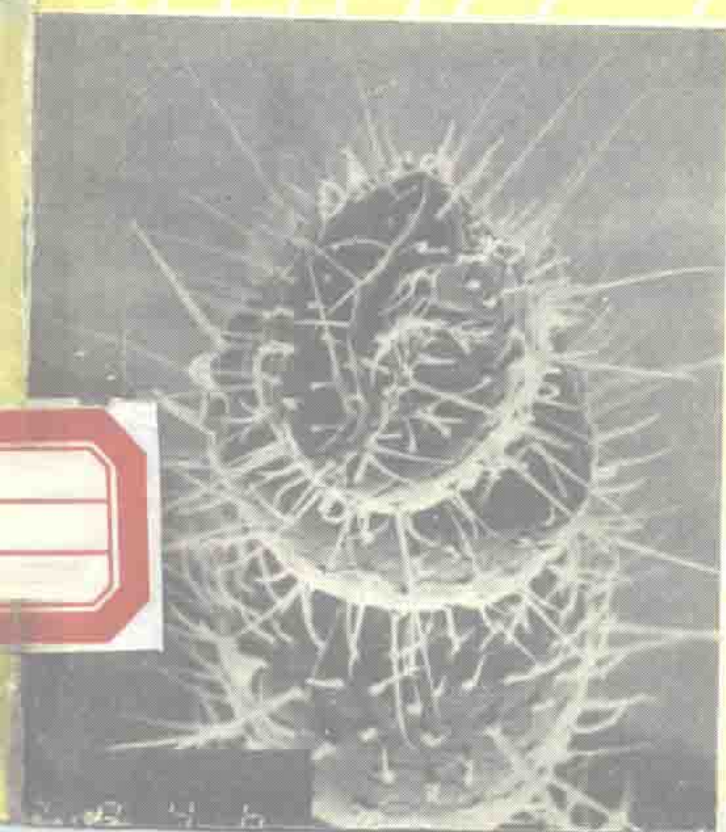


扫描电子显微术

(1979年会议资料选编)

姚骏恩 主编



原子能出版社

扫描电子显微术

(1979年会议资料选编)

姚骏恩 主编

原子能出版社

内 容 简 介

本书系第四届全国电子探针X射线微区分析及扫描电子显微镜应用经验交流会资料选编。内容包括电子探针和扫描电子显微镜的进展、电子和物质的相互作用、成象机理、仪器研制、试样制备、微区成分分析方法、分析过程自动控制和数据处理以及电子探针和扫描电子显微镜在金属材料、地质、半导体材料、生物、医学等科学技术领域中的应用。还收集了一部分电子显微镜和扫描电子显微镜的使用与维修经验,特殊器材与元件的制作方法和工艺技术方面的报告。

本书可供从事金属材料、地质、矿物、半导体、化学、生物、医学及工农业生产的微区分析科技工作者以及有关电子探针和扫描电子显微镜仪器制造、使用、维修、管理等专业人员和高等院校有关专业师生参考。

扫描电子显微术

(1979年会议资料选编)

姚骏恩 主编

原子能出版社出版

(北京2108信箱)

国防科工委印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

☆

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{16}$ ·印张19.5·字数467千字·插页1

1983年2月第一版·1983年2月第一次印刷

印数001—2700 ·统一书号: 15175·444

定价: 2.45元

前 言

第四届全国电子探针X射线微区分析及扫描电子显微镜应用经验交流会于1979年10月在杭州召开。会议由中国科学器材公司主持。来自全国各地的电子探针、扫描电子显微镜的研制和使用单位144个,共300名代表出席了会议。这次会议的代表之多,超过了以往任何一次,并且在学术报告的数量和质量上都大有提高。为了总结科研成果和实践经验,我们从90多篇报告中选取了63篇,汇编成册。内容包括电子探针和扫描电子显微镜的进展、电子和物质的相互作用、成象机理、仪器研制、试样制备、微区成分分析方法、分析过程的自动控制和数据处理;电子探针和扫描电子显微镜在金属材料、半导体材料、地质、生物、医学等科学技术领域中的应用;还收集了一部分电子探针和扫描电子显微镜的使用与维修经验、特殊器材与元件的制作方法和工艺技术。

