

## MV\_RR\_CNJ\_0011 透射电子显微镜方法通则

### 1. 透射电子显微镜方法通则的说明

编号	JY/T 011—1996
名称	(中文) 透射电子显微镜方法通则 (英文) General rules for transmission electron microscopy
归口单位	国家教育委员会
起草单位	国家教育委员会
主要起草人	张大同 王永瑞
批准日期	1997年1月22日
实施日期	1997年4月1日
替代规程号	无
适用范围	本通则规定了透射电子显微镜的常规分析方法,适用于高压型、高分辨型、普通型和简易型透射电子显微镜(以下简称透射电镜)。
主要技术要求	1.定义 2.方法原理 3.仪器 4.样品 5.分析步骤 6.分析结果表述
是否分级	无
检定周期(年)	无
附录数目	无
出版单位	科学技术文献出版社
检定用标准物质	
相关技术文件	
备注	

### 2. 透射电子显微镜方法通则的摘要

本通则规定了透射电子显微镜的常规分析方法,适用于高压型、高分辨型、普通型和简易型透射电子显微镜(以下简称透射电镜)。

## 2 定义

本标准采用下列定义。

#### 2.1 分辨率 Resolution

透射电镜能明显分辨两个间距最小的物点和晶面的能力。

#### 2.2 像散 Astigmatism

由于电磁透镜磁场的非旋转对称性,使透镜在相互垂直方向上的聚焦能力有差异,造成

图像模糊，这称为透镜像散。

### 2.3 电子衍射 Electron diffraction

电子束在晶体中散射，只在满足布拉格定律方向上有相互加强的衍射束出射，这种效应称为电子衍射。

## 3 方法原理

透射电镜成像的决定因素是样品对入射电子的散射，包括弹性散射和非弹性散射两个过程。薄样品成像时，未经散射的电子构成背景，而像衬度则取决于样品各部分对电子的不同散射特性。采用不同的实验条件可以得到不同的衬度像。

透射电镜不仅能显示样品显微组织的形貌，而且可以利用电子衍射效应同时获得样品晶体学信息。透射电镜的基本实验方法是成像方式和衍射方式。

### 3.1 成像方式

电子束通过样品进入物镜，在其像面形成第一电子像，中间镜将该像放大，成像在自己的像面上，投影镜再将中间镜的像放大，在荧光屏上形成最终像，其放大倍率M为各成像透镜放大倍率的乘积：

$$M=M_1 \cdot M_2 \cdots M_n \quad (n \text{通常为} 3 \sim 6)$$

### 3.2 衍射方式

如果样品是晶体，它的电子衍射花样呈现在物镜后焦面上，改变中间镜电流，使其对物镜后焦面成像，该面上的电子衍射花样经中间镜和投影镜放大，在荧光屏上获得电子衍射花样的放大像。

