

中国科学院山西煤炭化学研究所



扫描电镜基本原理 及应用技巧

公共技术服务中心

师晶

2013.06.20

主要内容

I. 扫描电镜基础知识

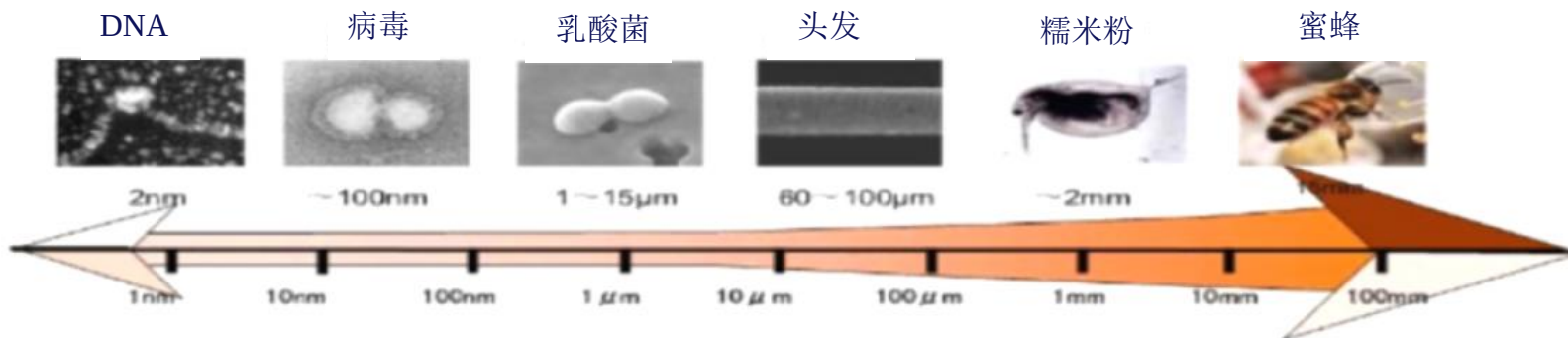
II. 观察样品的若干技巧

- 工作参数的选择
- 聚焦、像散的校正
- 成像问题及其解决方案
- 样品的前处理及制备

III. 能谱仪的基本原理及应用

IV. 扫描电镜的应用实例

电子显微镜的发展



扫描电镜的外观构造



扫描电镜的功能、特点

◎ 二次电子像

反映样品表面形貌差异的信息，即微观形貌像。

◎ 背散射电子像

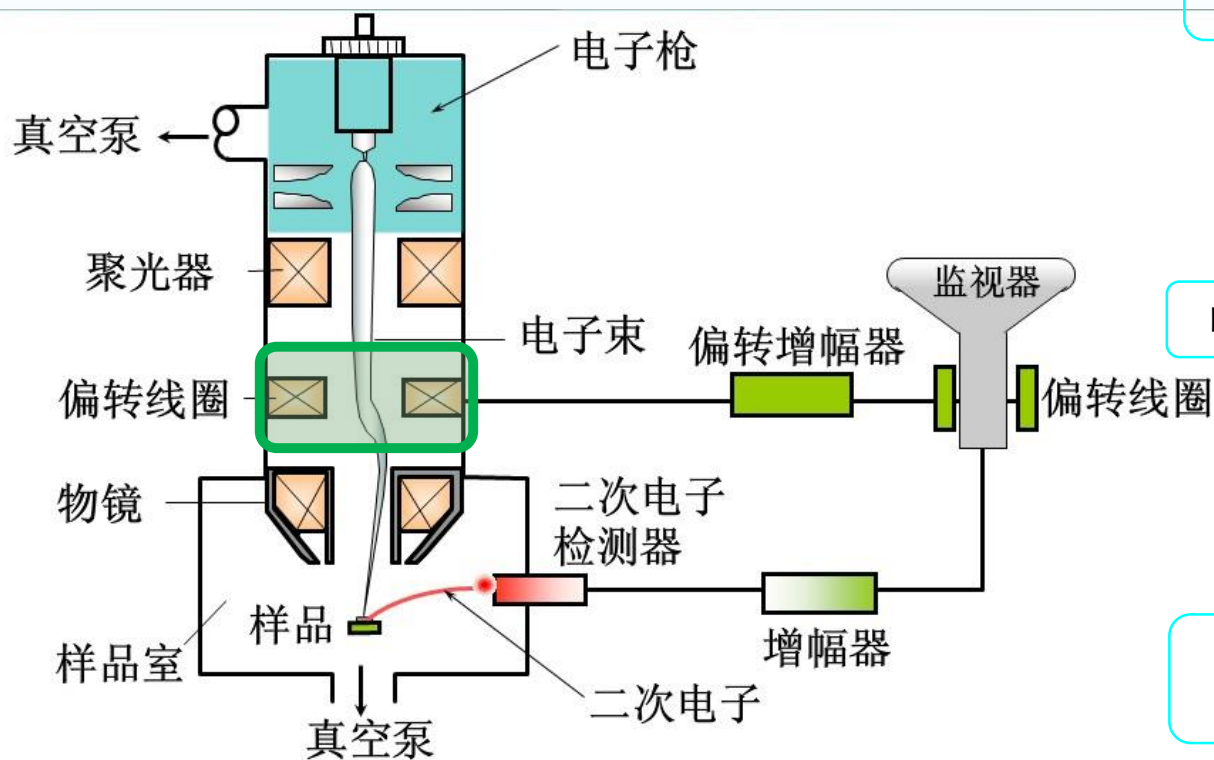
可得到不同区域内原子序数差别的信息，即组成分布像。

◎ 特征X射线分析

可对特定的某微区元素做定性和定量的化学成份分析。

- 样品制备简单，应用范围广
- 图像景深大，富有立体感
- 配合能谱仪，综合分析能力强

扫描电镜的工作原理



电子枪发射电子束，经电磁透镜汇聚成微细电子束

电子束在试样表面做栅网式扫描

探测器接收信号，经转换、放大后输入到显像管

扫描电镜结构示意图

扫描电镜的主要构造

● 电子光学系统

- 组成：电子枪、磁透镜、扫描线圈、光阑和样品室
- 作用：将电子束聚焦成亮度高、直径小的入射束来轰击样品

● 信号的收集、处理和显示系统

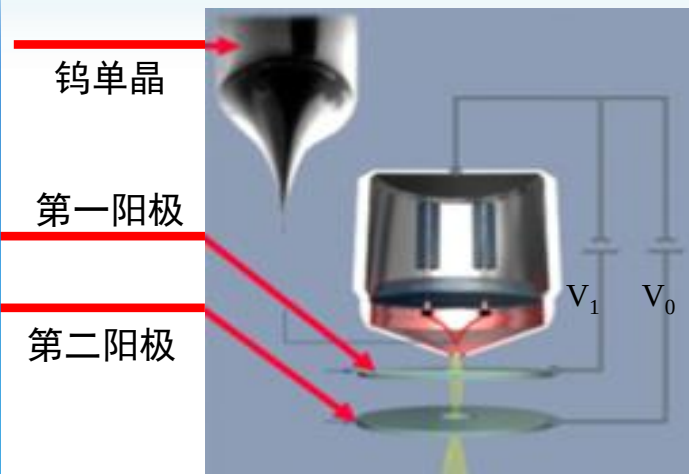
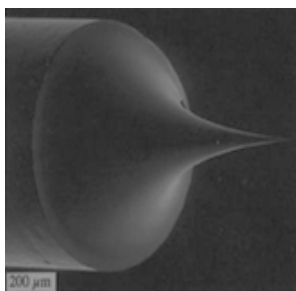
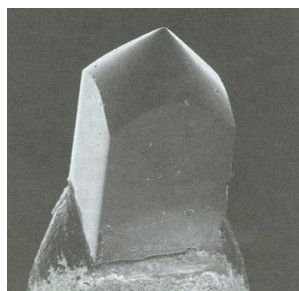
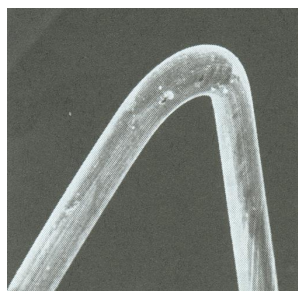
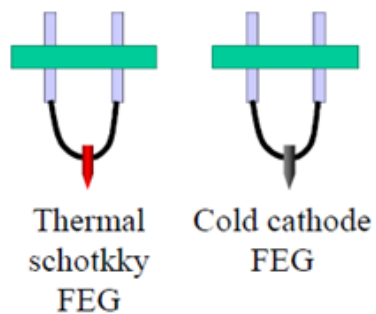
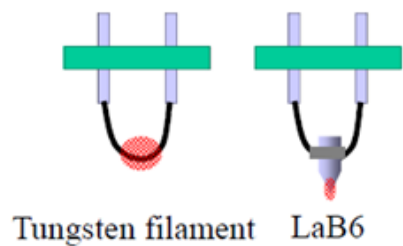
● 真空系统

- 组成：机械泵、分子泵、离子泵
- 作用：减少电子能量损失及电子光路的污染，提高灯丝寿命

● 电源系统

- 组成：由稳压、稳流及相应的安全保护电路所组成

电子光学系统—电子枪



钨阴极为负电位

V_1 : 拔出电压 决定电流密度

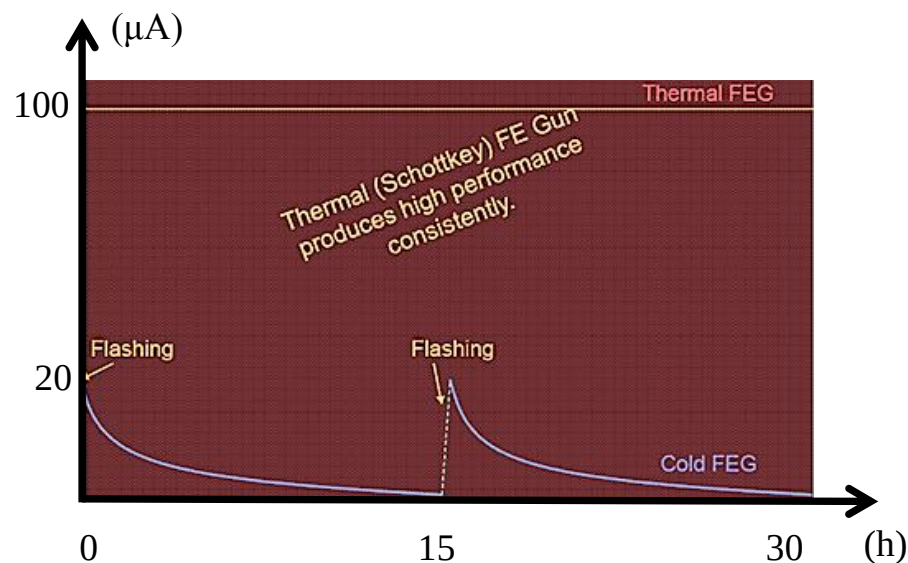
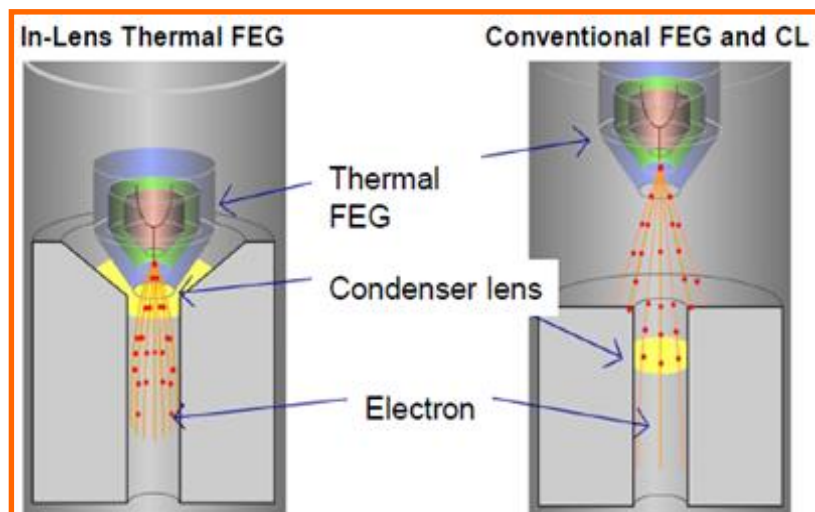
V_0 : 加速电压 决定电子束的能量