参加本书编辑工作的有姚骏恩、吴自勤、董玉琢、李敏之、周剑雄、李成基、马金鑫和崔廷荣同志。

编者

1981年5月

目 录

扫描电子显微镜的进展.....	(1)
扫描电子图象的质量因素及其对电子束的要求.....	(9)
一种新的电子探针定量修正方法的应用与评价.....	(20)
X射线能谱定量分析中的一些数据处理问题.....	(30)
电子计算机和电子探针的联机自动化测量程序.....	(39)
缺陷象的分析和获得最佳图象的操作参数的选择.....	(46)
电子在厚试样中的散射和各种信息的产生(摘要).....	(54)
扫描电子显微镜中Ⅱ型磁衬度的实验结果及解析模型的改进.....	(55)
一种快速注释电子通道花样的方法(摘要).....	(62)
钨的电子通道图及其奇异花样(摘要).....	(63)
扫描俄歇电子显微镜.....	(64)
脉冲幅度分布随计数率的漂移和电子探针定量分析.....	(71)
流气正比计数器的振幅漂移效应.....	(75)
特征 X射线谱的重叠.....	(80)
X 射线能谱分析中某些干扰的讨论.....	(84)
二元合金成分的无标样 X射线能谱定量分析(摘要).....	(92)
标样计数强度统计分析及其应用.....	(94)
电子探针分析用的稀土标样.....	(98)
电子探针在化学键研究中的应用.....	(101)
用电子探针进行状态分析.....	(109)
镀膜技术的某些基本问题的讨论.....	(113)
奥氏体不锈钢应力腐蚀断口形态和蚀坑分析.....	(120)
W-7Ni-3Fe 合金 断口特征与微区成分.....	(127)
902 钢 海水腐蚀锈层结构及局部腐蚀原因分析(摘要).....	(133)
几种有色金属应力腐蚀断口扫描电子显微镜观察(摘要).....	(135)
奥氏体不锈钢在 $MgCl_2$ 溶液中应力腐蚀断口的 扫描 电子显微镜观察.....	(136)
珠光体组织的形变与断裂过程的动态观察.....	(141)
铜合金表面“鼓泡”的扫描电子显微镜观察.....	(146)
中碳铬镍钼钢的显微组织与断裂韧度及断口形貌之间的关系.....	(149)
在扫描电子显微镜上确定断裂面结晶学性质的技术(摘要).....	(154)
用扫描电子显微镜对石灰岩晶间隙的初步研究(摘要).....	(155)
扫描电子显微镜在石油地质上的应用.....	(156)
扫描电子显微镜在固体润滑研究中的应用.....	(165)

我国黑硼锡铁矿的发现及其工业意义(摘要).....	(169)
X 射线能谱仪在地质中的应用	(171)
电子探针在铀矿物研究中的应用	(176)
铂族元素矿物电子探针分析中谱线干扰问题的研究	(181)
细微颗粒的电子探针分析	(190)
微细矿物的电子探针研究方法及其发现的几种新矿物	(194)
稀土硼化物的电子探针测定	(204)
萃取相的电子探针分析	(211)
扫描电子显微镜电压衬度法和电子束感应电流法在半导体器件失效 分析上的应用	(217)
微区半导体材料参数的电子束测量	(226)
半导体微区光电特性的扫描电子显微镜研究(摘要)	(237)
$Ga_{1-x}Al_xAs$ 系组分与禁带宽度的阴极荧光分析 (摘要)	(238)
用阴极荧光形貌像法直接观察砷化镓中的缺陷	(239)
扫描电子显微镜医学生物学样品的苡烯干燥制备法	(247)
生物扫描样品的组织导电技术制备法	(250)
LG-1 型 临界点干燥仪及临界干燥法	(257)
扫描电子显微镜照相的拼片技术	(263)
鲤鱼组织扫描电子显微镜的若干观察	(266)
约翰逊型完全聚焦晶体	(270)
叉叉式钨丝电子源的制作	(274)
扫描电子显微镜用导电银浆的制备	(276)
检测扫描电子显微镜分辨率的“银网”的制备(摘要)	(279)
一种具有“S”型幅度响应的图象放大器	(280)
国产 DX-3 型扫描电子显微镜的维护	(285)
JSM-35 扫描电子显微镜 (SEM) 维修	(288)
英国 S4-10 型扫描电子显微镜维修点滴	(295)
英国 S-600 型扫描电子显微镜的检修	(299)
日立 HHS-2X 型扫描电子显微镜故障二例	(302)
日立 XMA-4B 型电子探针仪修复 简介	(304)

扫描电子显微镜的进展

姚 骏 恩

(中国科学院科学仪器厂)

扫描电子显微镜的应用范围日益广泛,已遍及现代科学技术领域及工农业生产。与几年前的情况^[1]相比,又有了很大进展,现仅就下述几方面作一介绍。

一、提高一般扫描电镜的分辨本领及操作性能

日本电子光学株式会社 JEOL 声称^[2],JSM-35C 型扫描电镜二次电子象的分辨本领,在工作距离为15毫米时已达60埃,检测试样是反差很好的喷镀在炭块上的金粒子。采用LaB₆电子枪时,可进一步提高到50埃。日立公司的 S-450型,明石公司的 ISI-100 型也达到了60埃的分辨本领。

莫尔 (Moll) 等发展了一种无方向性背散射电子探测法^[3],可以在入射束流 10^{-11} 安时得到分辨本领约 100 埃的背散射电子图象。其原理简述如下:在试样上面罩一个处于负100伏左右的网格,入射束激发出的能量为数十电子伏以下的二次电子被抑制,只有高能背散射电子可通过网格。分布在 2π 立体角内的背散射电子射向物镜下极靴及试样室壁,引起二次电子发射。这些电子为常规的二次电子探测器(收集极处于+300伏,闪烁体处于+12千伏)所捕获。因此最后在显象管上得到的是一个基本上没有方向性的背散射电子图象。严格说来,由于远离探测器的极靴面和试样壁产生的二次电子不如近处的那么容易被捕获,所以这种背散射电子图象仍带有一些方向性阴影。

JSM-35C 扫描电镜上利用了高分辨率背散射固体电子探头,在入射束流为 10^{-10} — 10^{-11} 安时分辨本领可达150—200埃^[2]。

此外,扫描电镜的操作性能等也有所提高。如日本明石-ISI公司声称^[4],分辨本领达60埃的 ISI-100 型扫描电镜中采用“自动电子束系统”:电子束流自 6×10^{-12} 安变到 1×10^{-5} 安,束斑相应自40埃变到8微米时不必改变物镜光阑、镜筒不必重新调整,聚焦及象散保持不变,图象没有位移;加速电压自1千伏变到40千伏(每步1千伏)时,象的亮度和聚焦不变,也不引起图象的移动和旋转,并有灯丝自动饱和、自动反差及亮度控制等措施。

