

# 扫描电子显微镜 基础课

“材料人”系列讲座——第一讲  
2017年10月22日





# 目录



1. SEM的相关应用
2. SEM仪器工作原理及相关术语
3. SEM成像机理
4. 阴极荧光光谱及能谱
5. SEM前景分析



# 1.SEM的相关应用

## 生物学

植物体组织：种子、花粉、叶片...  
动物体组织：肢体、触角、器官...

## 医学

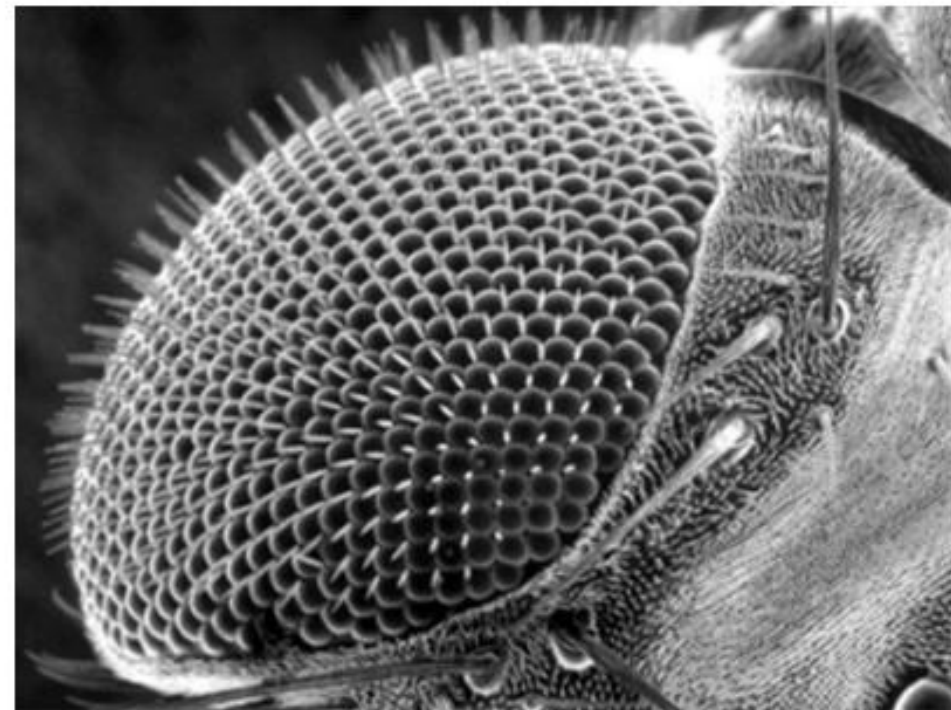
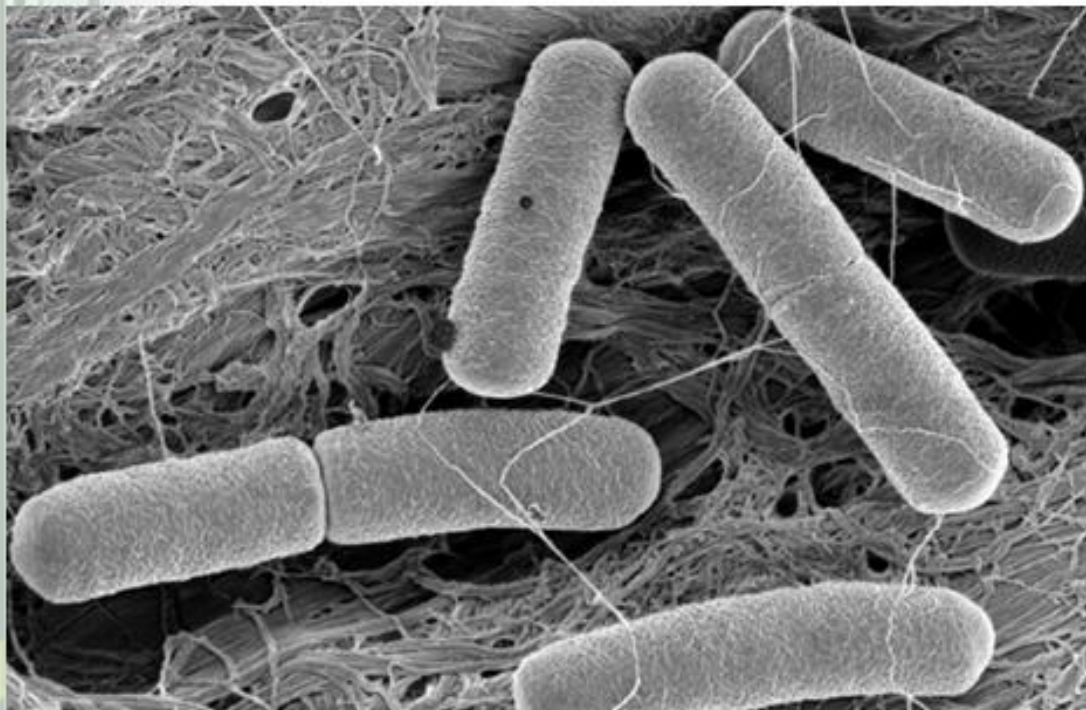
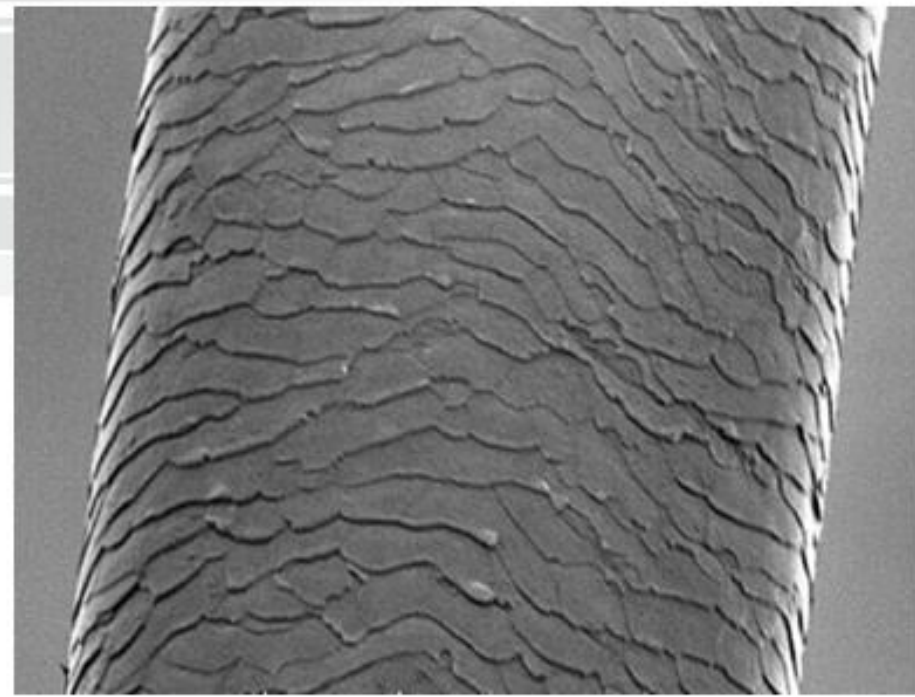
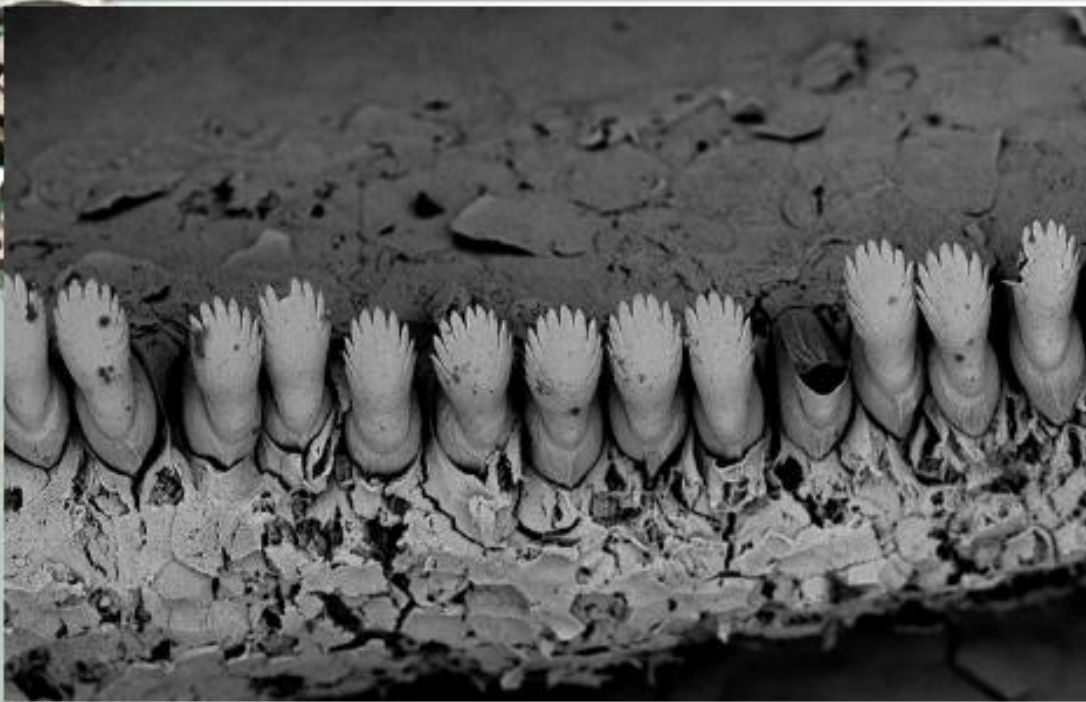
血球、病毒...  
大肠、绒毛、细胞、纤维  
细胞、细菌、病毒的形态  
细胞和组织内部结构

## 材料科学

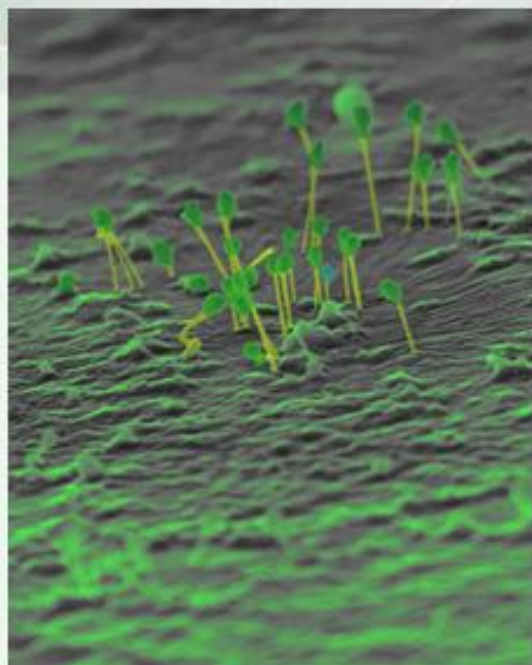
陶瓷、高分子、  
粉末、金属、  
夹杂物、环氧树脂

超微尺寸材料的研究  
镀层表面形貌分析和深度检测  
微区化学成分分析  
材料的组织形貌观察

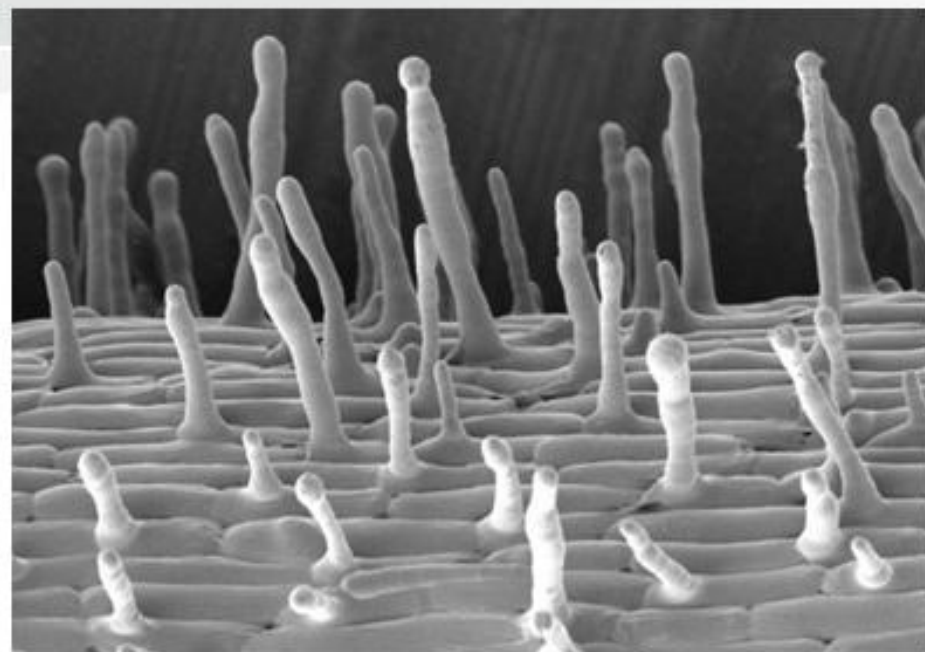






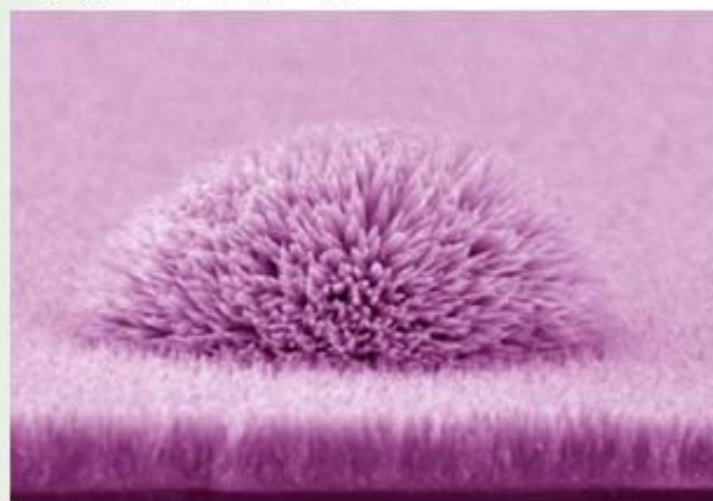


热蒸发  
SiO<sub>2</sub>粉末生长的  
二氧化硅纳  
米线



水稻根  
毛生长  
过程  
(用冷  
冻台技  
术  
-180°C)