四种类型电子枪性能比较

		热电子发射		场发射	
		钨灯丝	LaB ₆	冷场发射	热场发射
束斑直径		30μm	10μm	5-10nm	15-20nm
灯丝亮度(A/cm ²)		10 ⁵	10 ⁶	10 ⁸	10 ⁸
能量扩散宽度/eV		2.3	1.5	0.3-0.5	0.6-0.8
分辨率(nm)		3-15	4-5	1.0-1.4	1.2-3
发射	总束流 (μA)	100	50	10	20-100
	束流稳定度	< 5%	≈ 1%	≈ 5%	≈ 1%
	发射体寿命	1-2个月	5个月	3-5年	3-5年
使用条件	工作温度	2800K	1800K	室温	1800K
	真空度/Pa	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁸	10 ⁻⁷
侧重点		图像及多功能分析	图像及多功能分析	高分辨图像	高质量图像、多功能分析

JSM-7001F的电子枪

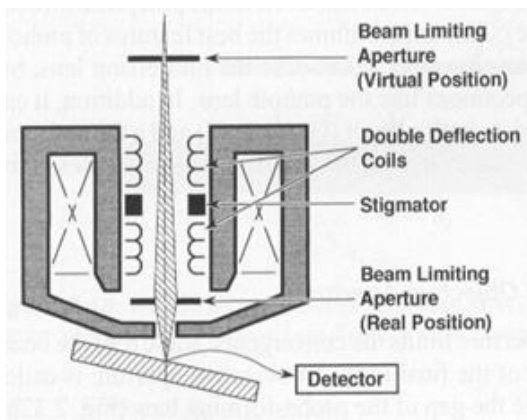
- ❖ 浸没式热场发射电子枪，发射电流的使用效率高，**探针电流大**。
- ❖ 采用热场发射，**束流稳定度高**。



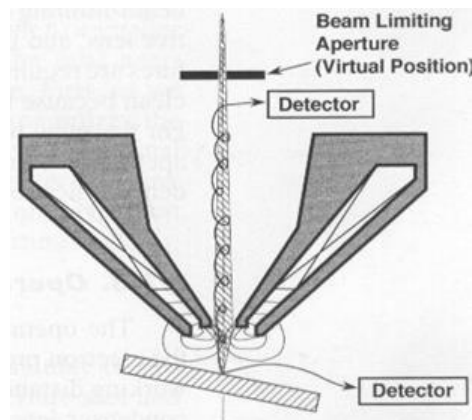
电子光学系统—电磁透镜

- **作用：**把电子枪的束斑逐渐聚焦，束斑尺寸缩小
- **组成：**2个强透镜+1个物镜
- 另：每级聚光镜都装有光阑，降低电子束的发散程度

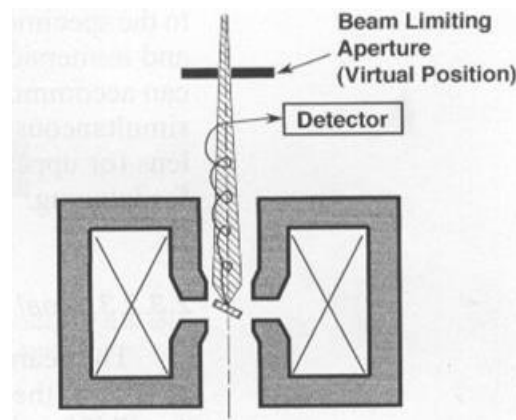
扫描电镜中物镜类型：



外置式物镜



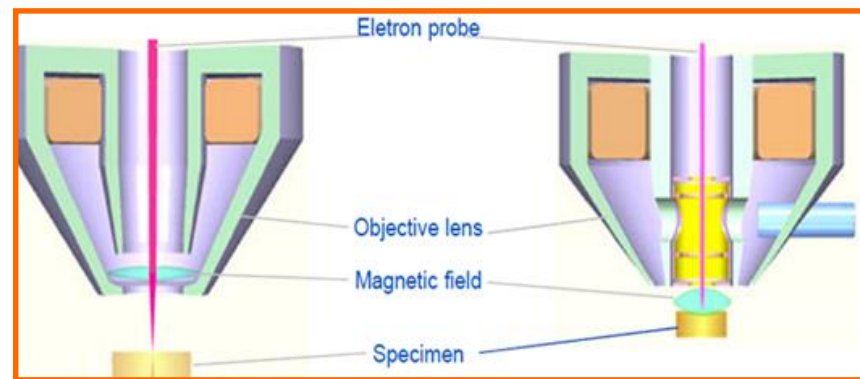
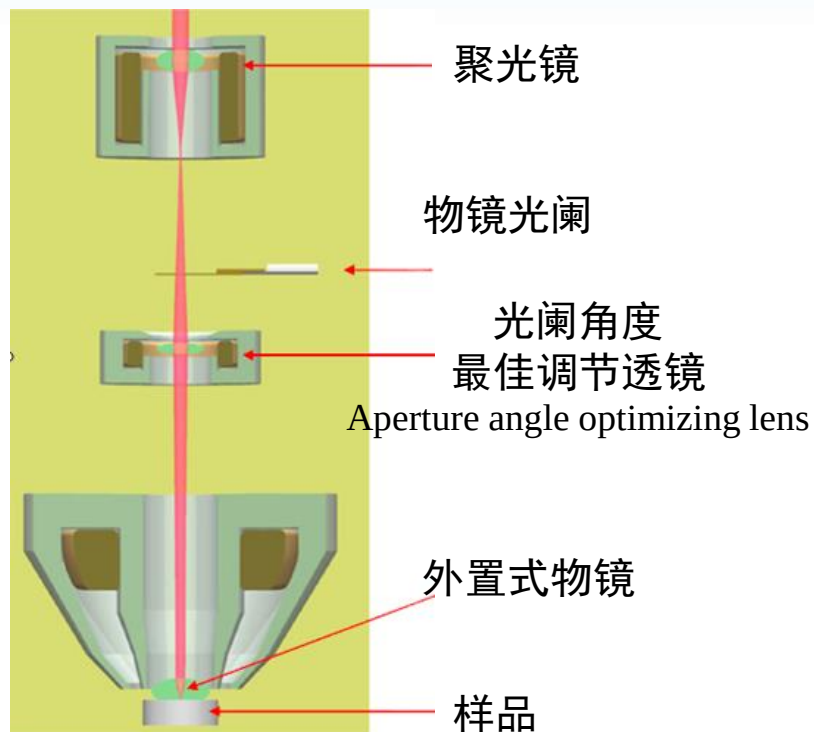
半浸没式物镜



浸没式物镜

JSM-7001F的物镜

ACL: 在大束流下依然保持小束斑，分析时保持**高分辨率**。



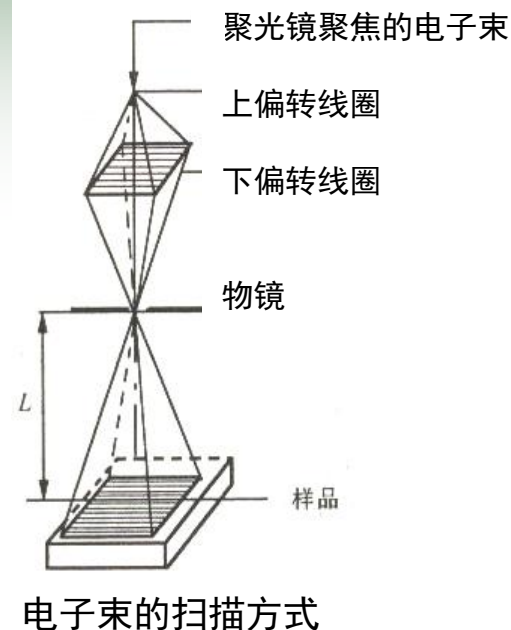
- 磁性材料
- 高分辨图像
- 大样品
- 景深大

电子光学系统—扫描线圈

作用：

- 使入射电子束偏转，在样品表面逐行扫描
- 使阴极显像管电子束在荧光屏上作同步扫描
- 改变扫描像的放大倍数

镜筒中的电子束 $\longleftrightarrow$ 同步扫描 显像管中的电子



电子光学系统—样品室



空间应足够大，

样品台进行平移、旋转、倾斜

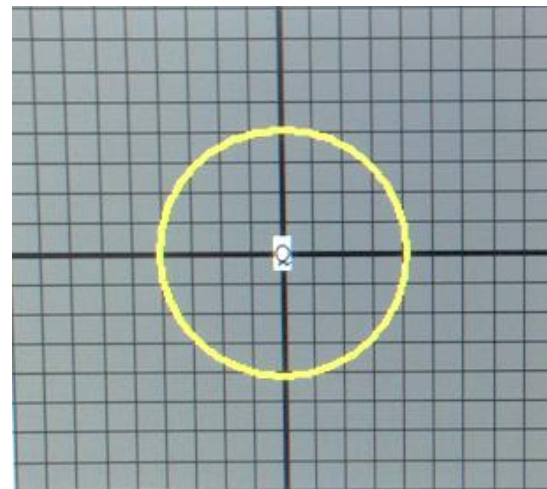
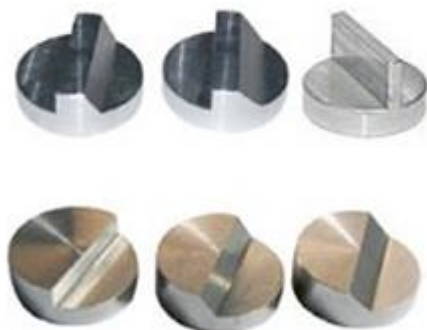
计算机控制五轴马达驱动样品台

X轴: $\pm 35\text{mm}$ Y轴: $\pm 25\text{mm}$ Z轴: 3-40mm

R: $0-360^\circ$

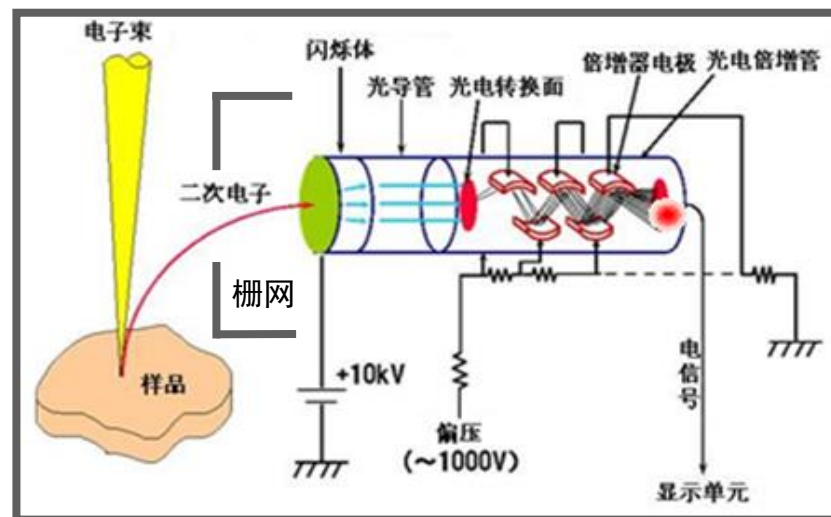
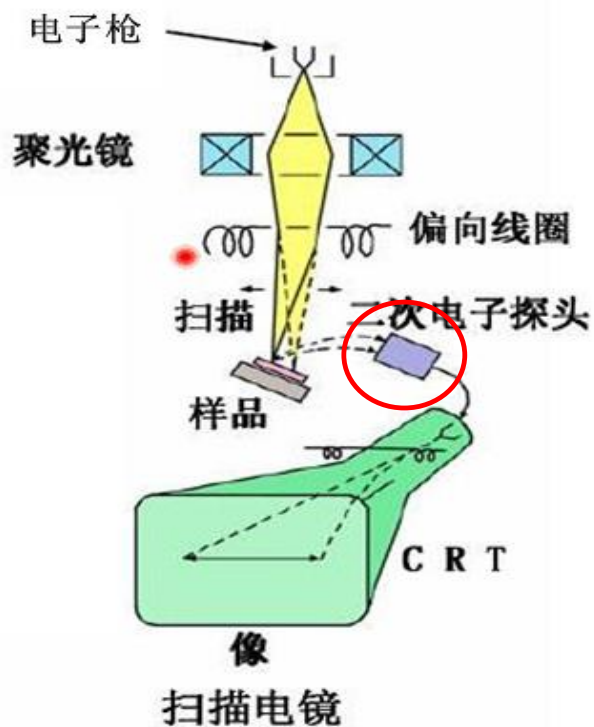
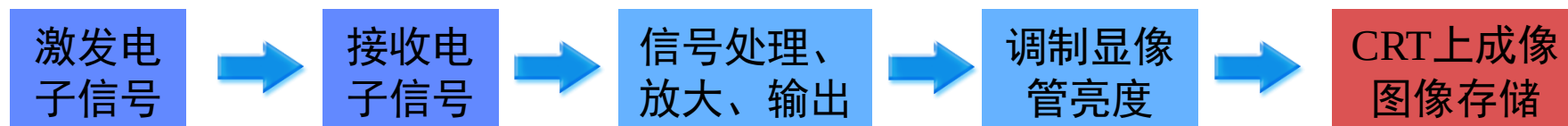
T: $-5-70^\circ$

