

## 研究简讯

# 在扫描电子显微镜中所观察到 钨的奇异花样\*

廖乾初 王云 王洪君 蓝芬兰  
(北京钢铁研究院)

## 提 要

当钨试样倾斜到不同位向以记录一系列电子通道花样时，在 $\langle 111 \rangle$ 方向， $\langle 001 \rangle$ 方向和 $\langle 011 \rangle$ 方向的准确位置下，观察到一些奇异花样叠加在电子通道花样上。这些奇异花样颇类似于在透射电子显微镜中所观察到的 Kossel 花样。这种花样具有两个重要性质：(1) 花样的强度分布是随着电子能量(电子的加速电压)而改变；(2) 花样的几何形貌可以用来描述晶体内部结构的一些特征。最后，从异常散射效应和晶格位与入射电子间相互作用强度 $\alpha$ 的观点，定性地解释了这种花样的衬度效应来源。

作者在扫描电子显微镜中采用单偏转聚焦摇摆的电子束扫描方式观察各种位向钨晶体的电子通道花样时，曾发现有新花样叠加在电子通道花样上<sup>[1]</sup>。如果试样经精抛光，观察区域的选区尺寸愈少，以及晶轴愈接近于扫描电子显微镜中镜筒的光轴，则这种新花样的出现也愈明显，并且通过讯号处理方法能单独显示出这种新花样。由于它是一种特殊的花样，故称之为奇异花样。

根据系统的试验表明，新观察到的奇异花样除了明显地反映晶体的对称性质外，还具有如下两种重要性质：

1. 所观察到的奇异花样是随着加速电压而变化。图 1 至 3 所示是晶轴平行于[001]，[111] 和 [011] 结晶方向所观察到奇异花样随电压的变化情况。
2. 在奇异花样的中心区域，能反映出晶体结构的特征。最典型的例子是 20kV 下的 [111] 奇异花样和 30 kV 下的 [001] 奇异花样，其中心区域的花样可以临摹绘出，如图 4 和图 5 所示。

在图 4 和图 5 中所画的圆球，是按照亮斑的位置和构图的几何规律画出，而相应所标出的结晶方向都是来源于电子通道花样的注释结果。

如果把图 4 和图 5 与体心立方晶格的倒易点阵比较，则可以发现两者间各自的排列方式和结晶方向均符合得很好。因此，在奇异花样的中心区域可能真实反映了晶体结构的特征。

