

中国透射式电子显微镜发展的历程

谢书堪

(北京中科科仪技术发展有限责任公司 北京 100190)

人眼的视力仅能分辨物体中 0.1—0.2mm 的细节. 若借助光学显微镜, 则可看到细胞、细菌. 若借助电子显微镜, 人能看到原子像、分子像!

自从 1925 年 L. de Broglie 提出物质具有波动性的假说后, 1926 年 Busch 发表关于磁聚焦的论文, 指出旋转对称磁场可以使电子束折射. 随后, 世界上第一台电子显微镜在 1931 年诞生于柏林, 它是由 M. Knoll 和 E. Ruska 通过改装一台可拆卸的高速阴极射线管示波器而制成的, 具有 3 个透镜, 是采用冷阴极电子源的透射式电子显微镜. 1934 年, M. Knoll 和 E. Ruska 将分辨率提高到 500\AA (见图 1).

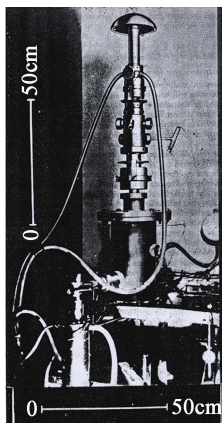


图 1 1931 年世界上生产的第一台电子显微镜

1938 年, 德国西门子公司生产了第一台作为商品的透射式电子显微镜, 分辨率优于 100\AA (见图 2).

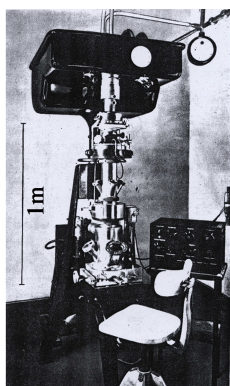


图 2 1938 年第一台商用透射式电子显微镜在西门子实验室构建

1 DX-100(I) 中型透射电子显微镜诞生

黄兰友在西德 Tübingen 大学完成了电子显微镜方面的博士学位论文后回到祖国, 被分配到中国科学院电子研究所工作.

1958 年, 当各单位讨论大跃进赶超计划时, 黄兰友提出试制透射式电子显微镜的建议, 得到了大家和所长顾德欢的赞赏. 与此同时, 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所 (下文简称长春光机所) 也提出要试制透射式电镜. 因此, 黄兰友到长春光机所进行了解, 并与王大珩在电话中交谈, 当时王大珩提出要求黄兰友立即到长春光机所进行合作研制. 1958 年 5 月, 黄兰友带着中国科学院电子研究所的江钧基一起来到长春光机所, 长春光机所也配备了工程师王宏义和两个刚毕业的大学生林太基、朱焕文, 共同进行研制. 当时, 中国科学院副院长张劲夫也很支持, 并将新引进的一台透射式电镜提供给试制者作参考. 黄兰友利用他在国外掌握的电子光学理论和公式对新引进的透射式电镜进行了各项参数的推算, 这也有利于他顺利进行自己的透射式电镜的加工、安装和调试, 实现了王大珩提出的: 要么“十一”献礼, 要么不考虑.

1958 年 8 月 19 日凌晨看到的电子显微像 (一氧化锌烟粒) 的分辨率为 100\AA , 那天新华社记者也给黄兰友拍照了 (见图 3).

从开始到完成任务一共花了 72 天, 诞生了我国自行研制的中型透射式电子显微镜. DX-100(I) 中型透射式电子显微镜的指标为: 高压 50kV, 分辨率 100\AA .

2 DX-100(II) 大型透射式电子显微镜在 1959 年研制成功

继我国中型透射式电子显微镜在 1958 年研制成功后, 长春光机所又邀请黄兰友主持设计大型透



图3 我国第一台电子显微镜——DX-100(I)中型透射电子显微镜于1958年研制成功(该电镜指标为高压50kV,分辨率100Å)。调试人:黄兰友

射式电子显微镜的工作,希望他能调来长春光机所工作,但他在中国科学院电子研究所还有任务(是一个室的副主任),而且黄兰友本人也不想离开北京。随后,王大珩和他谈话达成共识:黄兰友每月去长春一次,花一半时间兼管长春光机所的电镜研制工作。