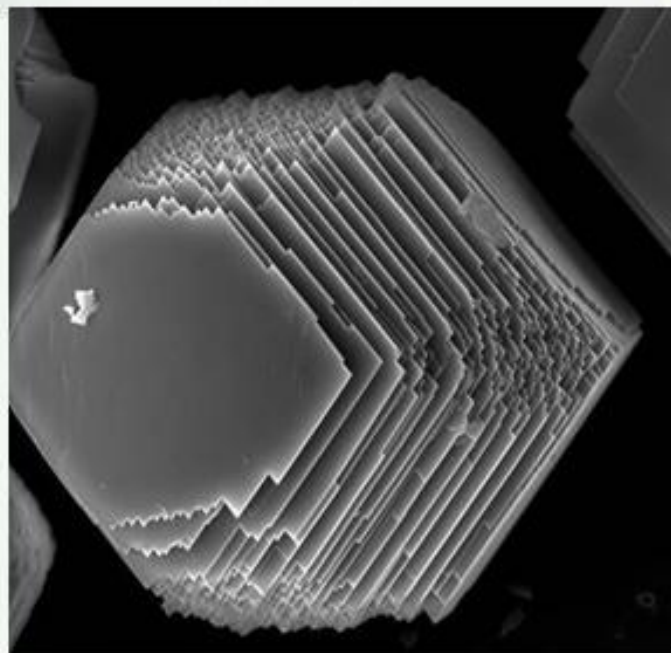
氧化锡纳米棒 ESEM



硫化铋

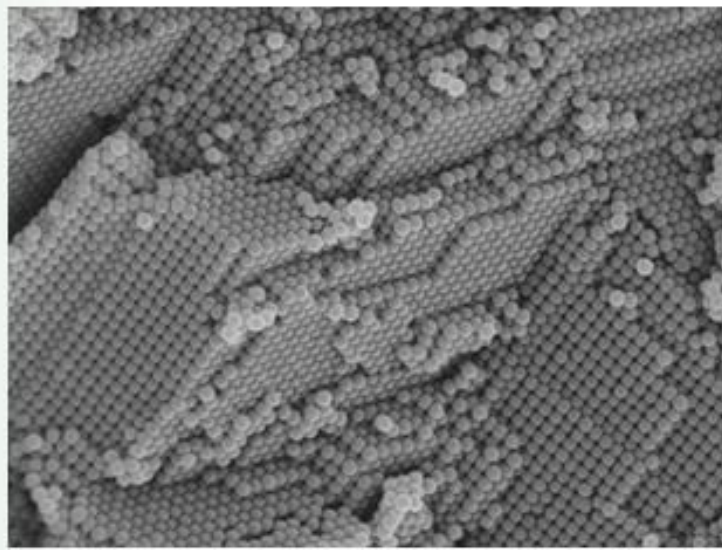
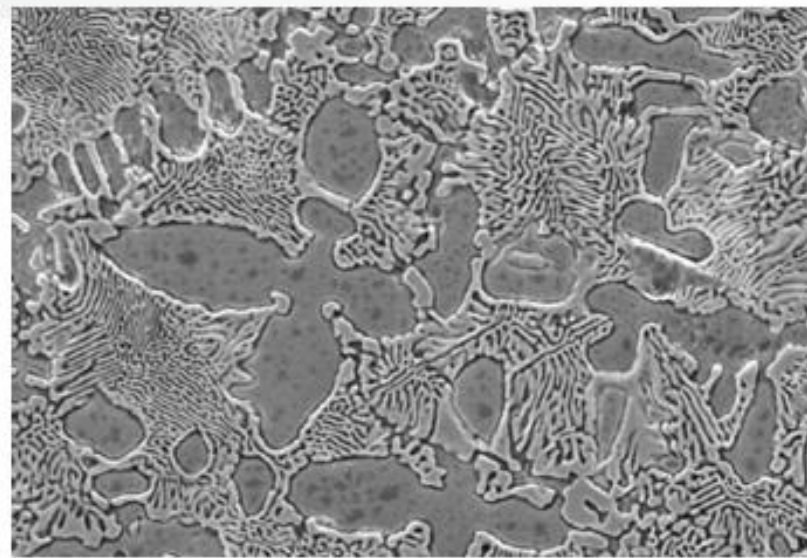






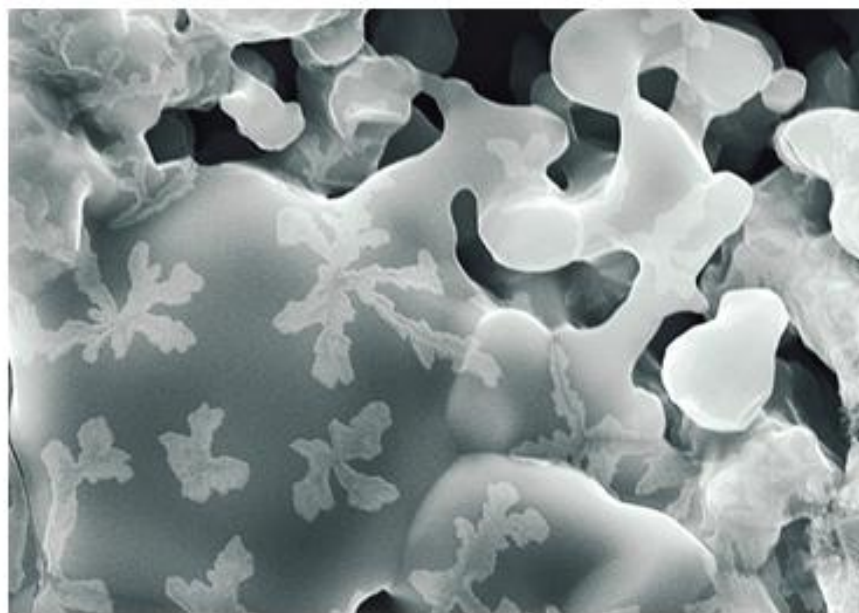
方解石

共晶组织

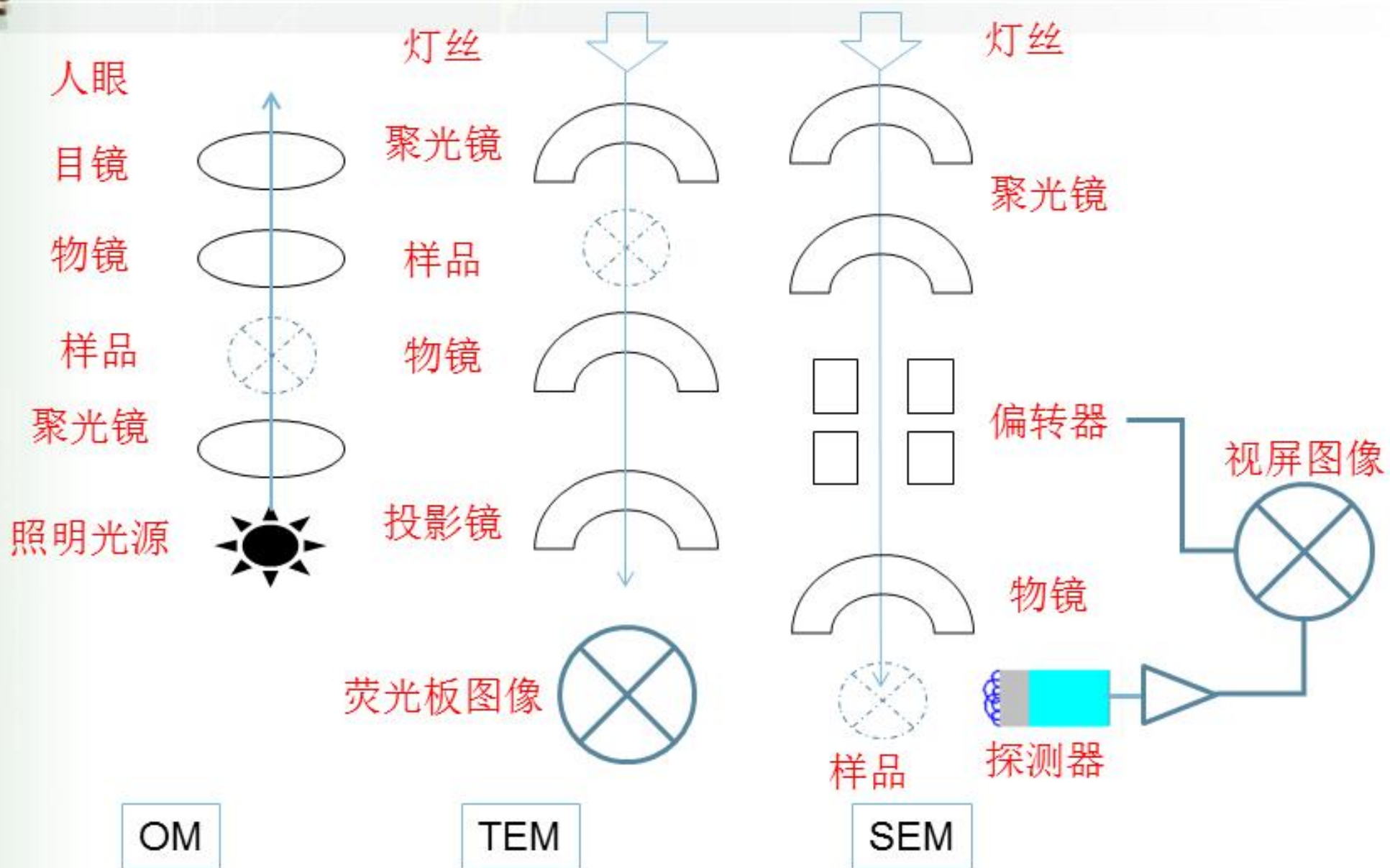


光子禁带

陶瓷多晶



## 2. SEM仪器工作原理及相关术语





## 2.SEM仪器工作原理及相关术语

1942年 第一台扫描电子显微镜  
60年代 分辨率和图像质量的大大的改善  
80年代 广泛应用于医学、生物学等领域  
90年代 高分辨型扫描电镜的分辨率0.2nm



飞纳

日立



蔡司

飞利浦





## 2.SEM仪器工作原理及相关术语

### 日立 S-4800 场发射扫描电子显微镜



二次电子像分辨率:

1.0nm(15kv); 1.4nm(1kv,减速模式);

2.0nm (1kV)普通模式

加速电压: 0.5 ~ 30kV

放大倍率:  $\times 20 \sim \times 800,000$

束流强度: 1pA~2nA

物镜光栏: 加热自清洁式、四孔、可移动物镜光栏

样品室和样品台: 移动范围: X: 0~50mm; Y: 0~5mm; Z: 1.5~30mm;

T: -5~700旋转R: 3600, 最大样品尺寸: 100mm

探测器: 高位探头可选择接受二次电子像或背散射像, 并混合INCA Energy 350 X射线能谱仪

技术指标:

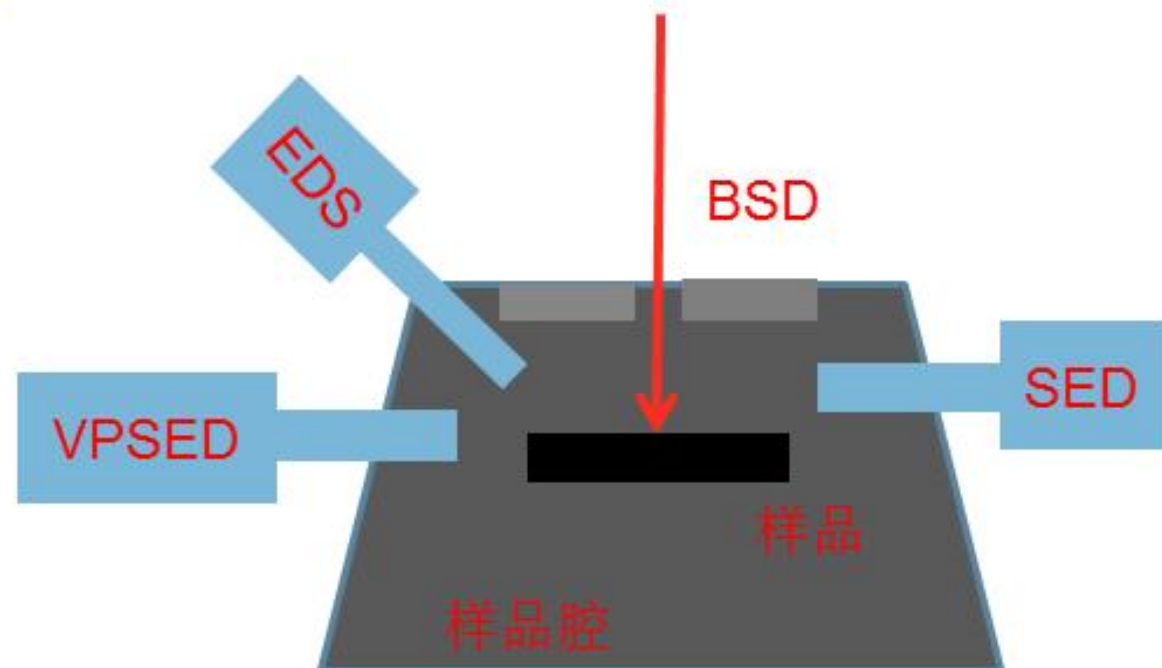
X-sight Si(Li) 探测器 (专利), SuperATW 窗口  $30\text{mm}^2$  活区, 分辨率优于133eV (MnK $\alpha$ 处,计数率为4000cps), 分析元素范围: Be<sub>4</sub>-U<sub>92</sub>

## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—工作原理

**成像原理：**利用细聚焦电子束在样品表面扫描时激发出来的各种物理信号调制成像。类似电视摄影显像的方式。

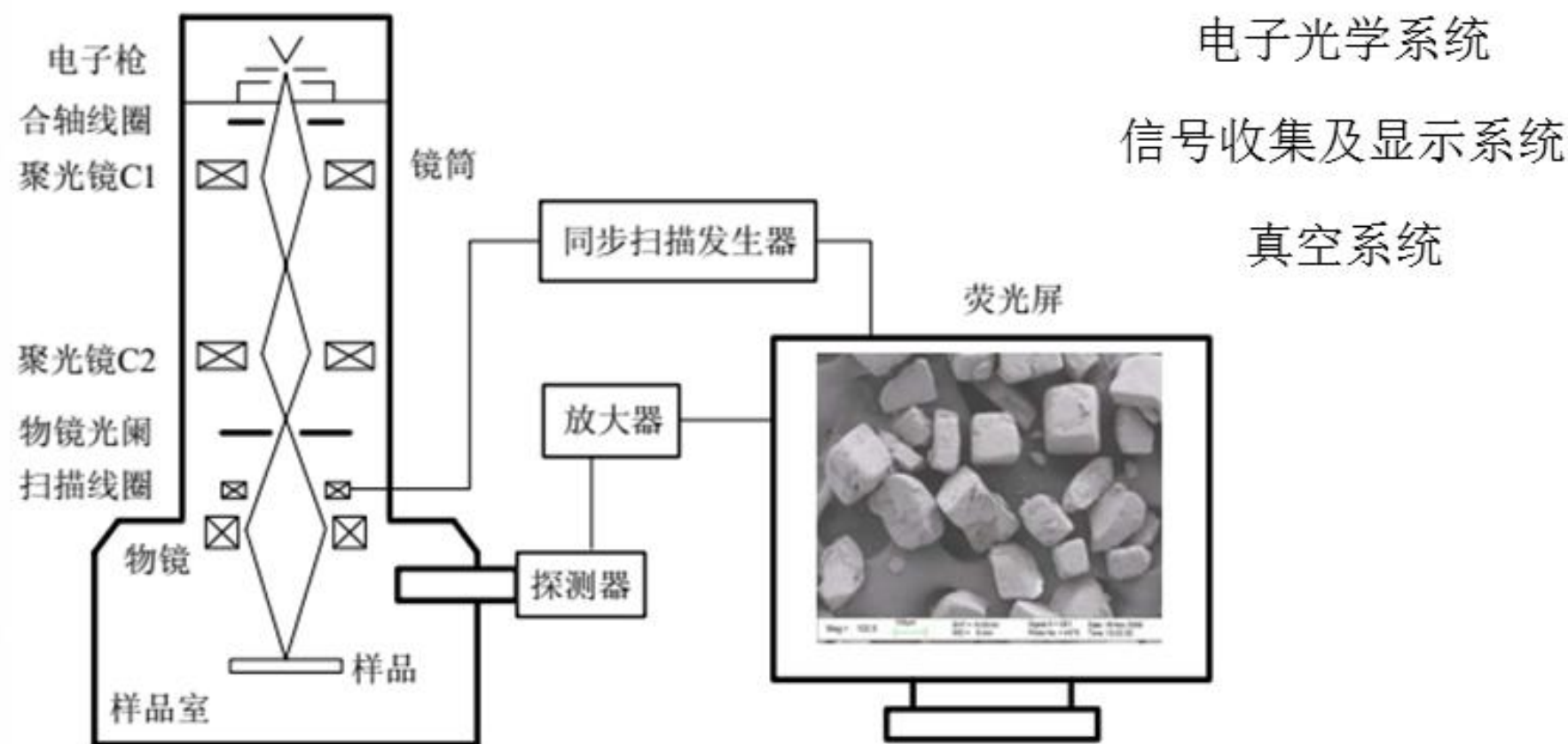
**SEM**的样品室附近可以装入**多个探测器**。目前的扫描电子显微镜可以进行**形貌、微区成分和晶体结构**等多种微观组织结构信息的同位分析。

SED: 二次电子探测仪  
BSD: 背散射电子探测仪  
EDS: 能谱仪  
WDS: 波谱仪  
EBSD: 电子背散射衍射  
VPSED: 可变压力探测仪





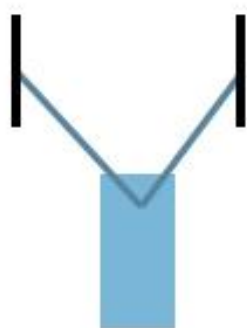
## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—工作原理



1.电子光学系统：电子枪、电磁透镜、扫描线圈和样品室  
作用是将来自电子枪的电子束聚焦成亮度高、直径小来轰击样品，使之产生各种物理信号

发夹形钨阴极、 $Y_2O_3$ -Ir阴极、 $LaB_6$ 阴极、场发射阴极

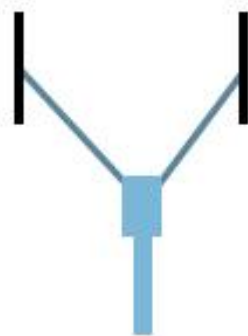
|                            | 发夹形钨丝             | LaB <sub>6</sub>                   | 冷场                               | 热场                |
|----------------------------|-------------------|------------------------------------|----------------------------------|-------------------|
| 亮度 (A/cm <sup>2</sup> ·sr) | 10 <sup>5</sup>   | 10 <sup>6</sup>                    | 10 <sup>8</sup> ~10 <sup>9</sup> | 5×10 <sup>8</sup> |
| 光源交叉斑 (μm)                 | 20~40             | 7~15                               | 0.01~0.02                        | 0.02~0.04         |
| 工作温度 (K)                   | 2650~2750         | 1750~1850                          | ~300                             | 1750~1850         |
| 灯丝烧洗                       | 否                 | 否                                  | 是                                | 否                 |
| 使用寿命 (h)                   | ~100              | ~1000                              | ≥10000                           | ≥10000            |
| 真空度 (Pa)                   | ~10 <sup>-3</sup> | 10 <sup>-4</sup> ~10 <sup>-5</sup> | <10 <sup>-7</sup>                | <10 <sup>-6</sup> |
| 抗干扰能力                      | 很强                | 较强                                 | 差                                | 一般                |
| 高分辨电镜适用性                   | 不能用               | 可用                                 | 很好                               | 很好                |



