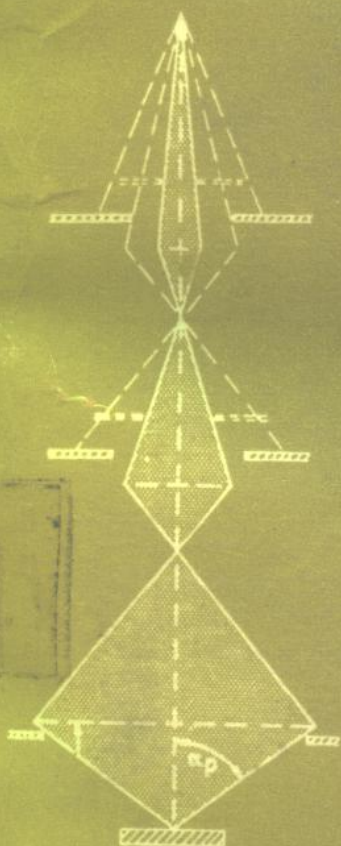


扫描电镜图象的形成 处理和显微分析

朱 宜 汪裕苹 陈文雄 编著



北京大学出版社

358485

TN16

Z91

扫描电镜图象的形成 处理和显微分析

朱 宜 汪裕革 陈文雄 编著



北京大学出版社

登记证号:



扫描电镜图象的形成
处理和显微分析

朱 宜 汪裕革 陈文雄 编著

责任编辑: 李采华

*

北京大学出版社出版

(北京大学校内)

北京大学印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

850×1168毫米 32开本 11.625印张 300千字

1991年9月第一版 1991年9月第一次印刷

印数: 0001—2,500册

ISBN 7-301-01536-4/O·249

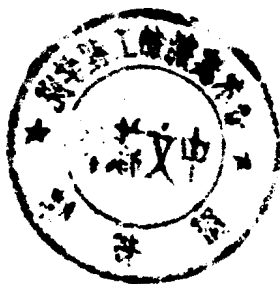
定价: 7.20元

内 容 简 介

DY/0031

本书是在北京大学电镜室多年来为全国高校电镜培训班和北京大学研究生院开设的扫描电子显微学课程基础上编写的教材。全书共分三部分。第一部分为扫描电镜的原理和使用。论述了电子光学的基本理论、近代扫描电镜的工作原理、图象形成的物理基础和各种衬度机制,介绍了新的高分辨背散射电子探测技术,并对扫描电镜的性能检测、操作使用、检修维护和样品制备等作了介绍。第二部分为X射线能谱分析方法。阐述了X射线的基础知识、Si(Li)X射线能谱仪的工作原理和调整维护方法,讨论了定量分析原理、主要参数的物理概念和计算方法,以及定性和定量分析的实验技术,此外对薄膜样品的分析也作了介绍。第三部分为数字图象处理。介绍了视觉和色度学的基础知识,阐明了联机图象处理系统的工作原理、扫描电镜图象的各种处理技术和粒度分析以及X射线面分布象。

全书理论联系实际,内容丰富,可作大专院校有关课程教材,也可供广大电镜工作者和从事材料科学、地质矿物、微电子学、生物、医学、化学等方面的科技人员阅读和参考。



前 言

本书是在朱宜编写的教材“扫描电子显微镜”(1979年)和“Si(Li)X射线能谱仪”(1978年)的基础上修改和充实而成的。经过作者多年来在全国高校电镜骨干教师培训班和北京大学研究生院的教学实践,使这两份教材不断得到完善。全书选材注意到适应不同专业学员的共同需要,尽量避免过多的数学推导,着重讲清分析原理和分析方法。目前写成的此书共包括三部分:(一)扫描电镜的原理和使用,(二)X射线能谱分析方法,(三)扫描电镜中的图象处理。

在第一部分中,比原教材增加了电子显微镜的理论基础——电子光学的基本知识;阐明了近代扫描电镜各构件的工作原理和使用方法;充实了图象形成的物理基础——信号电子的发射机理;从多种角度讨论了二次电子象的衬度;介绍了近年来的新成就——高分辨背散射电子探测技术;补充了有关电镜性能检测的项目和样品表面导电层的覆盖技术;作者还根据自己的工作经验叙述了如何选择正确的工作条件和分析排除有关的故障。