二、场发射枪扫描电镜

由于场发射枪的亮度比一般发叉式钨丝阴极约高三个数量级,阴极源尺寸小,电子束能量分散度窄,使扫描电镜二次电子象的分辨本领达到30埃。现在场发射枪扫描电镜的种类和数量逐渐增多,操作性能也有所提高。美国库茨-维脱 (Coates and Welter) 公司生产的 HPS系列,选其性能最优,分辨本领达30埃的为 HPS-30型,分辨本领50埃的则为 HPS-50

表 1 场发射扫描电镜

型 号	一 般		加 速	电 压	HPS50 (美C.W 公司)	HPS50	低 加 速	
	JSM-F(JEOL)	JSM-F7					低加速SEM(日立 试制)	加速 SEM JEOL试制
电子枪	栅极式(310)		Bultor	单阴极(310)	Bultor(310)	同左	三级式(310)	(310)
阴极尖置换	组合式, 预调整, 真空密封		换 阴 极	换 阴 极			换 阴 极	同JSM-F15
加速电压(千伏)	15	7	1—25	4			0.5—7	1—15
分辨本领(埃)	30	70	30	100(4—6千伏)	50(15千伏), 200(1千伏)		100(1千伏)	(可望) 30 (5千伏)
透 镜	1		2	1	1		1	2
放大倍数	观察 60X—150000X 照相 40X—100000X		20X—300000X	50X—45000X	观察 200X—200000X 照相 100X—100000X			
扫描系统	慢: 10秒 快: 2:0.2秒 照相50秒		X: 0.2—10毫秒 Y: 0.05—100秒 照相 X: 17—166毫秒 Y: 40—420秒	TV 2:1同行	TV 观察及照相 4:1同行 16:1		1—200秒	
高分辨显象管	2000行			无	1000行, 4200行 X—Y±10毫米 倾斜63° 旋转360°			
试样台	X, Y±7.5毫米 倾斜—25°—90° 旋转360° 试样 10φ×10毫米 32φ×10毫米		X±8毫米 Y±5毫米 旋转360° 10φ×5毫米	X—Y±5毫米 倾斜±90° 旋转360° 15φ×10毫米	0.75"φ最大3"		X, Y	试样 φ10×7毫米
试样置换	4分钟 全自动		气 锁 阀	8—20分				
真空系统	电子枪极限真空优于2×10 ⁻⁹ 托 复合泵: 离子泵(800升/秒) 离子泵(30升/秒) 离子泵(20升/秒) 机械泵		5×10 ⁻¹⁰ 托 离子泵 2个 油扩散泵 1个 油机械泵 2个	离子泵(20升/秒) 离子泵(20升/秒) 吸附泵 机械泵	电子枪1×10 ⁻⁹ 托 离子泵 离子泵 离子泵 机械泵		5×10 ⁻¹⁰ 托 试样室1×10 ⁻¹ 托	
自动系统	抽真空 电子发射 闪电(Filashing) 试样置换			真空系统				
型 式	桌 式			台 式			桌 式	桌 式

型等,观察及照相都采用电视频率扫描。日本日立公司的 S-700 型场发射枪扫描电镜(用快速扫描观察,单次慢扫描照象),分辨本领也为30埃;以电视频率扫描的 S310 型,分辨本领为100埃。日本电子公司的 JSM-F15^[6] 和 JSM-F7 型的分辨本领分别为30埃和70埃,加速电压各为15千伏和7千伏,也是快速扫描观察,单次慢扫描照象。

三、低压扫描电镜

加速电压低到1千伏左右的低压扫描电镜在观察绝缘体时,试样不易发生充、放电现象。上述美国 HPS 系列场发射枪扫描电镜采用电视扫描缩短了电子束在观察区域上各点循环扫描的周期,进一步减少了充、放电现象,所以在低加速电压下可以直接观察绝缘体。HPS-30 在加速电压为1千伏时,分辨本领可达100埃。

日本日立中央研究所最近试制成了一种低压扫描电镜^[6],采用三级场发射枪,加速电压为500伏至7千伏,在1千伏时分辨本领约为100埃。

日本电子公司也制成场发射枪低压扫描电镜^[7]。物镜是改进的 Snokel 透镜,上极靴内孔直径为20毫米,下极靴中没有小孔,极靴间距为22毫米。尺寸大到 $\phi 10$ 毫米 $\times 7$ 毫米厚的试样可以插入极靴间。二次电子则自上极靴孔中引出。如分辨本领以电子探针直径的70%计,则在5千伏加速电压下,分辨本领可望达到30埃。

有关场发射枪扫描电镜、低压扫描电镜的性能列在表1中。

四、生物用扫描电子显微镜

生物体一般都含有水分,直接放入扫描电镜中观察或使其自然干燥都会因脱水而发生假象。把含水生物试样迅速冰冻并在扫描电镜中冰冻刻蚀试样观察,有利于观察试样的自然状态。

美国意太克(ETEC)公司发展了一种生物扫描电镜 Biosem^[8],在原来的 Autoscan 上装上一个冰冻冷热试样台。把装有生物试样的试样杯迅速放入液氮中冷却后,送进刻蚀室中。如需观察内部结构则可用一冷刀把它切开。调节冷热台的温度,使冰升华而呈现细节浮雕。为了提高反差和减小充放电现象还可蒸发一层金,最后送入试样室中进行观察。所有这些过程都是在扫描电镜中不破坏真空状态下进行的。图象可以分别存储在二个录象管上。例如,可以用来比较喷涂前后的试样。为了进行化学成分分析,备有一倾斜 X 射线分光晶体谱仪;也能装配一个二次离子质谱计(SIMS),以分析包括氢在内的超轻元素。