## 4 仪器

### 4.1 仪器结构

#### 4.1.1 照明系统

由电子枪和聚光镜组成。电子枪提供尺寸小的稳定电子源，发射高亮度电子束。聚光镜将电子束会聚，照射在样品上。

#### 4.1.2 样品室和成像系统

照明系统下面是样品室。样品放在样品座上，可在规定范围内移动、倾转。成像系统由物镜、中间镜、投影镜组成，将样品像逐级放大呈现在荧光屏上。

#### 4.1.3 观察和记录系统

投影镜下面是观察室，通过窗口可观察到荧光屏上的图像，荧光屏下方放置照像底片，荧光屏竖起即可曝光记录图像。

#### 4.1.4 其它系统和附件

包括真空系统、电源系统、安全保护系统和水冷系统。有的还备有扫描附件、微衍射装置、电子能量损失谱仪(EELS)和X射线能谱仪(EDS)等。

### 4.2 技术指标

### 4.3 环境条件

类型	高压型	高分辨型	普通型	简易型
主要技术指标				

加速电压 kV	≥200	≥100	≥75	≥50
分辨率 晶格像 nm 点 像	优于 0.204 优于 0.45	优于 0.204 优于 0.45	优于 0.699 优于 1.0	/ 优于 5.0
放大倍率重复性和准确性误差	≤±10%	≤±10%	≤±10%	≤±10%
图像畸变量	≤±5%	≤±5%	≤±5%	≤±5%
真空度 Pa	优于 $1 \times 10^{-4}$	优于 $7 \times 10^{-4}$	优于 $1 \times 10^{-2}$	优于 $1 \times 10^{-2}$
样品污染率 nm/min	≤0.03	≤0.03	≤0.05	≤0.06
样品漂移率 nm/min	≤6.0	≤6.0	/	/
X射线漏剂量 $\mu\text{Gy/h}$	≤2.5	≤2.5	≤2.5	≤2.5

- 4.3.1 环境温度： $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 。
- 4.3.2 相对湿度不超过70%。
- 4.3.3 供电电源： $220\text{V} \pm 10\text{V}$ 、 $50\text{Hz} \pm 0.5\text{Hz}$ 。
- 4.3.4 具有独立地线，接地电阻不超过 $4\ \Omega$ 。
- 4.3.5 周围杂散磁场不超过 $5 \times 10^{-7}\text{T}$ 。
- 4.3.6 地基振动不超过 $5\ \mu\text{m}$ (频率为 $5\text{Hz} \sim 20\text{Hz}$ 时)。
- 4.3.7 冷却水压力不低于 $5 \times 10^4\text{Pa}$ ，流量适当，水温低于 $25^\circ\text{C}$ 。

## 5 样品

### 5.1 样品要求

在真空中和高能电子束轰击下不挥发或变形，化学上和物理上稳定，无放射性和腐蚀性。根据样品的种类、性质和分析要求选用不同的制备方法。制备好的样品应足够薄，直径不大于 $3\text{mm}$ 。

### 5.2 样品制备

#### 5.2.1 复型

将固体样品表面的微观形貌复制到薄膜上。例如：塑料——碳二级复型和碳萃取复型。

#### 5.2.2 生物和医学材料

取样、固定、脱水、包埋、超薄切片、染色或冰冻刻蚀。

#### 5.2.3 金属

切片、研磨、双喷电解减薄或离子减薄。

#### 5.2.4 非金属

切片、研磨、化学减薄或离子减薄。

#### 5.2.5 微颗粒

在铜网上覆盖支持膜或微筛膜，将经过超声波分散的颗粒悬浮液滴在或喷在支持膜上，静置干燥。

## 6 分析步骤

### 6.1 开机

### 6.2 检测前准备

#### 6.2.1 合轴调整

#### 6.2.2 像散校正

- 6.2.3 放大倍率校正
- 6.2.4 相机常数校正
- 6.2.5 磁转角校正
- 6.2.6 样品高度调整
- 6.3 工作条件的选择
  - 6.3.1 加速电压
  - 6.3.2 样品安装
- 6.4 观察和测定
  - 6.4.1 质厚衬度像
  - 6.4.2 选区电子衍射和微衍射
  - 6.4.3 衍射衬度明场像和暗场像
  - 6.4.4 弱束暗场像
  - 6.4.5 高分辨像
  - 6.4.6 会聚束电子衍射
  - 6.4.7 晶体点阵类型和点阵常数测定
  - 6.4.8 微小尺寸和形状的检测
  - 6.4.9 电子能量损失谱分析
  - 6.4.10 X射线能谱分析
- 6.5 检测后仪器的检查和关机

取出样品，退出物镜光阑和选区光阑，调到低放大倍率，聚光镜散焦。依次关灯丝电流、高压、主机和其它附件的电源。盖上观察室护板，待15分钟后，关冷却水系统和稳压电源。

## 7 分析结果的表述

- 7.1 透射电镜图像通常以照片形式提供，按照质厚衬度、衍射衬度、相位衬度成像理论予以解释。
- 7.2 电子衍射底片，按照电子衍射基本理论进行标定和分析，确定晶体学取向关系或晶体结构。
- 7.3 提供样品微区化学成分的定性或定量分析结果。

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。