第二部分中介绍了X射线的基础知识;阐明了Si(Li)X射线能谱仪的结构、工作原理、性能和应用;补充了能谱仪的调整和维护方法;增加了X射线显微分析中的关键环节——定量分析——的基础概念、主要参数和计算方法(包括厚样品和薄样品两种情况);结合理论和实践经验介绍了实验条件的选择、定性分析和定量数据处理技术。

第三部分,数字图象处理方法,是扫描电子显微术和微区分析领域中近年来发展形成的新课题。这是原教材中没有而新增的内容。这里叙述了数字图象的基本知识;阐明了联机图象处理系

统的工作原理；针对黑白和彩色图象介绍了视觉感受和色度学方面的基础知识；列举了扫描电镜图象处理技术和图象分析方法；最后结合 X 射线分析介绍了 X 射线面分布象的处理方法。

本书第一、三、四、五和六章由朱宜编写，第八至十一章由汪裕苹编写，第二和七章由陈文雄编写。在编写过程中，得到了本校电子显微镜实验室全体同志的大力支持，作者对他们表示衷心的感谢。

由于水平所限，书中定有不少错误和欠妥之处，诚恳欢迎读者批评指正。

朱 宜、汪裕苹、陈文雄

一九八九年十月于北京大学

目 录

第一章 概论	(1)
§ 1.1 扫描电镜的工作原理	(8)
§ 1.2 扫描电镜中的信号种类	(5)
§ 1.3 扫描电镜的特性和用途	(8)
参考文献	(10)
第二章 电子光学	(12)
§ 2.1 引言	(12)
§ 2.2 旋转对称的静电场和静磁场	(12)
一、旋转对称的静电场	(12)
二、旋转对称的静磁场	(13)
§ 2.3 电子光学折射率	(14)
§ 2.4 高斯电子光学	(15)
一、傍轴区、傍轴条件和傍轴轨迹	(16)
二、高斯轨迹方程	(16)
三、理想成象	(17)
§ 2.5 电子透镜的概念及其基点元素	(20)
一、实在基点元素	(20)
二、渐近基点元素	(22)
§ 2.6 象差理论	(24)
一、三级几何象差	(25)
二、色差	(31)
三、机械象差、轴上象散	(33)
四、衍射象差	(34)
§ 2.7 静电透镜	(35)
一、轴上电位分布及静电透镜的分类	(35)
二、热发射三极电子枪	(37)

三、场发射电子枪	(38)
§ 2.8 磁透镜	(40)
一、磁透镜的磁路和结构	(40)
二、表征磁透镜的极靴形状、激励和电子光学性质的参数	(43)
三、扫描电镜中的物镜	(43)
四、新型磁透镜在扫描电镜中的应用	(44)
参考文献	(46)
第三章 扫描电镜的构件及其工作原理	(48)
§ 3.1 电子枪	(48)
一、亮度	(49)
二、寿命	(51)
三、最佳栅偏压	(51)
四、几种电子枪的性能比较	(53)
§ 3.2 聚光镜和物镜	(53)
一、聚光镜的作用	(55)
二、末透镜——物镜	(56)
三、末光阑	(59)
§ 3.3 偏转系统	(60)
一、扫描与放大	(61)
二、扫描光栅的旋转与畸变	(64)
三、电子束的消隐和截断	(67)
§ 3.4 辅助聚焦系统	(68)
一、频潜概念	(69)
二、消象散器	(70)
三、焦深、动态聚焦和自动聚焦	(72)
§ 3.5 收集(探测)系统——E.T.探测器	(75)
§ 3.6 放大系统	(79)
§ 3.7 真空系统	(80)
§ 3.8 显示单元	(81)
参考文献	(83)
第四章 信号电子的发射和二次电子成象	(84)
§ 4.1 电子的基本散射机制	(84)