因为我们所拍摄的电子图样是来源于背反射电子，根据扫描电子显微镜的成像性质，

\* 1979 年 2 月 8 日收到。

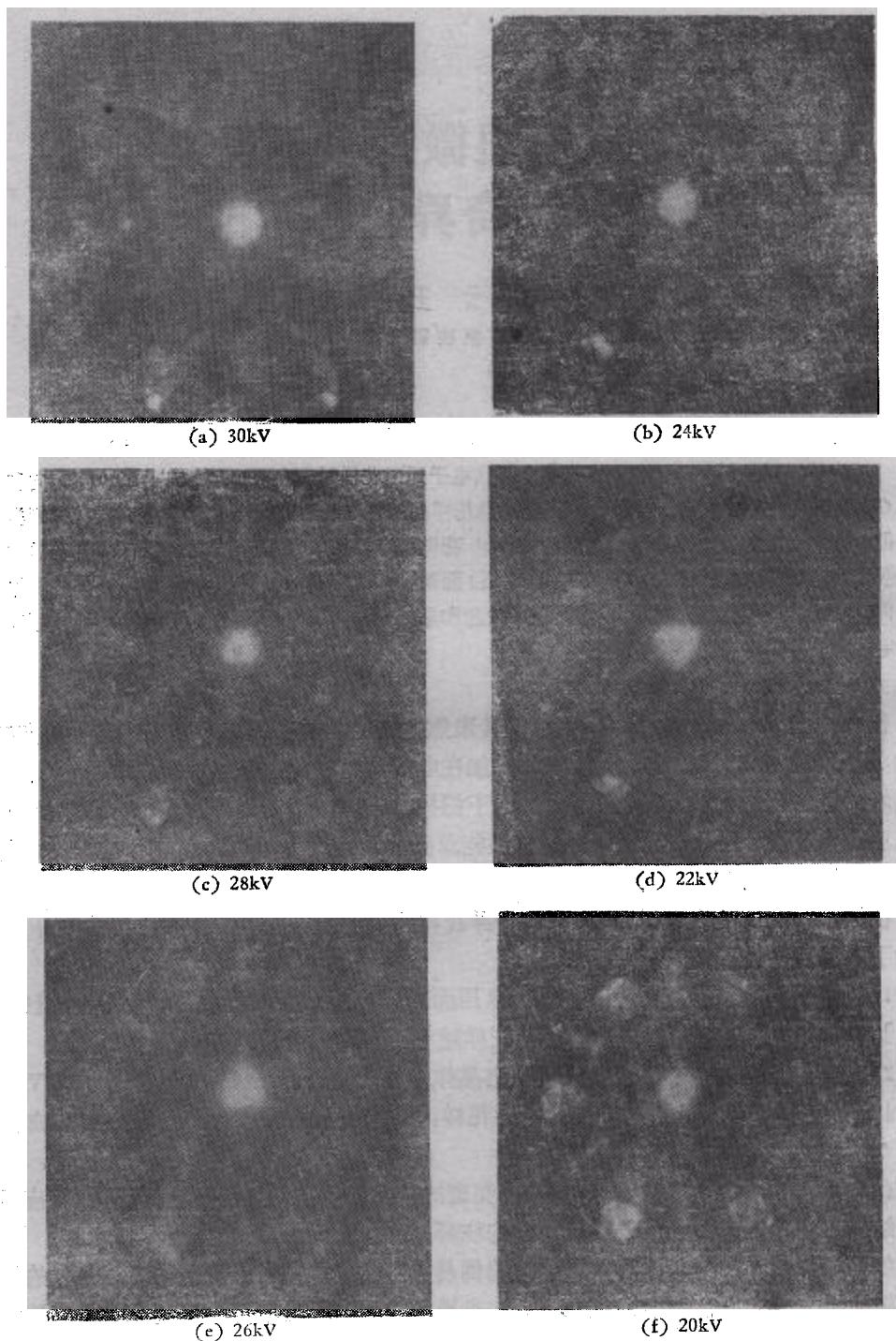


图1 晶轴平行于 [111] 结晶方向所观察到奇异花样随加速电压的变化

出现亮斑的地方实质上是在这个角度方向上所接收到背反射电子的几率较大。可以预期，作为摇摆角度的函数去测量亮斑的位置，就有可能进行一些有关晶体结构的分析。