日本日立公司的 S-450 扫描电镜和日本电子公司的 JSM-35C 扫描电镜也配备了这种试样冰冻系统。

五、频闪(Stroboscopic)扫描电镜

频闪扫描电子显微镜的基本原理是:一束电子在高频偏转场的作用下,经过光阑小孔后得到宽度极窄的脉冲电子束(图1)。当试样的状态呈周期性变化,而照射脉冲电子束与其同步时,利用二次电子信号观察到的将是一稳态现象。例如半导体器件在某位相时的电压反差

象。调节该器件和脉冲门间的移相器，即可得到其它位相的象。

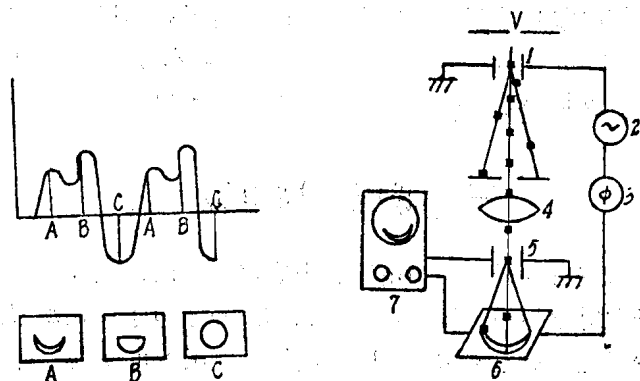


图1 频闪扫描电镜原理图

1. 脉冲门; 2. 信号发生器; 3. 移相器; 4. 电子透镜; 5. 扫描偏转板;
6. 试样; 7. 示波器。

尤拉 (Ura) 等^[9]在 JSM-35型扫描电镜的电子枪和聚光镜之间装了一个脉冲门，测得的最小脉冲宽度 (半宽度) 仅为 0.2 微微秒。改装后扫描电镜二次电子象的分辨本领仍为 70 埃。由与脉冲门相同频率 (1 千兆周) 触发的耿氏二极管频闪显微象中，可以清楚地观察到动态电压反差象——偶极畴的运动情况。另外，在这种频闪扫描电镜上也可研究集成电路中各点的电压波形 (电压分辨率可达 50 毫伏)，从而得到信号在各点间的传输时间。因此对于分析高速、高集成度半导体器件的性能和故障检查是十分有用的。

六、分析扫描电镜

扫描电镜上配备 X 射线晶体谱仪 (WDX) 或 X 射线能谱仪 (EDX) 后便可兼具电子探针的功能。近年来 WDX 和 EDX 都在克服其主要缺点 (如前者的分析速度慢，后者的定量分析困难) 方面前进了一大步。

(1) 在 X 射线晶体谱仪方面，由于计算机技术的发展，已经实现了分析过程的半自动化和自动化，并缩短了 ZAF 定量修正的时间。用三、四道 X 射线晶体谱仪同时分析，可以大大提高定量分析的速度。例如，法国卡米卡 (Cameca) 公司的 Camebax 型扫描电镜电子探针，1976 年时对含 6 个元素的试样进行分析，4 道谱仪先分别对 4 个元素再对另二个元素，自动计数测量和校正，各需 1.5 分钟，ZAF 修正约 15 分钟，数据打印约 1 分钟，总计 18 分钟左右。现在由于改进了计算程序，ZAF 修正只需 40 秒，再加测量强度需 1.5 分钟，所以一个样品的定量分析只要 2 分多钟就可以了 (不包括置换试样等辅助时间在内)^[10]。

由于仪器的自动化，计算机控制和数据处理，大大提高了分析速度，但对 X 射线谱仪也提出了一些新的要求，如快速运动时谱仪结构的稳定性、零件的耐磨性，为提高定量分析的精度，计数率应尽可能高，谱峰不宜过窄 (减少晶体位置误差的影响) 等。因此卡米卡公司放弃了以前用约翰逊型晶体以获得高分辨率的办法，而改用约翰型，把从 LiF 晶体直接解理得到的晶片粘在柱面晶座上，简化了晶体制备工艺^[10]。

(2) 在 X 射线能谱仪方面，Si(Li) X 射线能谱仪具有分析速度快、灵敏度高等优点，大

部分扫描电镜都配备了这种X射线成分分析装置。但由于能量分辨率差、峰背比低及探测器前铍窗的吸收,所以多用于原子序数11(Na钠)以上的元素定性、半定量分析。近来X射线能谱仪在定量分析方面有很大进展,例如对矿石钛角闪石进行分析,与化学分析得到的结果误差在 $\pm 0.7\%$ 以内。此外,还发展了无标准试样分析方法,并开始有可检测炭,氮,氧,氟的无铍窗的X射线能谱仪供应^[11]。

