。若待测试样中两种元素A, B的因子 $k_{AB}$ 已知,则可通过测量两种元素的标识X射线强度比值 $I_A, I_B$ ,经公式 $C_A/C_B = k_{AB} \times I_A/I_B$ 获得A, B两种元素的重量百分比值。 $k$ 因子可由实验获得;也可经理论计算。吴自勤教授在上述的两方面都进行了研究。

当时,国外通过实验获得的 $k$ 因子数量十分有限。吴自勤教授等人利用TEM-200CX和H-800TEM电镜上配置的EDAX9100能谱仪,选用了20余个已知成分的样品为标样,测定了不同元素X射线强度比值以及纯元素不同线系的强度比值 $I(M)/I(L)$ ,换算得到各线系之间的 $k$ 因子60余个。利用实验获得的这些 $k$ 因子,可以直接由测得的X射线强度比值获得元素的成分比。这方面工作相继发表在物理学报和电子显微学报上。

商用电镜中使用的EDS无标样定量分析软件,在实际工作中存在很多问题,特别是使用不同线系如 $K_\alpha, L_\alpha$ 或 $L_\alpha, M_\alpha$ 进行分析时,误差常达20—50%。国际上认为,EDS无标样定量分析不准的主要原因是电离截面 $Q$ 的解析表达式不合适。如何找到更合适的 $Q$ 公式来编制软件,成为分析精度提高的关键。经查阅文献,找到了9个电离截面经验公

式,不同公式给出的结果有很大差别.为确定哪个电离截面  $Q$  公式最好,吴自勤教授等通过系统的实验值与  $Q$  公式的计算值进行比较,选择出其中最好的一个  $Q$  公式并进行修正,确定了修正因子  $f(z)$ .采用修正后的  $Q$  公式编制了 EDS 无标样定量分析软件,用一些标样的分析结果比较了自编软件和商用软件的优劣.结果表明,自编软件的分析误差显著降低.

### 1.2 采用 TEM 研究薄膜中的分形生长机理

上世纪 80 年代,吴自勤教授曾致力于研究非晶半导体/金属双层薄膜金属诱导非晶半导体的晶化问题.透射电镜观测发现在金属诱导非晶半导体晶化的同时,晶化后的薄膜出现枝杈状图形,其图形可以用分形几何计算出分维数,这种晶化称为分形晶化,以区别于其他晶化行为.此后,吴自勤教授等利用 TEM 为主要手段,对薄膜中的分形晶化行为进行了长达 10 余年的系统研究,在 *Phys. Rev. B*, *Phys. Rev. E* 和 *J. Appl. Phys.* 等国际期刊上发表了数十篇研究论文.他负责的“薄膜中的分形晶化研究”课题于 1997 年获得了中国科学院自然科学一等奖.该项成果反映在如下几个方面:

一是共晶系双层膜的分形晶化机制.吴自勤教授等对  $\text{Cu}/\text{Au}$ ,  $\text{Ge}/\text{Al}$ ,  $\text{Si}/\text{Al}$  等双层膜的分形晶化行为进行了大量的实验研究和 TEM 观察,提出了“随机逐次成核”的分形生长模型,认为晶核在最有利的三叉晶界处形成,成核后释放的潜热迅速向外扩散引起局域升温,使周围三叉晶界处不断地随机成核,过程的持续进行导致分形的最终形成.进而通过计算机模拟与实验观测比对,结果吻合,证实了该物理模型的合理性,这项工作也获得了国际同行的认同.

二是有中间相的双层膜的分形晶化机制.  $\text{Pd}/\text{Si}$ ,  $\text{Pd}/\text{Ge}$  等体系可以形成中间相,如  $\text{Pd}_2\text{Si}$ ,  $\text{PdSi}$  等. TEM 观测表明,在一定的退火温度下,有中间相生成的双层膜体系也可以出现分形晶化.吴自勤教授等认为,该体系中,界面反应(生成中间相)和金属诱导晶化是相互竞争的过程,温度较高时,分形晶化占了优势.

