

大角度会聚束电子衍射的新方法

冯 国 光

(中国科学院物理研究所)

1983年11月29日收到

提 要

会聚束电子衍射是测定晶体点群、空间群的有效方法。要清楚地判断会聚束电子衍射图样的对称性,电子束的会聚角要大,但衍射盘不能重叠。本文提出了一种新方法来获得不重叠的大角度会聚束电子衍射。新方法是使电子束离焦,固定样品,从而保留了样品的同心倾动位置,作大角度倾动时不会失去原来感兴趣的区域。新方法在原理上和田中等人提出的方法相同,但优越性更大。同时也研究了大束斑($\geq 2\mu\text{m}$)大角度会聚束电子衍射。

一、 引 言

在高对称晶带轴方向,会聚束电子衍射(CBED)^[1,2]给出一个富有晶体学信息的漂亮的带轴图样。带轴图样是由于衍射强度随入射电子和带轴的夹角的变化而引起。由于CBED的束斑很小($\geq 10\text{nm}$),在样品上被照射的区域中,厚度和取向变化也很小,所以常被忽略的高阶劳厄带(HOLZ)效应这时就很重要。HOLZ效应是以细线在会聚束衍射盘中出现,这些线叠加在零阶效应条纹上。HOLZ线显示了晶体的对称性。CBED带轴图样的对称性分全图、明场、暗场和正负暗场。全图是指包括透射束和衍射束的正轴CBED图样,明场是指中央的透射盘,暗场 G 是指满足布喇格条件带轴旁边的衍射 G ,这时衍射盘的中心是在布喇格位置,正负暗场($\pm G$)是带轴两旁相反方向的暗场。利用三张图样的四种对称性,我们可以测定晶体的点群^[3]。布喇非点阵消光,二次螺旋轴及滑移面引起的动力学消光也在会聚束盘中显现,从而可以测定晶体的空间群^[4]。CBED图样和其他如菊池图样的差别在于有全图、明场、暗场之分。菊池图样相当于CBED全图^[5]。如果我们要从CBED带轴图样得到全图、明场和暗场的对称信息,必须满足两个矛盾的条件:会聚束衍射盘要大,但不能重叠。第一个条件要求电子束的会聚角(α)要大。第二个条件要求 $\alpha \leq \theta_B$, θ_B 是最近的衍射的布喇格角。对大晶胞晶体来说, θ_B 很小,不重叠的会聚束衍射盘也很小,这样是不利或不能判断图样的对称性。Eades^[6]及田中等人^[7]分别提出了不同的方法来克服衍射盘重叠的困难,得到了大角度CBED。本文提出另一个新方法来获得大角度CBED。Eades是用双摇摆方法,在样品上下摆动电子束。田中等人则移动样品,改变其高度,在象平面得到衍射斑点,然后用选区光栏选择透射束或一衍射束在衍射模式中成明场或暗场。Eades的方法要有摇摆线圈及显示系统等装置。田中等人的方法则不需要附件,也不用改装电子显微镜。这里提出的新方法是使电子束离焦,从

而保留了样品的同心倾动位置,原理上和田中等人的方法相同,但倾动样品时,不会失去要研究的区域,所以比田中等人的方法更有优越性.

二、实 验

新方法在 Philips EM 400 T 电子显微镜上成功地实施. 开始时把电子显微镜调至 CBED 状态,这时样品在同心倾动位置,会聚束在样品上聚焦. 首先是要增加电子束的会聚角,我们拿开第二聚光镜光栏来得到最大的会聚角. 接着加强物镜电流使电子束在样品