一、弹性散射	(86)
二、非弹性散射	(87)
三、多重散射	(90)
§ 4.2 电子在固体中的穿透和扩散	(91)
一、电子的失能规律	(91)
二、电子在固体中的射程	(92)
三、电子在样品中的作用区	(94)
§ 4.3 背散射电子的产率	(96)
一、薄膜样品的背散射	(98)
二、块状样品的背散射	(100)
§ 4.4 二次电子的产率	(104)
一、二次电子产率的实验结论	(104)
二、简单的理论分析	(107)
§ 4.5 二次电子象的衬度	(109)
一、形貌衬度	(110)
二、成分衬度	(112)
三、电压衬度	(112)
四、磁衬度(第一类)	(115)
§ 4.6 二次电子象的分辨率	(116)
一、电子探针的直径	(117)
二、样品的衬度特性	(118)
三、二次电子的取样区	(120)
§ 4.7 二次电子象的模拟量处理	(121)
参考文献	(125)
第五章 扫描电镜的其它工作模式	(126)
§ 5.1 背散射电子成象	(126)
一、背散射电子探测器	(126)
二、背散射电子象的衬度	(129)
三、背散射电子象的分辨率	(132)
§ 5.2 背散射电子的通道图样(ECP)	(134)
一、电子通道衬度的形成	(135)
二、电子通道图样所要求的电子光学条件	(140)

三、获得大单晶ECP和小单晶SACP的实验方法	(141)
四、电子通道图中的信息	(143)
五、显示通道(或取向)衬度的显微象	(143)
§ 5.3 感生电信号模式	(145)
§ 5.4 阴极荧光技术	(147)
§ 5.5 扫描透射电子显微模式(STEM)	(151)
§ 5.6 其它	(152)
参考文献	(154)
第六章 扫描电镜的性能检测、使用和维护	(156)
§ 6.1 扫描电镜的性能检测	(156)
一、分辨率	(156)
二、放大倍率	(157)
三、畸变	(157)
四、样晶台的机械性能	(158)
五、真空系统的性能	(159)
六、其它	(159)
§ 6.2 扫描电镜样品的制备	(160)
一、样品的制备过程	(160)
二、表面导电层的覆盖技术	(161)
§ 6.3 扫描电镜工作条件的选择	(168)
一、常规工作	(168)
二、高分辨工作	(170)
§ 6.4 扫描电镜的操作调整	(171)
§ 6.5 故障的分析和排除	(173)
一、第一类故障——没有图象	(174)
二、第二类故障——图象质量极差	(175)
§ 6.6 日常维护	(178)
参考文献	(179)
第七章 扫描电镜图象处理	(180)
§ 7.1 引言	(180)
§ 7.2 数字图象	(181)
一、连续图象和离散数字图象	(181)

二、数字化设备	(183)
三、图象的显示和记录	(185)
§ 7.3 扫描电镜联机图象处理系统	(186)
一、联机图象处理系统的结构原理	(186)
二、联机图象处理系统的优越性	(186)
§ 7.4 视觉感受的某些限制和假象	(188)
一、人眼分辨灰度级的限制	(189)
二、人眼对亮度的对数式感受	(190)
三、视觉假象	(190)
§ 7.5 色度学的一些基本概念	(191)
一、彩色的三个基本参量	(192)
二、人眼的三种视敏曲线	(192)
三、三基色原理	(193)
四、色三角和RGB立方体	(194)
§ 7.6 图象的表示和变换	(195)
一、图象的表示	(195)
二、图象的变换	(195)
§ 7.7 扫描电镜数字图象的采集	(198)
一、多帧平均滤波	(199)
二、一级回归滤波	(200)
三、Kalman 滤波	(201)
四、三种滤波法的比较	(201)
§ 7.8 阴影校正	(203)
§ 7.9 噪声过滤。图象的平滑化	(204)
一、4-邻域平均	(205)
二、8-邻域平均	(206)
三、中值滤波	(206)
四、利用傅里叶变换去除噪声	(206)
§ 7.10 扫描电镜图象中定量信息的获得	(207)
一、线扫描图	(208)
二、图象强度直方图	(209)
§ 7.11 扫描电镜图象的增强	(210)