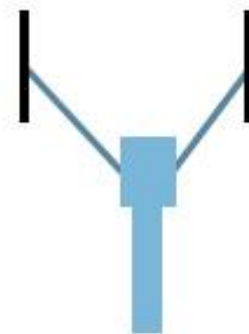
束斑大  
束流密度小



束斑较小  
束流密度较小



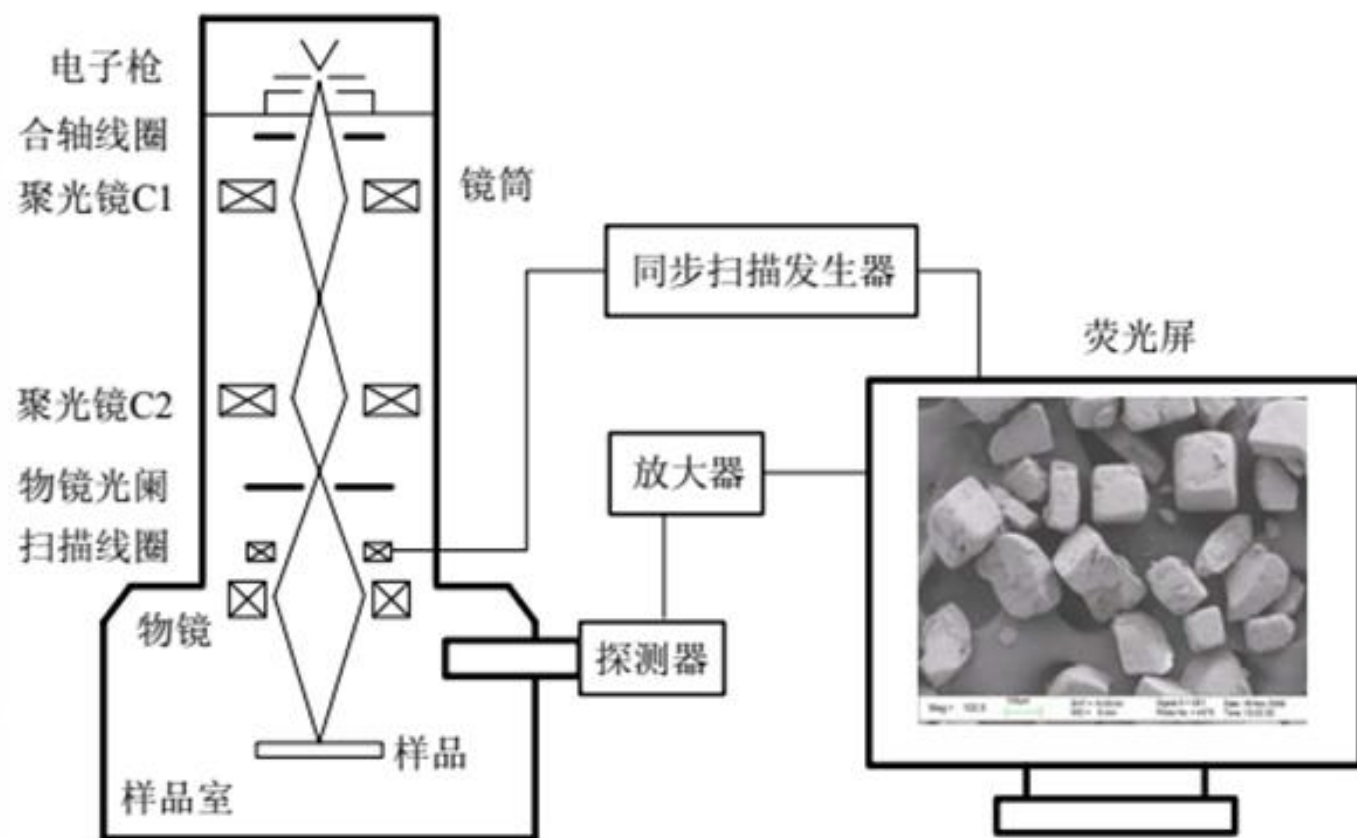
束斑最小  
束流密度最大



束斑小  
束流密度大

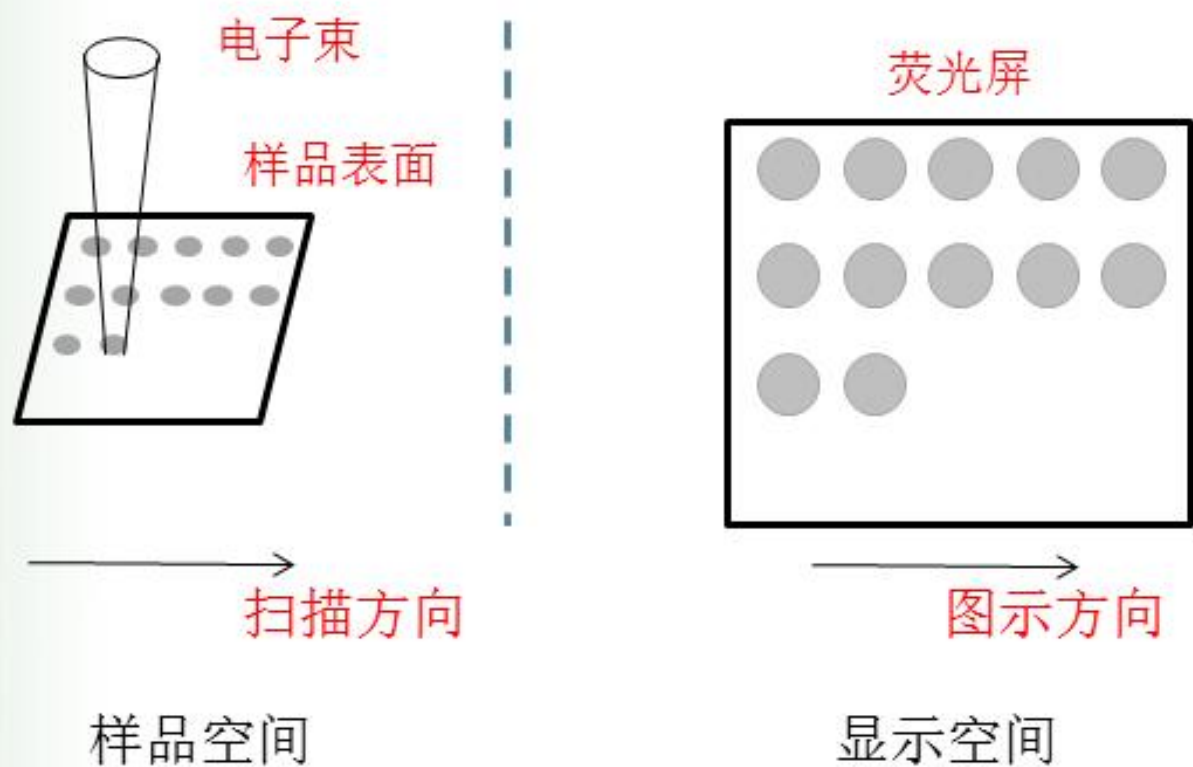


## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—工作原理



2.信号收集及显示系统：不同信号探测器，扫描系统，增益放大，显示屏作用是将信号通过探测器接收，经放大器传输到显示屏，进而得到图像，输入到计算机。

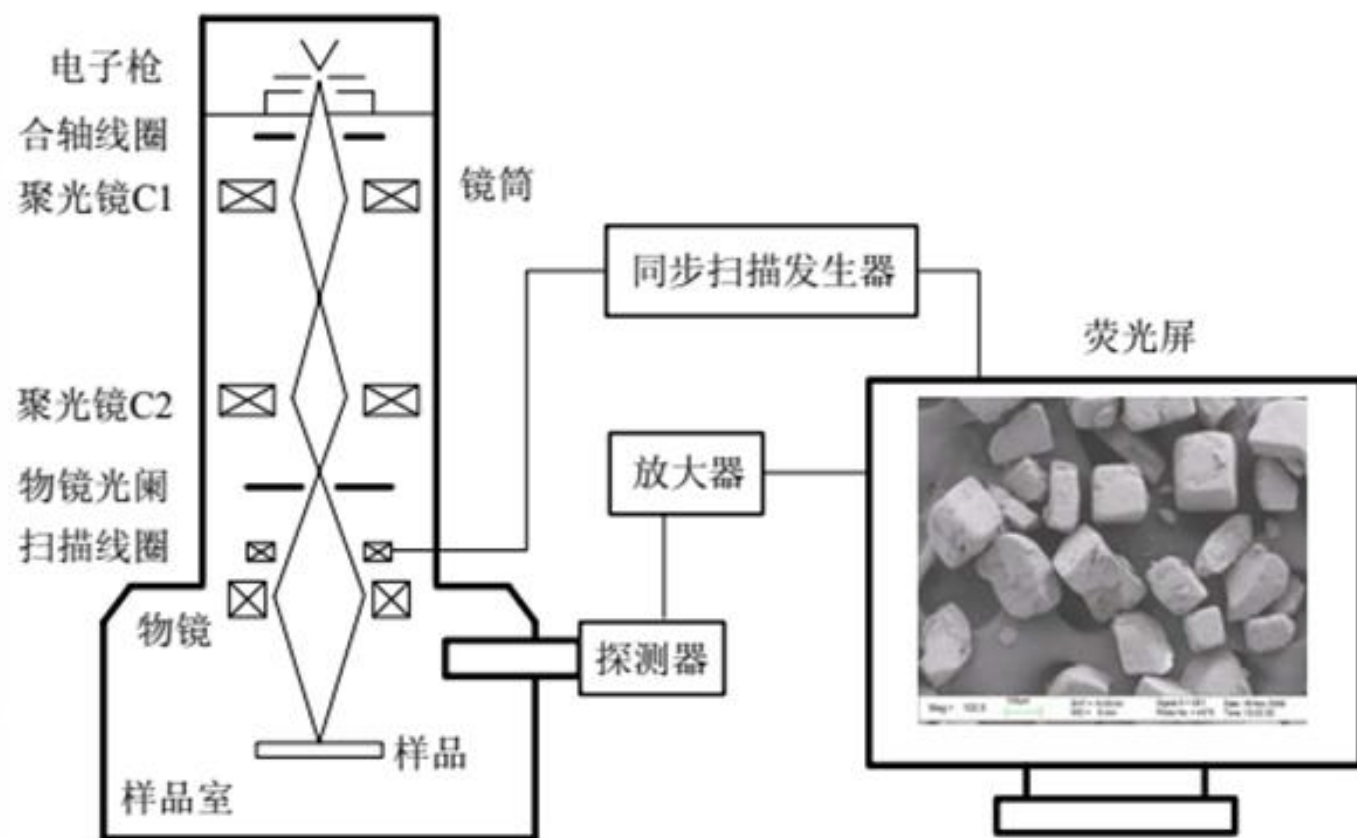
## 同步扫描示意图



- ✓ 扫描电镜的成像是通过扫描完成的
- ✓ 同步扫描：扫描发生器同时控制高能电子束和荧光屏中的电子束
- ✓ 样品上的点与显示空间的点一一对应



## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—工作原理



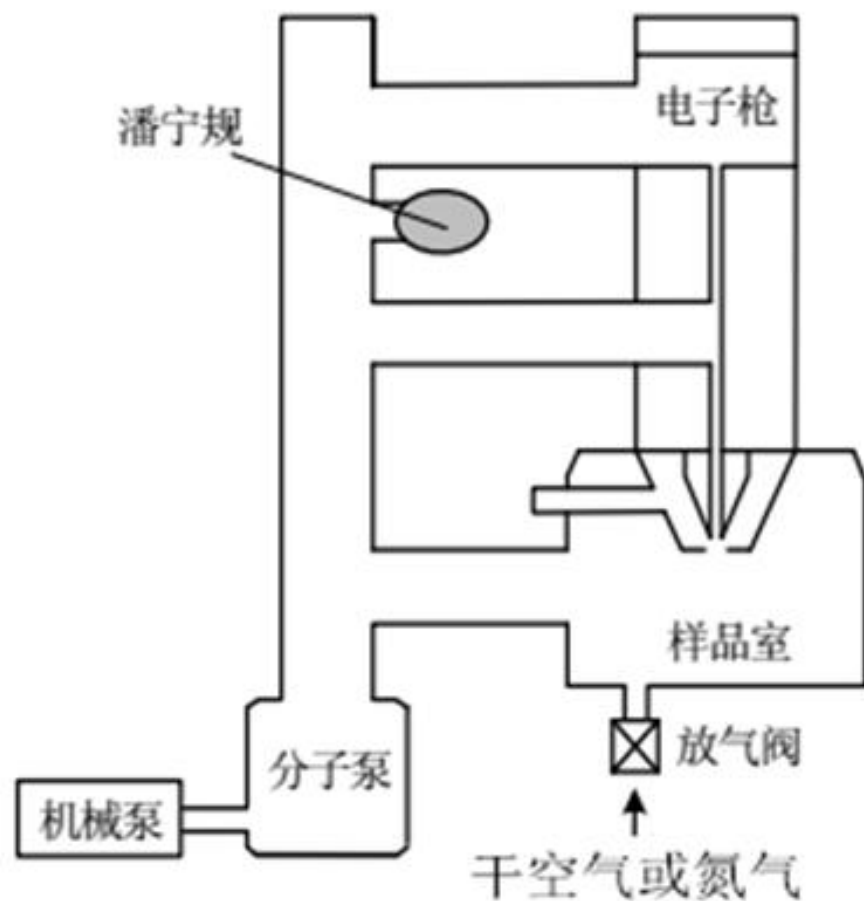
3.真空系统：真空系统主要包括真空泵和真空柱两部分。

真空柱是一个密封的柱形容器。真空泵用来在真空柱内产生真空。有机械泵、油扩散泵以及涡轮分子泵三大类。

作用：防止电子束系统中的灯丝在普通大气中会迅速氧化而失效，所以除了在使用SEM时需要用真空以外，平时还需要以纯氮气或惰性气体充满整个真空柱。



## 蔡司EVO系列



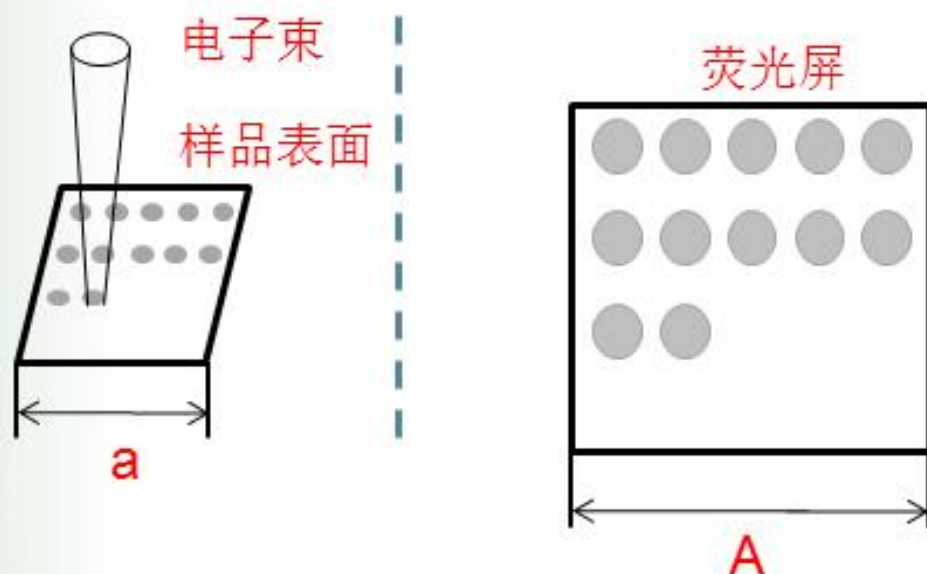
镜筒和样品室都是处于高真空状态下工作，由涡轮分子泵抽高真空，外接的机械泵与分子泵串连，是前级泵，抽低真空。高低真空度分别由潘宁规和皮拉尼规测量。

有的电镜有低真空操作功能，样品室可以通入适量气体或水蒸气，直接观察不导电或含水样品。



## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—放大倍数

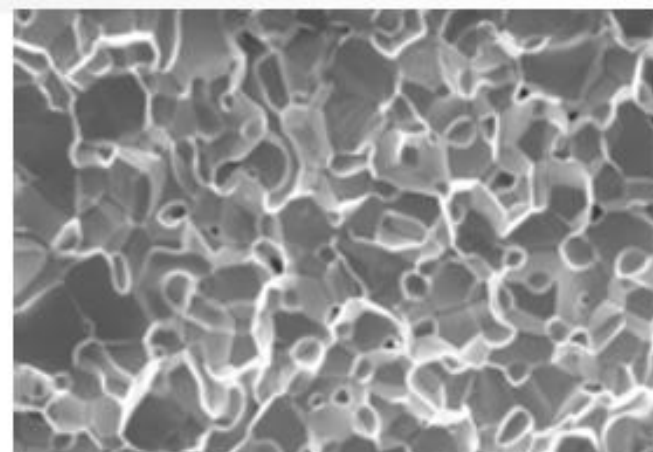
### 同步扫描示意图



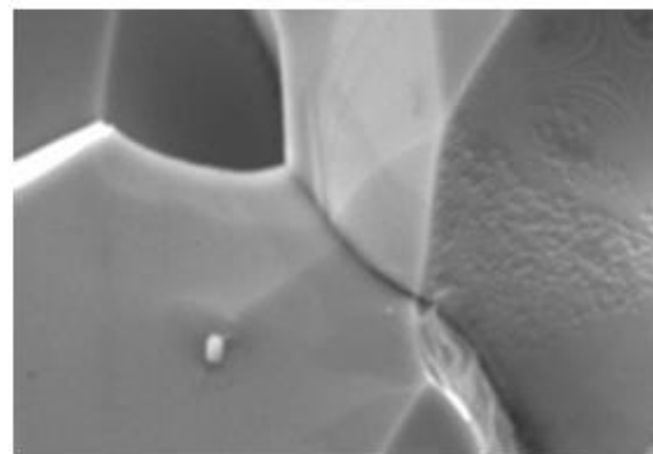
放大倍率M定义： $M = A / a$

A: 荧光屏宽度，a: 电子束在样品上的扫描宽度

低倍像意味着样品上的扫描面积大，适于大范围观察；高倍像意味着扫描面积小，适于观察局部细节。照片为铁氧体的高倍和低倍图像。

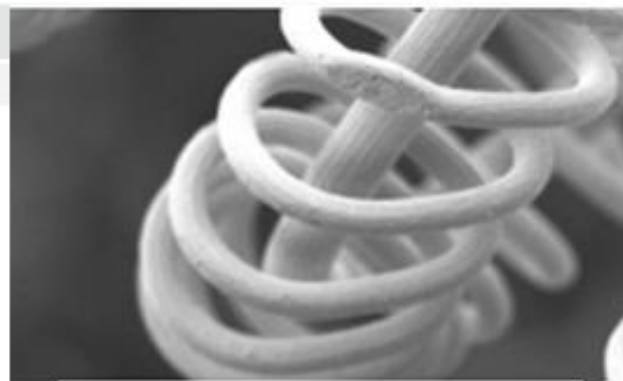
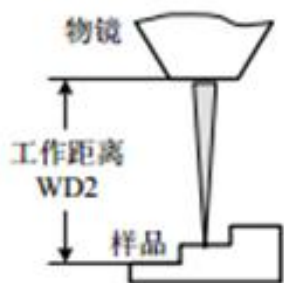
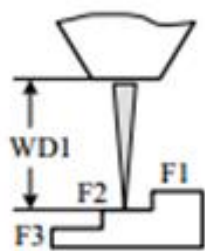
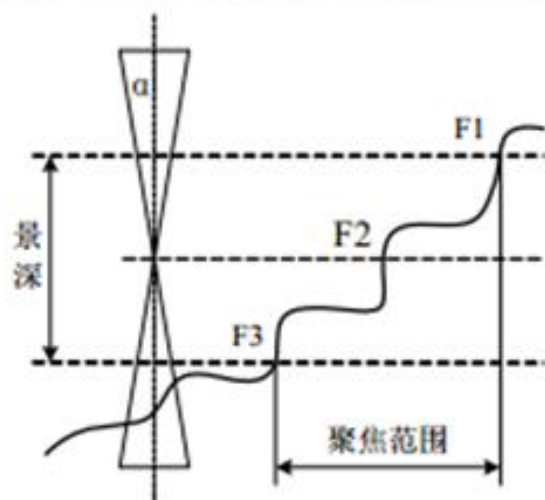


铁氧体 10kV ×1k

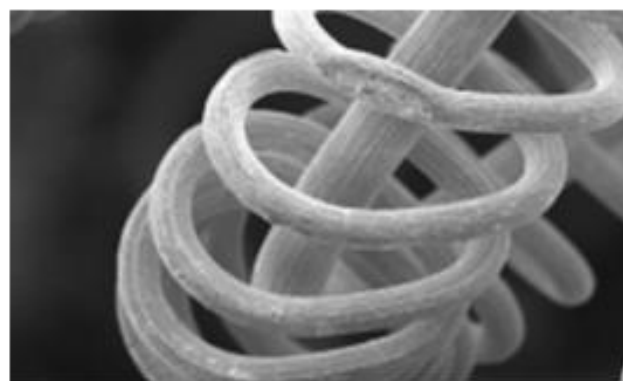


铁氧体 10kV ×10k

## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—景深



灯丝 10kV ×400 WD=6mm



灯丝 10kV ×400 WD=21mm

样品表面高低不平，利用扫描电镜成像，可以看清楚的高点F1和低点F3之间的距离称为景深。扫描电镜的景深优于光镜和透射电镜。用一个比喻，光镜景深若为1，扫描电镜景深则是其300倍。特别适合观察粗糙面样品或材料断口。

为提高景深，可以选用较小的放大倍率，或者拉远样品到物镜下表面的距离，这称为工作距离（WD），从左图可见，由于 $WD2 > WD1$ ，F1，F2，F3几个不同高度部位在图像中均清晰。





## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—分辨率

**分辨率**：样品上可以分辨的两个邻近的质点或线条间的距离。

如何测量：拍摄图象上，亮区间最小暗间隙宽度除以放大倍数。

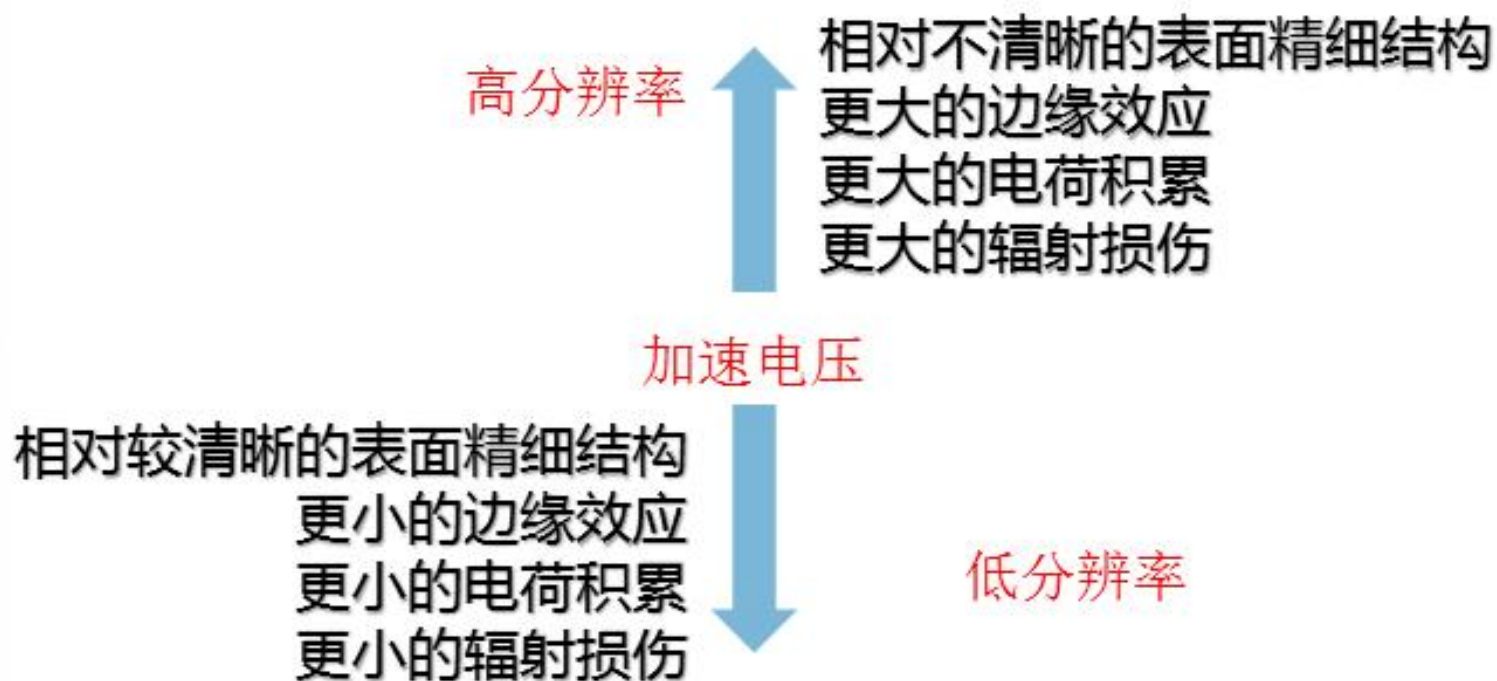
**影响SEM图像分辨率的主要因素有：**

- 扫描电子束斑直径；
- 检测信号类型；
- 检测部位原子序数；
- 机械振动及杂散磁场；
- 操作方式；
- 信噪比等

## 2.SEM仪器工作原理及相关术语—加速电压

**加速电压**：扫描电镜的加速电压可影响电子束入射样品的深度，对成像产生明显影响。

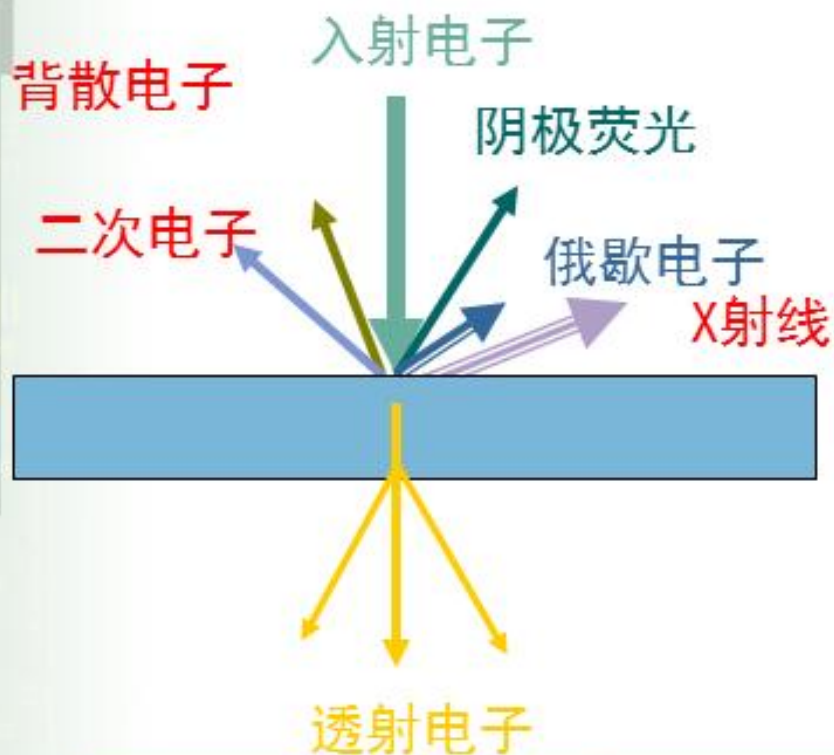
**低**电压对应较**浅**的入射深度和作用区域；**高**电压对应较**深**的入射深度和作用区域。



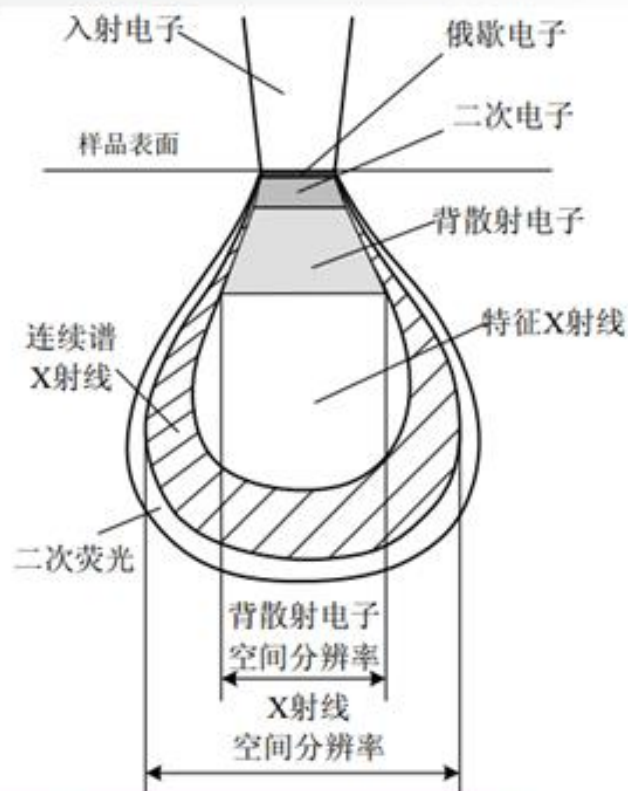


# 3.SEM成像机理

电子束与样品之间的作用

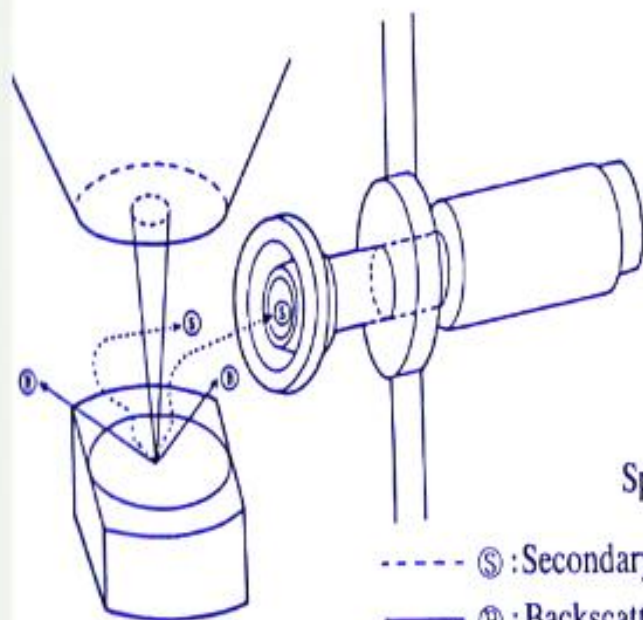


产生深度和宽度

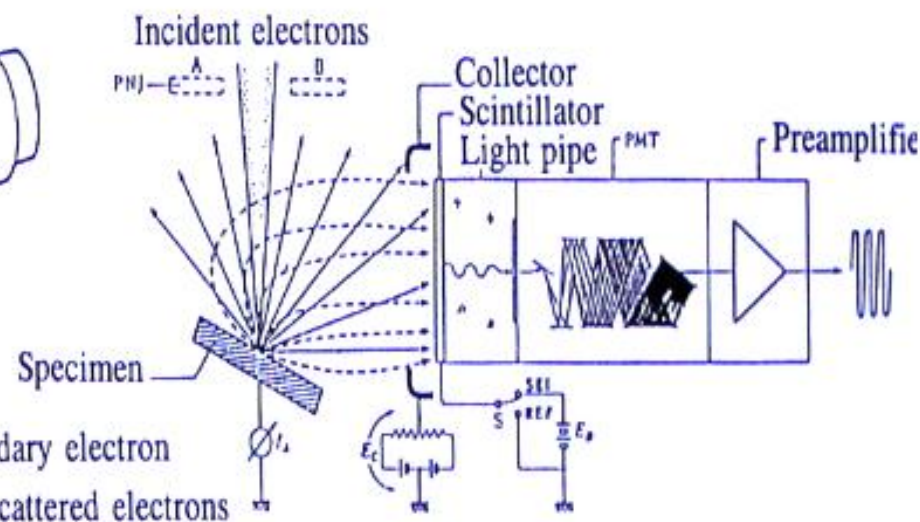


|       | 空间分辨率               | 携带信息  |
|-------|---------------------|-------|
| 二次电子  | <10nm               | 表面形貌  |
| 背散射电子 | 1/3作用区范围 <2 $\mu$ m | 成分及形貌 |
| 特征X射线 | 1~几个 $\mu$ m        | 化学成分  |

# 3.SEM成像机理—信号检测



(c) (i) Secondary electron detection.

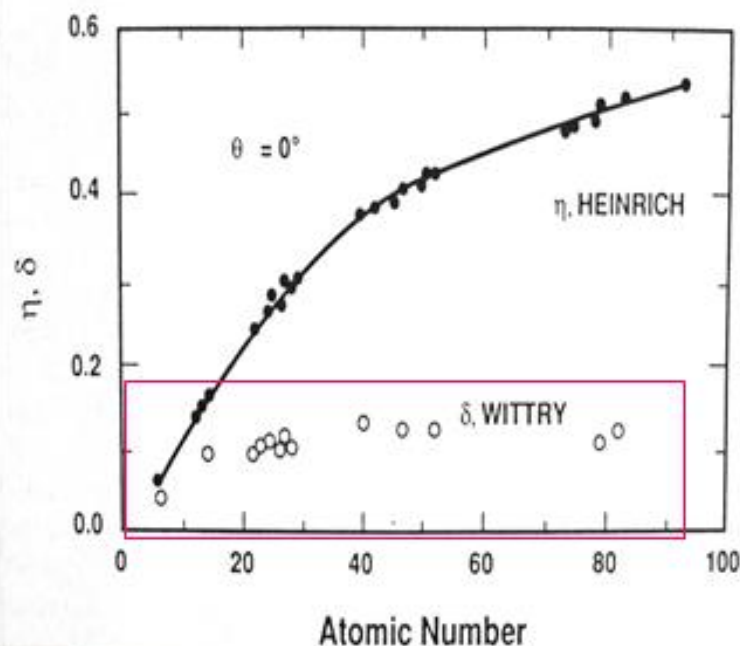


(ii) Secondary electron detector

在接收探测器上加正电压吸引电子  
采用光电倍增管放大信号



### 3.SEM成像机理—信号产额



- ① 背散射电子是固体样品中的原子核反弹回来的部分入射电子，它来自样品表层几百纳米的深度范围。由于它的产额能随样品原子序数增大而增大，所以不仅能用做形貌分析，而且可以用来显示原子序数的衬度，定性用做成分分析。
- ② 二次电子是在入射电子束作用下被轰击出来离开样品表面的核外电子。它来自表层5~10nm的深度范围内，它对样品表面形貌十分敏感，能用来非常有效的显示样品的表面形貌。
- ③ 特征X射线由样品原子内层电子被入射电子激发或电离而成，可以用来判定微区存在的元素。





### □ 二次电子:

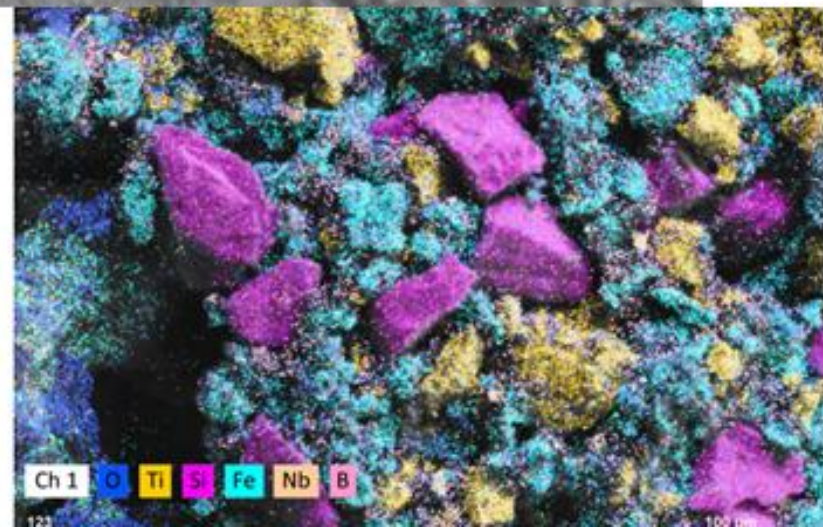
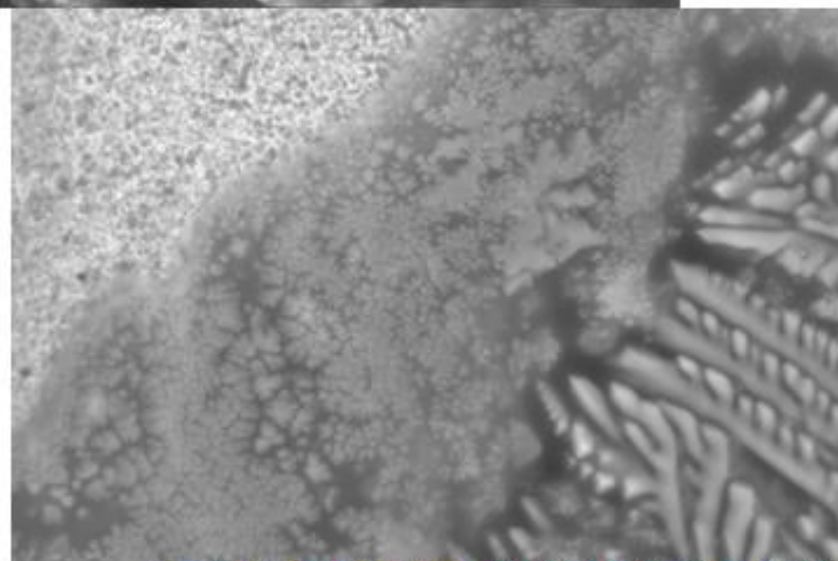
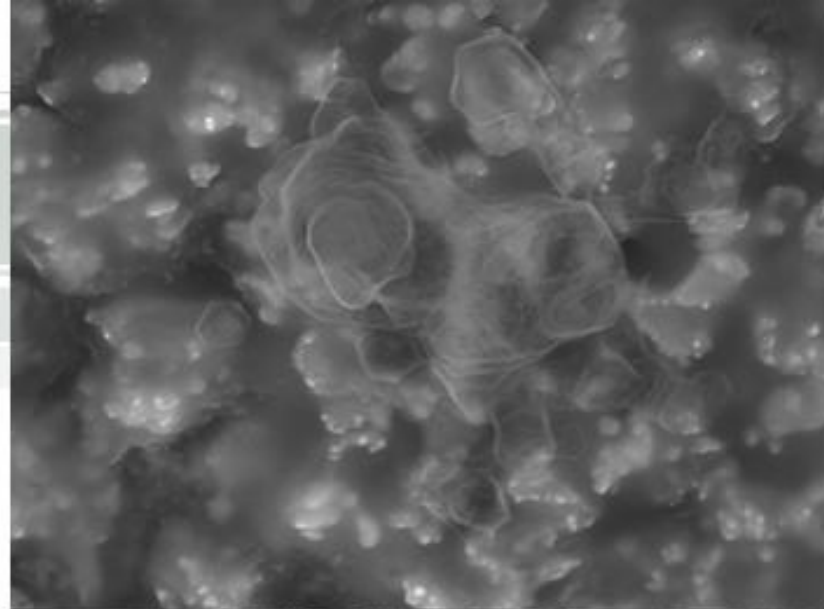
- 高分辨率的样品表面形貌
- 样品的电压衬度
- 样品的磁衬度和磁畴显示

