
扫描电镜 (SEM)

中国科学技术大学 物理教学实验中心

轩植华

仰观宇宙之大 俯察品类之盛

□ 望远镜、放大镜和显微镜

放大镜的放大倍率

$$M = \frac{s'}{s} \approx \frac{25}{f'}$$

光学显微镜的放大倍率

$$M \approx \left(-\frac{l}{f_1'}\right) \left(\frac{25\text{cm}}{f_2'}\right)$$

光学显微镜放大倍率的限制

- 光学显微镜利用复合透镜可以有效消除像差，其放大倍率重要受到光波波长和仪器光瞳的限制。
-

□ 按瑞利判据，透镜的最小分辨角为

$$\alpha = \frac{1.22\lambda}{D}$$

□ 其中 λ 为波长， D 为光瞳直径。如果简单地提高放大倍率，而不分辨细节，这样的放大镜或显微镜是没有意义的。 D 不能做得很大，要提高分辨率，就要设法寻找波长更短的波。

寻找波长更短的波

- 1924年法国科学家德布罗意提出波粒二象性，认为电子也是波动。
-

波粒二象性

$$\begin{cases} \vec{p} = \hbar \vec{k} \\ E = \hbar \omega \end{cases}$$

对于非相对论电子

$$p = mv = h/\lambda$$

$$eU = \frac{1}{2}mv^2$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eU}}$$

对于相对论电子

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU(1 + \frac{eU}{2m_0c^2})}}$$

当加速电压 $U=100\text{kV}$ ，波长 0.0037 纳米。

如果单独看衍射效应，电子波的分辨本领可以提高十万倍。
这是电子显微镜的重要理论基础。

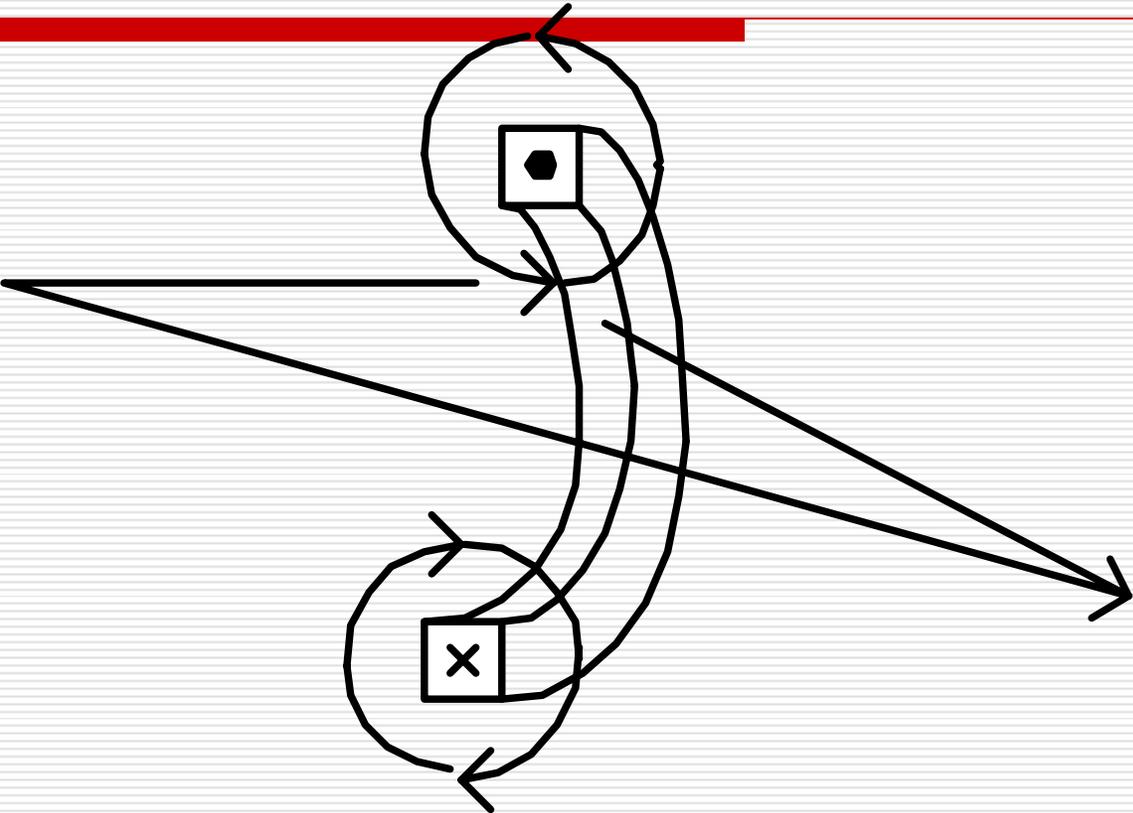
如何对电子波成像

□ 电子光学基础

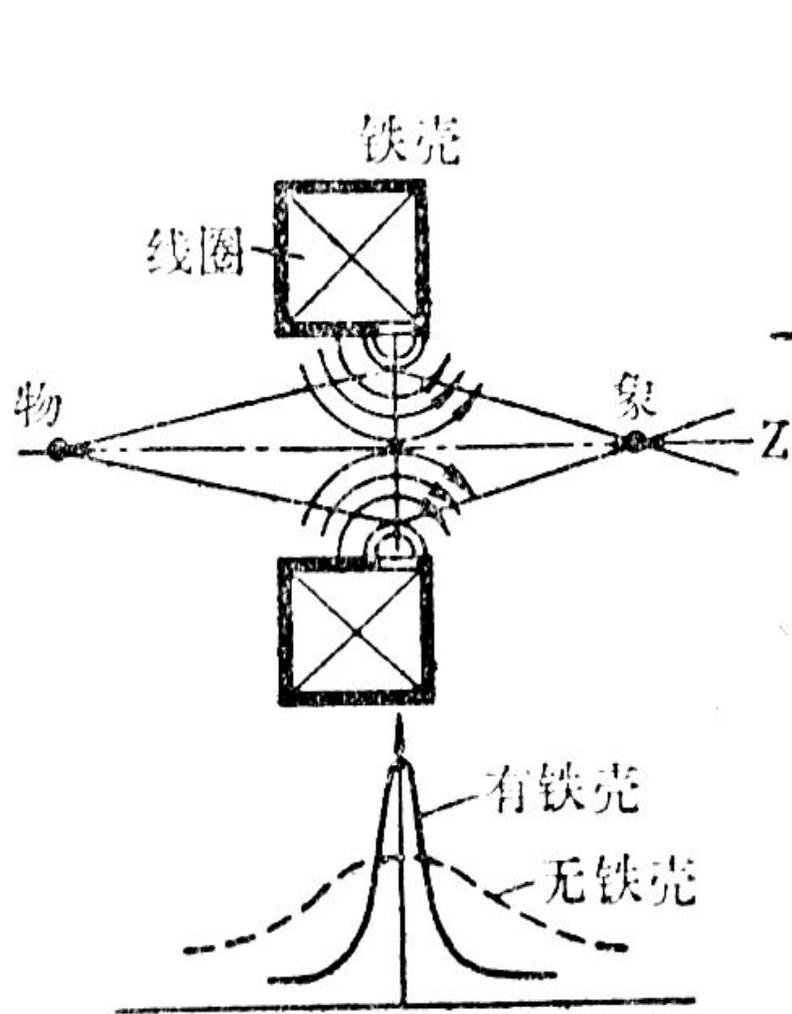
电子在磁场中的运动

□ 电子在磁场中受力

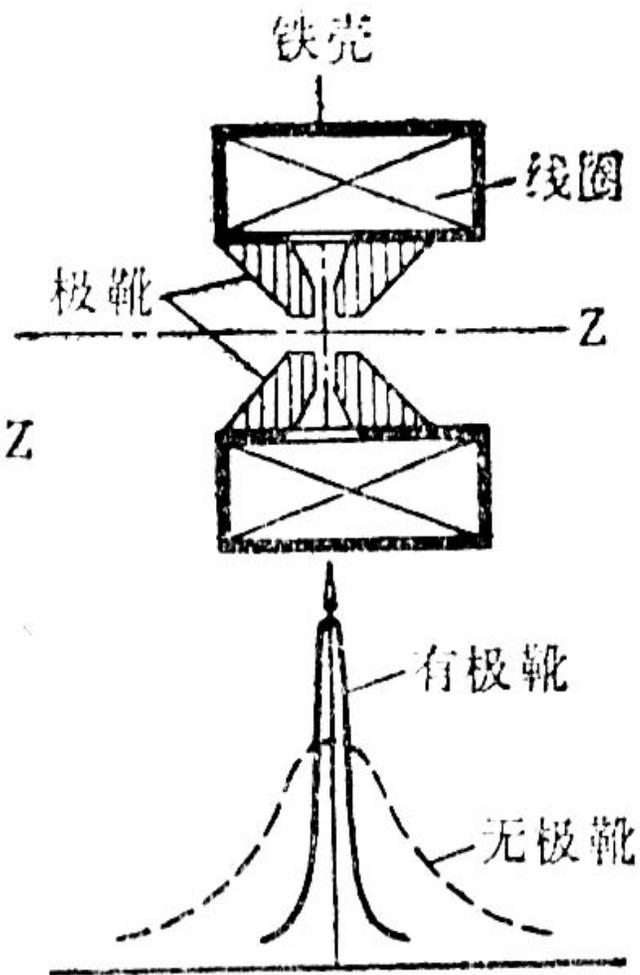
$$\vec{F} = -e \vec{v} \times \vec{B}$$



□ 电子在磁场内受力而偏转聚焦。实际上的磁透镜是铁壳内的通电线圈，铁壳内侧开一细槽。绝大多数磁场封闭在铁壳内，只在细槽附近有磁场“漏出”。越靠近轴线磁场越弱，形成轴对称的短磁透镜。



(a)



(b)