三是缩聚型分形的形成.在考察  $\text{Ge}-\text{Au}/\text{Au}$  膜的晶化过程中,发现在相当低的温度条件下便出现分形晶化现象,但 TEM 形貌特征有所差异.吴自勤教授认为,这种分形的形成机制是熟化机制,即大晶粒吸收小晶粒的原子在小晶粒的晶界处形成多枝叉的空洞图形,故称为缩聚型分形.计算机模拟得到了

相符的结果.

### 1.3 电子束作用的蒙特卡罗模拟研究

早在 80 年代,吴自勤教授便开始尝试采用蒙特卡罗模拟方法,计算有衬底薄膜材料中标识 X 射线的深度分布函数.并在第三届中日电子显微学研讨会上作了报告.之后,吴自勤教授等比较了几种电子散射模型对 X 射线发射深度分布函数的影响.这些工作为近期三维样品结构的扫描电镜成像模拟奠定了基础.

鉴于二次电子的级联发射轨迹呈现出类似树枝分叉的行为,吴自勤教授等自然地将其与分形研究联系起来,他指导研究生对二次电子产生的空间位置分布,二次电子表面发射的位置分布,入射电子的能量沉积空间分布以及电子轨迹等各种特性进行了分形研究,这一系列工作获得了国防科工委科技进步二等奖(1996 年).

### 1.4 撰写和翻译有关电子显微学的专著

早在 80 年代初期,吴自勤和梁静国校对了刘安生、李永洪合作翻译的经典著作《薄晶体电子显微学》.之后,王华馥和吴自勤合作主编出版了研究生教材《固体物理实验方法》(1995 年获得高等学校教材“国家教委一等奖”),其中有关 SEM 和 TEM 的内容都由其本人撰写.此外,吴自勤教授还翻译出版了《现代晶体学》卷一和卷二.

吴自勤教授 70 高龄以后,虽然健康状况逐渐下降,但勤奋精神不减当年.他把主要精力用于著书立说,将自己数十年的工作积累融入书中,为后人留下他的教学科学研究财富.十年来,以他为主相继撰写出版了三部专著:《薄膜生长》、《微分析物理及其应用》、《分形原理及其应用》,还合作制作出版了一套电子读本《固体物理实验》,这是与前期出版的研究生教材《固体物理实验方法》相近的姐妹篇.

《薄膜生长》一书,不仅系统介绍了有关薄膜生长的固体物理学知识,而且介绍了薄膜生长的前沿进展和薄膜检测的各种先进方法,特别是 SEM, TEM, STM(扫描隧道显微镜)和 AFM(原子力显微镜)等方法.

《微分析物理及其应用》一书,主要内容包括电子显微学和电子束微分析、扫描探针显微术,以及和电子束微分析关联较多的表面分析、离子束微分析和 X 射线束微分析.书中,固体中电子散射的蒙特卡罗模拟也作为专门一章予以介绍.

《分形原理及其应用》一书介绍了各种分形的基本概念,分维及分形谱的计算方法,以及相关模型;

结合实例对这些模型的物理图像、分形特征以及实际应用进行了讨论.同时,还介绍了实验室自编的分形谱计算软件.

## 2 提携后学,甘为人梯

作为物理学和电子显微学界的知名学者,吴自勤教授不吝提携后学,扶持年轻人才,着力培养研究生.他的学生,有的远涉重洋,在国外发展;更多的学生则选择留在国内,或从海外归来,成为许多科研院所的领导和学术骨干.其中部分学生仍活跃在国内外的电子显微学领域.据不完全统计,在国内工作的学生中,已有一人成为中科院院士,4位成为杰出青年基金获得者.桃李芬芳,是对吴自勤教授数十年辛勤耕耘的最好回报和奖励.

在成绩和荣誉面前,吴自勤教授十分低调和谦让.《薄膜中分形晶化的研究》这项工作,吴自勤教授起着主导作用,但在申报中国科学院自然科学奖时,却把自己排在5人中的最后一位.与他人合作出版发行的三部专著,吴自勤教授都是主要执笔人.但署名时,其中两本著述的第一作者都是年青学者.这充分反映出他甘为人梯的奉献精神.