### □ 背散射电子:

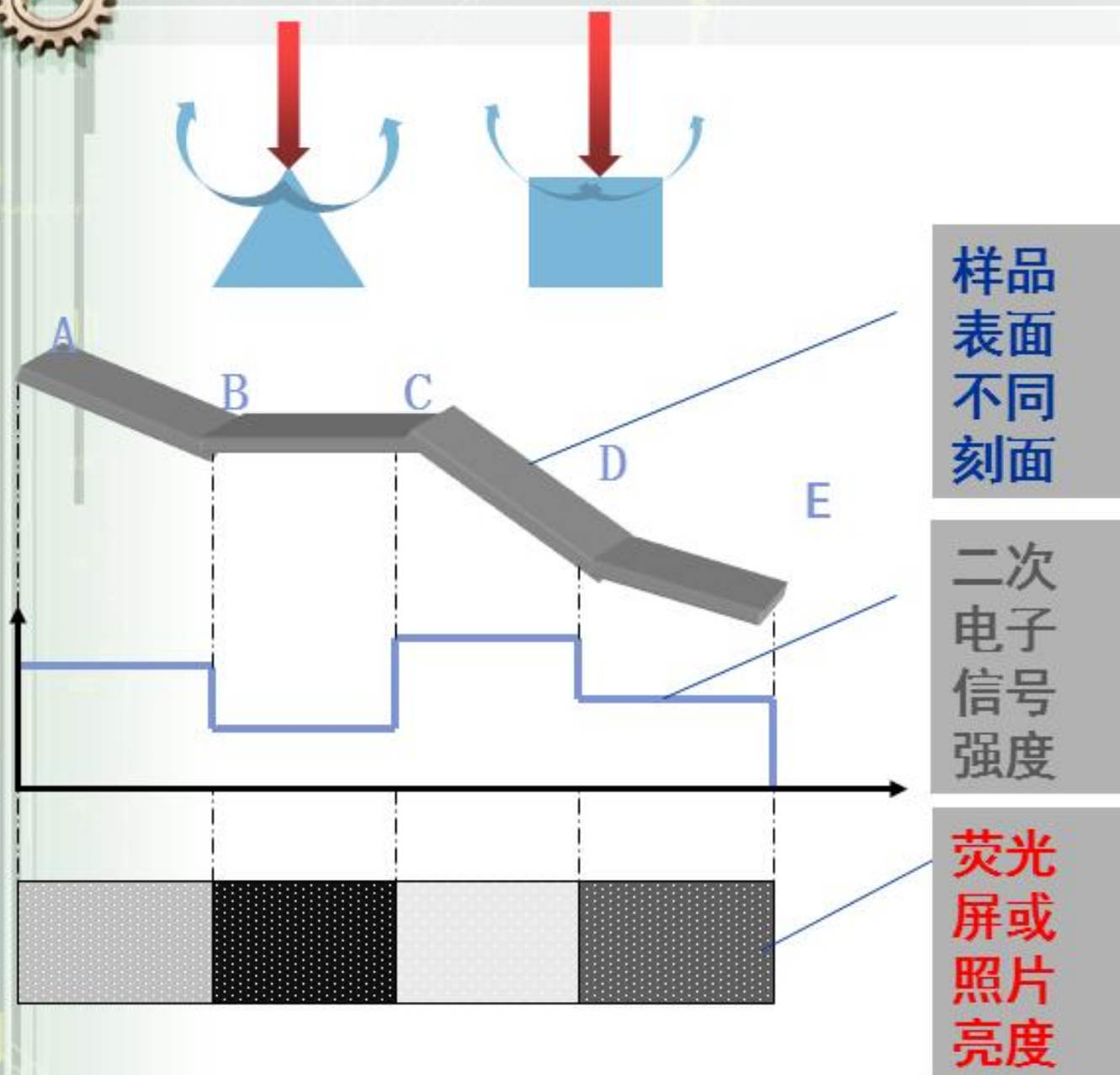
- 表面形貌
- 原子序数衬度
- 晶体取向衬度
- 提供电子通道花样，确定晶体取向

### □ 特征X射线:

- 任何部位的元素分析和元素分布图



### 3.SEM成像机理——形貌衬度

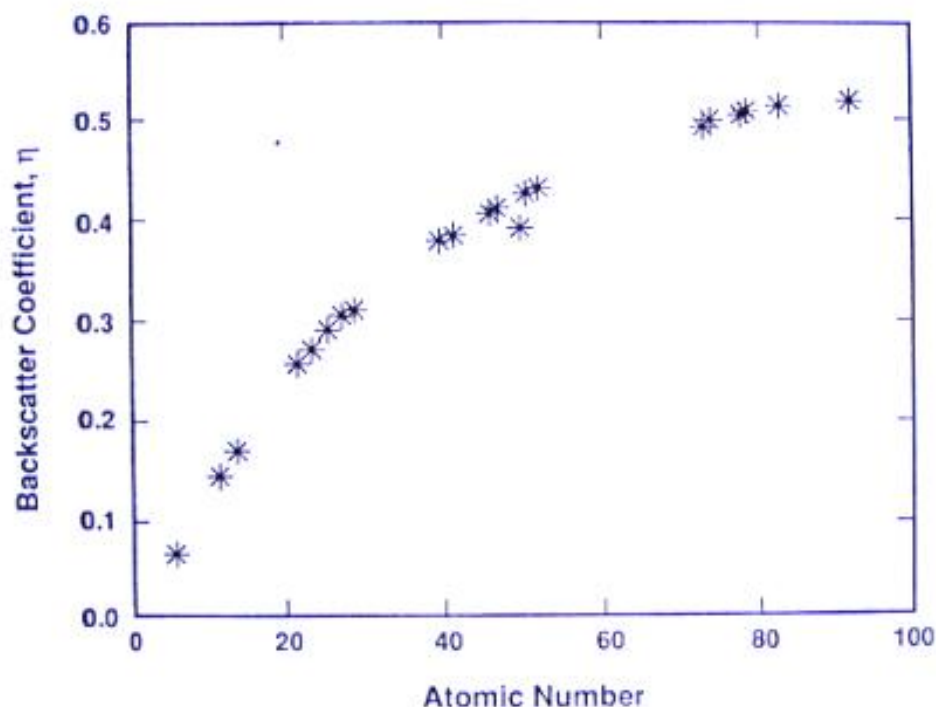


实际样品中表面起伏:

- ⑩ 入射电子束与样品夹角不同时采集到二次电子信号亮度不同, 从而形成衬度
- ⑩ 朝向探测器的方位信号强得多
- ⑩ 样品表面的尖端、边沿信号很强——边缘效应
- ⑩ 小粒子的二次电子产额较高

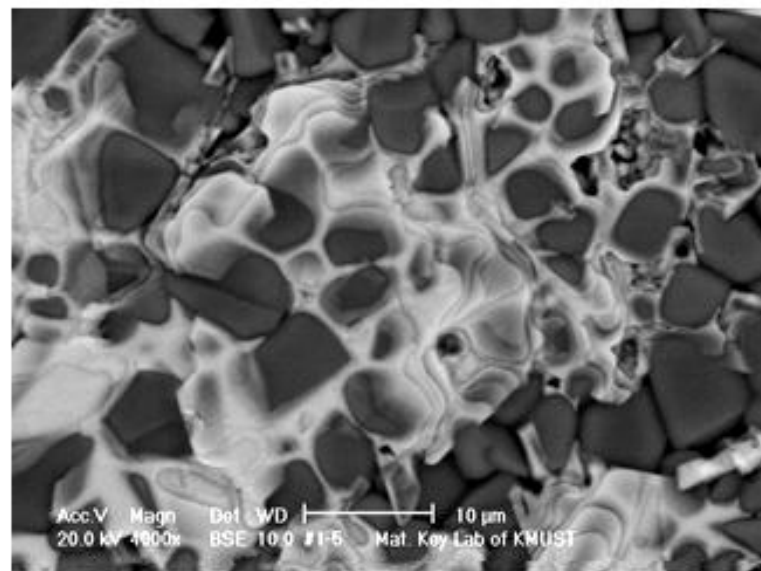
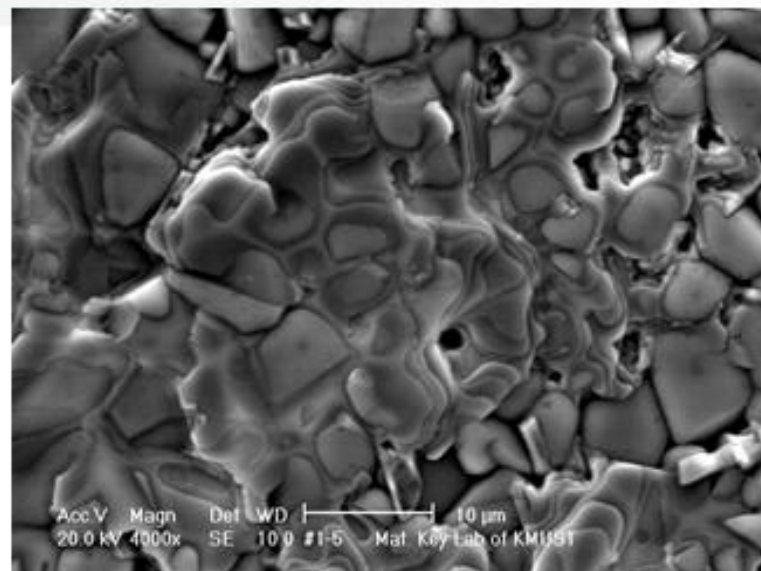


### 3.SEM成像机理—原子序数衬度



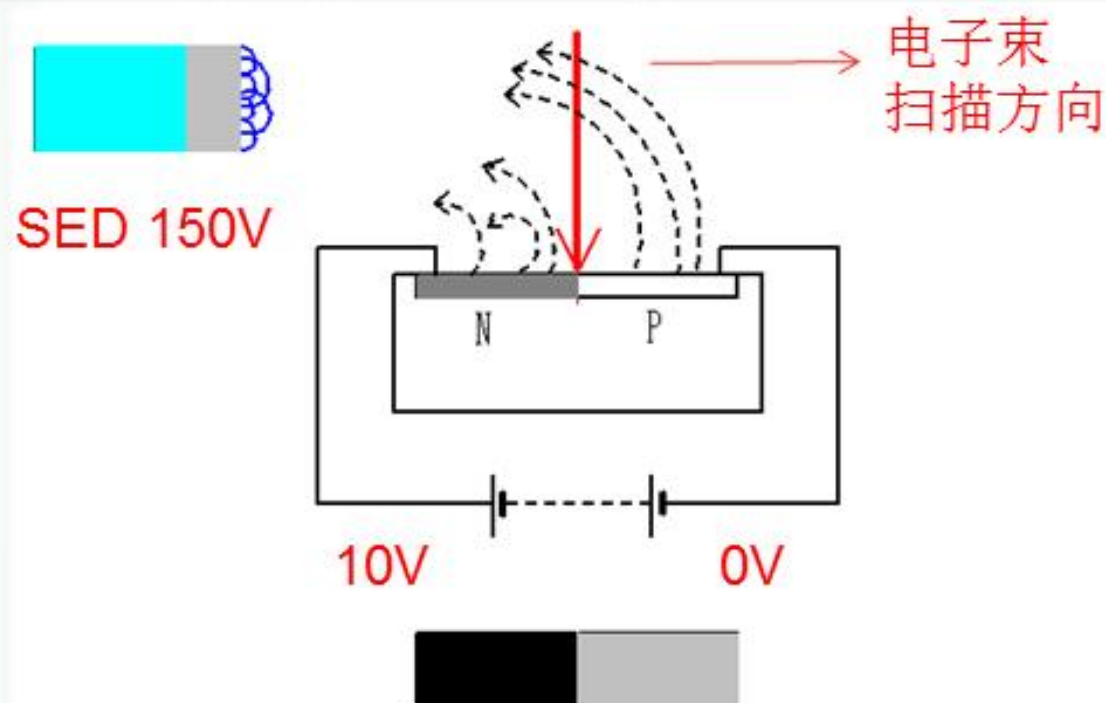
**Figure 3.13.** Backscattered-electron coefficient  $\eta$  as a function of atomic number  $E_0 = 20 \text{ keV}$  (data of Heinrich, 1966a).

它的产额能随样品原子序数增大而增大，所以不仅能用做形貌分析，而且可以用来显示原子序数的衬度，定性地用做成分分析。





### 3.SEM成像机理—电压衬度



二次电子能量低， $\sim 30\text{eV}$ ，其产额和运动轨迹受试样表面存在的电位影响明显。能直观地反映试样表面相对电位分布的情况。

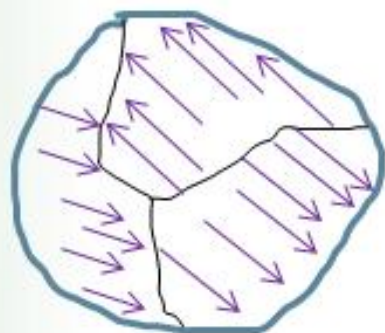
图 试样上添加合适的偏置电压及衬度对比

衬度机理：反向偏置电压 $10\text{V}$ ，试样N区的二次电子能量大于 $10\text{eV}$ 才能被激发，小于等于 $10\text{eV}$ 的电子没法逃逸，这样N区的二次电子产量比P的少；另外，如果SED系统栅电位为 $150\text{V}$ ，对N和P的电位差分别为 $140$ 和 $150\text{V}$ ，电场作用力P较大，此时假设两区发射的电子相同，SED对P的收集率要高于N区。

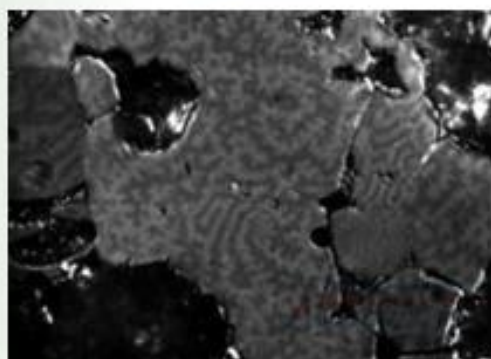
### 3.SEM成像机理—磁衬度

材料在自发磁化、热处理、机加工、烧结等过程中为降低静磁能而产生分化的方向各异的小型磁化区域，每个区域内部包含大量原子，这些原子的磁矩都象一个个小磁铁那样整齐排列，但相邻的不同区域之间原子磁矩排列的方向不同——磁畴

利用SEM观察磁畴可分为两种方法，即利用二次电子和利用背散射电子。电子束投射到物体表面后，一部分电子从物体表面散射，其中经非弹性散射离开物体表面的慢速电子称为二次电子。另一部分较深入样品的入射电子经受某种散射后，再从表面逸出。



二次电子从入射位置发出，二次电子受到样品表面散磁场的洛仑兹力作用， $F=evB$ ，电子轨道方向弯曲。而散磁场是由样品表面磁畴结构决定的，相邻磁畴在表面产生的散磁场方向不同，因而造成二次电子象的磁反差。