样品台类型:



信号的收集、处理和显示系统

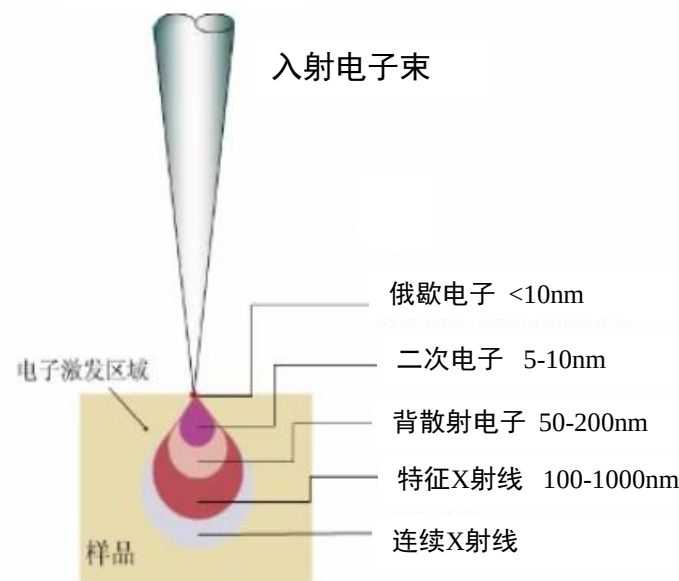
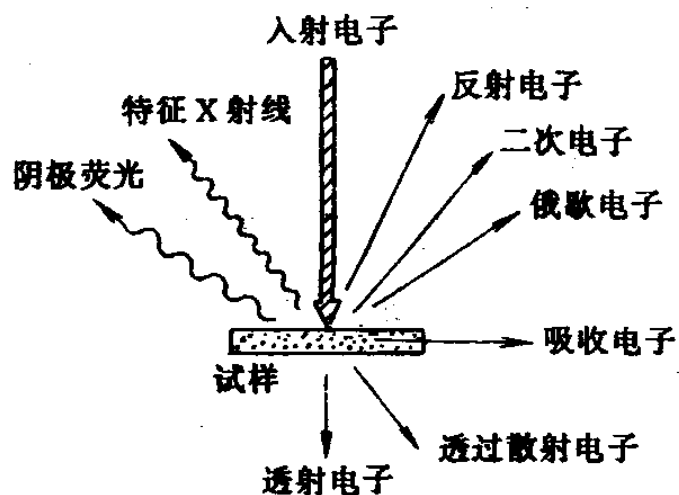
电子信号用 闪烁体计数器 进行检测



电子束与样品作用产生的信号

入射电子束与样品的原子核及核外电子发生作用后，产生多种物理信号：

- ❖ **二次电子**：被入射电子轰击出来，离开样品表面的**样品核外电子**
- ❖ **背散射电子**：与样品原子碰撞而改变运动方向，经多次碰撞又由样品表面散射出来的**入射电子**
- ❖ **特征X射线**：当入射电子能量足够高，将样品原子内层电子击出，其空位由其它能级电子填充，多余能量以X射线形式发射出来



主要性能指标-分辨率

- 对**成像**而言，能分辨两点之间的最小距离
- 对**微区成分分析**而言，能分析的最小区域

影响SEM仪器分辨率的主要因素有：

- ◆ 电子束斑直径；
- ◆ 入射电子束在样品中的扩展效应；
- ◆ 信号噪音比；
- ◆ 杂散磁场；
- ◆ 机械振动引起束斑漂流

公式： $d = 0.61\lambda / (n \sin \alpha)$

电子束波长与电压关系： $\lambda = 12.26 / v^{0.5}$

加速电压(kV)	波长(nm)	分辨率(nm)
1	0.0338	3.0 ↑ ↓ 1.2
5	0.0213	
10	0.0122	
20	0.0085	
30	0.0069	

正确认识仪器分辨率

主要性能指标-放大倍数

调节途径：改变电子束偏转角度，

角度 ，倍率 

公式：

$$K = \frac{As}{Ac}$$

荧光屏上图像的边长
电子束在样品上的扫描振幅

荧光屏采用12英寸的显像管，
尺寸为30x20(cm)

例：放大倍数为1000

$$1000 = 30 \div 0.03$$

放大倍数	扫描宽度
10	3cm
100	3mm
1000	0.3mm
10000	0.03mm
100000	3μm

有效放大倍数：

$$K_{\text{有效}} = \text{人眼分辨率} / \text{仪器分辨率}$$

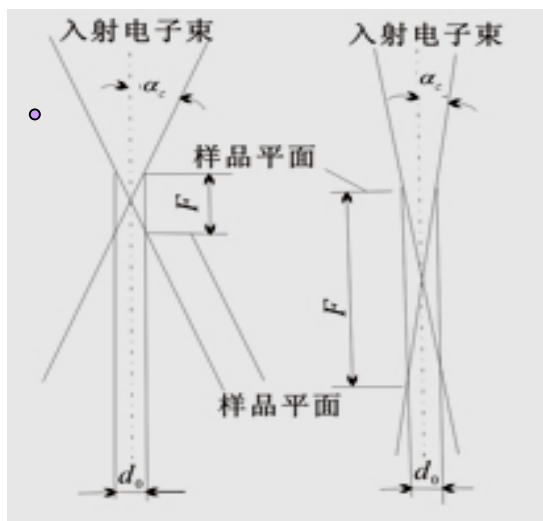
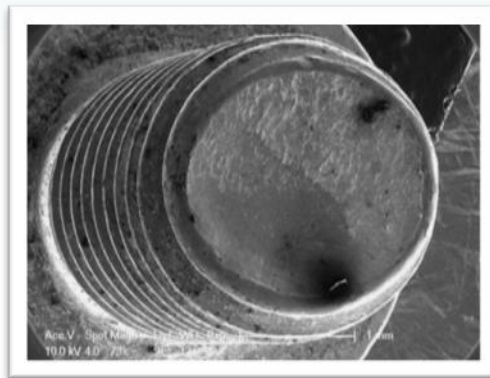
$$\text{例：} 0.2 \times 10^6 \text{nm} \div 2\text{nm} = 100000$$

主要性能指标-景深

➤ **定义：** 电镜对高低不平的试样各部位能同时聚焦成像的一个能力范围。

➤ **公式：** $\Delta F = \frac{\pm d}{2a}$ d: 入射电子束直径 2a: 电子束的孔径角

➤ **大景深的优点：** 图像的立体感增强

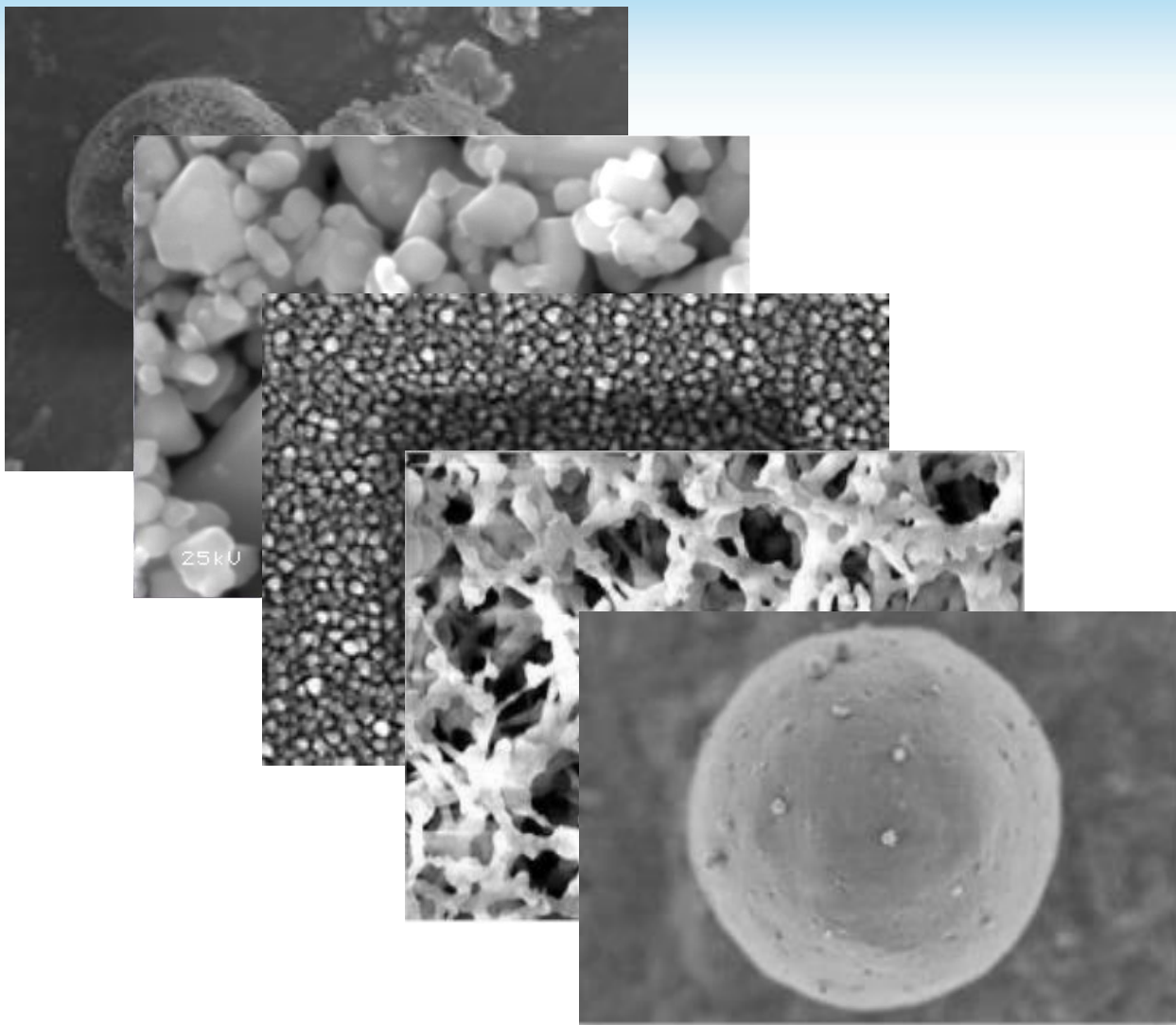


物镜的
小孔径角

放大倍数	景深/μm	
	扫描电镜	光镜
20	5000	50
100	1000	10
1000	100	1
5000	20	--
10000	1	--



观察样品经常遇到的问题



荷电严重

图像不清晰

样品污染严重

局部对比度强烈

景深不够

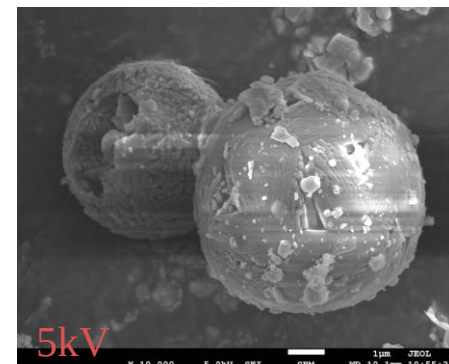
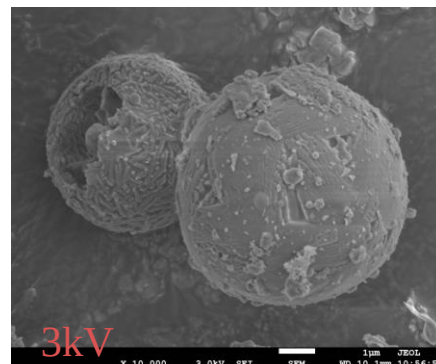
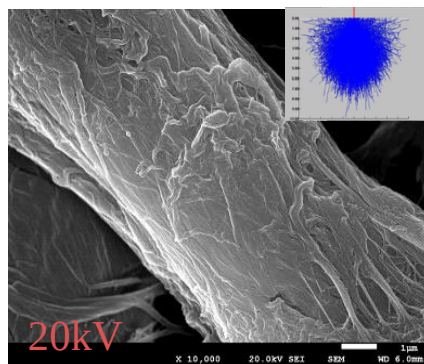
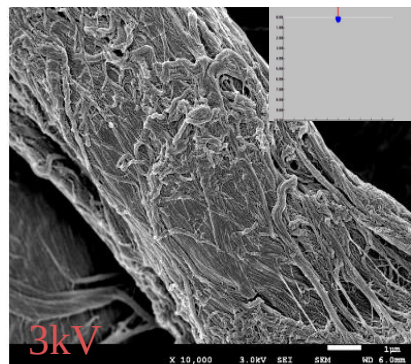
影响SEM图像质量的因素