1990年,吴自勤教授摔伤股骨颈骨折,2003年置换人工股骨头留下了后遗症.20多年来,他一直忍受着病痛的折磨.在与病痛作斗争的同时,他仍坚持不懈地积极组织、参与电镜学会的各种活动,努力培养研究生,孜孜不倦地进行学术研究.他这种乐观向上、自强勤奋的求索精神,有如对其名字不经意的诠释,体现出了一位真正学者的执着和风范.

## 3 电镜学会活动的积极组织者

中国电子显微镜学会成立于1980年,从首届开始,吴自勤教授便当选为常务理事.此后,连续6届当选.直至2004年改选时才因超龄(学会章程规定理事候选人不得超过70岁)而卸任.20多年来,吴自勤教授曾相继担任中国电镜学会物理与材料科学专业委员会主任(1980—1996年)和微束分析专业委员会主任(1996—2000年),同时,他还长期担任《电子显微学报》的编委、常务编委和副主编的工作.在学报的领导工作有困难时,他调动了全体副主编和常务编委的积极性,井井有条地完成编辑任务,代理了主编的工作.

1980年在学会成立之前,吴自勤教授便曾在北

京大学组织和接待了国际著名电子显微学家、英国皇家学会会员 A. Howie 来华讲学的活动,为期一周并担任讲课的翻译(那时绝大多数人都听不懂英语),会后还整理印刷了讲义.1984年9月,他再次邀请 A. Howie 来中国科大讲“扫描透射电子显微学”,发给大家参考的剑桥大学物理系该研究生课程的大纲共31页.

学会成立之后,首要的任务是开展国内外学术交流.国内最基本的活动是每双年召开一次全国电子显微学大会(年会),单年分别召开各种专业的学术研究会.国际方面则每两年召开一次中日双边电镜研讨会,每两年召开一次 BCEIA(北京国际分析测试报告会和展览会),后来还不定期地召开过以“原子尺度表征”为主题的中日双边会,等等.当时大家都很积极投稿参会.在学会老一辈科学家和组织者的带动下,各种学术会议都建立了严格的审稿制度.截稿期过后,全体常委理事和少数特邀的专家集中起来,分成若干组审稿,编排报告程序,确定会议主席,等等.作为材料专业委员会(后来改称为物理材料专业委员会)的主任,吴自勤教授在每次年会(大会)审稿工作中,都担任材料组审稿的组长.对内容面宽、水平参差不齐的文稿,他总是很有条理地按内容分成若干组,分配每1—2人或2—3人审查一组,有问题随时交换意见.吴自勤教授为人谦和,对问题的处理则果断、迅速.在他的领导下,大家工作很认真、很投入,除了指出文中错误、调整报告分组、确定文稿处理意见并填写通知单(接受作为报告或墙展,修改、退稿),等等.一次审稿会开下来,往往要两整天左右,不仅为会前做了充分的准备,大家还增长了知识,了解了各单位的工作进展和人才队伍成长情况,工作中更是增进了友谊.至今议论起来,同行们还常常留恋那一段愉悦的合作经历.除了全国年会以外,吴自勤教授还是物理材料专业研讨会的当然组织者.物理材料专业委员会每单年组织的会议往往是两个,一个是化学化工的电镜研讨会,另一个是物理材料电镜研讨会.除此之外,他还与姚骏恩、前苏联学者 Komyak 教授合作组织了1991年在列宁格勒召开的第二次(苏中)X射线光学与显微分析会议,与刘永康合作主持了1994年在广州召开的第14届国际X射线光学及显微分析会议,以及参加组织和主持了1998年在日本松江召开的第一届“原子尺度表征”学术研讨会,等等.

上世纪末期,为了进一步提高 BCEIA 会议的艺术水平,开始提倡在大会内组织双边或多边会.吴自

勤教授为 1997 年在上海召开的第 7 届 BCEIA 会议的电镜分会组织了中德双边会,与德国著名学者 F. Philipp 合作,邀请到一批国际知名的电子显微学专家包括研制第一代球差矫正电镜的 H. Rose 等教授来做学术报告.

回顾电镜学会成立后的二十多年时间里,吴自勤教授一直活跃在物理与材料科学领域,团结、领导着一批学会活动的骨干,为开展国内外的学术交流立下了汗马功劳.