如果使用者的主要目的是观察试样的微区形貌及进行定性、半定量分析,那么以选用扫描电镜加Si(Li)X射线能谱仪为宜。若需进行大量的多元素、低含量的精确定量及超轻元素分析,则最好使用同时配备多道(三道以上)X射线晶体谱仪并且以电子探针为主的仪器(例如法国卡米卡公司的Camebax,日本电子公司的733型等)。现在很多扫描电镜、电子探针上可同时配备WDX和EDX、美国意太克(ETEC)公司的adres-x型和法国Camebax型等,还把这两者统一起来,使用同一台计算机来进行分析。

七. 扫描俄歇电子显微镜

近年来表面科学发展十分迅速,分析物质表面的性质即表面形貌、成分、结构和电子能态的方法已不下数十种,如俄歇电子谱仪AES,X射线电子谱仪XPS,紫外线电子谱仪UPS,二次离子质谱仪SIMS等。这些手段能分析的最小区域一般是微米或毫米量级。把扫描电镜与俄歇电子能谱仪结合成一体扫描俄歇电子显微镜,能分析不均匀的固体表面,分析范围可以小到 500×500 埃²,深10埃的表面微区,为一般电子探针X射线微区的分析范围(约 0.5×0.5 微米²,深1微米)的 10^5 分之一,且更有利于超轻元素分析。例如测定表面的化学组成,研究金属材料晶界偏析元素分布和大规模集成电路分析等。配备离子剥蚀枪后,还可作深度分析。显然,试样必需保持在 10^{-9} — 10^{-10} 托的超高真空中,以获得洁净的表面,保证分析的真实性。

关于扫描俄歇电子显微镜的发展,将有专文讨论^[12],这里不再赘述。

八、提高电子枪的性能

1. 场发射枪

场发射枪的亮度高,阴极源尺寸小,相干性好是其突出优点,但是发射电流噪声大,束流稳定性差。即使在超高真空(10^{-9} — 10^{-10} 托)下,钨晶尖的发射工作电流由于表面逐渐吸附气体而增大,最后,甚至达到放电的程度从而损坏晶尖。因此需要经常在工作过程中通电加热,进行闪电(Flash)处理,以驱除吸附的气体。其次,置换新钨晶尖后,从预抽真空到烘烤枪室去气,冷却到室温,再达到超高真空 10^{-9} — 10^{-10} 托,往往要花费一整天的时间,而新晶尖在刚开始工作的一段时间(例如一、二天)内得不到高质量的图象。因此场发射枪的操作,维护要比一般发叉式钨丝阴极和LaB₆枪繁杂而费时得多。最近,日本电子公司声称,他们生产的JSM-F系列桌式场发射扫描电镜已将钨单晶尖的闪电处理和真空系统自动化,操作者在使用时可不必分心监视发射尖的工作状态。另外,还实现了场发射枪的组件化:换钨单晶尖时,只需把预先装配、调整好并保持在超高真空下的组件枪换上即可,大大简化了操作,一、二小时后就重新开始工作。

2. LaB₆ 电子枪

目前已大多采用直热式LaB₆阴极电子枪。日本电子公司已将这种电子枪用于JSM-35扫描电镜, JEM100CX射线透射电镜和JAMP-10型扫描俄歇电子显微镜中^[13]。在图2所示的结构中, LaB₆阴极尖是用两块定向石墨小块靠螺钉的压力夹紧的。由于这些材料的膨胀系数不同, 在高温下LaB₆因接触不良, 温度升高引起局部蒸发, 使栅极孔污染, 降低了寿命。现已改为用弹簧片通过瓷棒压紧支杆, 减少了因热膨胀带来的压力变化(图3)。

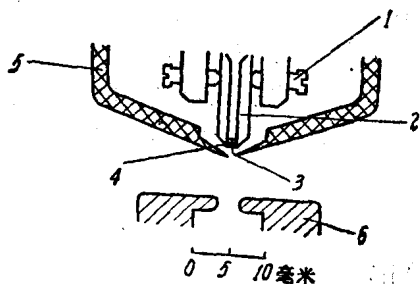


图2 用螺钉紧固热压石墨块夹住LaB₆阴极

1. 螺钉(不锈钢); 2. 支杆(不锈钢);
3. LaB₆阴极尖; 4. 加热器(热压石墨);
5. 栅极(不锈钢); 6. 阳极(不锈钢)。

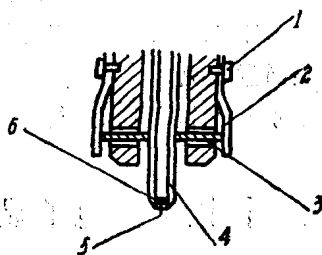


图3 用弹簧片压紧热压石墨块夹住LaB₆阴极

1. 螺钉(不锈钢); 2. 弹簧片;
3. 瓷棒; 4. 支杆; 5. LaB₆阴极;
6. 热压石墨。

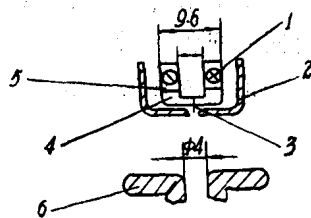


图4 日立H600型电子显微镜用直热式LaB₆电子枪

1. 螺钉(不锈钢); 2. 栅极(不锈钢);
3. LaB₆阴极尖; 4. 釉质炭;
5. 支杆; 6. 阴极(不锈钢)。

日本日立公司采用(001) LaB₆单晶^[14], 电子枪室的真空度为 2×10^{-7} 托, 工作温度15.50℃, 加热功率7瓦, 发射尖的曲率半径为40微米, 栅极孔直径1.5毫米, 在H600型透射电镜上, 加速电压为100千伏时, 亮度 $B=7 \times 10^4$ 安/厘米²·立体角。阴极单晶(001) LaB₆尖与釉质炭(Glassy Carbon)直接加热粘合, 十分牢固(图4)。