短磁透镜的电子光学公式

$$m\ddot{\vec{r}} = -e\vec{v} \times \vec{B}$$

$$B = B(r, \phi, z)$$

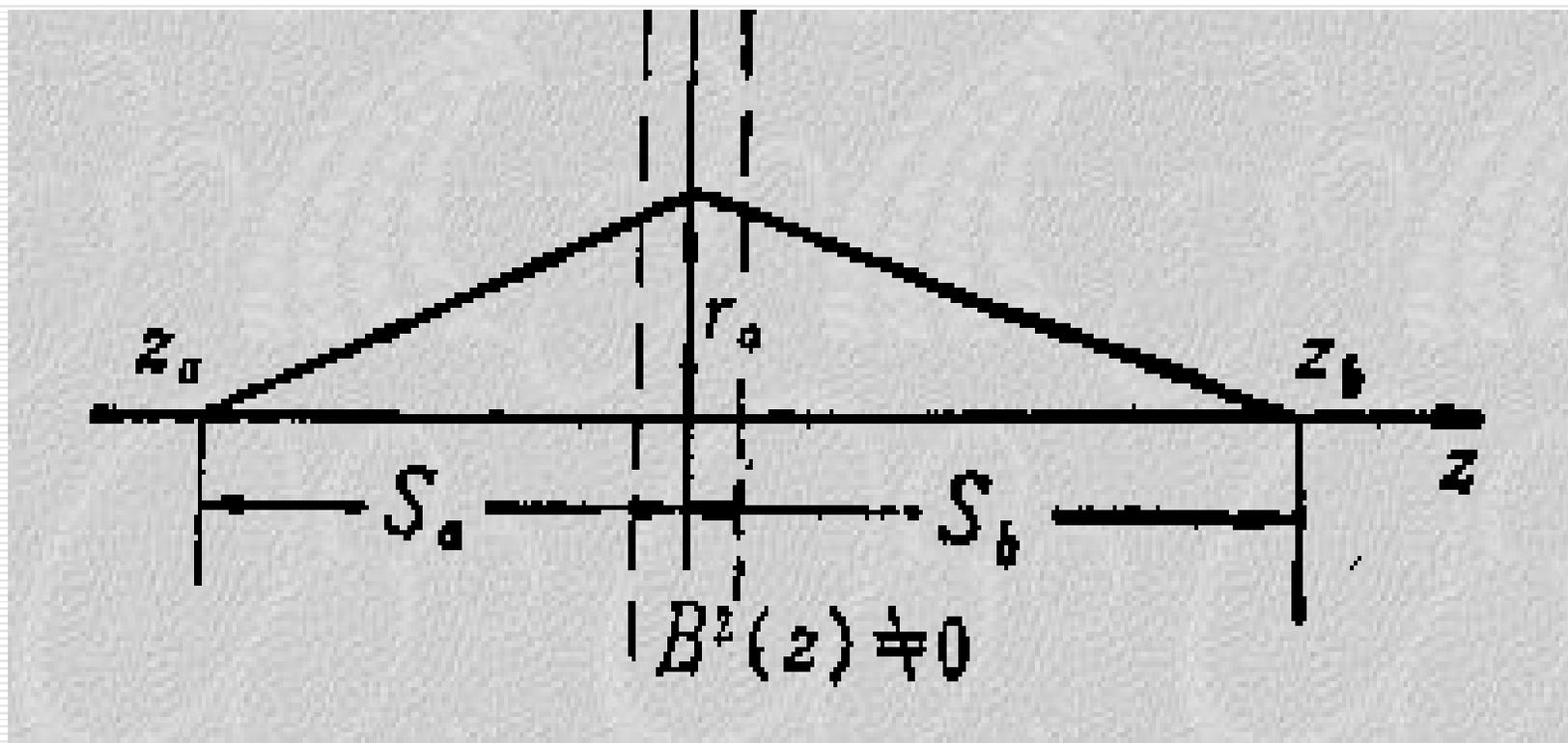
□ 对于轴对称磁场，应用劳伦兹力公式。在近轴条件下，忽略磁场的高次项，应用麦克斯维方程组得到的运动方程为

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d^2 r}{dz^2} = -r \frac{e}{8mV} B^2(z) \\ \frac{d\phi}{dz} = \left(\frac{e}{2mV} \right)^{1/2} \frac{1}{2} B(z) \end{array} \right.$$

$$\frac{r''}{r} = -\frac{e}{8mV} B^2(z) \leq 0$$

表示电子轨迹的切向变化是向心的，即电子在磁场中会聚，短磁透镜是正透镜。

用电子光学原理分析短磁透镜的焦距，像转角，像差和畸变



假设在短磁透镜磁场中电子不改变高度，只改变斜率，积分得

$$-\frac{r'(z_b)}{r_0} + \frac{r'(z_a)}{r_0} = \frac{e}{8mV} \int_{z_a}^{z_b} B^2(z) dz$$

□ 焦距和像转角分别为为

$$f = 8mV / (e \int_{z_a}^{z_b} B^2(z) dz) \propto \frac{V}{I^2}$$

$$\theta = \theta_b - \theta_a = \sqrt{\frac{e}{8mV}} \int_{-\infty}^{+\infty} B(z) dz$$

短磁透镜的焦距

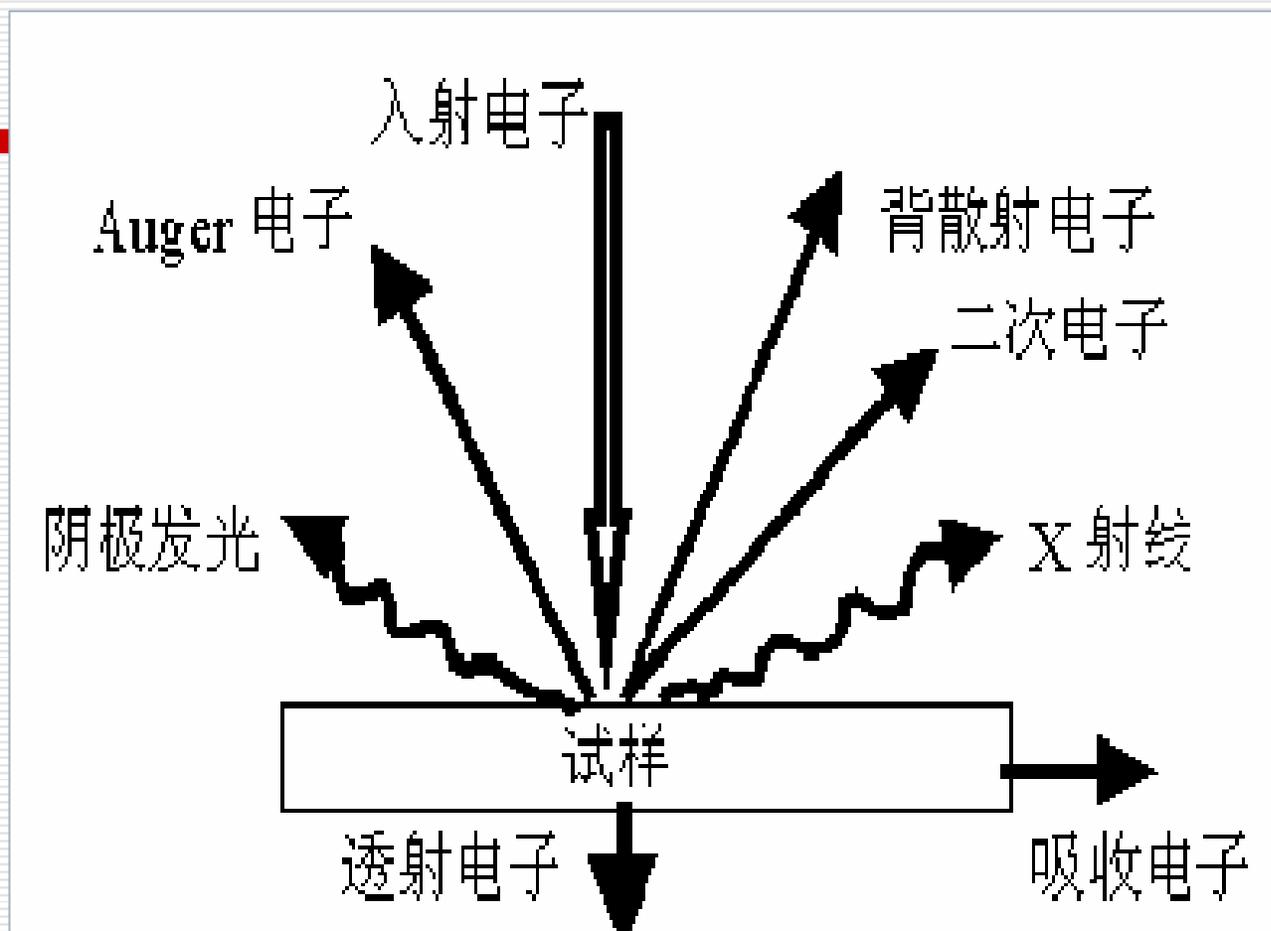
$$f \propto \frac{V}{(NI)^2}$$

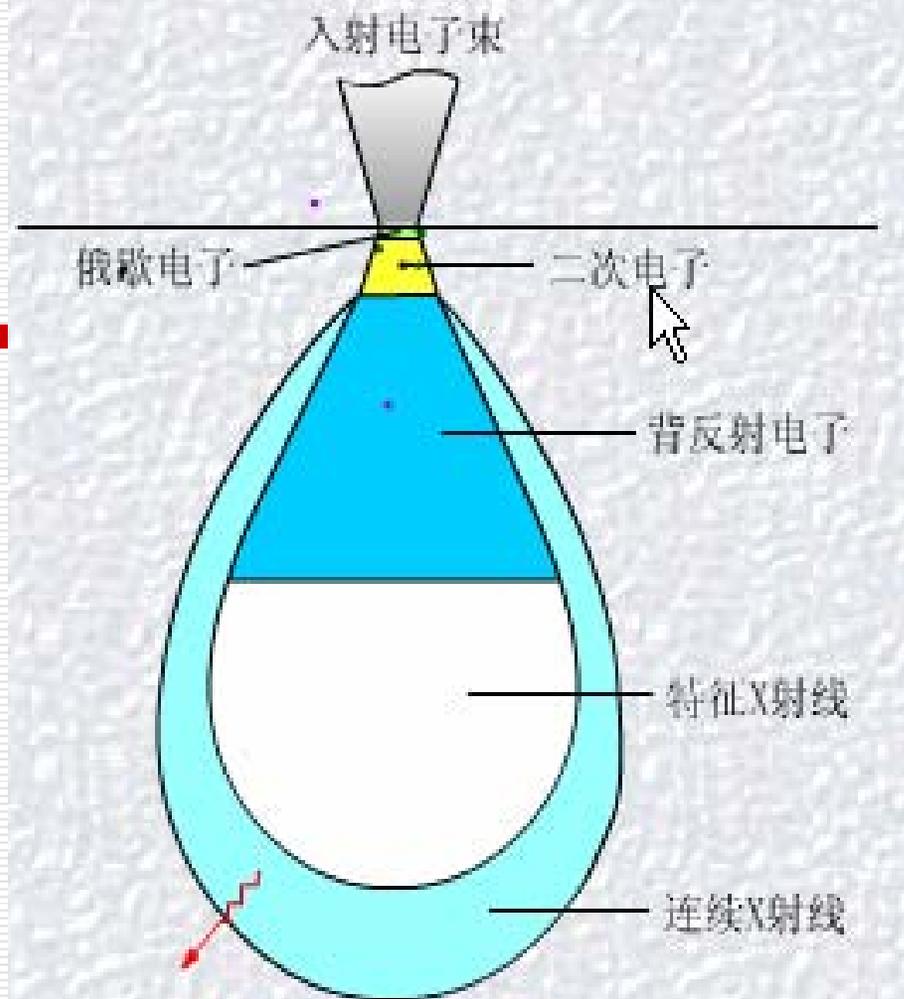
正透镜具有球差，所以，尽管电子波的波长只是可见光的十万分之一，从而在理论上分辨率应提高 10^5 ，但由于球差影响，电子显微镜的分辨率比光学显微镜只提高几千倍。

透射电镜与扫描电镜

- 在透射电镜中电子束穿透薄样品，携带着样品的信息放大成像。
 - 在扫描电镜中电子束入射到块状样品，与物质相互作用，激发出二次信号，对其中的二次电子和背散射电子收集放大成像。
-