- ❖ 电子枪的种类：场发射、 LaB_6 或钨丝
- ❖ 样品室的洁净度：避免粉尘、水气、油气等污染
- ❖ 环境因素：振动、磁场、噪音
- ❖ 样品性质：干燥、导电、无污染
- ❖ 操作条件：加速电压、聚光镜电流、工作距离

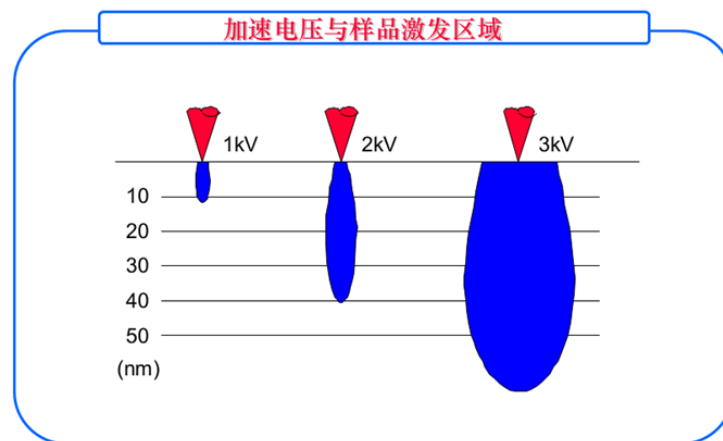
对中/聚焦/像散校正、亮度/对比度选择

观察条件的选择—加速电压

- 高电压：高分辨率和信噪比
- 低电压：表面凹凸试样、非导体试样、生物试样



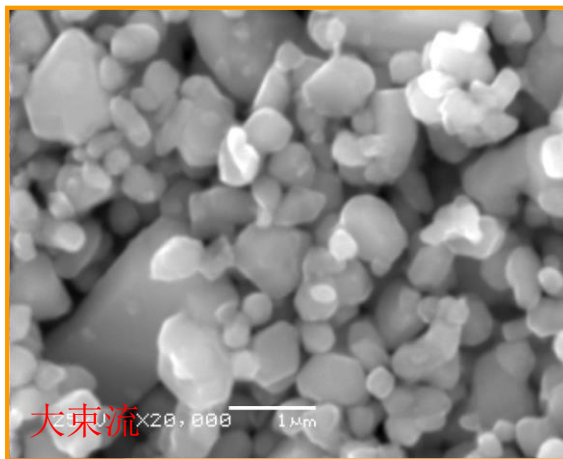
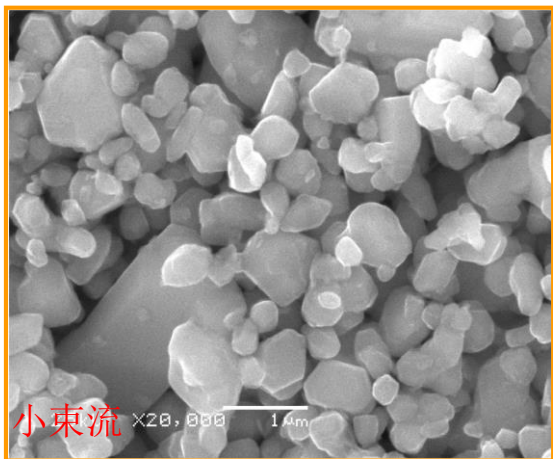
加速电压	高	低
分辨率	高	低
信噪比	高	低
表面形貌信息	丧失	完整
荷电效应	重	轻
样品损伤	重	轻



观察条件的选择—束流

大的透镜电流对提高信噪比是有利的，但对图像的分辨率不利。

- 低倍观察，图像质量的主要矛盾是由于信噪比不够，采用大的束流值；
- 高倍观察，图像质量的主要矛盾是在分辨率低，宜逐步降低束流。



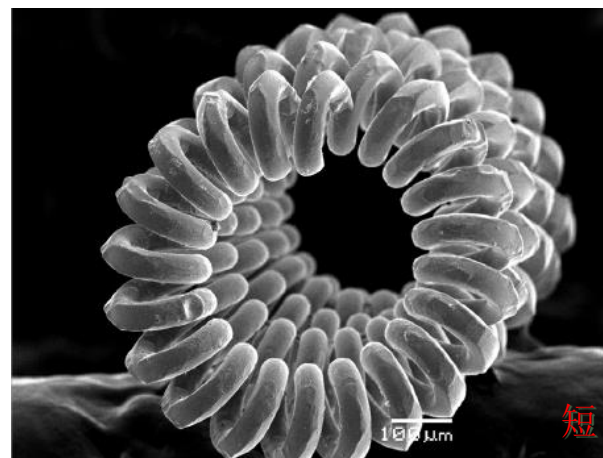
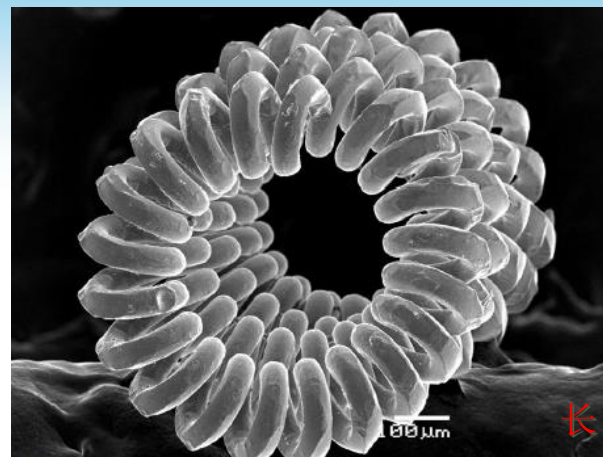
束流	大	小
束斑直径	大	小
照射电流	多	少
信噪比	好	差
分辨率	低	高
样品损伤	重	轻

观察条件的选择—工作距离

- 短工作距离：高分辨率
- 长工作距离：大焦深

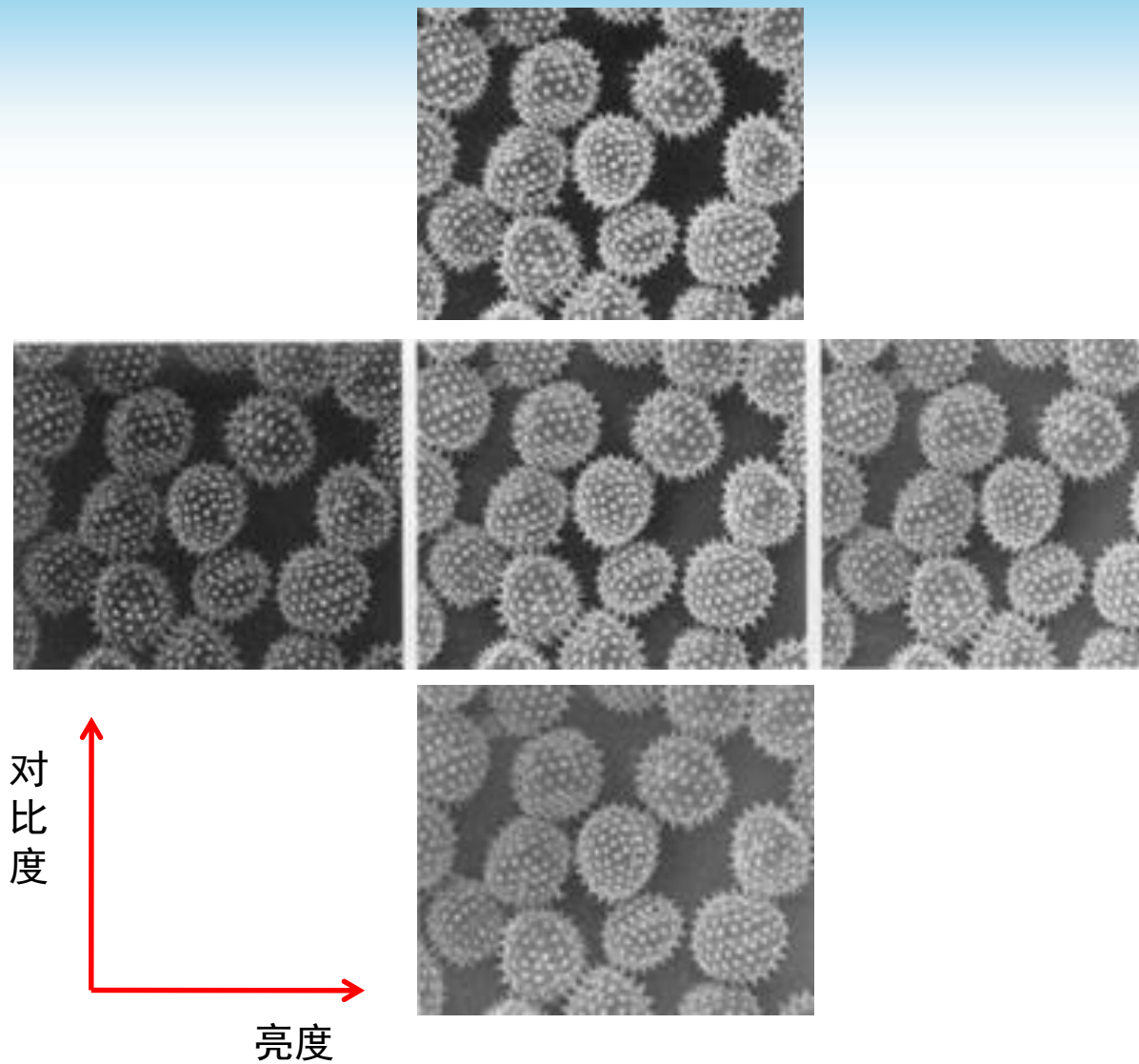


工作距离	长	短
景深	大	小
分辨率	低	高
样品台倾斜范围	大	小



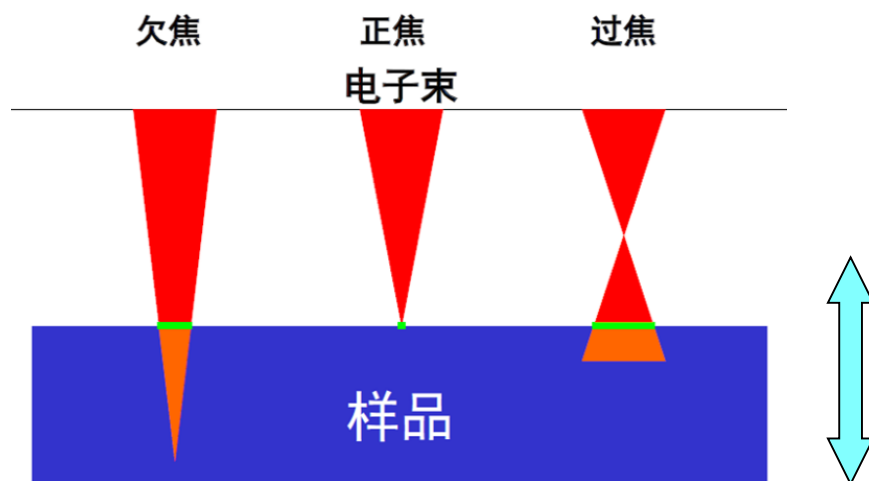
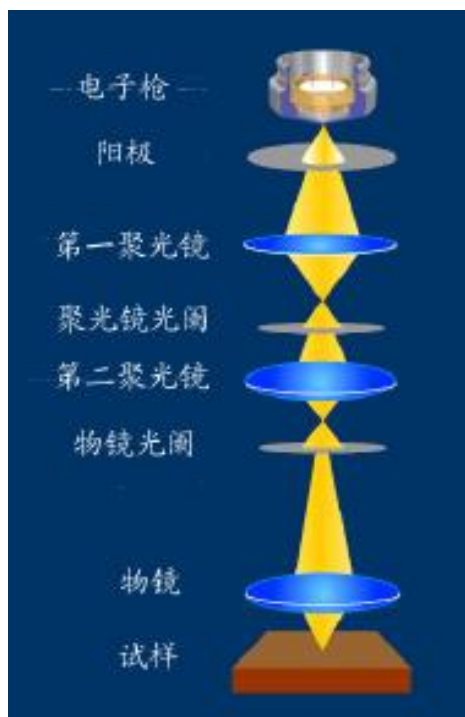
白炽灯丝 ×100