长春光机所为了加强电镜研制方面的力量,在1958年9月建立了电镜课题组,由姚骏恩任组长,同时又新来了2个刚毕业的大学生曾朝伟、谢信能参加该项工作。

长春光机所组织的DX-100(II)大型透射式电子显微镜的设计工作是在1958年11月开始的,黄兰友把从西德带回来的有关设计电镜方面的资料、书籍、手册(其中有计算磁透镜的数学参数方面的文章和Mülvey有关磁路设计方面的文章)提供给了姚骏恩,由姚骏恩计算和设计电子光学参数、磁路等。黄兰友抽出时间和王宏义考虑总体机械结构的设计。机械结构和电路等对总体的光路起到决定性的作用。黄兰友在总体调试时,曾朝伟、朱祖福密切配合,他们逐步从找毛病走向改进分辨率。最后看到火棉胶的菲涅尔衍射环,离国庆还有几天功夫,在拍到了分辨率约为25 Å的图像后,立即将电镜装箱运往北京展览会。

在“国庆十周年”庆祝大游行中,中国科学院游行队伍走在最前面,并高举长春光机所研制的大型电子显微镜的巨大模型,接受了毛主席的检阅,黄兰友还应邀到天安门观礼台观看大游行,跟大家一起拍手,心里感到无比自豪。国家将该电子显微镜列入《自然科学大事年表》。参与研制该电子显微镜的人主要有黄兰友、姚骏恩、王宏义、曾朝伟、谢信能、朱祖福等。

DX-100(II)大型透射式电子显微镜(见图4)的指标为:高压100kV,分辨率25 Å,放大倍数10万倍。

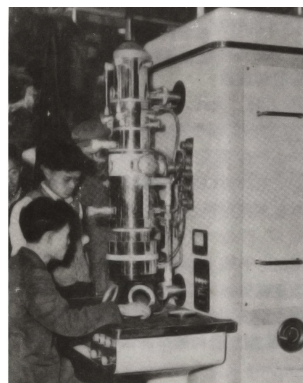


图4 DX-100(II)大型透射式电子显微镜(指标为:高压100kV,分辨率25 Å,放大倍数10万倍。)1959年在国庆十周年展览会上。操作者:曾朝伟

长春光机所把中型电子显微镜移交给南京教学仪器厂(现江南光学仪器厂)生产,把大型电子显微镜交给上海精密医疗器械厂(现上海电子光学技术研究所)生产。但上海精密医疗器械厂受不了这种“科研”般的工作,想把它甩掉,是上海市的市长保住了这个项目,为这批人组建了上海电子光学技术研究所。1964年,上海电子光学技术研究所的DXA₂-8型电子显微镜达到20 Å,邮电部为了庆祝当时全国8个新产品,发行了一套8张纪念邮票,其中1张就是DXA₂-8型电子显微镜(见图5)。

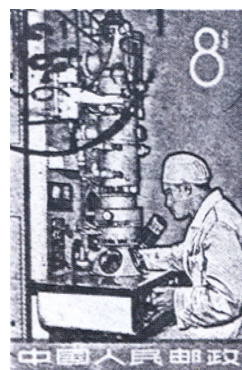


图5 1964年,我国以上海电子光学技术研究所的DXA₂-8型电子显微镜为主题发行的邮票是世界上最早的以电子显微镜为主题的邮票

3 试制DX-2大型透射式电子显微镜的过程

当时根据《科技十年发展规划纲要》的要求,中国科学院领导把试制高分辨率电子显微镜的任务交给了中国科学院北京科仪厂,为了加强这方面的工作,集中技术力量,将原在长春光机所从事电子显微镜研制工作的大部分人员合并到中国科学院北京科仪厂,于1963年11月开始共同研制DX-2大型透

射电子显微镜(以下简称 DX-2 型透射电镜, 见图 6), 由姚骏恩设计并组织该电镜的试制工作, 并将黄兰友从中国科学院电子研究所调入中国科学院北京科仪厂, 作为研制工作的顾问。