电子与物质相互作用





	能量 (eV)	横向距离 (nm)	作用深度 (nm) (作用距离)
入射电子	20k	5	10^4
俄歇电子	10^{2-3}	5	1
二次电子	<50	5	10
背散射电子	10~20k	~100	100
特征X线	1~15k	10^3	5×10^3



JSM-6700F场发射扫描电镜

□ 二次电子:

- 高分辨率的样品表面形貌
 - 样品的电压衬度（显示半导体器件的性能）
 - 样品的磁衬度和磁畴显示
-

□ 背散射电子像:

- 表面形貌
- 原子序数（化学成分）衬度
- 晶体取向衬度（晶体学研究）
- 提供电子通道花样，确定晶体取向（晶体学研究）

□

□ 特征X射线:

- 任何部位的元素分析和元素分布图

□ 俄歇电子:

- 样品表面薄层中轻元素分析和元素分布图
-

分析的基本原理

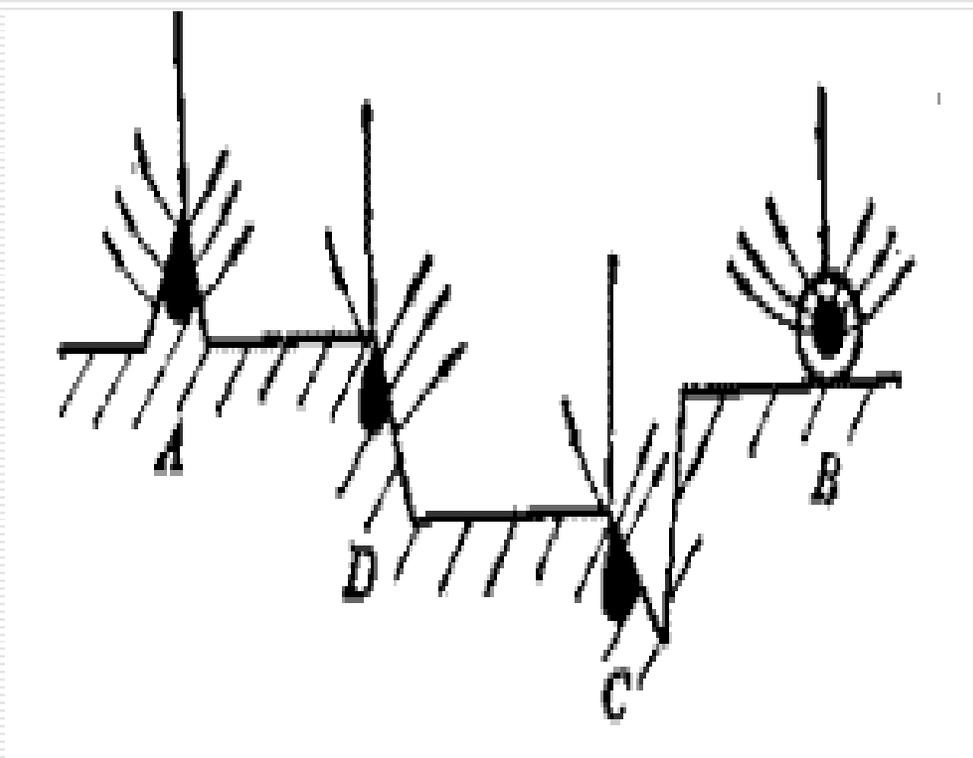
- SEM是用聚焦得很细的电子束照射被检测的试样表面，并可以用二次电子或背散射电子等进行形貌观察。它们是现代固体材料微区形貌和结构分析的最有用仪器之一，应用十分广泛。
-

二次电子特点

- 入射电子使试样原子电离，较外层电子（价带或导带电子）克服逸出功回到入射空间，称二次电子。二次电子能量比较低(小于50eV),仅在试样表面5nm—10nm的深度内才能逸出表面。二次电子对试样表面状态非常敏感；二次电子的产额与加速电压、试样组成等有关。二次电子用于观察表面形貌、电畴和磁畴等。
-

二次电子产率与形貌关系

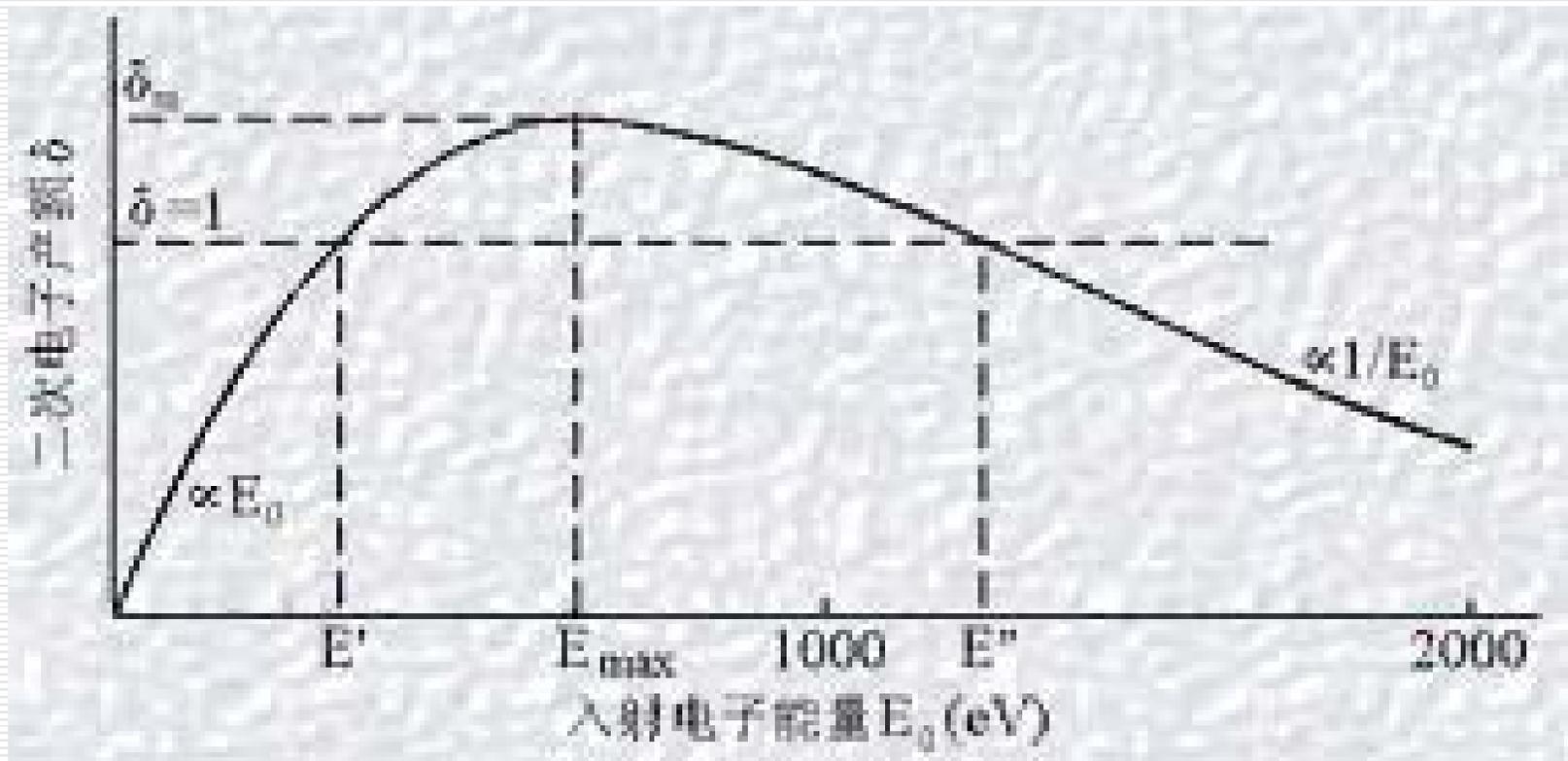
- 当样品中存在凸起小颗粒或尖角时对二次电子像衬度会有很大影响，其原因是，在这些部位处电子离开表层的机会增多，即在电子束作用下产生比其余部位高的多的二次电子信号强度，所以在扫描像上可以有异常亮的衬度。



二次电子对图像的影响:

□ 产率高:

- 由于二次电子 ($< 50\text{eV}$) 信号主要来自样品表层5-10nm深度范围, 因此, 只有当其具有足够的能量克服材料表面的势垒才能使二次电子从样品中发射出来。