观察条件的选择—亮度、对比度



电子束对中、聚焦

作用：图像最亮、像差最小、分辨率最高、束流稳定。



聚焦

- ◇ 物镜线圈电流
- ◇ 样品台Z轴

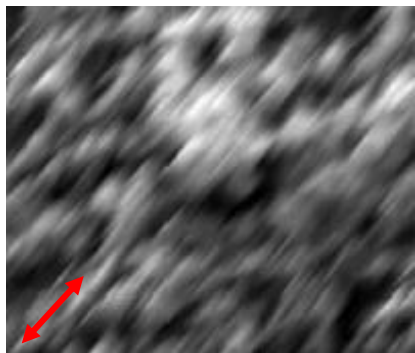
合轴

- 合轴螺钉
- 对中线圈电流

像散校正

➤ 判断图像是否有像散

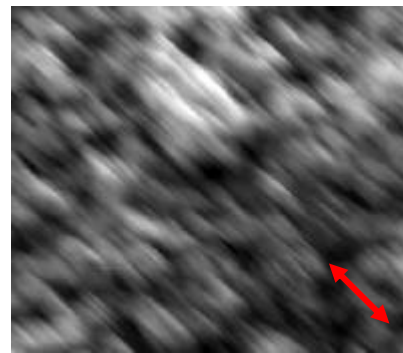
➤ 像散校正： 在正焦位置， 调X、Y， 再调焦



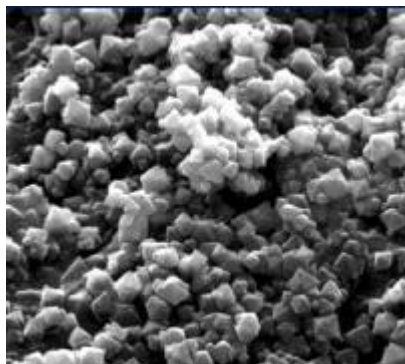
过焦



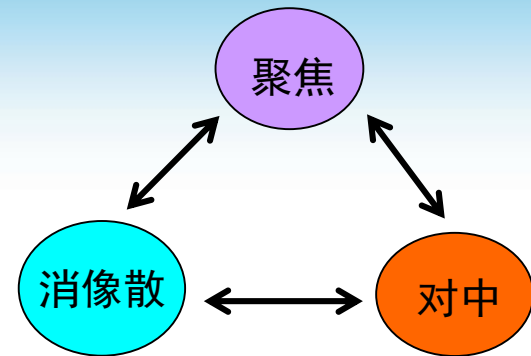
正焦



欠焦



像散校正后



在相互垂直的方向上
呈现模糊并拉长

选择合适的参数

大景深		高分辨			大电流		
WD	物镜光阑	束流	WD	加速电压	束流	WD	物镜光阑
长	小	小	短	高	大	固定值	大

大景深：生物样品、颗粒全貌、纤维状样品全貌，低倍

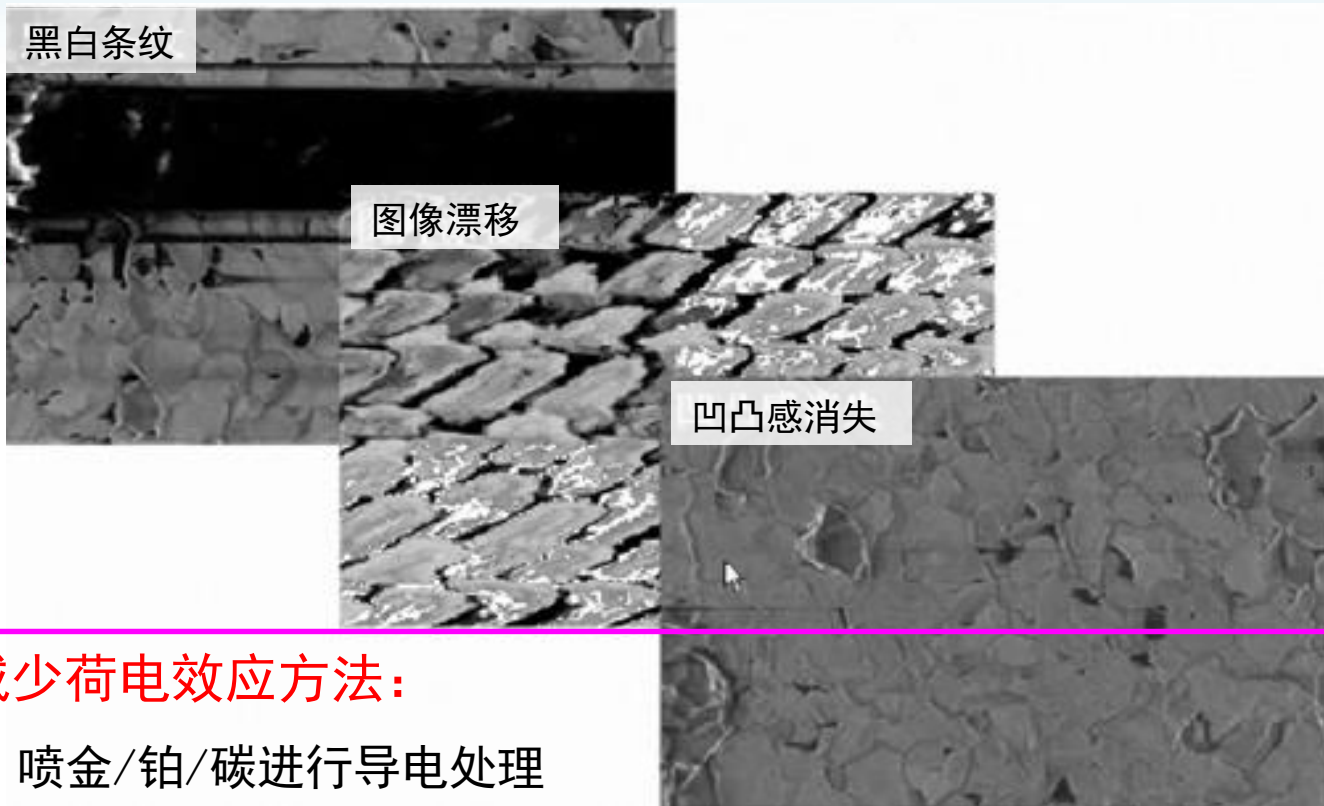
高分辨：纳米材料、样品表面微观结构，高倍

大电流：EDS、WDS、CL等分析

由样品的特点和观察目的共同决定工作参数

荷电效应对图像观察的影响

当入射电子作用于不导电样品时，表面会因吸收电子而带负电，产生一个静电场干扰信号发射，当电荷积累到一定程度会发生放电，造成图像有明显的亮线甚至畸变。

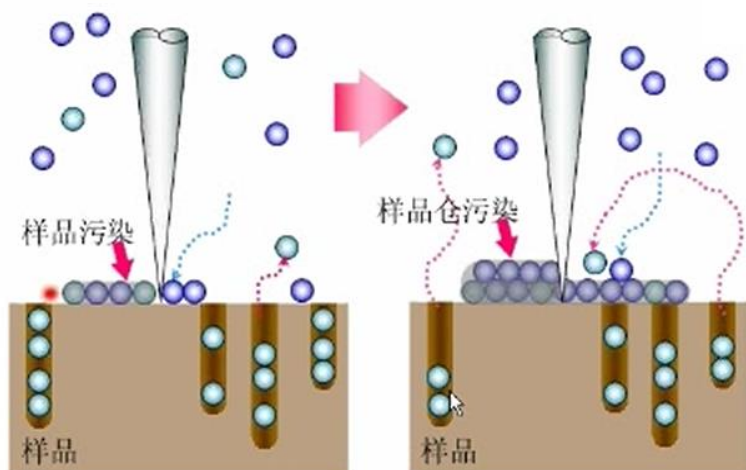


减少荷电效应方法：

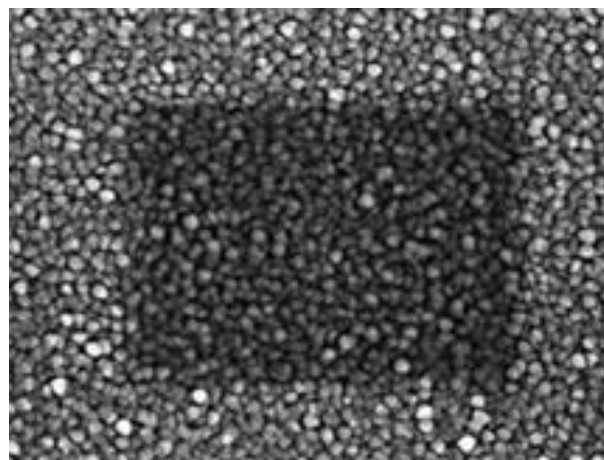
- ❖ 喷金/铂/碳进行导电处理
- ❖ 降低加速电压、减少束流、倾斜样品
- ❖ 加快扫描速度、改善样品表面与样品座的接触

碳污染对图像观察的影响

- 碳污染：在电子束长时间轰击下碳和含碳物质在试样表面进行累积。
- 不良影响：污染电子光学系统、图像质量、EDS分析结果



- 样品仓内残留的气体分子
- 样品本身带来的气体分子



SEM样品的前处理

干燥、导电、无污染

❖ 干燥方法

- 空气干燥法
- 真空干燥法



❖ 导电处理

- 蒸发镀膜
- 溅射类镀膜

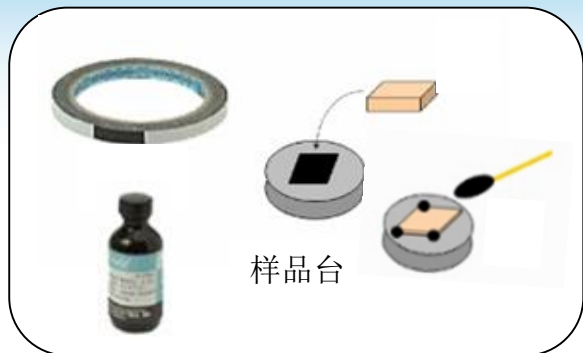


❖ 污染处理

- 红外线灯或加热台加热样品
- 超声波清洗机
- 等离子体清洗仪



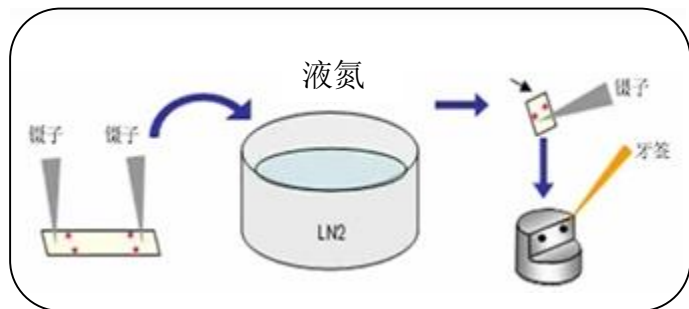
SEM样品的制备方法



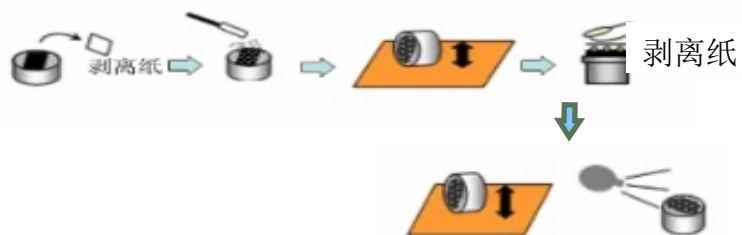
◆ 块状试样

◆ 断面试样

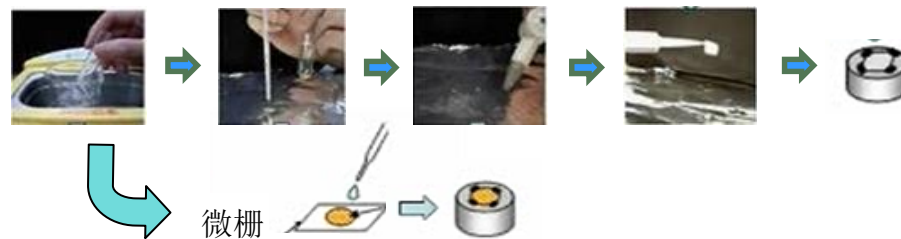
◆ 粉末试样



抖落法



分散法



X射线能量分散光谱仪

- **简写：** EDS (energy dispersive spectrometer)
EDX (energy dispersive X-ray spectrometer)
- **原理：** 将从样品中激发出X射线看成由一些不连续的光子组成， 光子的能量为 $E=h\nu$ ，
 h 为普朗克常数， ν 为光子振动频率。
- **分析依据：** 不同元素发出的特征X射线具有不同频率，由此对元素进行定性分析。