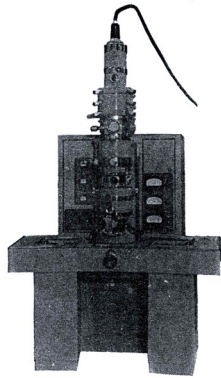


图 6 DX-2 型透射电镜

当时, 在姚骏恩为电镜设计工作进行了调研和方案论证后, 大家认为应立足于自行设计为主, 参考样机为辅(因为在此之前北京科仪厂已进口日本产的 HU-11A 样机), 并且必须加强关键部件的试验。具体工作分配如下:

(1) 高压 100kV 电子枪稳定因素探讨实验由黄兰友指导, 谢书堪、屈连娟负责完成, 试验后采取了 7 项措施, 从而改善了电子枪的耐压状况。

(2) 物镜极靴材料和结构对物镜像散的影响因素由曾朝伟试验, 并将结果和建议交中国科学院金属研究所(沈阳)进行改进, 做到使物镜极靴材料达到尽可能大的磁场强度, 尽可能小的磁滞, 并尽可能做到磁性材料均匀等。这些工作得到了中国科学院金属研究所的全力支持。

(3) 邢兵负责 DX-2 型电镜样品, 吴明均、张静祥负责调试 HU-11A 样机。

(4) 高压电源由刘增福试验, 经改进后最终达到了 $1.6 \times 10^{-5} / \text{min}$ 的稳定度。

(5) 范士荣负责 DX-2 型电镜的总体工艺设计。黄同节设计物镜极靴加工工艺。张季端负责光栏加工及工艺。

(6) 物镜电流由夏文汉负责, 试验经过改进后达到 $5 \times 10^{-6} / \text{min}$ 的稳定度。

(7) 机械设计和机械装备由王宏义、孙宗元、高成兴、张立中、高顺忠负责完成。

1965 年 7 月, 第一台样机调试后, 进行了全面的技术总结, 召开了一个“专家评议会”, 会议将专家的意见进行了认真地研究之后, 又对样机调试进行了一系列的改进和提高, 为第二台电镜调试提供了

成功的经验。DX-2 型电镜于 1965 年 12 月由中国科学院组织鉴定, 结论如下: “……根据鉴定过程中所拍摄的铂铋粒子照片, 测得最小可分辨距离为 4 \AA 和 5 \AA 的 5 对点子。按国外常见的表示方法, DX-2 型电镜的分辨本领可达 4 \AA 。沿用国内采用的鉴定分辨本领从严的方法, 评定该电镜的点分辨本领为 5 \AA 。电子光学放大可达 25 万倍以上。由此可以认定, DX-2 型电镜在分辨本领和放大倍数方面已达到国际先进水平……”。此外, 还颁发了院级成果证书, 并授奖。

1965 年 8—12 月, 在改进和提高了第一台 DX-2 型电镜调试工作的基础上进行了第二台 DX-2 型电镜安装调试, 在初步达到设计指标时, “文化大革命”就开始了, 因此被分工安装调试的曾朝伟、葛肇生、谢信能、宋克卿、余建业、胡明相、李达成、陆亚伟等中的大多数人未能进行正式调试, 因此, DX-2 型电镜停止生产了。

在试制 DX-2 型电镜的过程中, 国家科学技术委员会、中国科学院领导及权威专家多次来厂指导工作, 如郭沫若、张劲夫、裴丽生等院领导(他们曾多次亲临现场参加例会, 听取汇报, 指示工作)以及郭可信、史履吉、王大珩、钱临照等专家。此外, 院内外约 21 个单位在技术、器材等方面给予了极大的帮助。

1965 年底, 经过鉴定后, 厂里决定再生产 6 台 DX-2 型电镜, 经过修改后的图纸已经下发至车间。

1966 年, “文化大革命”开始时, 室里工作停止了。但车间加工电镜工作仍在继续。

1969 年, 中国科学院北京科仪厂一分为二, 大部分人被分到了航天部北京卫星制造厂, 另有 180 多人分到了中国科学院北京科仪厂(筹)(简称科仪筹, 其中大多数是在实验室里搞产品的人)。这 180 多人仍由北京卫星制造厂军管组革委会代管。北京卫星制造厂军管组决定由胡家华负责科仪筹 180 多人的事务管理, 直到 1970 年, 科仪筹部分人分配到湖北空军后勤“五七干校”劳动, 留厂的谢信能、李文恩、郑富恒和车间师傅合作, 将已加工的电镜部件安装成 6 台电镜, 由他们负责完成抽真空、通电工作, 并进行维护(加上已经过鉴定售出的 2 台, 共 8 台)。