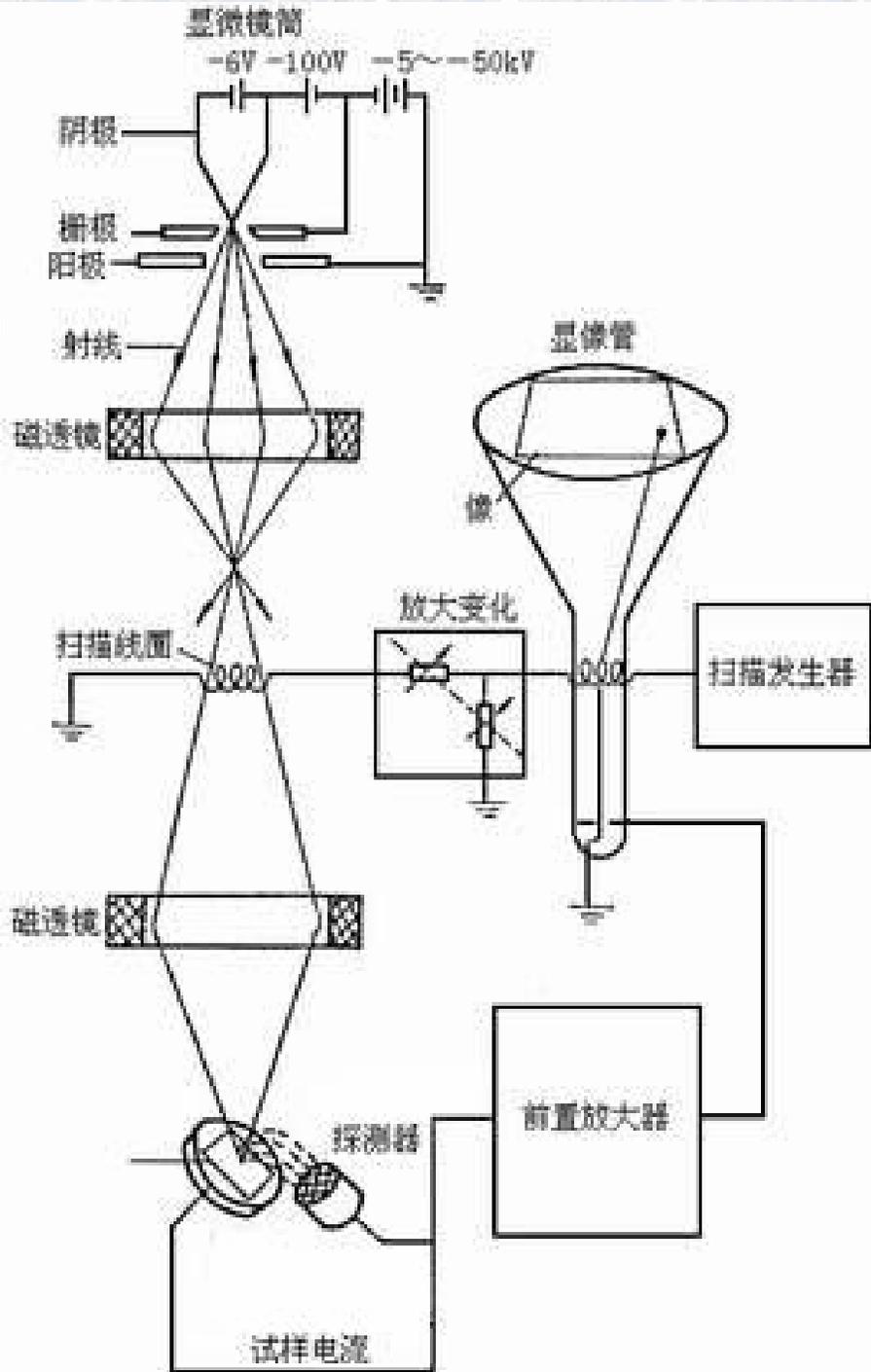
背散射电子特点

- 背散射电子是指入射电子与试样原子的卢瑟福散射之后，再次逸出试样表面的高能电子，其能量接近于入射电子能量 (E_0)。背散射电子的产额随试样的原子序数增大而增加， $I \propto Z^{2/3-3/4}$ 。
 - 所以背散射电子信号的强度与试样的化学组成有关，即与组成试样的各元素平均原子序数有关。用于观察单晶表面生长台阶；不腐蚀试样分析点的确定；相分布及析出相分析；导电性差的试样图像观察。
-

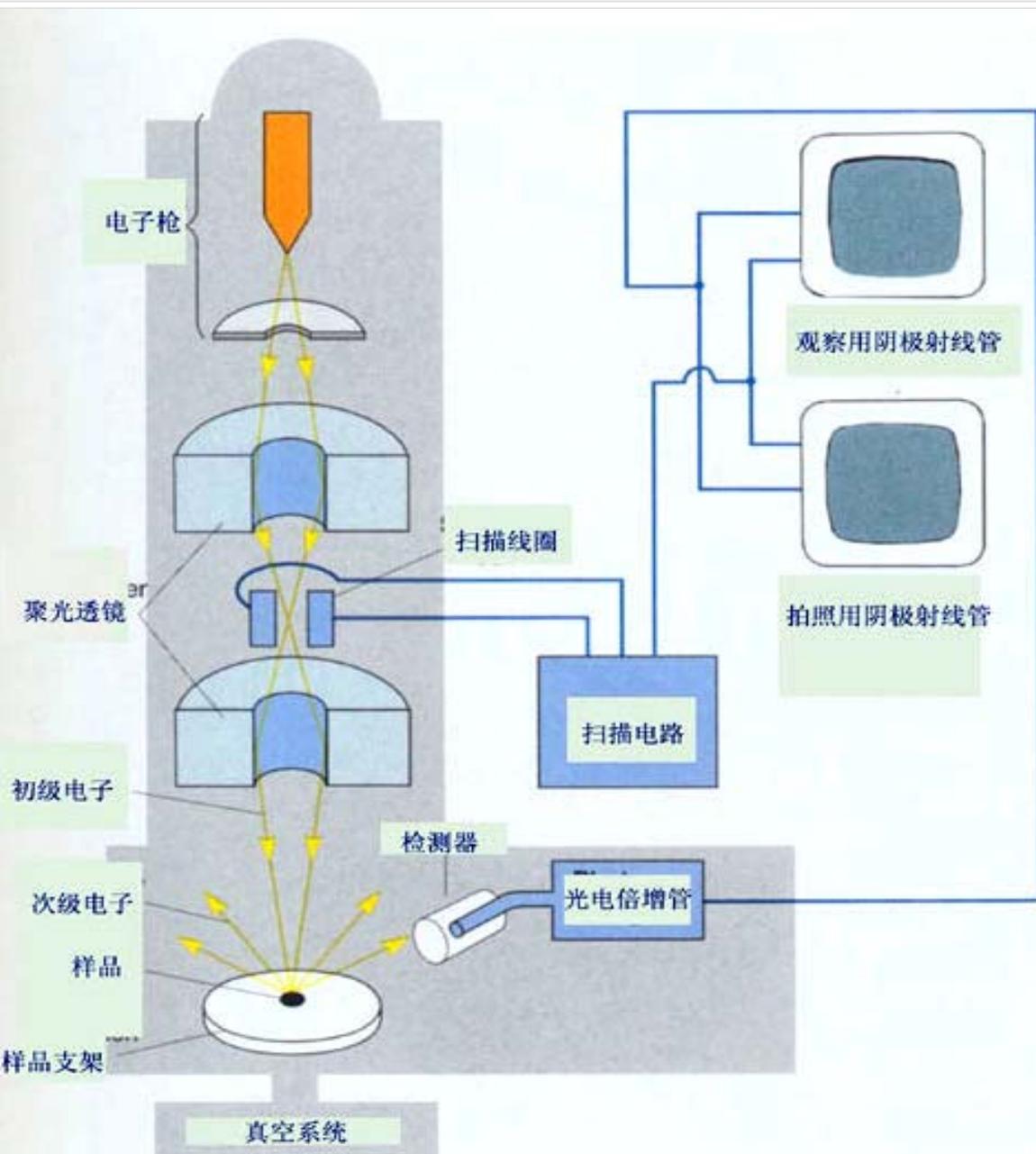
试样要求

- 试样应为块状或颗粒状，其最大尺寸要根据不同仪器的试样架大小而定。具有较好的电导和热导性能。非金属材料一般电导和热导都较差，必须蒸镀C、Au、Pt 等导电膜。形貌观察镀膜会产生假象。
 - 用导电胶将试样粘到样品台上。
-

扫描电子显微镜 SEM



扫描电子显微镜工作原理



- 三大部分:
- 电子光学系统
 - 电子枪
 - 电磁透镜
 - 扫描线圈
- 样品室
- 信号收集、处理和显示系统
- 真空系统
- 控制系统
- 样品制备

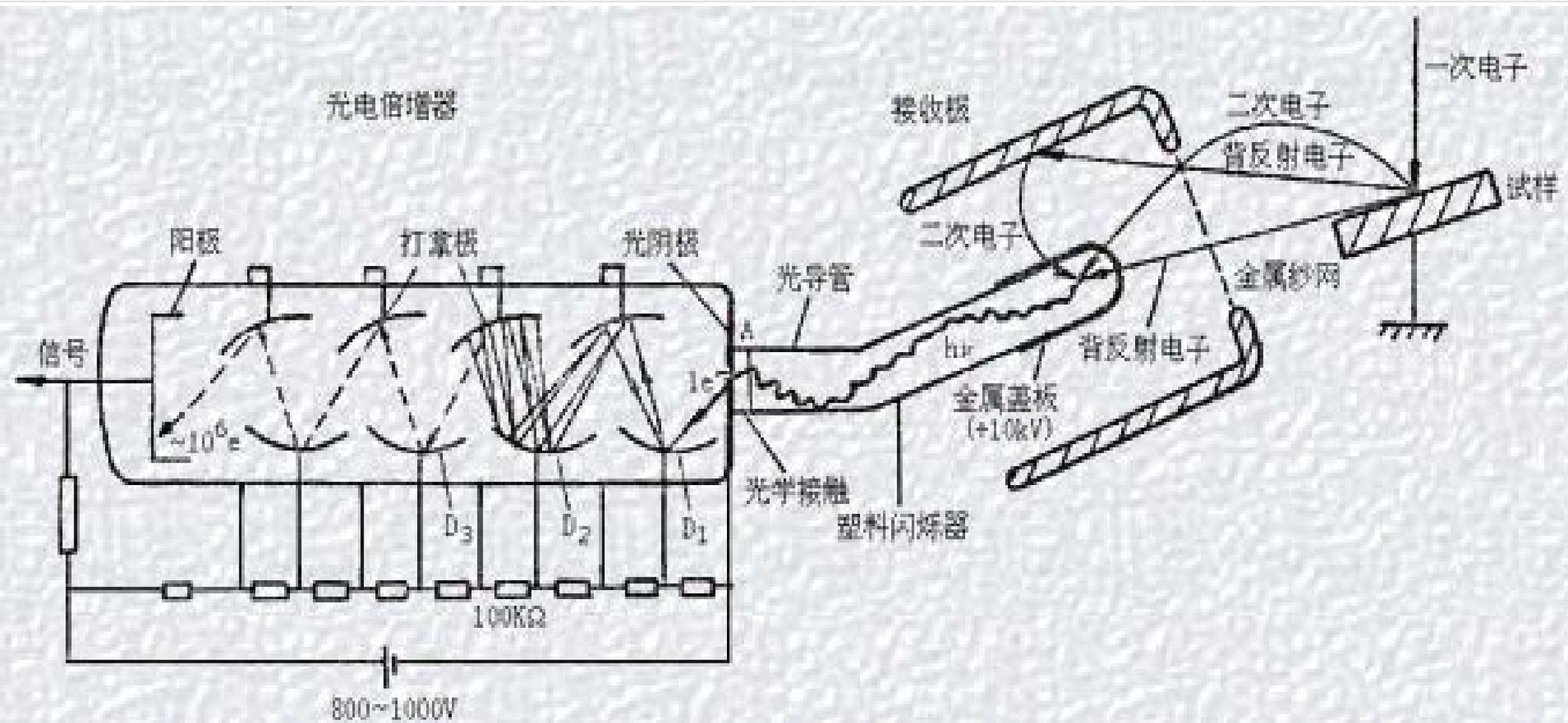
工作原理：

- 电子枪的热阴极发射的电子受阳极电压（1-50kV）加速并形成笔尖状电子束，其最小直径10—50 μm 量级，经过2~3个磁透镜的会聚作用，在样品表面汇聚成一个直径可小到10—100 \AA 的细束流。
 - 在末透镜上部的扫描线圈的作用下，细电子束在样品表面作光栅状扫描。
-

-
- 扫描电镜中采用的是逐点成像的图像分解法。电子束在样品上作光栅状扫描的同时，显像管中的电子束与此作同步扫描。
 - 这样就在荧光屏上显示出样品表面微观形貌。扫描的区域越小，相同面积荧光屏上显示的图像放大倍数就越大。
-