电子枪室中的氧分压对LaB₆发射电流的影响很大^[15]。阴极温度愈高, 允许的氧分压愈大。在1400℃时, 10^{-6} 托的氧分压对发射电流已几乎没有影响。

3. 磁场叠加型电子枪

一般发叉式阴极电子枪在适当的栅偏压下可达到理论亮度值。在大发射电流即低栅偏压时, 由于电子枪静电透镜本身的象差, 往往达不到这个最佳值。电子枪静电透镜上叠加一磁场, 便能在相当宽的栅偏压范围内达到或接近理论值, 从而改善了电子枪的操作性能。对于点状阴极电子枪, 当栅极附近存在一定强度的磁场时, 也可在低栅偏压下获得近似于最佳栅偏的亮度^[16]。

4. 发叉式电子枪

对一般电子枪的几种栅极形状, 文献[17]用表面电荷法计算了电场强度及电子轨迹。计算表明, 以凸锥状(120°)栅极在阴极附近产生的电场最强, 电子枪的性能最佳。

九、提高扫描电镜的真空度及减少试样污染

为了提高电子枪的性能、电子束的稳定性、减少试样的污染等, 电子显微镜的工作真空度近几年来已逐步提高。场发射枪需达到 10^{-10} — 10^{-9} 托, LaB₆枪约 10^{-6} — 10^{-7} 托, 进行表

面分析时要求试样室真空度约为 10^{-9} — 10^{-10} 托, 镜筒内真空度也有达到 10^{-7} 托的。

在一般扫描电镜中, 滞留在试样表面的碳氢化合物分子在电子束作用下将形成一污染层, 影响各种信息的质量。污染的来源主要是: 吸附在试样室表面及试样上的碳氢化合物, 密封圈(橡胶或塑料), 真空脂和泵液等。因此, 减少污染的方法是: (1) 采用超高真空系统; (2) 改进扫描电镜镜筒及真空系统: 如加扩散泵液氮冷阱, 液氮防污染装置, 油泵上加分子筛吸附阱, 采用预先烘烤去气的氟橡胶(Viton)密封圈去气, 镜筒放大气时以干燥氮气填充; (3) 用全氟聚醚 PFPE (Perfluoropolyether), 如 PFPE-Y VAC 18/8, Forblin Y-16 作扩散泵液和机械泵液, 可使污染速率接近零。如果原来用的是硅油, 则应拆开扩散泵, 去油清洗, 并以丙酮及酒精擦洗试样室中容易达到的表面, 就可把污染率减低一个数量级以上, 而抽气速率和达到的真空度也不低于原来的泵液^[16]。由于全氟聚醚价格昂贵, 机械泵中仍使用一般的机械泵油, 所以在前级管道中应加一分子筛吸附阱。

十、自动化和计算机控制

现在已有多种电子探针扫描电镜实现了电子计算机自动和半自动控制, 如美国意太克(ETEC)公司的Adres-x型, 法国卡米卡公司的Camebax型, 英国剑桥仪器公司的Microscan 9型, 日本电子公司的733型。岛津公司的EMX-SM700系电子探针扫描电镜更有一个和EMX-SM中完全一样的真空模拟试样室, 在1英寸大小的试样柱上可放20个试样, 用光学显微镜观察后输入计算机, 即可对感兴趣的部分自动定位, 进行定性定量分析。

商品扫描电镜中也已采用了多种信号处理方法, 如亮度及反差自动保持, 试样倾斜角度校正, 图象旋转, γ 调制, 磁带录象, 几种图象同时显示等, 简化了操作, 提高了图象质量。蒂(Tee)等^[17]发展了一种自动聚焦和消象散系统。其基本原理是: 对每个象元的亮度梯度进行计算, 以全部象元的梯度总和作为聚焦清晰与否的量度。从低倍开始, 对不同聚焦电流值的扫描图象进行计算, 得到一个最清晰的图象。然后逐步自动增加放大倍数, 在聚焦电流附近变化电流, 如此逐步逼近, 最后达到正聚焦。聚焦电流精度可达60微安, 在工作距离为5毫米时相当于2微米的聚焦精度。消象散的方法是, 在正聚焦上下, 使聚焦电流改变一个定值, 得到两个图象。如果存在象散, 图象将在两个相互垂直的方向上发生模糊, 对过聚焦和欠聚焦象的四个向量阵进行计算即可求得模糊量及其方向。这四个向量的大小分别代表在相隔 45° 的4个方向上的亮度梯度; 每个向量给出图象在这个特定方向上的清晰度。与上述自动聚焦相同, 每个向量是所有象元上的单个向量值之和。这两个象在某一方向的清晰度(用向量的大小表示)决定于象散值和试样本身的细节形状, 而后者与正聚焦或欠聚焦无关。因此两个象的相应向量值之差代表象散的变化。对这四个向量差之和进行计算就得到一个能够表征这个变化的量。象散的方向也可从这两个向量阵求得。利用这个信息, 和自动聚焦过程一样, 采用逐步逼近、自动改变消象散器中的电流来消象散。因为消象散也可能引起聚焦的变化, 所以还要再进行自动聚焦。目前, 这种方法还处于发展初期, 从任何试样位置开始, 自动聚焦约需4分钟, 而消象散需2分钟左右。如果采用更有效的方法, 将会大大缩短这个过程。