大约在 1972 年, 中国科学院正式派苏尚骥、赵荣生、吴作礼、宋德接管科仪筹后, 才正式组建中国科学院北京科仪厂, 随后, 中国科学院又派来以王毅为首的军管组。

中国科学院将北京科仪厂生产的 5 台 DX-2 型透射电镜无偿调拨给中国科学院的 5 个所。谢书堪

在湖北空军后勤“五七干校”劳动了3个月后被调回北京科仪厂,不久又调谢书堪和张树义负责安装调试DX-2型电镜.随后回来的李成达被分配安装3台DX-2型电镜,最后1台成为替换件,这是8台电镜的“圆满结果”.

4 研制DX-4高分辨大型透射式电子显微镜

DX-4高分辨大型透射式电子显微镜(简称DX-4透射电镜,见图7)是在1973年“文化大革命”中后期开始的,在这期间,北京科仪厂领导直接组织电镜调研工作.直到1974年初春,实验室里才正式组建研制DX-4高分辨大型透射式电子显微镜工作领导小组,由黄兰友负责设计指导技术工作,正副组长金鹤鸣、李成达组织生产.黄兰友1974年3月就将DX-4高分辨大型透射式电子显微镜的全套设计方案、设计数据提交组内(而且很详细),大致经过讨论后就投入生产和实验.当然,“文革”时期是要一手抓革命一手抓生产的,但是我们还是利用一切可利用的时间投入到DX-4高分辨大型透射式电子显微镜的研制工作中,机械设计人员很快在1974年底完成了主体设计并投入车间生产.1975年,进行真空装配和运行,其他工作也在陆续进行中.

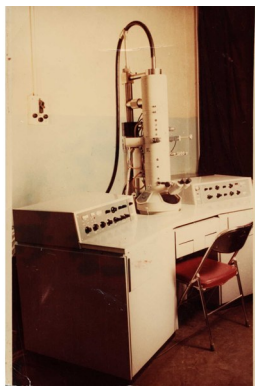


图7 DX-4透射电镜

后因毛主席、周总理逝世之后,卫生部要求对毛主席遗体进行检测,需要国产电镜来做这项工作.自然,这个任务落到北京科仪厂.于是生产高分辨大型透射镜就挂上了政治任务,厂里立即将DX-4高分辨大型透射式电子显微镜的生产任务排为一号任务.因此,生产加工速度也快了許多.1976年进行通电整机调试,尽管又逢1976年7月28日唐山大地震的干扰,但我们仍然在断断续续地工作.1979年进行放大倍数校准时,在50万倍时用了石墨化碳黑

样品,并看到了分辨率为 3.4\AA 的晶格像,随后又看到了 2.04\AA 的晶格像.

4.1 设计DX-4高分辨大型透射式电子显微镜中引进了国际电子光学的新理念、新技术

黄兰友在设计这台电镜时,主要考虑的是使它成为体积小、结构紧凑、高质量、高性能的电镜,要求加速电压达到 100kV ,分辨率达到 4\AA ,透镜主要参数分别为:焦距 $f_0 = 1.6\text{mm}$;光路球差 $C_s = 1.6\text{mm}$;光路色差 $C_c = 1.5\text{mm}$,物镜电流稳定度达到 $2 \times 10^{-6}/\text{min}$,高压稳定度达到 $5 \times 10^{-6}/\text{min}$,低倍率有 $200 \times$ 、 $700 \times$ 、 $1500 \times$,最高放大倍数达到60万倍,而且做到在所有放大倍数下图像始终布满荧光屏,这显然要求DX-4高分辨大型透射式电子显微镜是一台国际先进水平的透射式电镜.