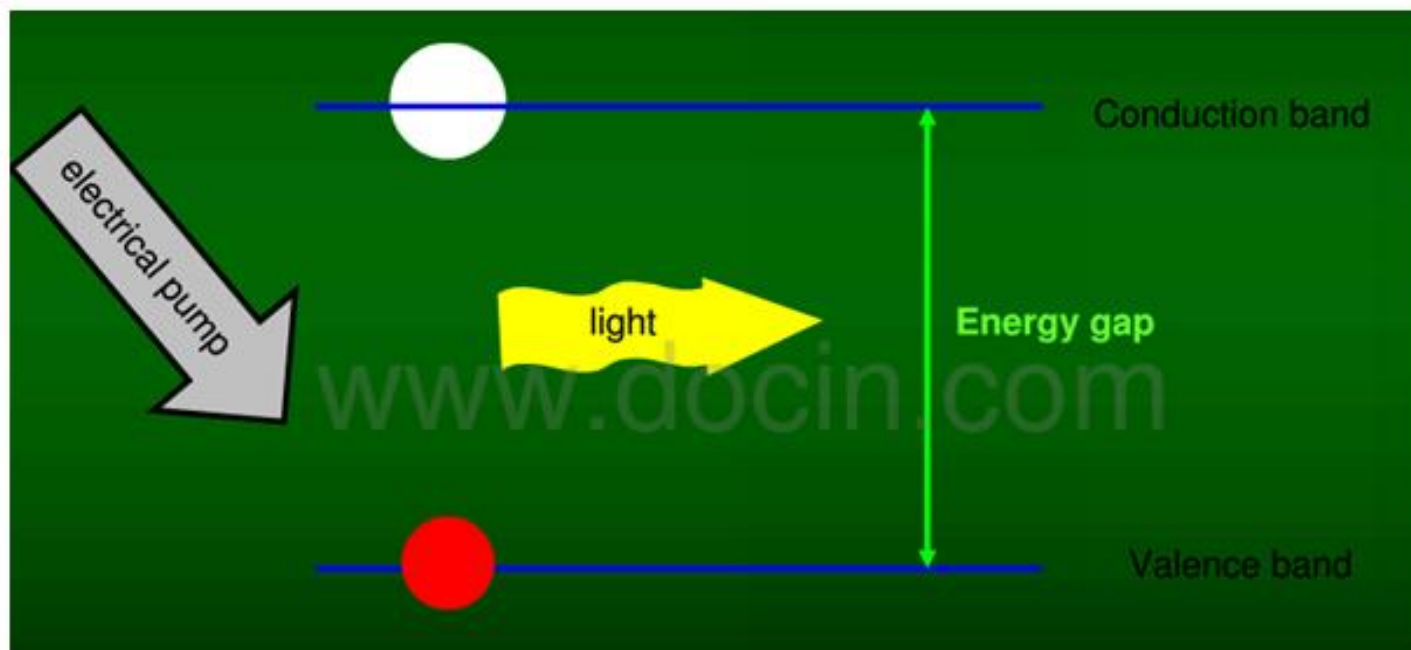
怎么判断信号对应的形貌是不是为磁畴？



## 4. 阴极荧光光谱及能谱——阴极荧光光谱

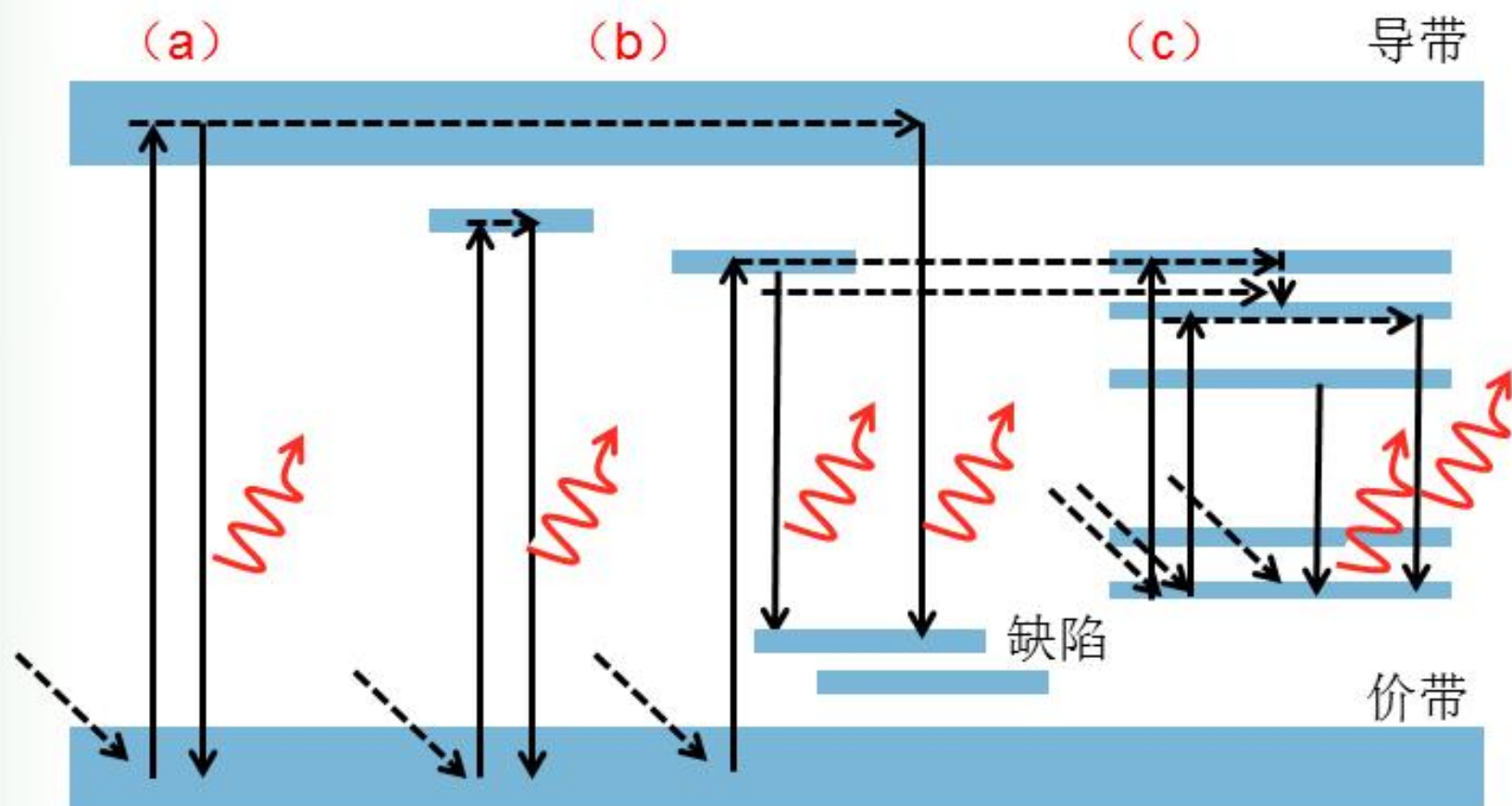
阴极荧光 (CL) 是由加速电子撞击材料表面所放出的光子 (Photon) 信号。当加速电子撞击材料, 将价带 (value band) 中的电子激发到导带 (conduction band), 产生电子空穴对 (electron-hole), 之后由于导带能量高不稳定, 被激发电子又重新跳回价带, 电子-空穴会发生复合, 并释放出能量  $E \leq E_g$  (能隙) 的特征荧光谱。通常用于研究半导体的结构特征。

扫描电子显微镜 (SEM) 的附件, 可以在 SEM 测试样品表面形貌的同时, 进行 CL 测试, 得到样品的杂质、缺陷等信息。





电子激发产生阴极荧光有三种形式，一种是带间激发(图(a))，即受入射电子的激发，价带中的电子能够获得能量进入导带，使原子处于激发状态，去激过程导带电子跃回价带释放能量( $h\nu$ )，形成带间激发。带间激发可以表征所测矿物的特性，另一种是缺陷激发(图(b))，由于带间存在缺陷，去激过程发生在缺陷能级中。第三种是杂质激发(图(c))，由于材料中杂质的存在，在带间存在杂质能级，因此，去激过程发生在杂质能级中。





## 4. 阴极荧光光谱及能谱——阴极荧光光谱

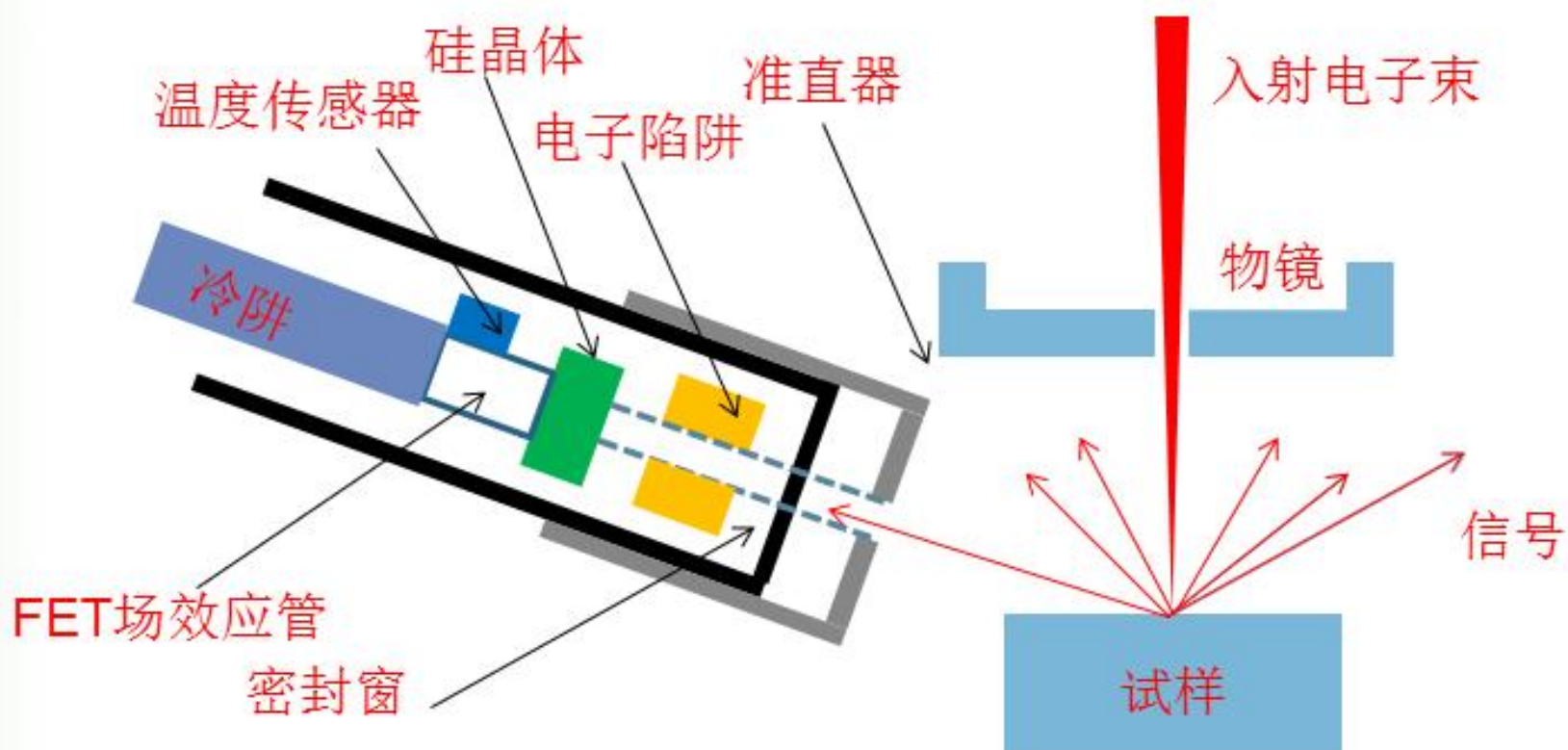
### 阴极荧光成像主要应用：

- ▣ 研究3和5族化合物半导体材料中晶体的缺陷、位错、自由电子和掺杂浓度的变化：GaAs、GaN、GaSb
- ▣ 根据荧光材料的发光情况，研究其材料的均匀性和夹杂物的分布及种类。
- ▣ 研究矿物的生长条件、晶体生长过程和矿床成因的类型
- ▣ 确定试样中某些微量元素的存在，特别是能谱仪难以检测的元素
- ▣ 印泥鉴别、射击残留物、指纹显像、毒品来源及生产工艺



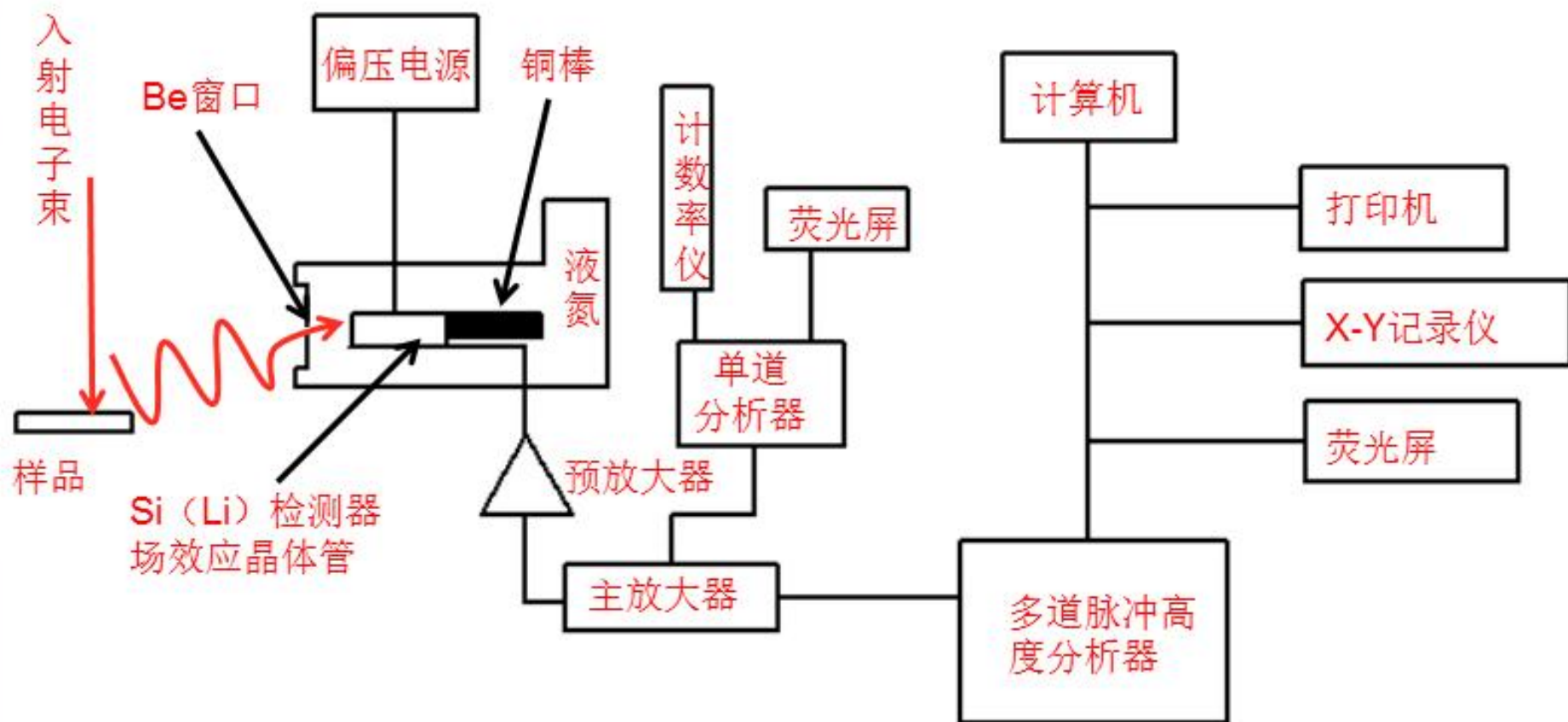
## 4. 阴极荧光光谱及能谱—能谱仪

目前最常用的是**Si(Li)**X射线能谱仪，其关键部件是**Si(Li)**检测器，即**锂漂移硅固态检测器**，它实际上是一个以**Li**为施主杂质的**P-I-N**型二极管。