特 点

分析范围广、速度快

灵敏度高

谱线重复性好

能量分辨率低：~123eV

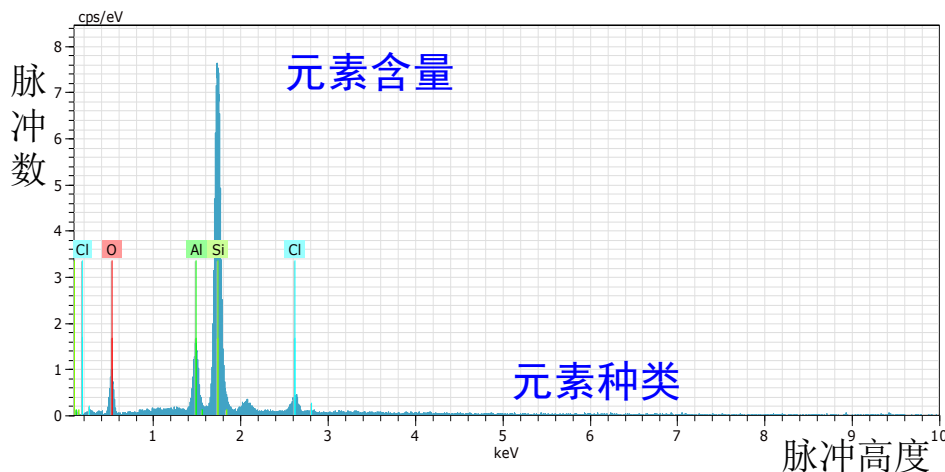
光子能量检测过程



不同能量的X射线光子进入[Si(Li)]探测器，
在晶体内产生电子—空穴对，形成电压
脉冲信号

信号经前置放大器放大，进入多通道
脉冲高度分析器

在分析软件中显示出脉冲数—脉冲高度
曲线，通过理论计算方法对元素进行定
性、定量分析



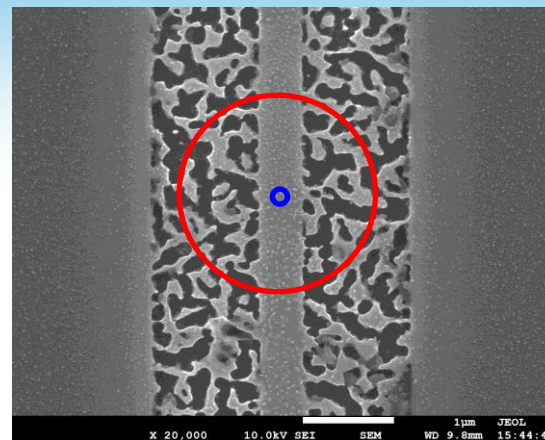
能谱分析中工作参数的选择

❖ **最佳过压比：** $V = (2-3) \times E_k$

例：轻元素5-10 kV 重元素10-20 kV

❖ **收集时间：** 点、线扫1min； 面扫3min

❖ **放大倍数：** 2万倍以内

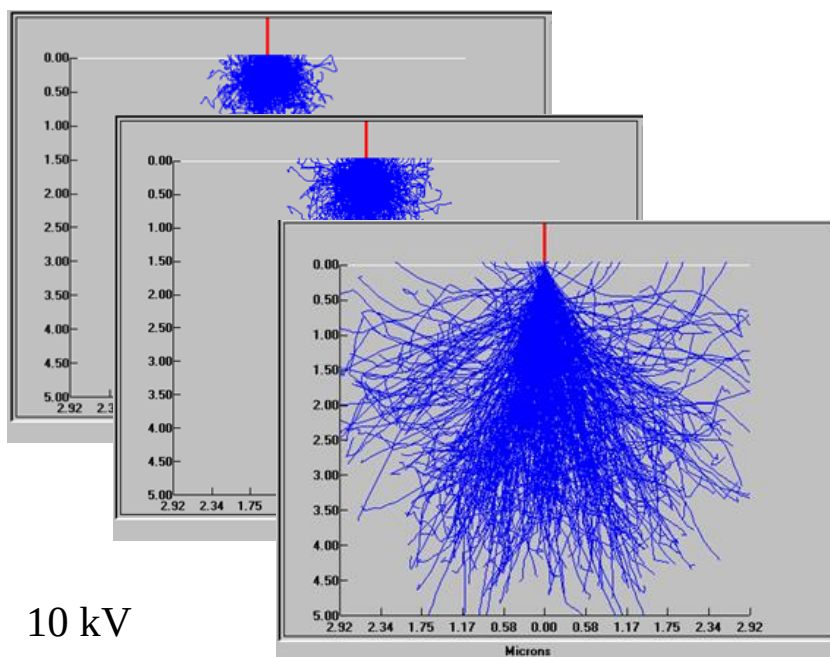


X射线的穿透深度 $Z_m(\mu\text{m})$:

$$Z_m = 0.33(E_0^{1.7} - E_k^{1.7})A/\rho Z$$

E_0 :加速电压 E_k :临界激发能 A:原子量

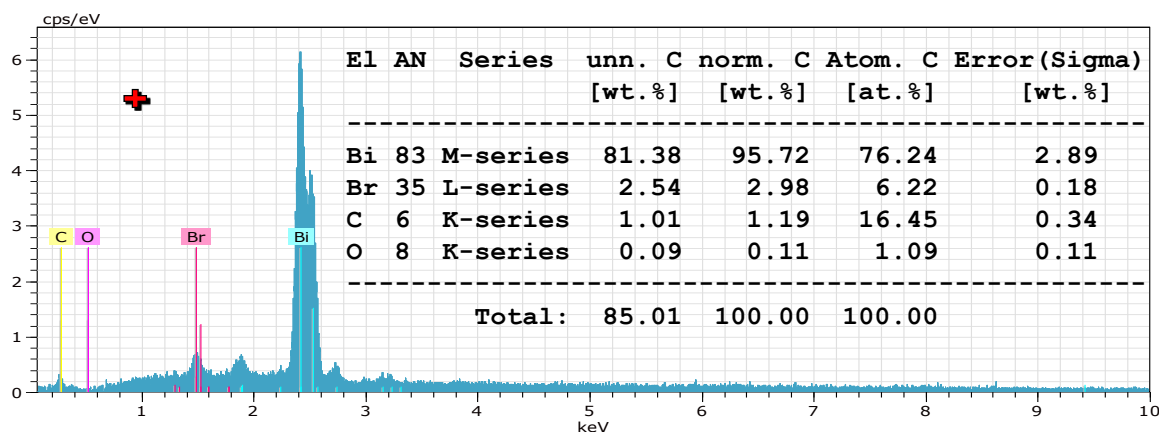
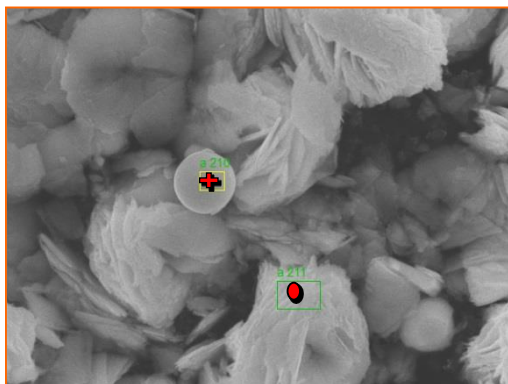
ρ :密度 Z:原子系数



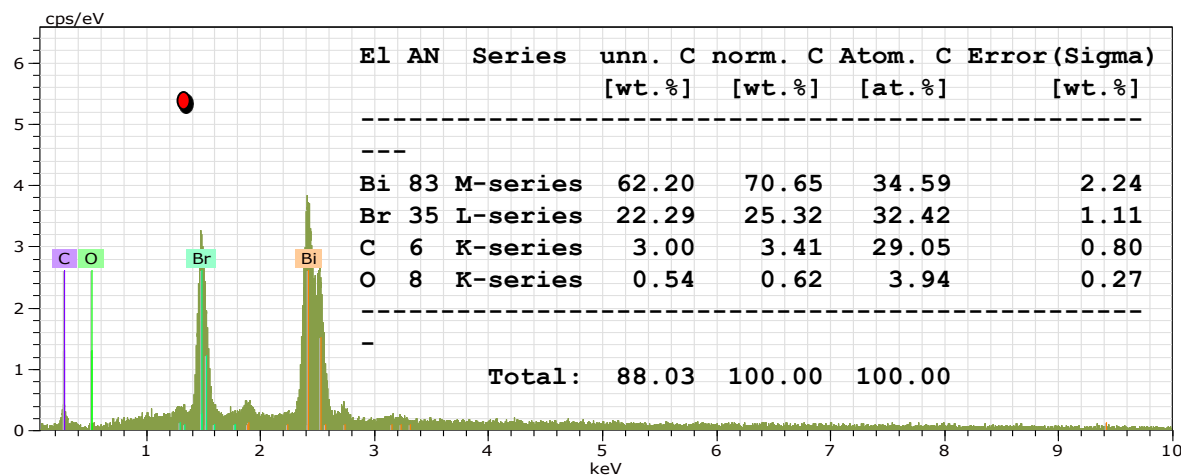
材料	半径(μm)	深度(μm)
银	0.83	1.2
铁	1.07	1.8
碳	2.92	5

EDS分析方法一点扫描

❖ 电子束固定在感兴趣的点上进行分析，得到所含元素的质量、原子百分数。

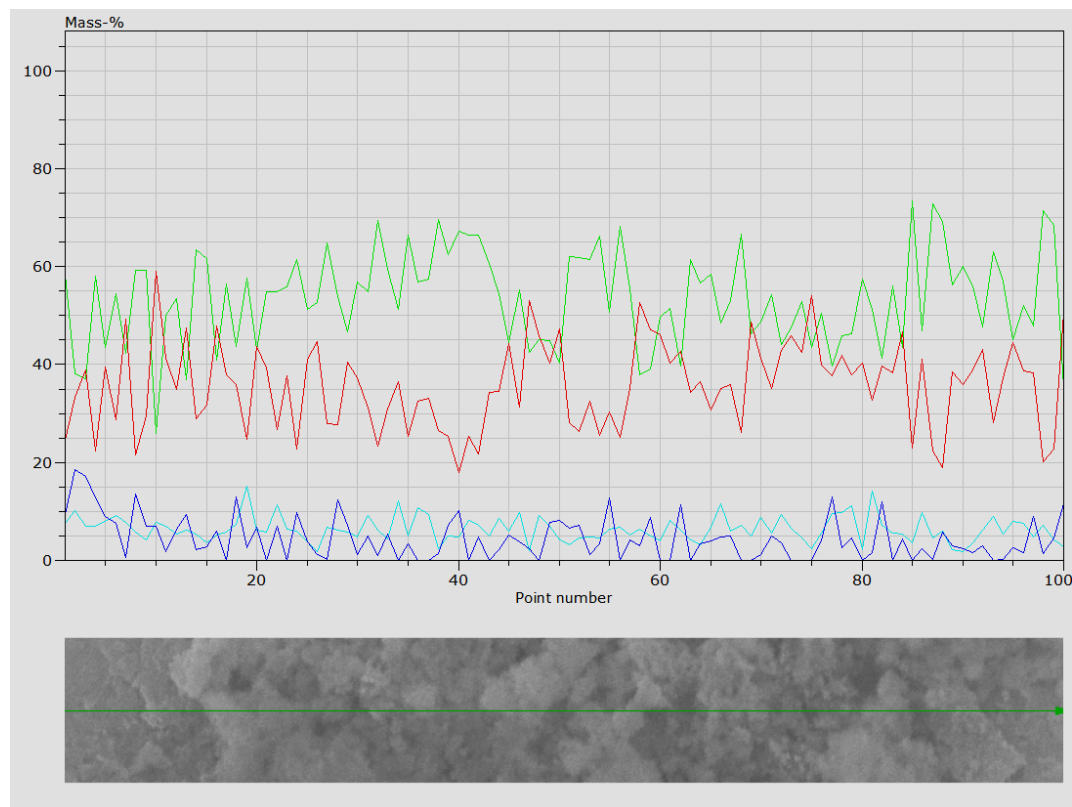
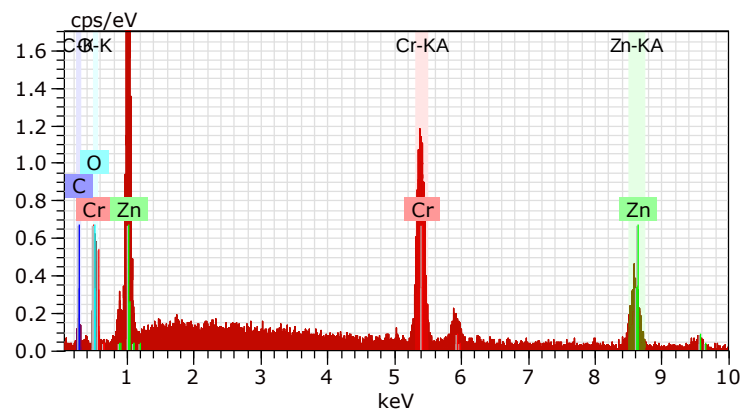
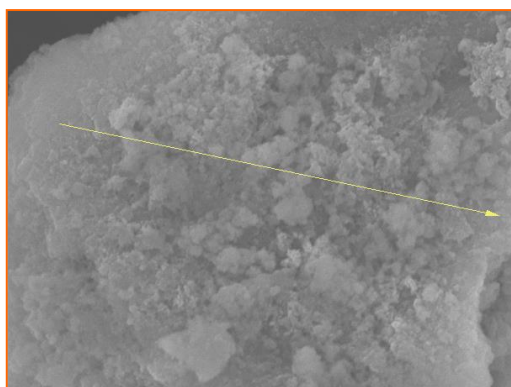