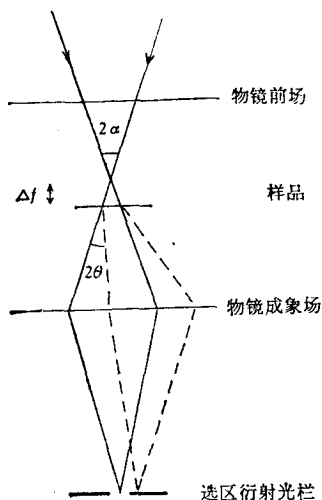


图1 电子束离焦大角度 CBED 示意图,图中所示为过焦情况

品上面过焦,同时减少第二聚光镜电流,使象平面的点象成多斑点图样(图1). 用选区光栏选择透射斑或一衍射斑,打衍射模式即得明场或暗场大角度 CBED 图样. 也可以减少物镜电流使电子束欠焦,并且增加第二聚光镜电流来获得斑点图样. 入射束的离焦和田中等人提出的移动样品位置,原理相同,过焦和欠焦相当于降低和提高样品的高度. 电子束在样品上的位置随着其高度变化,样品离开同心倾动位置后,倾动时会失去我们感兴趣的区域. 但用会聚束离焦法,样品的同心倾动位置不变,我们可以很容易地从样品的同一区域得到不同倾角的大角度 CBED 图样.

忽略球面象差引起的误差,电子束离焦为 Δf 时,样品被照射面积的直径为 $\Delta f \cdot 2\alpha$,这也是电子束的有效束斑(图1). 在选区光栏平面,透射束和最近的衍射束的距离为 $M \cdot \Delta f \cdot 2\theta_B$, M 是物镜的放大倍数,选区光栏的半径必须小于此值. 在上面两式中, Δf 是唯一的变量, α 是已定的会聚角, θ_B 由样品及所选带轴限定. 实验上,选区光栏的尺寸决定 Δf 的值,从而也决定了有效束斑的值. 为了得到较小区域的大角度 CBED,田中等人用了个 $3.5 \mu\text{m}$ 的光栏. 我们则用了 $30 \mu\text{m}$ 直径的标准选区光栏,样品是在 $\langle 111 \rangle$ 方向的硅单晶. 物镜聚焦旋钮在第6位置(档差 $3.2 \mu\text{m}$)上要离焦最小8档,才能用 $30 \mu\text{m}$ 光栏来挑选单个分离的斑点. Δf 的值是 $3.2 \times 8 \mu\text{m}$. 用一个脏样品,我们可以从污染点的尺寸来测定有效束斑的尺寸,从而推算会聚角. 在过焦的情况下,有效束斑大约是 $2 \mu\text{m}$,所以会聚角(2α)大约是 $8 \times 10^{-2} \text{rad}$. 可是,在欠焦的情况下,有效束斑大约是过焦值的三倍. 我们用田中等人的移动样品方法重复了上述实验,同样得到了电子束在样品同心倾动位置上下不相同的有效束斑的现象. 降低或提高样品和电子束过焦或欠焦时所得的污染点情况相同. 我们所用有效束斑比 Eades 及田中等人所用的束斑约大一个数量级,我们研究了大束斑($\geq 2 \mu\text{m}$)的大角度 CBED.

三、结 果

图2(见图版I)是硅 $\langle 111 \rangle$ CBED 明场及 $(2\bar{2}0)$ 暗场图样. 图3(见图版I)是硅 $\langle 111 \rangle$ 大角度 CBED 明场及 $(2\bar{2}0)$ 暗场. 比较图2和图3,我们可以看到大角度 CBED