作者使用的是Alpha LSI 2/20G小型数字计算机(Computer Automation Inc), 存储量为24K。

对于表面抛光的试样,也可以利用当入射电子束聚焦(电流密度最大)时,试样吸收电流值有一极值的原理来实现自动聚焦^[20]。

小 结

扫描电镜与其它科学仪器一起为探索微观世界的奥秘,发展工业生产作出了贡献。今后必将在进一步提高分辨本领、简化结构、方便操作、扩大使用范围等方面得到更大的发展。

参 考 文 献

- [1] 姚骏恩, 物理, 7, No. 3, 144 (1978).
- [2] JEOL 公司, JSM-35C 型扫描电镜产品样本。
- [3] S. H. Moll, et al., Scanning Electron Microscopy, SEM Inc., p. 303, 1978, I.
- [4] ISI 公司产品样本。
- [5] JEOL 公司, JSM-F15 型扫描电镜产品样本。
- [6] 銚谷義雄等, 日本电子显微镜学会第 35 回学术講演会講演預稿集。日本电子显微镜学会第126页, 1979年。
- [7] 相原龍三等, 同上, 第 125 页。
- [8] ETEC 公司, Blosem 产品样本。
- [9] K. Ura et al., JEOL News, 16E, No 2, 12 (1978).
- [10] 董远通:(法国 Cameca 公司)口述。
- [11] HITACHI Technical Data Sheet SEM No. 21.
- [12] 姚骏恩, 扫描俄歇电子显微镜, 见本书。
- [13] S. Nakagawa, JEOL News, 16E, No. 1, 2 (1978).
- [14] 松井功, 35 回日本电镜講演会預稿集第 103 页, 1979 年。
- [15] 细木茂行, 同上, 第 102 页。
- [16] 大下昭憲等, 同上, 第 101 页。
- [17] 大江俊美等, 同上, 第 98 页。
- [18] D. E. Miller, Scanning Electron Microscopy SEM Inc., p 513, 1978, I.
- [19] W. J. Tee, K. C. A. Smith and B. M. Unitt, Proc. Conf. EMAG-1977 (ed. D. L. Misell), Inst. Phys., pp. 95—98, Bristol and London, 1977.
- [20] C. Le Gressus, D. Massignon, A. Magami and H. Okuzumi, Scanning Electron Microscopy, SEM Inc., 1979, II.

扫描电子图象的质量因素及其对电子束的要求

江 家 莹

(江南光学仪器厂)

为了给出一幅扫描电子图象,最小电子束电流、电子束直径取决于观察对象(样品)、信息种类和对图象质量的要求。

本文从图象质量的考虑开始,计算对电子束的要求,然后讨论样品和信号种类的影响。

一、扫描电子图象的质量因素

一幅优良的扫描电子图象,应该是细节清晰、内容丰富、层次分明、有一定的对比度。通常可以用以下一些因素来定量地描述扫描电子图象的质量。

1. 分辨率

分辨率是图象的重要质量因素之一。而仪器能达到的最高分辨率,则是扫描电子显微镜最重要的性能指标。因为全部图象的主要问题,就是什么样的物理机制决定了衬度,以及能够在图象上鉴别样品中两点间的距离小到何种程度。

图象分辨率和电子束直径的关系并不是很直接的,因为分辨率既与电子束直径有关,也与样品颗粒大小有关。一种较为简单的分析方法是,假定电子束直径为 d ,样品质点直径为 D ,这个质点在图象中的视在直径可以认为是 $\sqrt{d^2 + D^2}$ 。如图1所示,两个高斯分布象点的间距等于它们的直径,那么强度叠加的中间凹点为峰值的75%。倘使图象的灰度级高于4,这两点将可以分辨开来。 d 和 D 的最佳比例取决于样品性质和衬度机制。使 D 比 d 小很多是不可取的。因为这会带来很大的噪声。作为第一级近似,取 $D=d$,分辨率即为 $\sqrt{2}d$ 。也就是说,当样品合适时,图象分辨率是电子束直径的 $\sqrt{2}$ 倍。

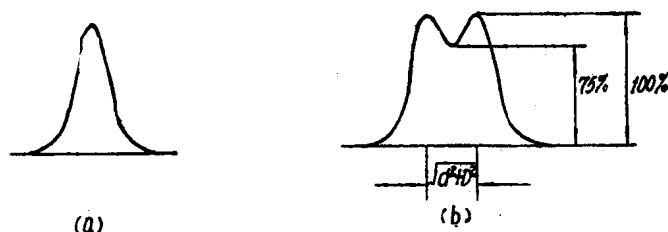


图1 两个高斯分布相加

- (a) 一个象点的高斯分布;
- (b) 两个象点的高斯分布。

目前用于扫描电子显微镜分辨率检测的样品,例如银栅、磁带等, D 都比 d 大很多,分辨率是用大颗粒间的窄缝测定的。考虑到这时边缘强度仍具有高斯分布性质,可以认为上述推算仍然有效。

2. 象元

一幅图象包含信息数量的多少,可以用“象元”来表示。“象元”是组成图象的最小区域,每一个象元都具有可分辨灰度级 m 中的某一级 m_r 。在象元内部,灰度是均一的,并且由信号对电子束中心在该象元中停留时间的积分来决定。