O					
N					
M				M	
L			L		$\alpha\beta$
	K		$\alpha\beta\gamma$		
K	$\alpha\beta\gamma$				



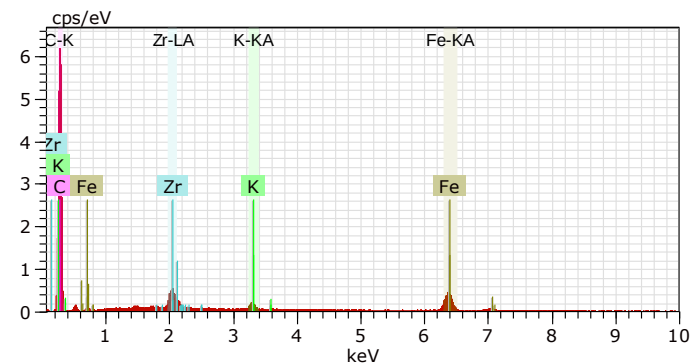
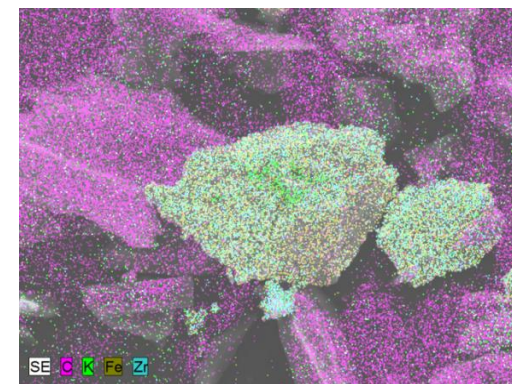
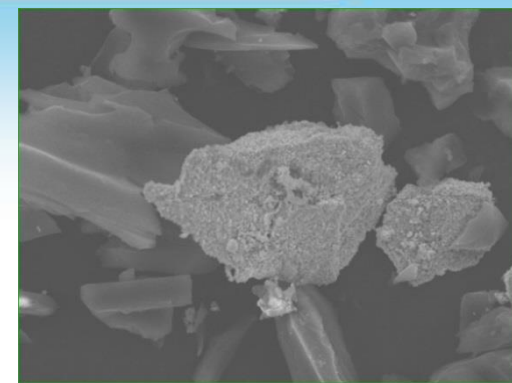
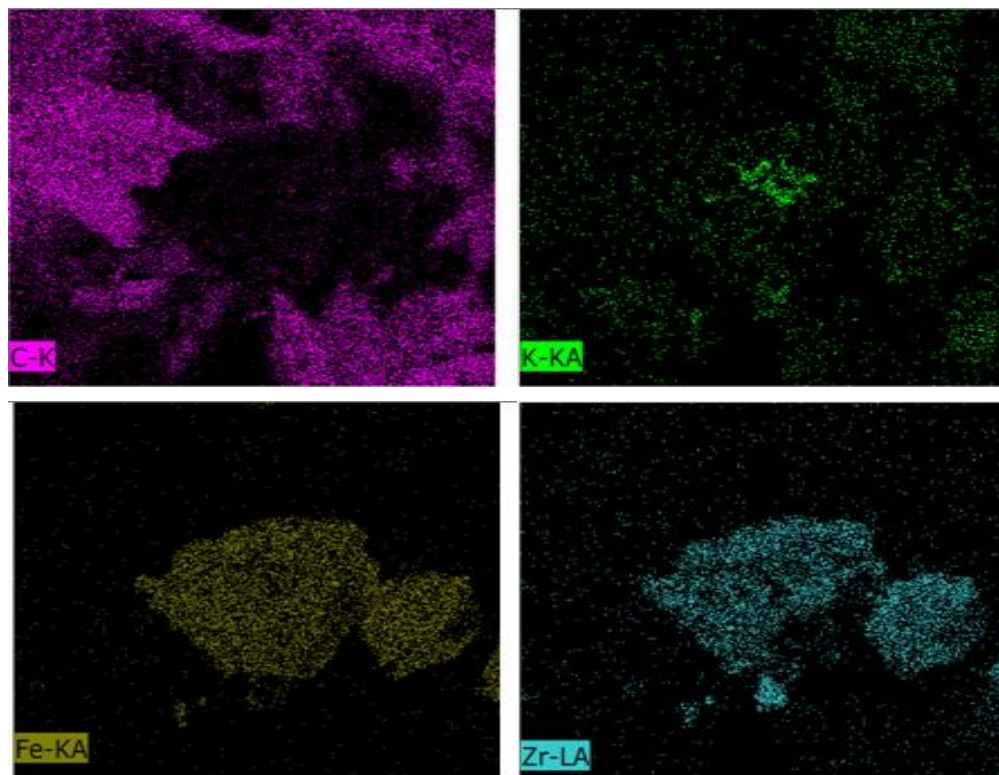
EDS分析方法—线扫描

❖ 电子束沿某条分析线进行扫描，能直观获得不同元素在不同相或区域内的分布。



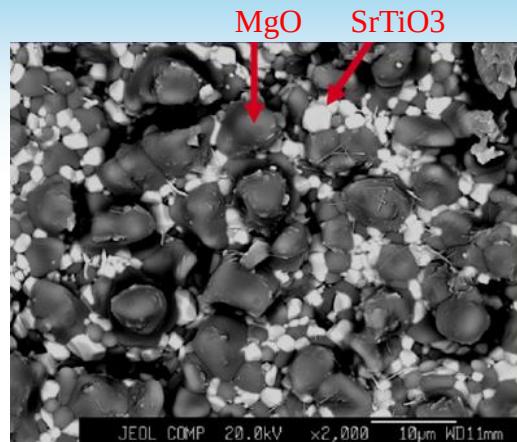
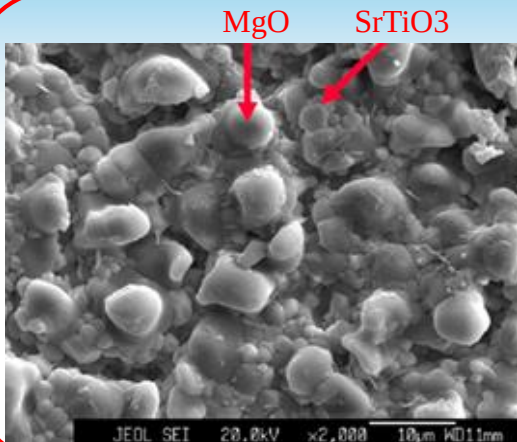
EDS分析方法—面扫描 (mapping)

- ❖ 电子束在试样表面某区域进行扫描，研究材料中杂质、相的分布和元素偏析常用此方法。

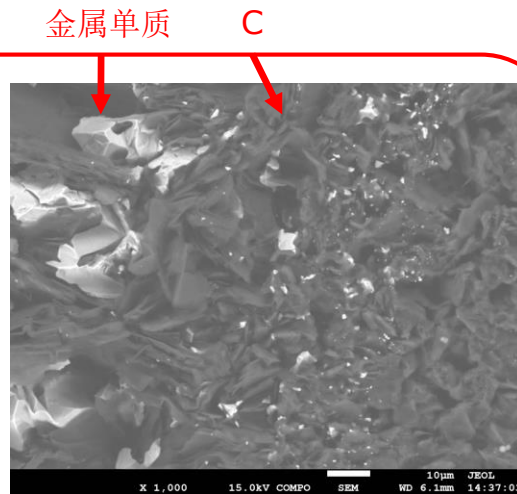
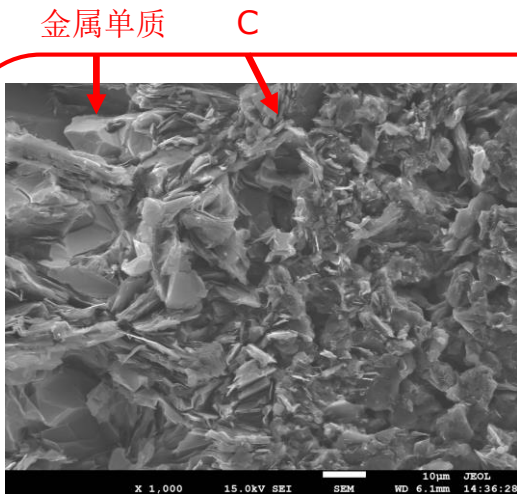


实例一：形貌和成分信息对比

形貌信息

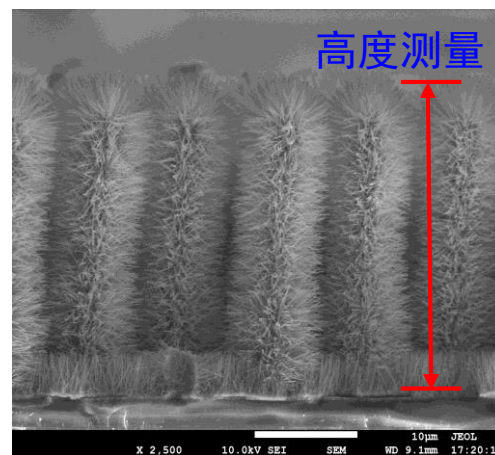
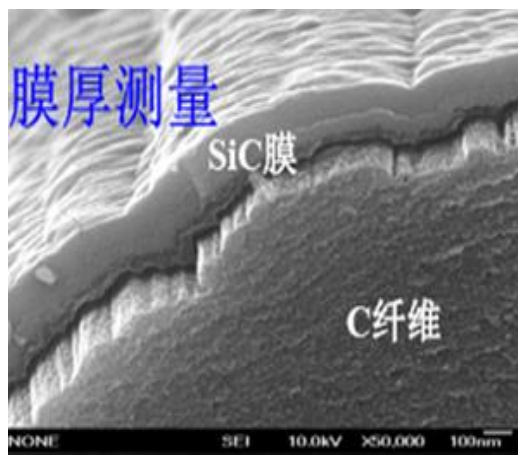
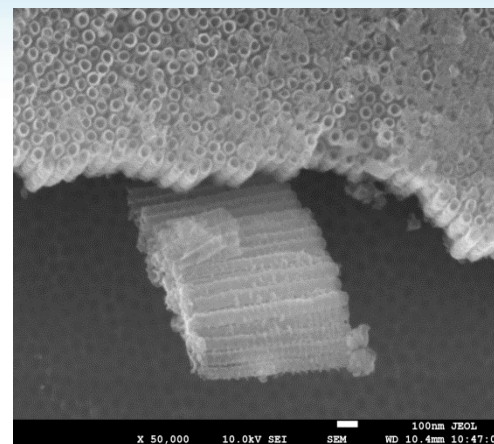
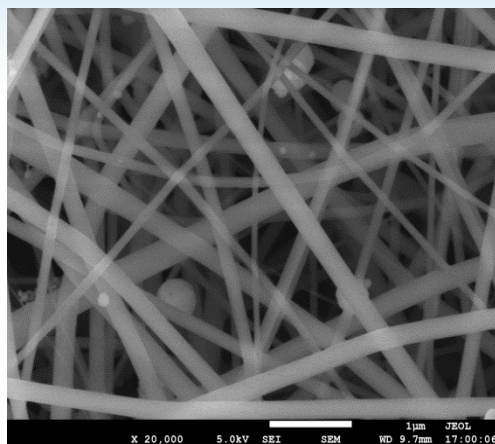
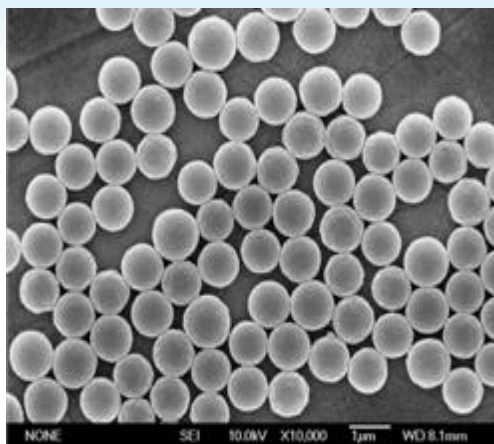