一、对比度增强	(211)
二、边缘增强	(216)
三、彩色增强	(221)
§ 7.12 图象分析	(223)
一、灰度分割和二值图象	(224)
二、填充	(225)
三、腐蚀	(225)
四、膨胀	(225)
五、分离	(225)
六、合并	(227)
七、骨架化和粒子边界重构	(228)
八、二值图象的精细化	(228)
九、二值图象的组合	(229)
§ 7.13 X射线面分布象	(229)
一、数字X射线象的采集	(229)
二、连续X射线产生的假象	(230)
三、分离特征X射线和连续X射线的方法——数字滤波法	(231)
四、死时间修正	(232)
五、X射线面分布象和线扫描的例子	(232)
参考文献	(233)
第八章 X射线能谱分析的基础知识	(235)
§ 8.1 引言	(235)
§ 8.2 X射线的基本性质	(236)
§ 8.3 特征X射线	(237)
一、产生机理	(237)
二、临界激发能	(240)
三、发射线能量	(242)
四、发射线强度	(243)
五、特征谱	(243)
§ 8.4 连续X射线	(245)
一、产生机理	(245)
二、连续谱	(246)

参考文献	(247)
第九章 Si(Li) X射线能谱仪	(248)
§ 9.1 引言	(248)
§ 9.2 能谱仪的结构和工作原理	(248)
一、概述	(248)
二、Si(Li)半导体探测器	(250)
三、前置放大器	(256)
四、主放大器	(257)
五、多道脉冲幅度分析器	(263)
六、能谱系统的“时间”概念	(269)
§ 9.3 能谱仪的性能指标	(270)
一、能量分辨率	(270)
二、其他性能指标	(274)
§ 9.4 能谱仪的应用	(274)
一、化学成分分析	(274)
二、单元素的线扫描	(275)
三、单元素的面分布	(277)
§ 9.5 能谱仪的调整和维护	(277)
一、能谱仪的调整	(277)
二、能谱仪的日常维护	(279)
参考文献	(280)
第十章 定量 X 射线显微分析的原理和方法	(282)
§ 10.1 引言	(282)
§ 10.2 X射线的空间分辨率	(283)
§ 10.3 X射线的产生	(285)
一、阻止本领	(285)
二、电离截面	(286)
三、X 射线发射率	(287)
四、背散射修正因子	(289)
§ 10.4 X射线的吸收	(292)
一、吸收的一般规律	(292)
二、质量吸收系数	(293)

三、吸收修正因子 $f(\lambda)$	(296)
§ 10.5 X射线的荧光	(299)
一、荧光激发电离比率	(299)
二、荧光X射线的强度	(301)
§ 10.6 X射线的强度	(302)
一、初始强度	(303)
二、观测强度	(305)
§ 10.7 定量X射线显微分析	(307)
一、ZAF修正	(308)
二、定量分析的方法	(309)
三、倾斜束的分析	(311)
§ 10.8 薄样品的分析	(313)
一、薄样品中产生X射线的特点	(314)
二、薄样品中X射线的强度	(315)
三、“比例法”定量分析	(316)
四、吸收修正和荧光修正	(318)
五、“连续法”定量分析	(321)
参考文献	(324)
第十一章 X射线能谱分析的实验技术	(326)
§ 11.1 引言	(326)
§ 11.2 误差和探测极限	(326)
一、准确度和精度	(327)
二、峰位和计数的误差	(328)
三、可探测极限	(331)
§ 11.3 实验条件的选择	(333)
一、加速电压的选择	(334)
二、计数率的选择	(335)
三、测量时间的选择	(336)
§ 11.4 定性分析技术	(337)
一、识别谱峰的一般原则	(337)
二、识别重叠峰	(339)
三、识别假峰	(340)

四、识别和减少杂散辐射	(341)
§ 11.5 定量分析技术	(343)
一、背底的扣除	(344)
二、重叠峰的剥离	(349)
三、特征峰净强度的计算	(351)
§ 11.6 对样品的要求	(353)
参考文献	(355)