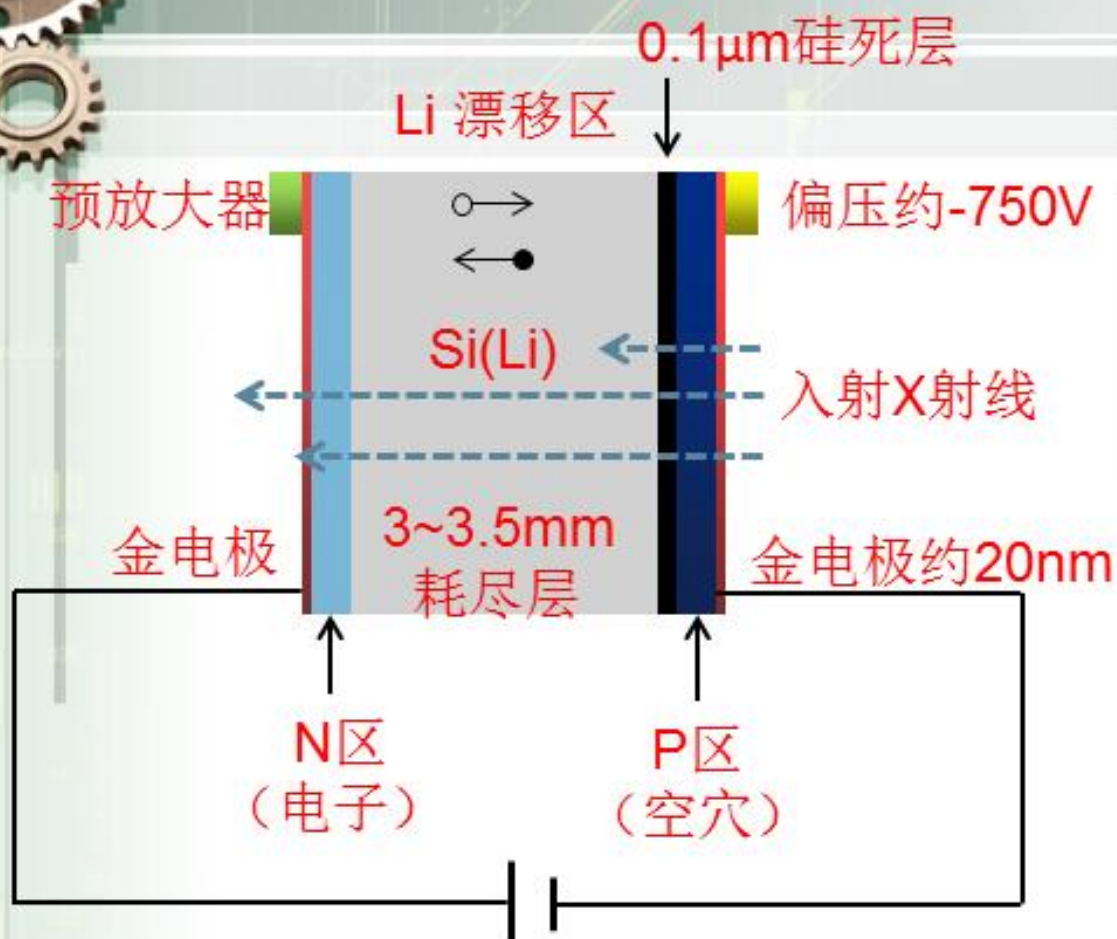
**Si(Li)**检测器探头结构示意图





**Si(Li)能谱仪系统方框图**

在Si(Li)晶体两端偏压来收集电子空穴对→（前置放大器）转换成电流脉冲→（主放大器）转换成电压脉冲→（后进入）多通脉冲高度分析器，按高度把脉冲分类，并计数，从而描绘图谱。



**P-I-N型Si二极管内部结构**

PN结 (Si/Ge) 空间电荷区理论上是一个完全不存在载流子的区域

纯化硅也存在杂质B, Li是唯一可以有足够高的浓度掺入Si或Ge中用来补偿受主的施主杂质

Li<sup>+</sup>的半径只有 $6 \times 10^{-2}$  nm, 晶格间距: Si  $5.42 \times 10^{-1}$  nm、Ge  $5.64 \times 10^{-1}$  nm

中性离子对Li<sup>+</sup>B<sup>-</sup>, 这相当于受主原子把多余的一个电子还给了施主原子

电子和空穴都减少从而大大提高电阻, 这就是锂的补偿作用

X射线光子 → Si (Li) 探测器 → 电子-空穴对 → 消耗能量是3.8eV

例1: Mn K $\alpha$ 能量为5.895KeV, 最多形成电子-空穴对个数?

例2: Ca K $\alpha$ 能量为3.7KeV, 能产生多少电子-空穴对?





## Si(Li)能谱仪的特点

### 优点:


(1)定性分析速度快 可在几分钟内分析和确定样品中含有的几乎所有元素。

铍窗口:  $_{11}\text{Na}\sim_{92}\text{U}$ , 新型材料窗口:  $_4\text{Be}\sim_{92}\text{U}$

- (2)灵敏度高 X射线收集立体角大, 空间分辨率高。
- (3)谱线重复性好 适合于表面比较粗糙的分析工作。

### 缺点:

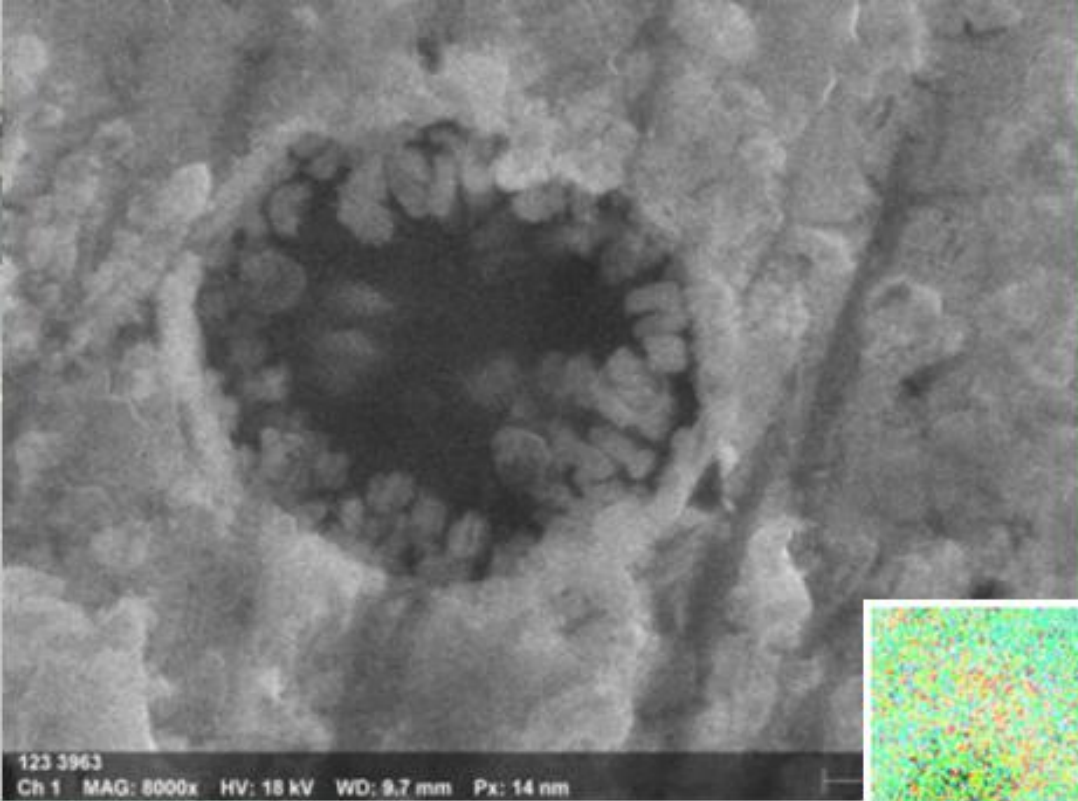
- (1)能量分辨率低, 峰背比低。能谱仪的能量分辨率(130eV)比波谱仪的能量分辨率(5eV)低。
- (2)工作条件要求严格。Si(Li)探头必须始终保持在液氮冷却的低温状态。
- (3)定量分析精度不如波谱仪。



## 4. 阴极荧光光谱及能谱——电子探针

- **定点分析：** 将电子束固定在要分析的微区上用能谱仪分析时，调整好束流，即可得到分析点的X射线谱线；用能谱仪分析时，几分钟内即可直接从荧光屏（或计算机）上得到微区内全部元素的谱线
- **线扫描分析：** 将谱仪（波、能）固定在所要测量的某一元素特征X射线信号（波长或能量）的位置，把电子束沿着指定的方向作直线轨迹扫描，便可得到这一元素沿直线的浓度分布情况。
- **面扫描分析（X射线成像）：** 电子束在样品表面作光栅扫描，将谱仪（波、能）固定在所要测量的某一元素特征X射线信号（波长或能量）的位置，此时，在荧光屏上得到该元素的面分布图像。

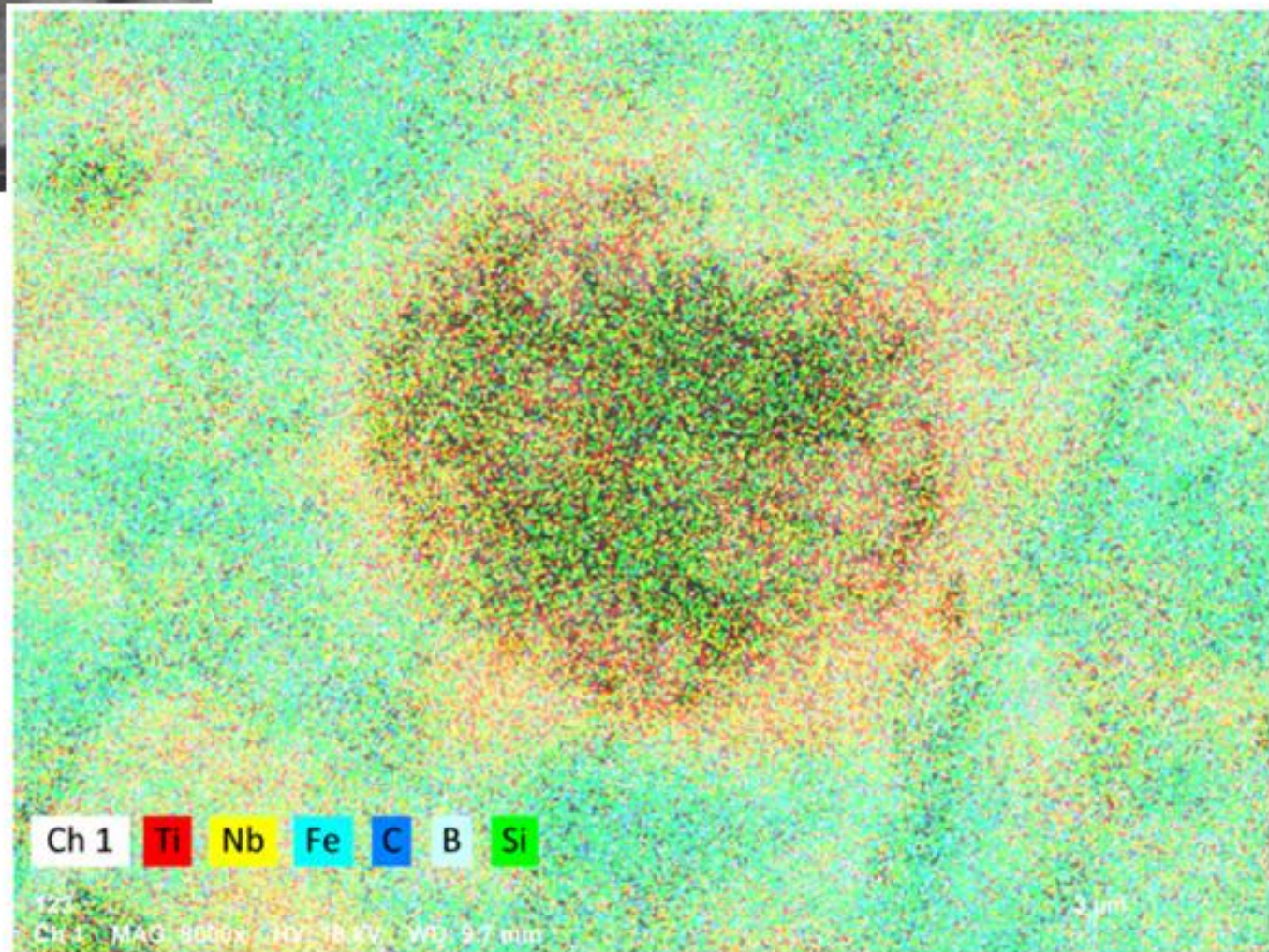




SEM

123 3963  
Ch 1 MAG: 8000x HV: 18 kV WD: 9.7 mm Px: 14 nm

EDS





## 5.SEM前景分析

如何进一步提高扫描电镜的图片质量和分辨力？

- 分辨力（二次电子扩散、球差）
- 探测器
- 清洗装置
- 试样座及样品台的稳定性
- 信噪比
- 轻元素





1. 理解扫描电子显微镜的工作原理、结构与组成，掌握表征仪器性能的主要技术指标。
2. 熟悉扫描电子显微镜的**样品制备**方法。
3. 掌握二次电子像、背散射电子像的像衬原理、特点、分析方法及应用；了解其它电子像的像衬原理、特点、分析方法及应用。
4. 了解能谱仪的工作原理，掌握它们的应用特点。
5. 电子探针的点分析、线分析和面分析的应用

# 扫描电子显微镜 基础课

谢谢收听，如有不妥，敬请指出  
邮箱：[1412365584@qq.com](mailto:1412365584@qq.com)