为了达到电镜设计指标,必须缩短镜筒高度才能提高电镜性能,所以在设计中,黄兰友采用了以下新的理念和措施:(1)采用侧杆入式“样品台”几乎不占镜筒高度;(2)物镜消像散器做得极小,包在物镜磁路中,虽然其体积小但功能却很强;(3)第一中间镜做得相当小;(4)物镜冷阱做得相当小,相当薄,紧靠样品船.以上4种结构不占镜筒高度,所以整个电镜高度为 1.9m .镜筒高度为 1.08m .这显然是所有高分辨率大型透射电镜中最矮的一台.

通过以上措施缩短镜筒高度之后,电镜优点极为明显,因为缩短了镜筒也就缩短了物镜焦距.现对其优点列举如下:

(1)因采用侧杆入式“样品台”,物镜上极靴孔可以做小一点,下极靴孔可做大一点,因此是减小球差系数的有效措施;

(2)物镜、物镜极靴、物镜消像散器几乎为一体,大大减小了透镜之间的杂散磁场;

(3)第一中间镜靠近样品可增大低倍率的视野;

(4)能做到在所有的放大倍数下,图像始终布满荧光屏,尤其是在低倍率时获得大视野(布满荧光屏);

(5)第二聚光镜接近样品可使球差变小,象散变小,甚至可以不用聚光镜消像散器;

(6)本电镜采用了特殊光路搭配所组成的低畸变光学成像系统,在不同工作条件下,使透镜互相搭配,正负畸变抵消,可以消除轴外色差,并在低倍率时使得畸变限制在很小范围内.

图8为一系列的高质量电镜照片,调试这样的电镜图像是一种享受,照片中显示的清晰的微观世界也吸引人.满屏清晰度一样,并且满屏无畸变.

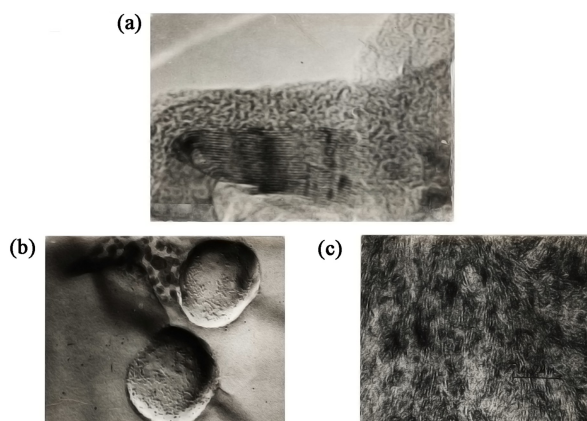


图8 (a)石墨化碳黑碳化粒子(分辨率为 4 \AA ,总放大倍数为 $3,000,000\times$,高压 100 kV);(b)砂眼衣原体(放大倍数为 $90,000\times$);(c)聚对苯二甲酸乙二醇酯脂片晶

4.2 关键部件的制作

(1)关于高分辨率 2.04 \AA (AU200)样品的制备是在李方华老师的指导下完成的,她给我们讲过三次课.在讲到关于金单晶制备的条件(温度、基片、真空蒸发速度、解离)时,她边画图边介绍在公共相对晶体截面上识别衍射点花样时,哪一点代表什么晶面,我们按她的方法制成了金单晶样品,并拍出了 2.04 \AA 金单晶的照片,很漂亮.在DX-4高分辨大型透射式电镜上采用电子束以倾斜束角来照射试样,所获得的金单晶格子((200)面和(220)面)图像照片(在二号厂房带有防震槽的地基)大约是在1984年左右,晚上10点多拍摄的(见图9).

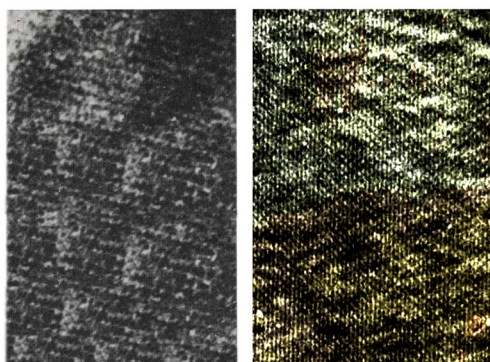


图9 金单晶格子像(左图分辨率为 2.04 \AA (200面);右图分辨率为 1.43 \AA (220面))

(2)在石墨化碳黑样品的制备方面,北京橡胶研究所电镜室王秀宝老师不仅提供了7种碳黑(市场上碳黑是按吨和公斤卖的,没有零售),她还在理论上做了指导,后来样品室制成的样品都达到了分辨率指标.