另一方面，根据奇异花样的外貌和它随加速电压变化的性质来看，它颇类似于透射电

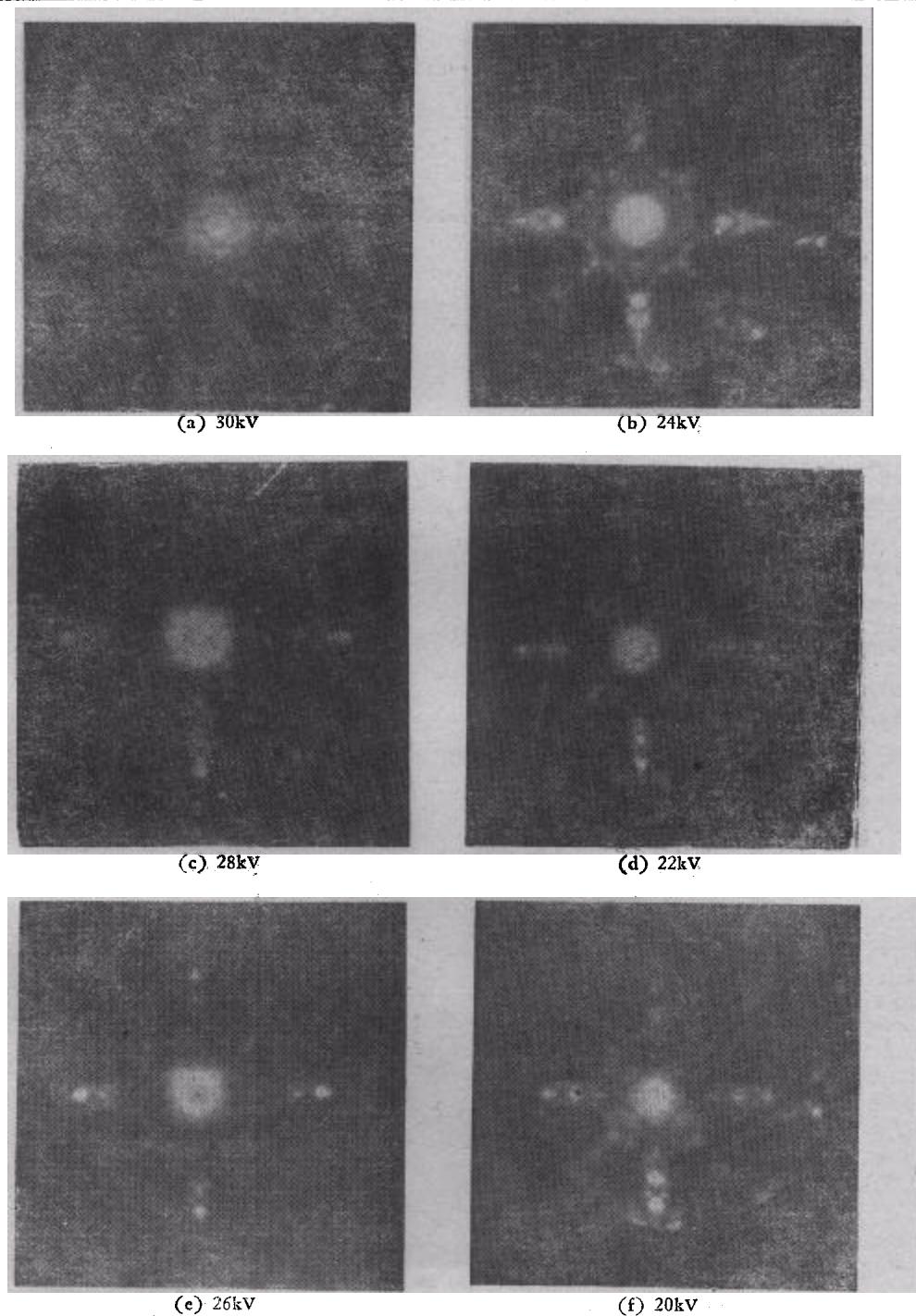


图2 晶轴平行于[001]结晶方向所观察到奇异花样随加速电压的变化

子显微镜中所观察到的 Kossel 图样<sup>[2,3]</sup>。根据一些理论分析表明，对于这种电子图样，其花样和衬度是同晶体电位和入射电子间相互作用强度  $\alpha$  这一参数有关，它可以由下式来确定<sup>[2]</sup>：