第一章 概 论

在扫描电子显微镜(以下均简称为扫描电镜)的发展过程中,先后有三批科学家作出了重要的贡献。最早的试验开始于1935年M.Knoll的工作^[1]。他的兴趣在研究二次电子发射,故没有使用聚焦的电子透镜。紧接着M.von Ardenne于1938年发表了一篇理论性文章^[2],指出实现扫描电子显微的原理,并自制了一台电镜,尝试用聚焦的细电子束照射薄膜样品,使电子束与照相感光板同步运动以得到样品的透射放大象。他的工作因二次世界大战而中断,扫描电镜也在一次空袭中被毁。

二次大战初期(1942年),美国R.C.A.实验室V.K. Zworykin, J. Hillier 和 R. L. Snyder等人又制造了一架扫描电镜^[3]。他们把细电子束照射到厚样品上,探测反射电子而拍摄样品的扫描象。但是,当时信号的检测和放大技术还很不完善,背景噪声太大,所以未能得到广泛应用,工作没有继续下去。

经过六年的间隙,1948年C.W. Oatley 决定在英国剑桥大学工程系,把研制扫描电镜作为研究生的课题。这项工作一直延续了十三年,先后由他的几届学生相继参加工作,最后于1965年首先在英国制成商品,并写出论文^[4]。

他的第一个学生D. McMullan的工作是建立一台静电聚焦式透射电镜,配有辅助装置,包括扫描发生器,视频电路和监视器等。为了得到固体表面的扫描图象,他集中致力于利用提高电压和束流,收集大能量的背散射电子流等以提高图象分辨率。1953年K.C.A. Smith 接过这项工作后,在许多方面做了不少改进,如提高电子收集效率(包括收集透射电子和反射电子),改善样品的倾动装置等。以后,他又把电镜改成磁透镜式,采用双偏转扫描

系统和消象散器等。1958年以后, T. E. Everhart和R. F. M. Thornley 研制成一种新型的闪烁体——光电倍增管组合式高效率二次电子探头, 从而使图象分辨率大大提高。这种探头一直被沿用至今。

此外还值得提出的是灯丝方面的改进。1967年 A. N. Broers 制成一种新型 LaB_6 灯丝^[5], 使电子枪亮度提高一个数量级而且寿命大大延长。A. W. Crewe 则从 1968 年起把一种新的场致发射电子源用于扫描电镜^[6]。这种电子枪的亮度比普通热钨丝提高 10^3-10^4 , 而电子束可以聚得很细。1970年已可用它得到直径为 5Å 、束流为 $10^{-10}-10^{-11}\text{A}$ 的电子束, 在扫描式透射电镜(STEM)中观察到了有机物分子中所置换的重元素(Th或U)原子象。采用这种新电子源的扫描电镜图象分辨率很高, 如日立公司生产的 S-900 商品电镜分辨率已达 8Å 。

在开发多种衬度的扫描象方面, 应该提出的有: 1967年 D. G. Coates^[7] 首先看到了晶体(取向)衬度象; G. R. Booker^[8] 在晶体衬度和电子通道图样方面也做了不少工作; D. C. Joy和J. P. Jakubovics 于 1968 年直接观察到了磁畴^[9]等等。从 70 年代以来扫描图象的处理也得到了人们的重视。无论在模拟量^[10]或数字式处理^[11]中, 均已取得不少进展。

目前扫描电镜已在各方面得到广泛应用, 包括材料科学、地质、化工、生物和医学等。世界各国有不少工厂能生产多种优质电镜, 如英国剑桥科学仪器公司(CamScan 系列)、荷兰 Philips 公司、日本的 Hitachi 和 JEOL 公司等都不断推出各种型号的扫描电镜。联邦德国 Opton 公司于近年率先在国际市场上提供了第一台完全数字式的扫描电镜—DSM 950。此外, 美国、捷克等国也都生产扫描电镜。我国也已有生产扫描电镜的多年历史。