□ 由一个闪烁体和紧接着它的光导管组成的探测器，俘获主要由二次发射以及部分背散射电子组成的信号电子，转换成光子。再由光电倍增管和放大器将它们转换成电压信号。

二次电子收集、成像系统



□ 闪烁体 — 光导管 — 光电倍增管 — 前级放大器

□ 利用感光胶片

- 可对短余辉、高分辨率荧光屏上的像曝光记录

□ CCD实时信号采集方法，

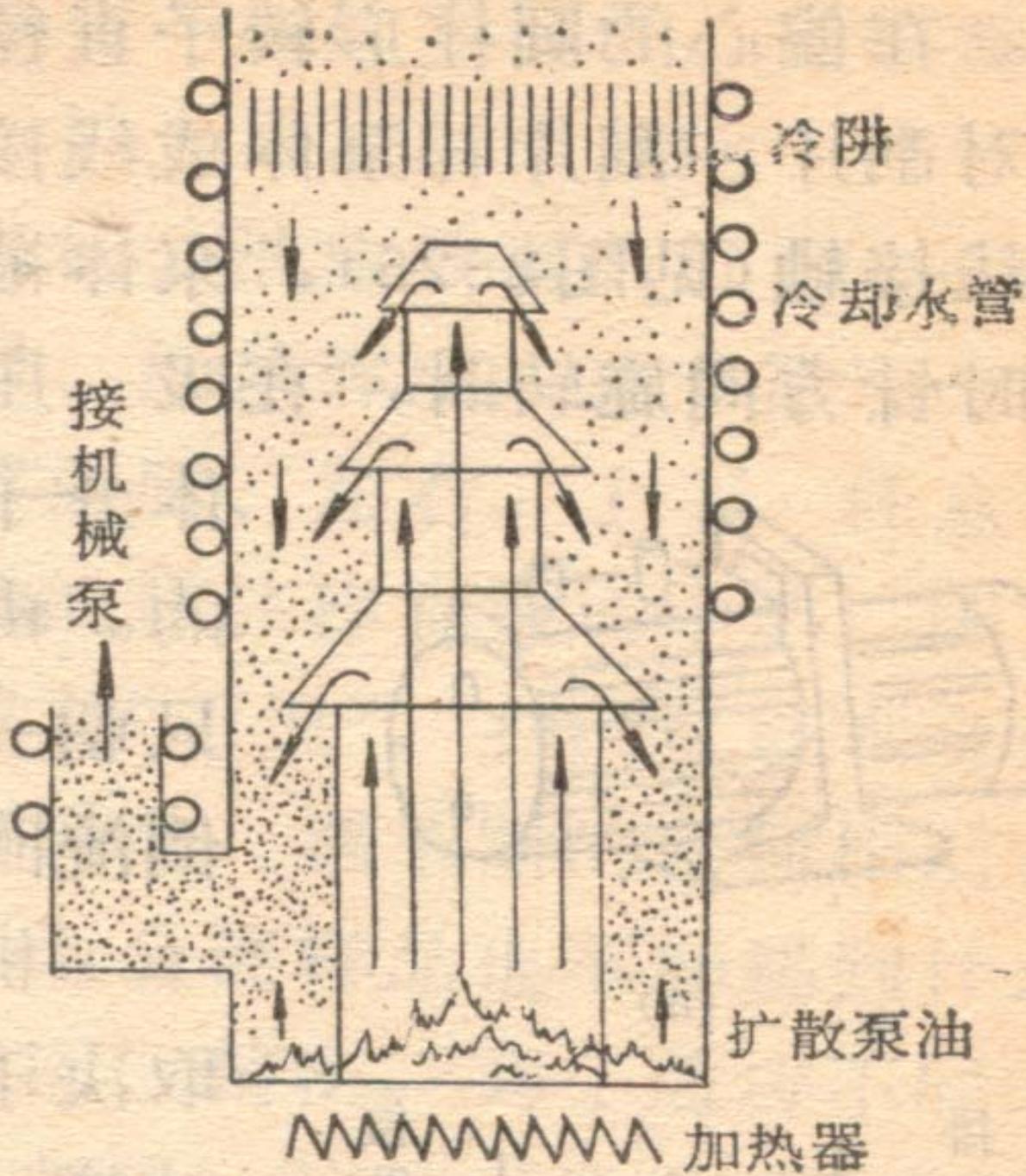
- 也可以对图像电压信号进行记录
-

操作步骤:

- 真空系统部分操作方法
 - 换样品操作步骤
 - 图像获得操作步骤

 - 关机操作步骤
-

真空系统：主要部件



真空系统部分操作方法:

□ 手动操作

□ 自动操作

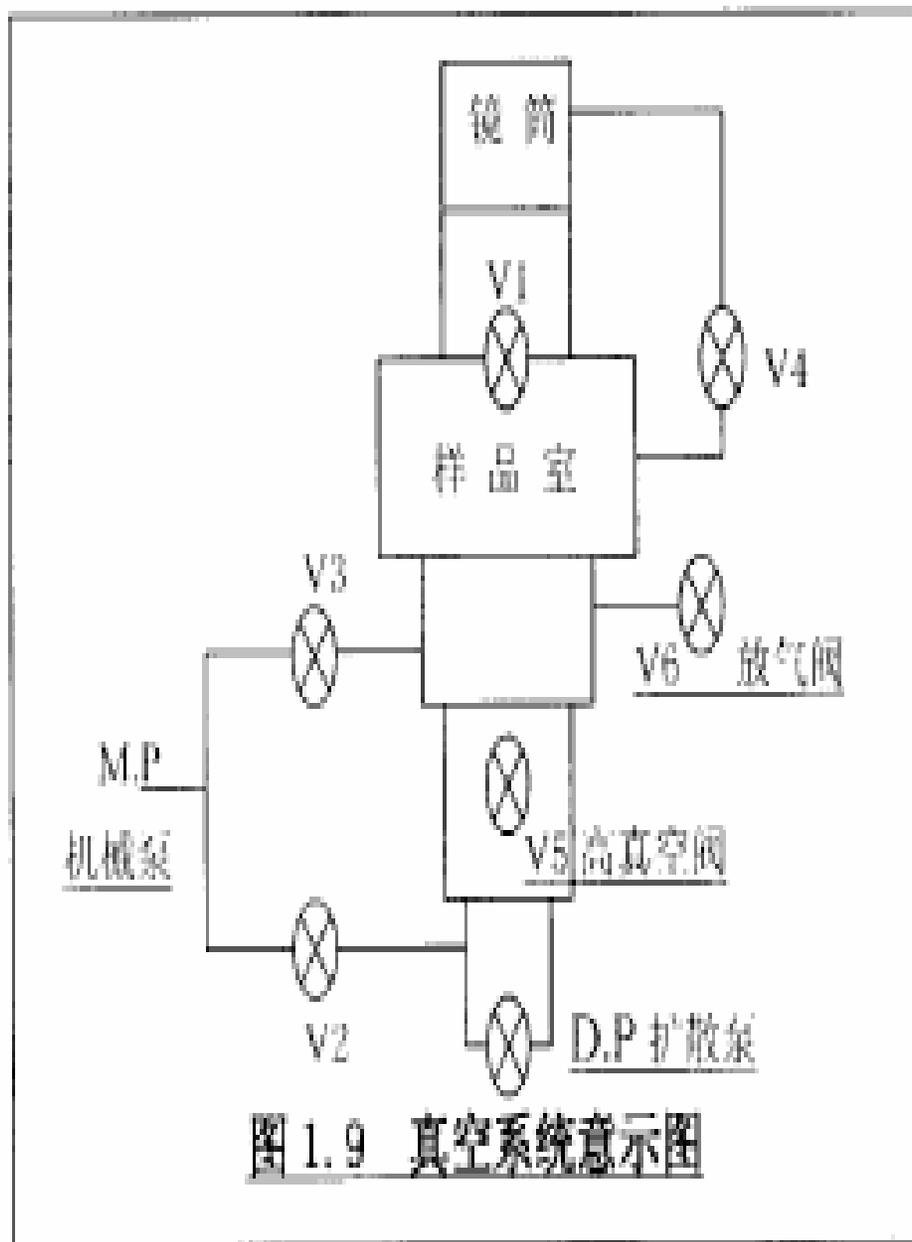


图 1.9 真空系统示意图

各阀门的名称:

- V1—镜筒隔离阀.
 - V2—隔离阀, 扩散泵前级阀.
 - V3—隔离阀 (旁路阀).
 - V4—镜筒阀.
 - V5—主阀 (在扩散泵之上).
 - V6—放气阀.
(样品室、电子枪放气用)
- D.P—扩散泵.
M.P—机械泵.

真空系统自动开机操作步骤:

1. 开: 电源、扩散泵冷却水
机械泵、压缩机、变压器及电源总开关
 2. 开: 真空电源, 并按一下“STAND BY”准备开关, 此时红灯亮;
 3. 将主机背后真空控制板上的自动、手动开关置于AUTO自动状态, 这时只有扩散泵出气口阀门V2打开和D.P扩散泵电炉开始加热
 4. 30分钟后, 再按灭“STAND BY”开关, 这是系统就会自动
 - 抽样品室、镜筒低真空
 - 开扩散泵进气口高阀
 - 抽样品室、镜筒高真空 (15分钟~数小时) 10^{-3} Pa
-