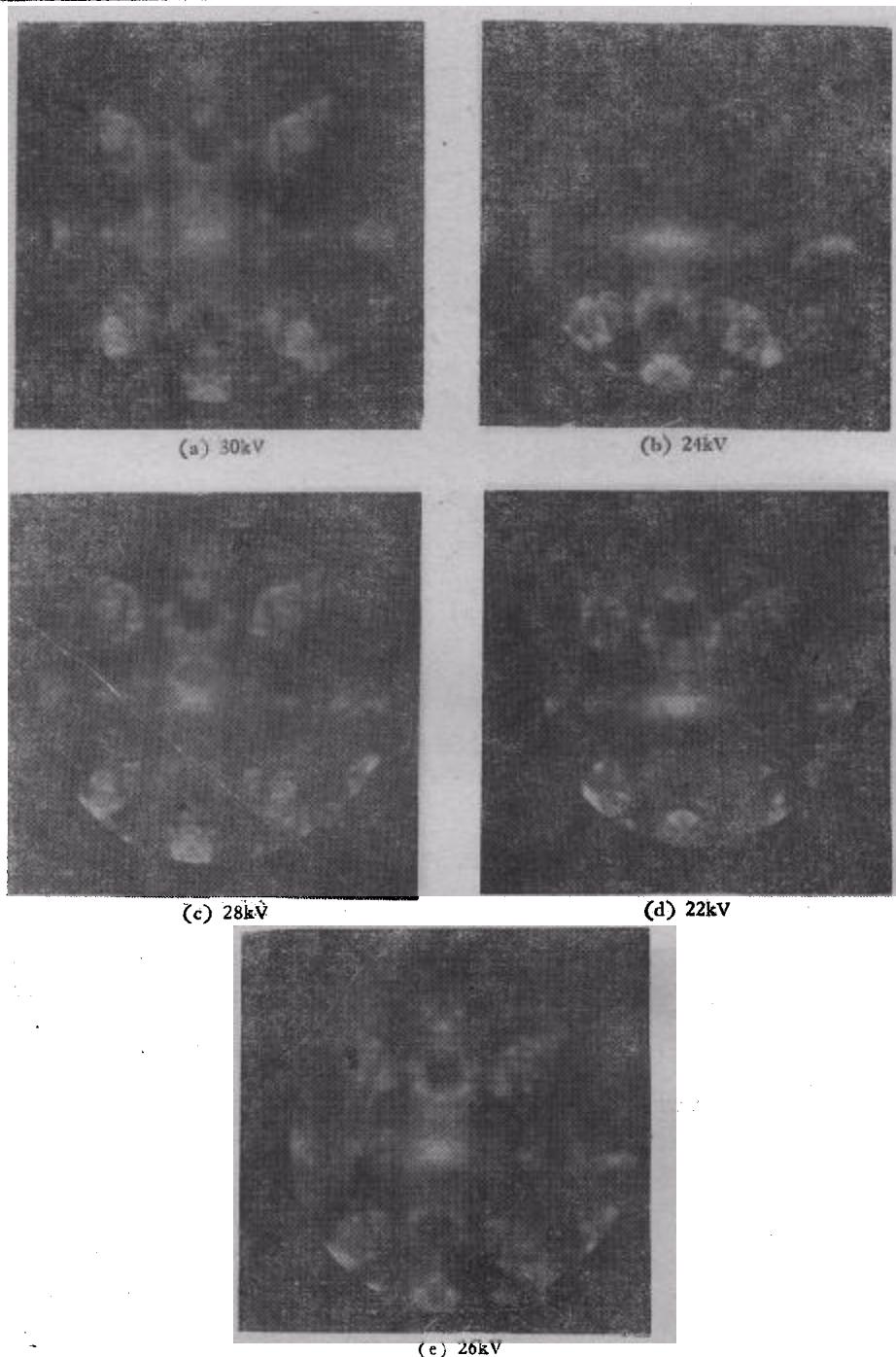


图 3 晶轴平行于 [011] 结晶方向所观察到奇异花样随加速电压的变化

$$\alpha = A \frac{mz}{d^2}, \quad (1)$$

(1)式中  $A$  为同晶体性质有关的系数;  $z$  为原子序数;  $m$  为电子的相对论质量;  $d$  为沿晶轴的原子距离。并且对于一定晶体, 强烈激发“ $i$ ”态的 Bloch 波都是与一定的  $\alpha$  值相对

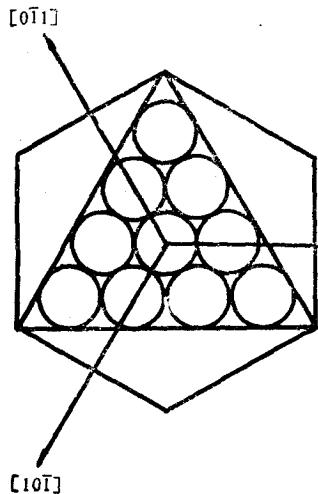


图4 在20kV下所观察到[111]奇异花样的中心区域临摹图

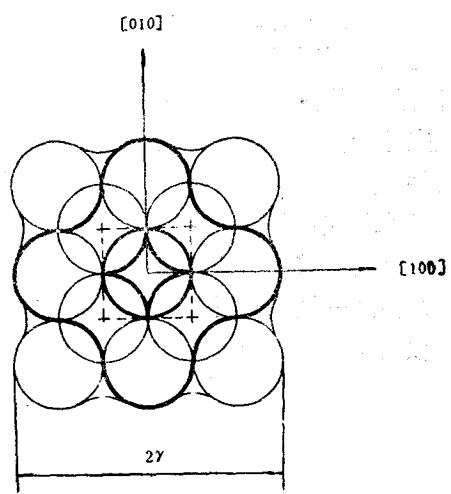


图5 在30kV下所观察到[001]奇异花样的中心区域临摹图(2γ～摆摆角)

应，其中“ $n+1$ ” $s$ 态的 Bloch 波和“ $n$ ” $s$ 态的 Bloch 波所对应的  $\alpha_{n+1}$  和  $\alpha_n$  间的比值可以用下式来表示<sup>[3]</sup>：

$$\frac{\alpha_{n+1}}{\alpha_n} = \frac{\left(n + \frac{3}{2}\right)^2}{\left(n + \frac{1}{2}\right)^2} \quad (2)$$

应用(2)式关系和文献[3]数据，可以估算得在钨晶格中强烈激发“ $i$ ” $s$ 态的 Bloch 波所对应的  $\alpha$  值，如表 1 所示。

表1 在钨晶体中强烈激发“ $i$ ” $s$ 态 Bloch 波的  $\alpha$  值

| “ $i$ ” $s$ 态 | $\alpha$ 值 | 对应电子束的能量 (keV) | 备注      |
|---------------|------------|----------------|---------|
| 4 $s$         | 43         | 1800           | 取自文献[3] |
| 3 $s$         | 20.6       | 600            | 取自文献[3] |
| 2 $s$         | 7.4        | <30            | 从(2)式推算 |