(3)冶金工业部钢铁研究总院六室李雪元也给了我们不少碳黑(而且还给我们加工后制成的石墨化碳黑),这种样品在1976年中国医学科学院病毒

研究所JEM-100C型电镜上看到分辨率为 3.4 \AA 的晶格条纹.当时,DX-4型电镜正在生产中.

碳黑在未石墨化时,是一个低级的石墨形式的碳黑,由4—5层晶面组成,有取向,存在缺陷,排列不规则.经过石墨化后,每个微晶子的各个晶面连成一片,形成规则的取向,晶面之间的距离不变($3.4\text{—}3.5\text{ \AA}$).后来样品室制成的样品都达到了分辨率指标.

(4)1979年春,在第2台(内台)DX-4型电镜上首次拍到了分辨率为 3.4 \AA 的石墨化碳黑

(5)物镜电流稳定度电路由王克定、张永明、钟瑶、王映昶、张小波、张秀、杨国安等负责研制,取得成功,保证了物镜电流的稳定度.

4.3 达到具有国际水平的透射式电镜是这样诞生的

(1)靠工人师傅的高超技能在较落后的旧车床上制造出具有国际水平的电子显微镜的总体结构,真是奇迹.

(2)王宏义、钟治平和刘立友负责的机械设计的全套方案和全套设计图纸很快在1974年底完成,并投入车间加工.

(3)建立常规样品室时的设备是从中国科学院器材处废品库要来的真空蒸发台和从北京科仪厂废品堆中捡来的台式透射电镜,经过我们修好后使用的.样品室当时只能做常规样品.

由于高分辨率电镜必须要做到分辨率为 3 \AA 或 4 \AA 的样品才行,所以经过电镜用户中专家的支持和帮助,再加上我们的刻苦努力,最终我们做成了金单晶样品和石墨化碳黑样品,可供总体调试使用,拍摄到的样品分辨率为 2.04 \AA 和 3.4 \AA .

当时有谢书堪(1977年调到总体调试组)、何淑惠、杨贞云、陆亚伟、黄兰友、吴明均、王红玉共同研制的样品、灯丝、光阑,而且都获得了好的结果,并提供了高分辨率的样品,也省去了外汇.

(4)刘宏斌除了负责总体安装电镜的机械主体外,还负责样品台机械调正.

(5)我之所以要提到上述人的名字,是因为我们是在特殊时间(“文革”期间)和特殊条件(刚从老科仪厂分出来)下研制成功的.真是没有条件,创造条件也要干好.只有这样的一批人才能做到.

(6)DX-4型电镜试制了2台.经鉴定后,又生产了2台,由刘绪平负责组织生产.最终达到分辨率指标.这4台DX-4型电镜全部售出,只是由于其中一台缺部件而当实验设备售出.

4.4 DX-4型电镜的缺点

(1)不易加设附件,总体结构太紧凑;

(2)衍射斑点与选区放大不能同时转换,须拨衍射光阑;

(3)相机须改造.

4.5 1980 年国家科学技术委员会和中国科学院对 DX-4 电镜进行了鉴定

对 DX-4 型电镜的鉴定结果如下:

(1)分辨率:拍摄到分辨率为 3.4 \AA (石墨化碳黑)的晶格条纹,并在双目镜下,在荧光屏上看到了 3.4 \AA 的晶格条纹;

(2)放大倍数从 $700\times$ 至 $600000\times$ (倍);

(3)高压稳定度: $4.7\times 10^{-6}/\text{min}$;物镜电流稳定度: $2\times 10^{-6}/\text{min}$.

国家科学技术委员会对 DX-4 型电镜试制成功颁发了国家科学技术委员会集体一等奖,这是对所有参加研制人员的肯定.大约在 1982 年,北京市电视台科教组对 DX-4 型电镜进行了录像和简介录像.录像在新闻台、科教台均放映过,并针对画面作了简单报道.