高质量图像获取

□ 四个最主要的操作步骤

1. 灯丝的对中

2. 灯丝饱和点的调节

3. 物镜光阑的对中

4. 消象散

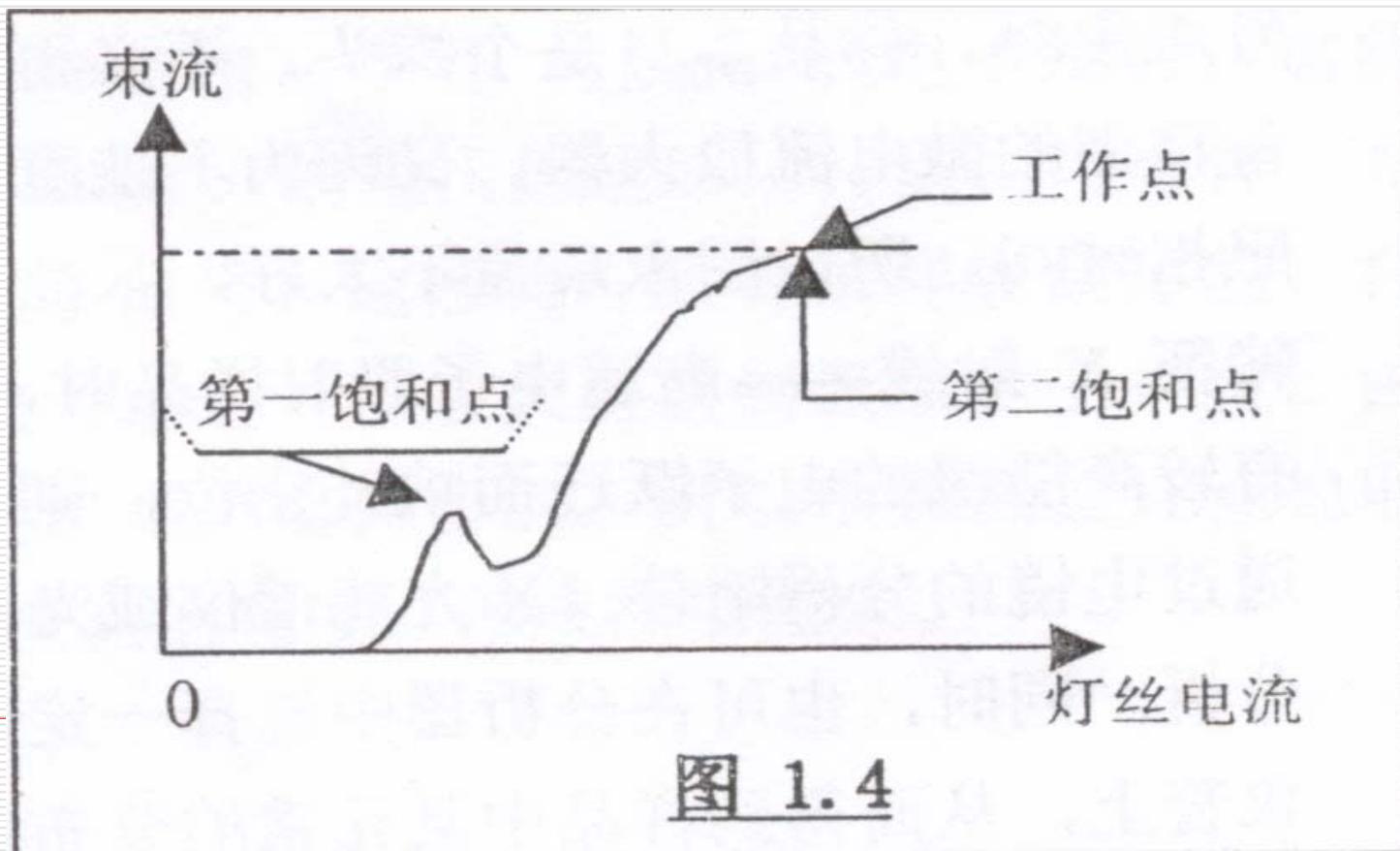


图 1.4

放置、调换样品操作步骤

- 样品制作（简介）
 - 清洁样品表面
 - 导电胶粘贴在样品杯上
 - （非导电样品）用
溅射仪表面镀金膜



样品放入电镜样品室

- 样品室放气
 - 降低样品台高度，以防旧样品碰坏物镜极靴
 - 开门，固定样品杯，关门
 - 抽到高真空 10^{-3} Pa，才能进行观测图像操作
-

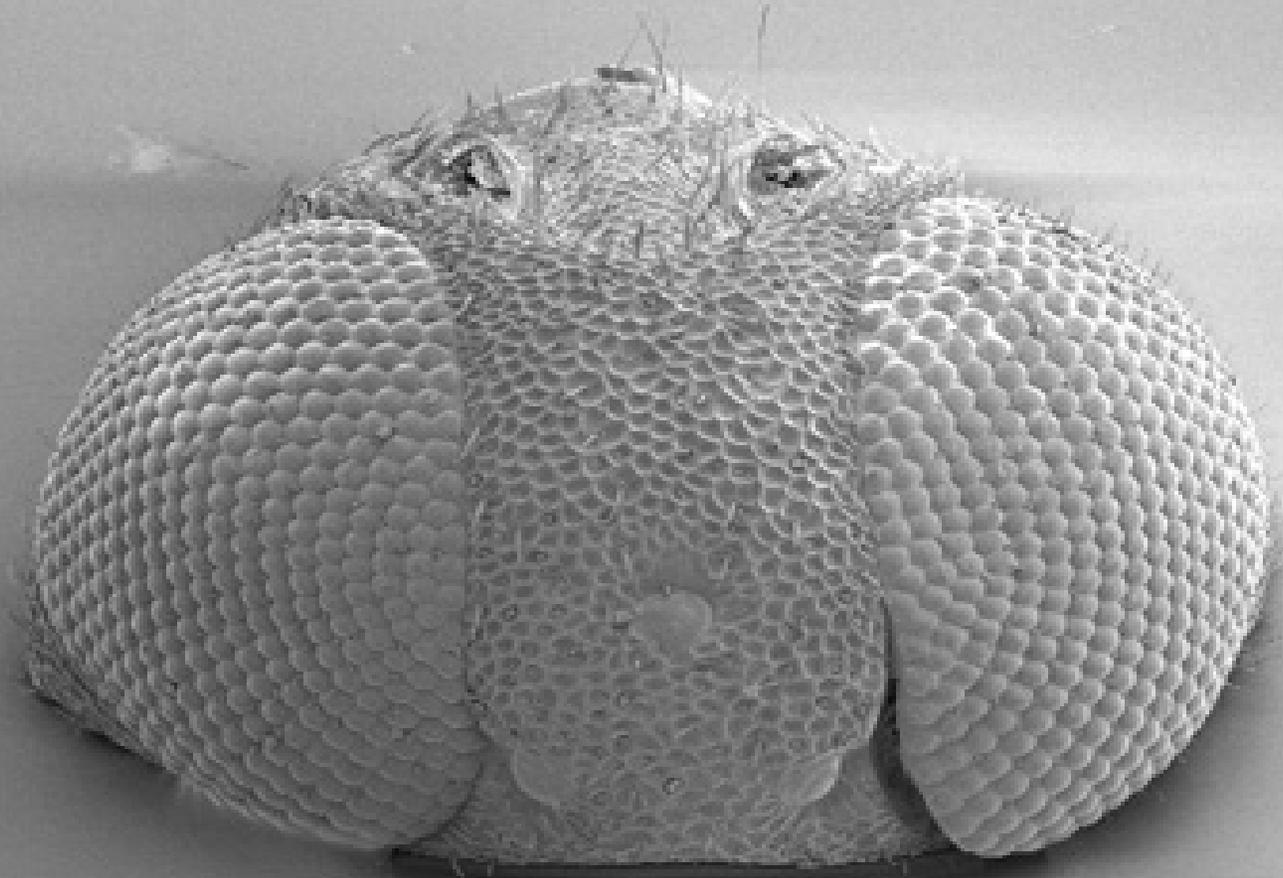
图像获得操作步骤

- 根据试样性质，选择加速电压，如30千伏。
 - 平移、倾转样品台，先低倍率，后高倍率观察。
 - 通过调节物镜电流改变物镜焦距，有粗调、细调和微调旋钮。
-

关机操作步骤

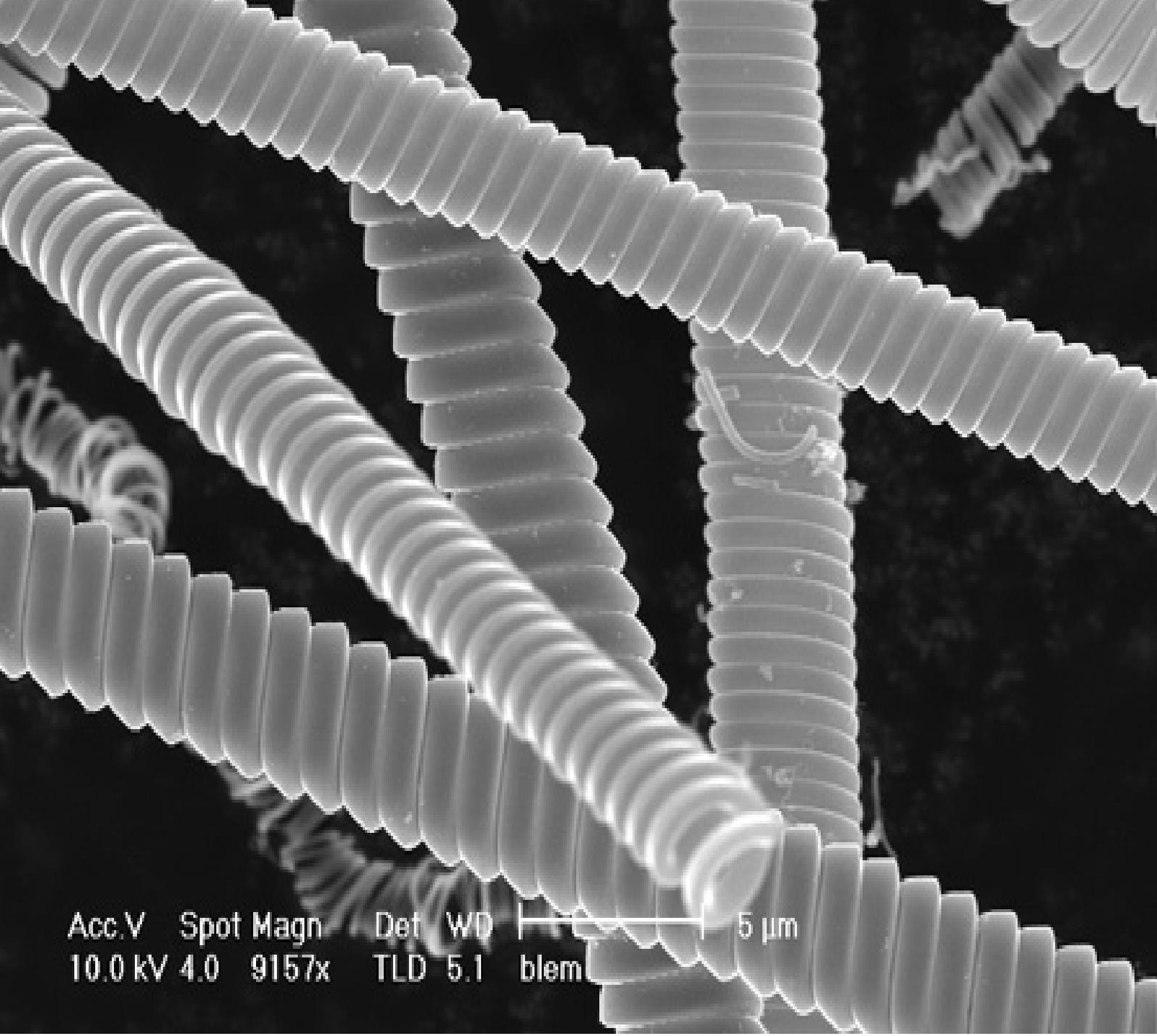
- 关灯丝
 - 关阳极加速高压
 - 荧光屏亮度（灰度）、对比度 ↘ 最小
 - 关镜筒中间位置阀V1（高压联锁开关）
 - 关控制台电源
 - 关真空系统（原则上的步骤）
 - 关扩散泵加热
 - 过30---40分钟后关机械泵和冷却水
 - 再总电源
-