因为在扫描电子显微镜中，常用加速电压低于 30kV，相应  $\alpha < 9$ ，因此，估计主要强烈激发“2” $s$ 态的 Bloch 波。

此外，根据实际观察表明，奇异花样的最佳成像条件不是电子束的摇摆极点刚好在试样表面的情况（这是观察选区电子通道花样时，通常所采用的电子光学条件之一），而是稍微偏过一点；其次，如果采用减小扫描线圈电流的方法以减小电子束的摇摆角范围，则可以获得更强烈的奇异花样。根据上述实验事实，我们推测，虽然奇异花样和电子通道花样同属于一种电子散射效应，但它们间的衬度效应来源不相同。对于奇异花样，其中心花样不是反映在晶体中所有可能原子的散射效应，而主要是反映在一定电子束摇摆方角锥范围内原子散射效应。

由此可见，在扫描电子显微镜中所观察到的奇异花样，它可能是局限于一定方角锥范围内原子强烈激发“2s”态 Bloch 波的衬度效应所构成。由于它没有来源于高次 Bloch 波衬度效应的重叠，且仅局限于一个较小的角度范围内（对于钨的情况，估计主要的衬度效应来源于摇摆角从 $-2^\circ$  到 $+2^\circ$  间），故它能显示晶体结构的特征。但必需满足一定 $\alpha$  值条件，即在适当的加速电压下，其中心区域花样才能明显地表现出晶体结构的特征。

从(1)式可以看出：

1.  $\alpha$  值是随着电子束的加速电压增加而增加；
2. 在同一加速电压下，对于体心立方金属，沿 $\langle 111 \rangle$ ， $\langle 001 \rangle$  和 $\langle 011 \rangle$  晶轴两原子间的距离依次为

$$d_{\langle 111 \rangle} = \frac{\sqrt{3}}{2} a; \quad d_{\langle 001 \rangle} = a; \quad d_{\langle 011 \rangle} = \sqrt{2} a. \quad (3)$$

(3) 式中 $a$  为体心立方晶格的晶格常数。相应，沿 $\langle 111 \rangle$ ， $\langle 001 \rangle$  和 $\langle 011 \rangle$  晶轴的 $\alpha$  参数的比值为：

$$\alpha_{\langle 111 \rangle} : \alpha_{\langle 001 \rangle} : \alpha_{\langle 011 \rangle} = \frac{4}{3} : 1 : \frac{1}{2}. \quad (4)$$

或合适的加速电压为

$$V_{\langle 111 \rangle} < V_{\langle 001 \rangle} < V_{\langle 011 \rangle}. \quad (5)$$

(5) 式中， $V_{\langle 111 \rangle}$ ， $V_{\langle 001 \rangle}$  和 $V_{\langle 011 \rangle}$  依次是对应于 $\langle 111 \rangle$ ， $\langle 001 \rangle$  和 $\langle 011 \rangle$  晶轴情况下的合适加速电压。例如对于钨试样的实验结果，对应于 $\langle 111 \rangle$  晶轴的合适加速电压是 20 kV； $\langle 001 \rangle$  晶轴的合适加速电压是 30 kV；对应于 $\langle 011 \rangle$  晶轴，估计要求更高的加速电压才能观察到。

因此，从(5)式的理论预期同我们的实验结果相一致。

在进行本工作过程中，中国科学院金属研究所叶恒强同志和北京大学吴自勤同志曾提过有益的建议并共同讨论，特此致谢。

### 参 考 文 献

- [1] 廖乾初、王云、王洪君，物理学报，28(1979)，279.
- [2] F. Fujimoto, "Proc. Fifth. Inst. Conf. on High Voltage Electron Microscopy" (1977), 271.
- [3] N. Sumida, Y. Uchida, F. Fujimoto and H. Fujita, "Proc. Fifth. Inst. Conf. on High Voltage Electron Microscopy" (1977), 281.

## ANOMOLOUS PATTERNS OF TUNGSTEN SAMPLES OBSERVED WITH SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

LIAO CHIEN-CHU WANG YUN WANG HONG-JUN LAN FEN-LAN

(*Peking Institute of Iron and Steel Research*)

### ABSTRACT

On recording a number of SACP's of tungsten specimen successively tilted to different orientations, some anomalous patterns superimposed on the general SACP's were observed at the exact positions of  $\langle 111 \rangle$  direction,  $\langle 001 \rangle$  direction, and  $\langle 011 \rangle$  direction. These anomalous patterns are similar to Kossel patterns observed with transmission electron microscope. Moreover, the present patterns have two additional important characteristics. First, the intensity distribution of patterns changes with the electron energy (the electron accelerating voltage). Second, the geometric feature of the patterns can be used to represent some characters of the internal structure of the crystal. Finally, from the view points of the anomalous scattering effect, and the parameter  $\alpha$ , which represents the interaction strength between the crystal potential and the incident electron, the origin of the contrast of these patterns was explained qualitatively.