图样的直径大约是 CBED 图样的五倍,明场的对称性为 $3m$,暗场的对称性为 m ,镜面和明场镜面平行.图 3 中明场的 $3m$ 对称性不仅由带轴附近的 HOLZ 线显示,远离带轴的区域条纹也显示了 $3m$ 的对称性,这是大角度的好处.用旋转倾动样品架,很容易得到从 $\langle 110 \rangle$ 到 $\langle 111 \rangle$ 到 $\langle 100 \rangle$ 约 90° 角范围内的图样,这是样品保持在同心倾动位置的原因.图 4 (见图版 II) 是硅 $\langle 111 \rangle$ 到 $\langle 332 \rangle$ 的组叠图样,我们只用了 3 张照片. Rackham 和 Eades^[8] 用了 40 多张 CBED 照片才组叠成一张小于我们单张大角度 CBED 的硅 $\langle 111 \rangle$ 图样.大角度 CBED 的 HOLZ 线的质量很好,这是由于有效束斑比较大 ($\geq 2\mu\text{m}$),HOLZ 效应的声噪比高,所以 HOLZ 线很强,比 CBED 情况下的线更强.大束斑大角度 CBED 图样含有空间信息.束斑照射区域内厚度或取向的变化会使图样畸变.图 4 硅 $\langle 111 \rangle$ 带轴图样对称性不完整,就是由于样品弯曲引起.和弯曲轮廓图样^[9] 一样,这些畸变的大角度图样仍然显示了样品的对称性.不过 HOLZ 线的细微变化就不会被察觉了,推断晶体的对称性时要注意这一点.图 4 箭头所指的是 $\langle 111 \rangle$ 带轴一阶劳厄带环,这是厄瓦耳球和一阶劳厄带相交的地方,一阶劳厄带环的半径给出了带轴方向的晶面间距.在 CBED $\langle 111 \rangle$ 带轴图样中,一阶劳厄带效应在各个衍射盘中断续出现,在图 4 中,我们可以清楚地看到连续的环,这反映了一阶衍射之间的动力学作用.

束斑照射区域内如有位错线,图样会起不连续的变化.从图样的不连续变化,我们可以判断位错的位置.束斑大,污染也不严重,这样脏样品也可以用大束斑大角度 CBED 来研究.

四、结 论

我们提出了一个获得大角度 CBED 的新方法.用一台没有改装的,不另加附件的 Philips EM 400T 电子显微镜,得到了高质量的大角度 CBED 图样.这方法是使电子束离焦,从而保留了样品的同心倾动位置,倾动样品时不致失去原来的区域,比田中等人移动样品的方法更有优越性.大角度 CBED 的关键在于大会聚角,束斑可小(约 200 nm) 可大 ($\geq 2\mu\text{m}$).用大束斑可以得到强度大的 HOLZ 线和空间信息.厚度变化,样品弯曲,位错线,位错网等缺陷都在大角度 CBED 图样中显现.脏样品也可以用大束斑大角度 CBED 来研究.

感谢中国科学院半导体研究所褚一鸣同志提供了硅样品.感谢中国林业科学研究院综合分析室电子显微镜组在工作中给予的支持.

参 考 文 献

- [1] J. W. Steeds, Introduction to Analytical Electron Microscopy, edited by J. J. Hren *et al.*, Plenum Press: New York, (1979), p. 387.
- [2] 冯国光,物理, **12**(1983), 183.
- [3] B. F. Buxton, J. A. Eades, J. W. Steeds and G. M. Rackham, *Phil. Trans. Roy. Soc. London A*, **281** (1976), 171.
- [4] J. W. Steeds and R. Vincent, *J. Appl. Cryst.*, **16** (1983), 317.

- [5] J. A. Eades, *J. Appl. Cryst.*, **13** (1980), 368.
- [6] J. A. Eades, *Ultramicroscopy*, **5** (1980), 71.
- [7] M. Tanaka, R. Saito, K. Ueno and Y. Harada, *J. Electron. Microsc.*, **29** (1980), 408.
- [8] G. M. Rackham and J. A. Eades, *Optik*, **47** (1977), 227.
- [9] J. W. Steeds, G. J. Tatlock and J. Hampson, *Nature*, **241** (1973), 435.

A NEW METHOD FOR OBTAINING LARGE-ANGLE CONVERGENT-BEAM ELECTRON DIFFRACTION

FENG GUO-GUANG

(*Institute of Physics, Academia Sinica*)

ABSTRACT

The symmetry of CBED patterns provides a powerful means for determining the crystal point groups and space groups. To obtain a useful CBED pattern, the angle of convergence of the electron beam must be large enough, but the diffraction discs must not overlap. A new method for obtaining non-overlapping large-angle CBED is proposed here. The principle of this method is equivalent to that proposed by Tanaka et al. Instead of shifting the specimen, the electron beam is defocused, thus retaining the eccentric height of the specimen. Hence the area of interest will not be lost when the specimen is tilted. Large-angle CBED patterns generated by a large electron probe ($>2\mu\text{m}$) may be distorted, but they are useful.