苍蝇的复眼

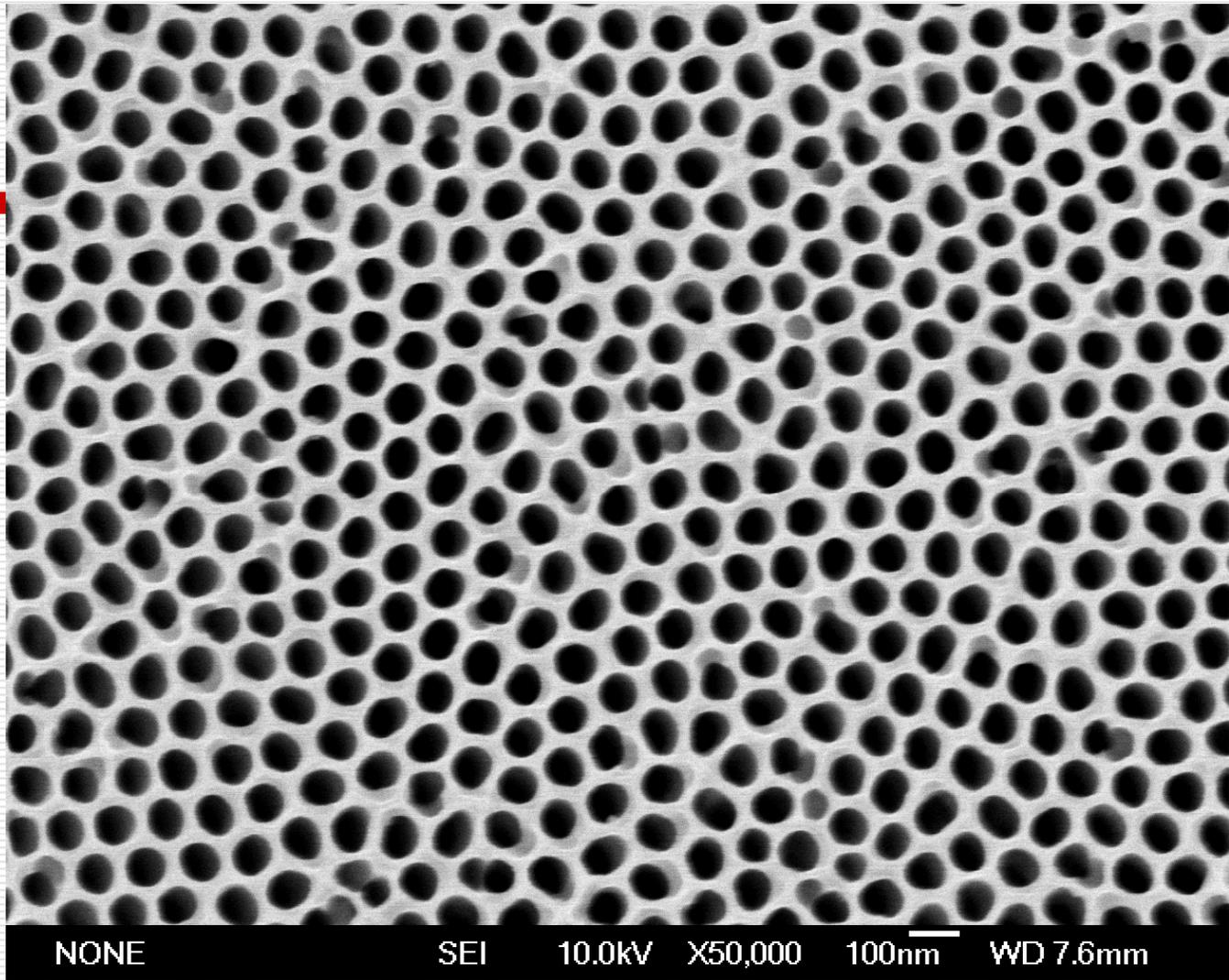


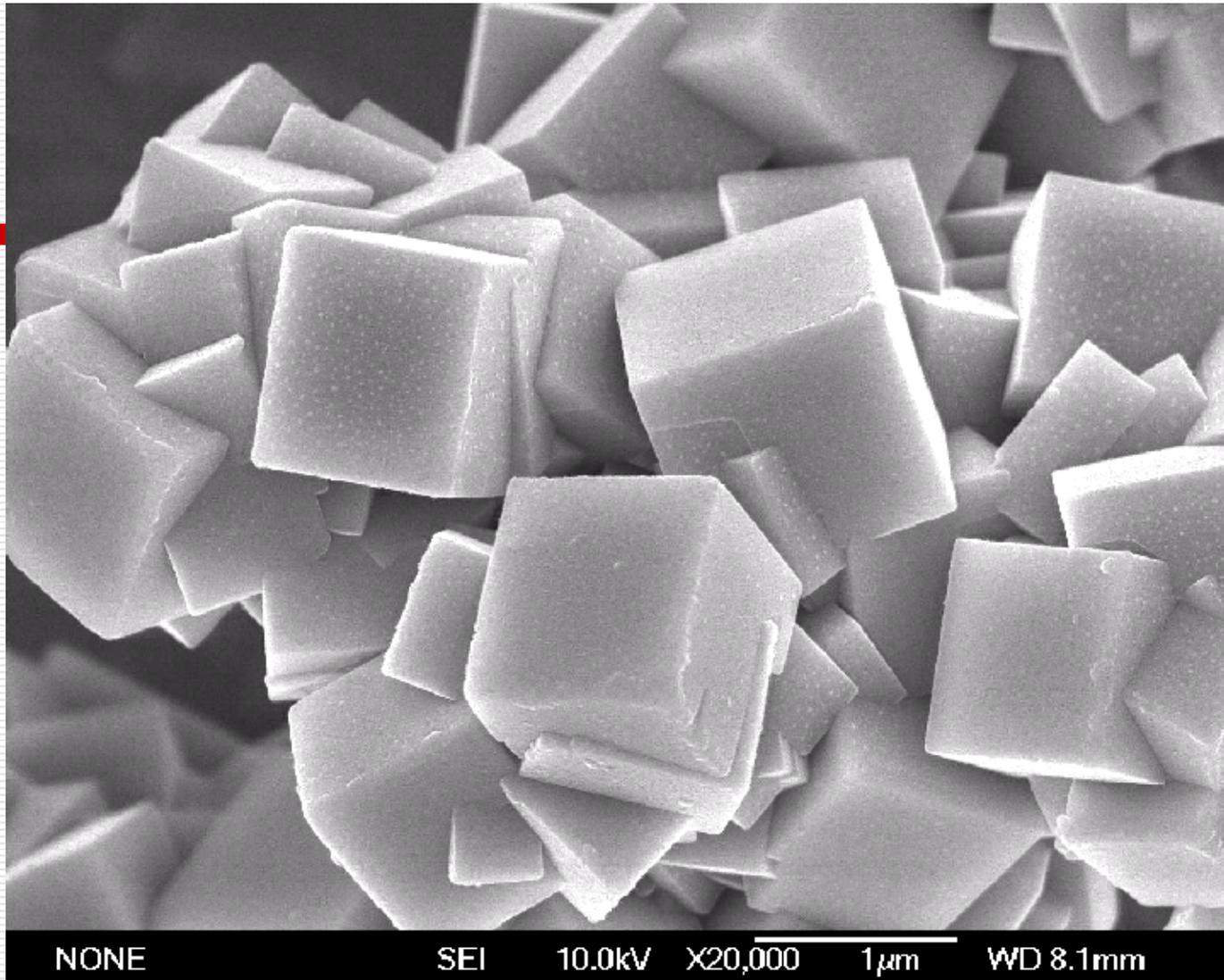
Acc.V Spot Magn Det WD |-----| 100 μ m
2.00 kV 4.0 500x SE 5.0 blem

螺旋形碳纳米管



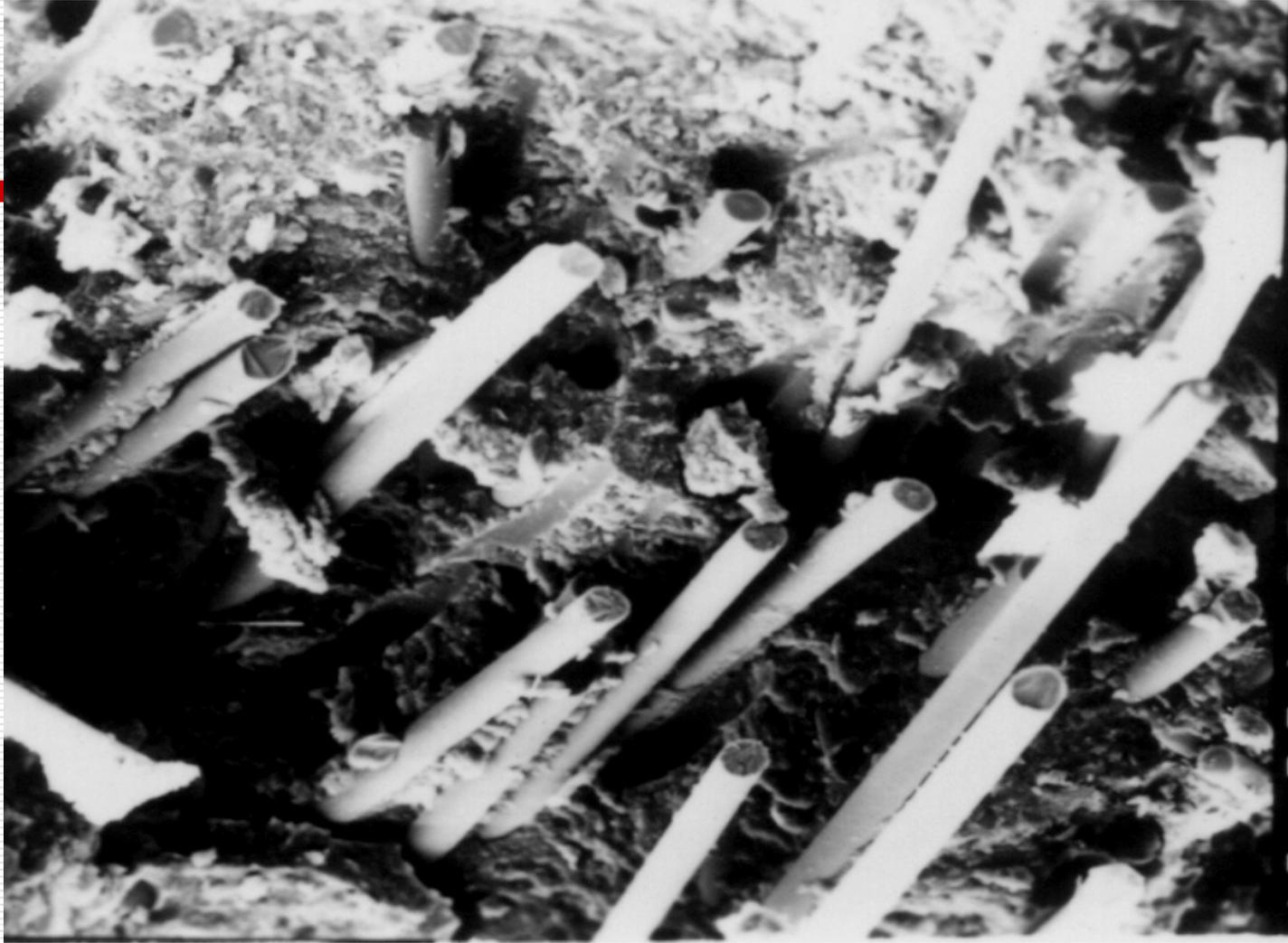
Acc.V 10.0 kV Spot 4.0 Magn 9157x Det TLD WD 5.1 | 5 μm
blem