成分信息

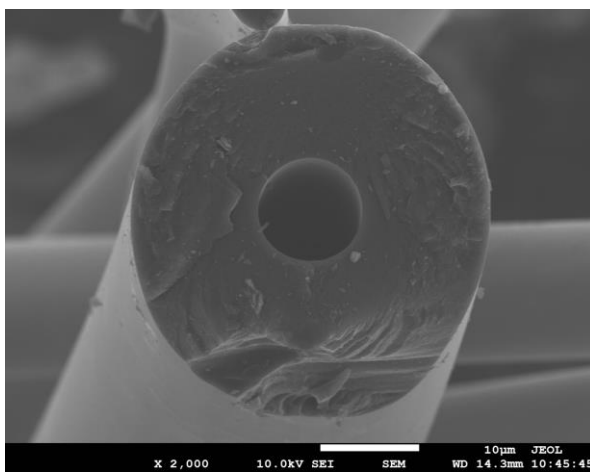
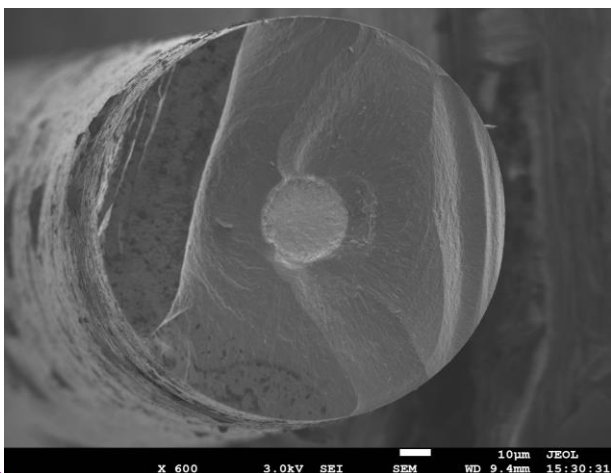
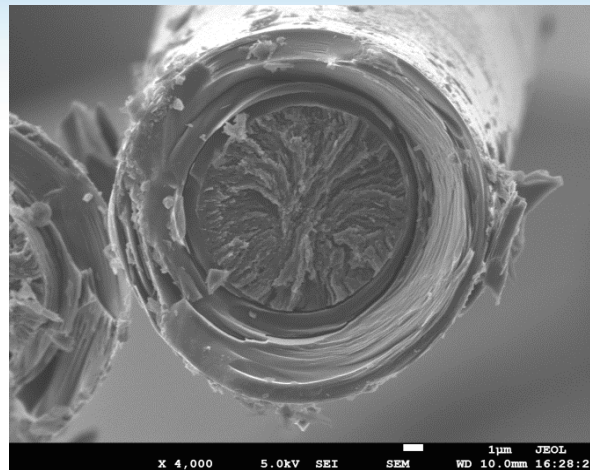
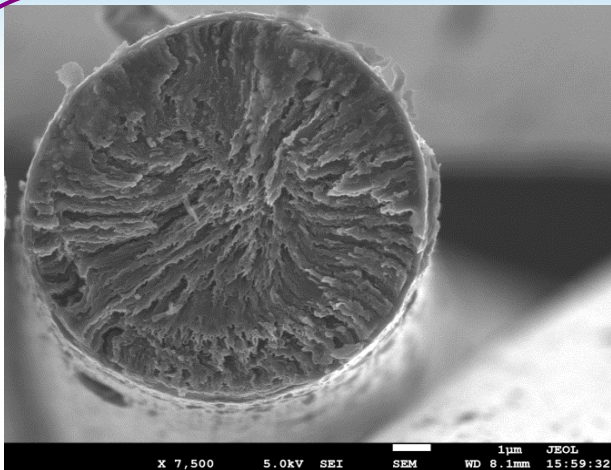


二次电子像和背散射电子像对比

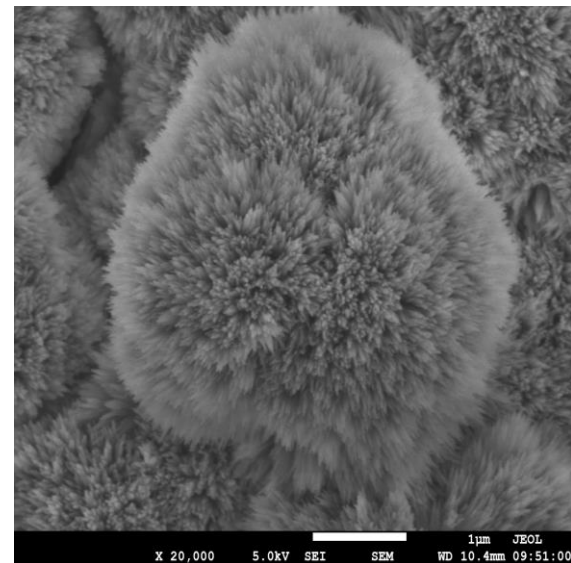
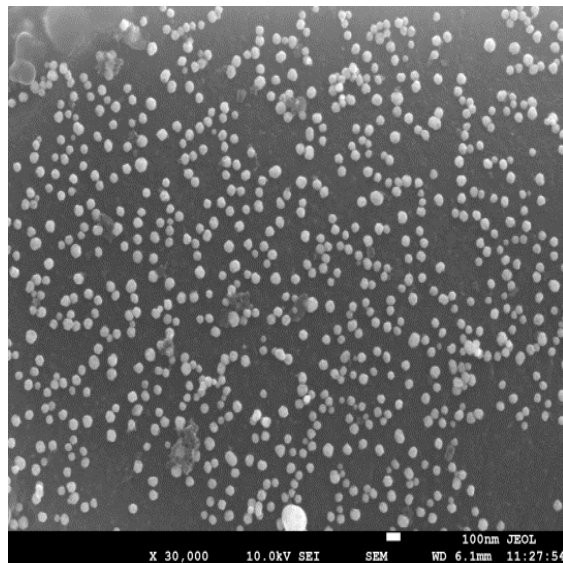
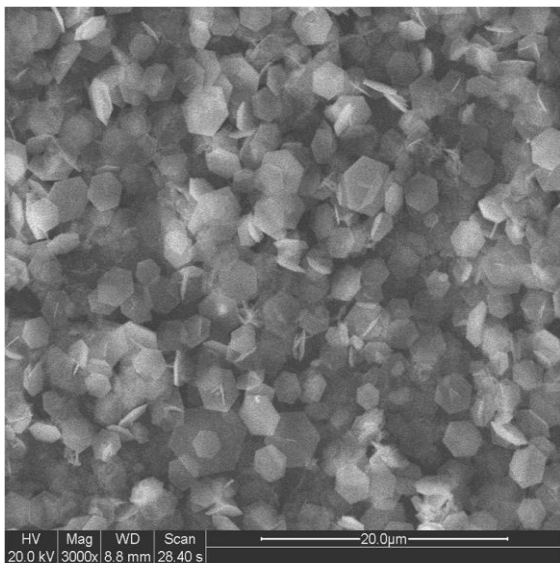
实例二：微小尺度的测量



实例三：碳纤维断面、表面形貌分析

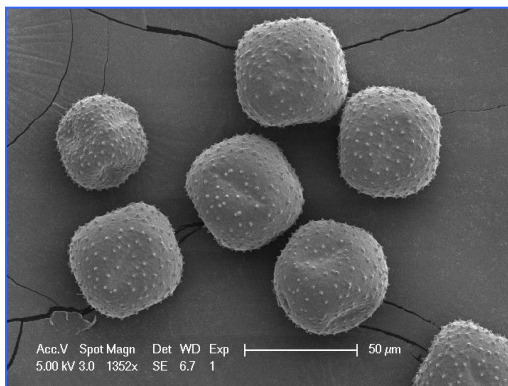


实例四：纳米、微米结构观察

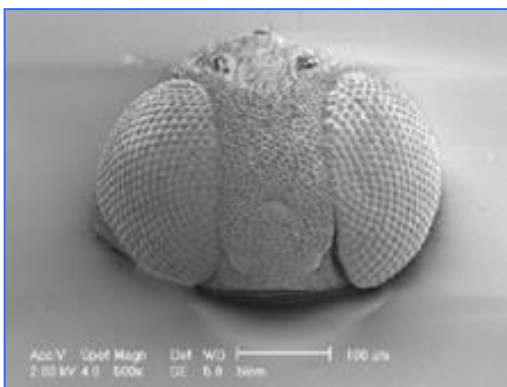
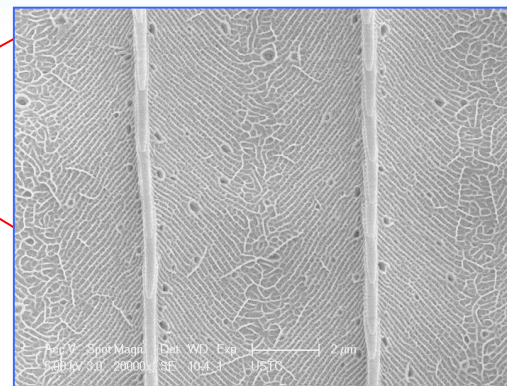
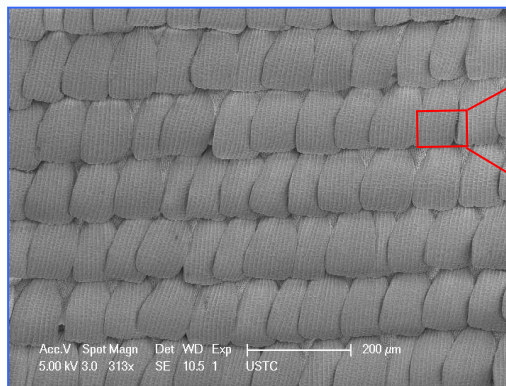


实例五：生物样品显微组织观察

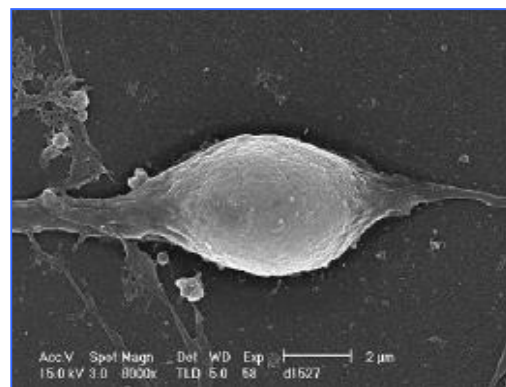
花粉



蝴蝶翅膀



昆虫头部



神经元

小结

优点：

- ◆ 分辨率高、放大倍率宽、图像立体感强、综合分析能力强
- ◆ 制样方法简单、样品适用范围广

缺点：

- ◆ 样品必须具有良好的导电性
- ◆ 对超轻元素 ($Z < 10$) 的定量分析比较困难

谢谢！