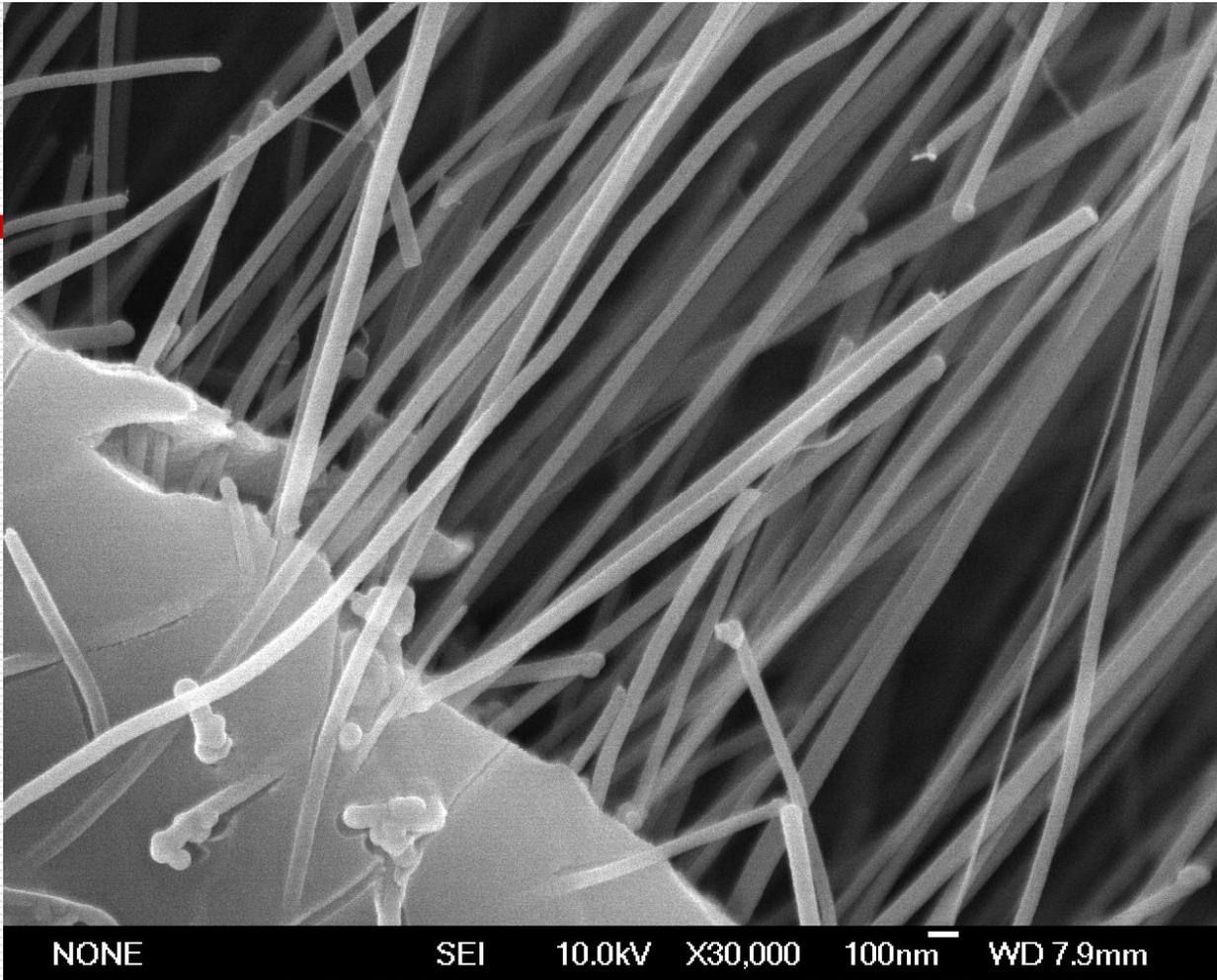


断口分析

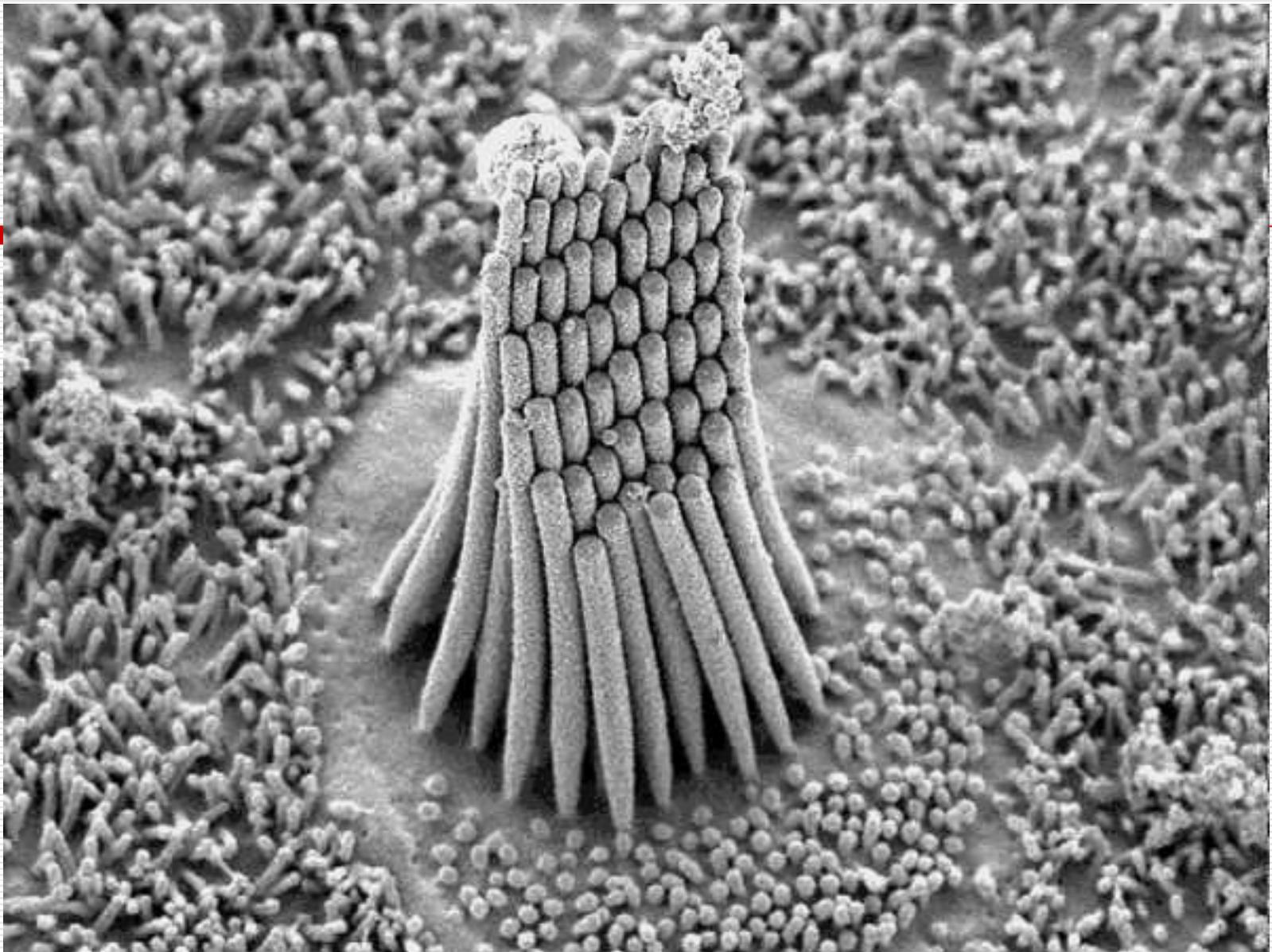
- 通过断口的形貌观察与分析，可以研究材料的断裂方式（穿晶、沿晶、解理、疲劳断裂等）与断裂机理，这是判别材料断裂性质和断裂原因的重要依据，特别是材料的失效分析中，断口分析是最基本的手段。通过断口的形貌观察，还可以直接观察到材料的断裂源、各种缺陷、晶粒尺寸、气孔特征及分布、微裂纹的形态及晶界特征等。
-



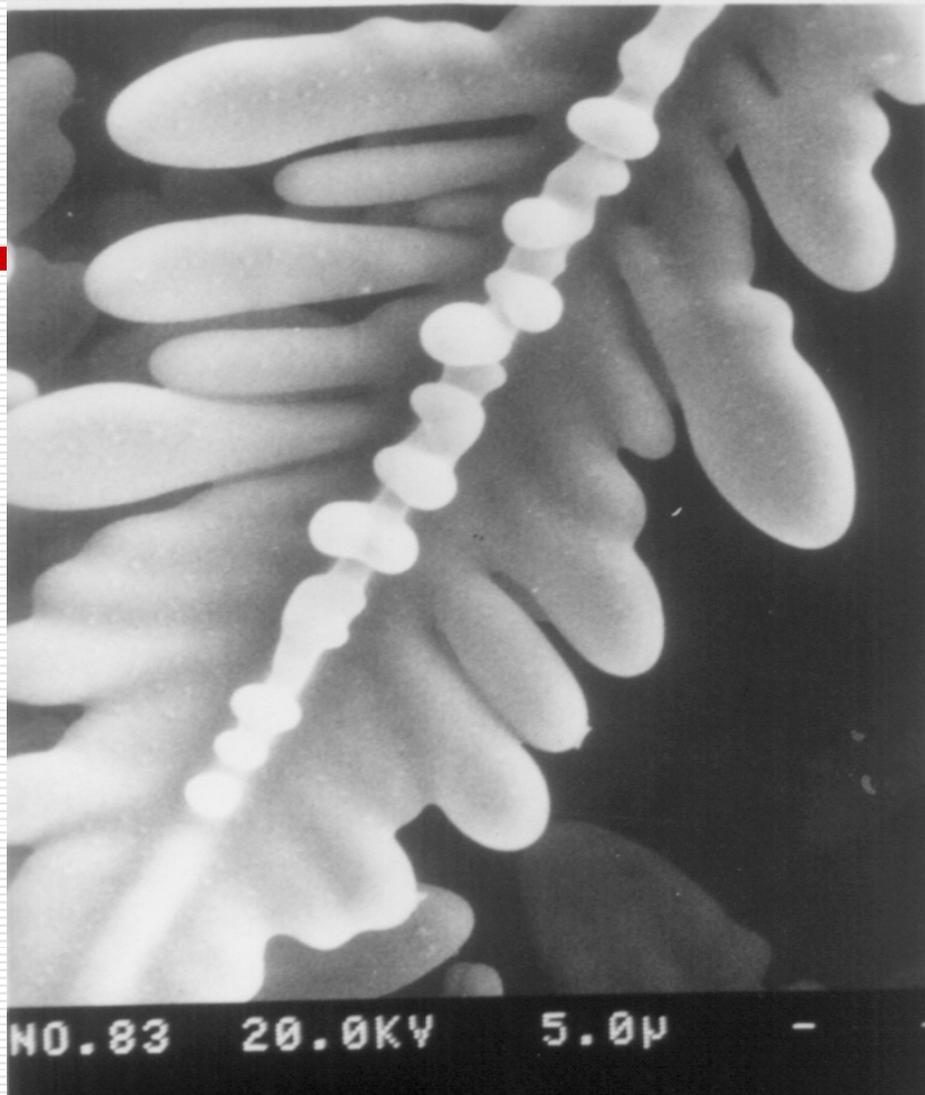
51 10E 10010 8228 010010 00100







Mouse Inner Ear--- 2KV--- 12,000X--- SEI Mode



Thank you