象元数目受显象管亮点截面或人眼分辨极限的限定。对于具有 N 条线分辨能力的方屏显象管,可以容纳的象元为 N^2 。人眼分辨极限一般在 0.1 到 0.2 毫米之间,因此观察显象管屏的线度应当是

$$L \geq N \times (0.1 - 0.2) \text{ (毫米)} \quad (1)$$

如果扫描一帧图象的时间为 T 秒,那么电子束中心经过一个象元的时间

$$\tau = \frac{T}{N^2} \quad (2)$$

应该等于视频放大器的上升时间。

3. 衬度和灰度

衬度 C 是图象中最亮象元亮度 $B_{\text{最大}}$ 和最暗象元亮度 $B_{\text{最小}}$ 之比

$$C = \frac{B_{\text{最大}}}{B_{\text{最小}}} \quad (3)$$

阴极射线显象管的亮度和调辉电压(视频信号) V_c 之间有如下关系^[3]

$$B = AV_c^\beta \quad (4)$$

其中 $A = A(V_s)$ 是显象管阴极电位 V_s 的函数,而 $\beta = \beta(V_s)$ 是栅极电压 V_s 的函数, A 和 β 是显象管工作特性。 V_c 受视频信号处理系统的影响。最基本的视频处理有两种,黑电平控制和 Γ 控制:

$$V_c = \begin{cases} (V_s - V_b)^\Gamma & (V_s - V_b) \leq V_m \text{ 时} \\ V_m & (V_s - V_b) > V_m \text{ 时} \end{cases} \quad (5)$$

其中 V_b 是黑电平, V_m 是箱位电平, Γ 通常选择为 1、 $\frac{1}{2}$ 、 $\frac{1}{3}$ 。 V_s 是探测器输出信号,它和平
均输入信号量子数 $\bar{n}$ 之间的关系是

$$V_s = \delta \bar{n} + V_n \quad (6)$$

δ 为转换系数, V_n 是探测器引起的电噪声。

由此可见,衬度不仅取决于电子束、样品和信号种类,也取决于视频系统和显象管特性。在实际工作中,不但希望图象有一定衬度,而且希望图象有丰富的层次。可以用所谓“灰度级” m 来描述这个质量因素:一幅图象最多能分成 m 个可以分辨的亮度等级,每一象元只具有某一亮度 B_r ,相应于第 r 级视频电平 V_{cr} 。由于人眼对光通量(正比于亮度)的感觉有对数特性,所以具有相等电平差 ΔV 的象元,在感觉上具有“相等”的亮度差。于是问题归结为如何确定输入信号量子数和视频电平间的关系。目前对此有三种方式^[1]:

第一,线性的,即与相邻电平间的量子数差异 $\Delta \bar{n}$ 是常数。

第二,等比的,即每相邻电平间的量子数按同一比例变化。

第三, 具有同样的可靠性, 即从图象的最暗到最亮部分, 保持同样的信号噪声比。

如果暂且忽略 V_n , 并且不考虑黑电平控制 V_b , 那么由式(5)、(6)可以得出

$$V_c \propto \bar{n}^\Gamma$$

图2绘出了 $\Gamma = 1$ 和 $\Gamma = \frac{1}{2}$ 时 V_c 和 $\bar{n}$ 之间的关系。可以看到, 对于 $\Gamma = 1$, $\Delta\bar{n}$ 是相等的, 相应于上面讲的第一种方式。下面将证明, 当 $\Gamma = \frac{1}{2}$ 时, 整幅图象具有同样的信号噪声比, 相当于上述第三种方式。在这两种情况下, 与第 r 级灰度象元对应的信号量子数分别是

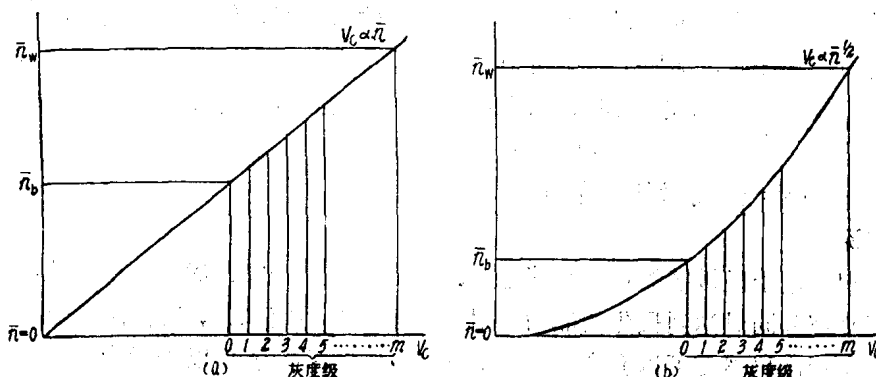


图2 灰度电平的两配置方式

(a) $\Gamma = 1$ 时 V_c 与 $\bar{n}$ 之间的关系;

(b) $\Gamma = \frac{1}{2}$ 时 V_c 与 $\bar{n}$ 之间的关系。

$$\Gamma = 1 \text{ 时 } \bar{n}_r = \frac{r}{m} \bar{n}_w + \frac{m-r}{m} \bar{n}_b \quad (7a)$$

$$\Gamma = \frac{1}{2} \text{ 时 } \bar{n}_r = \left[\frac{r}{m} \sqrt{\bar{n}_w} + \frac{m-r}{m} \sqrt{\bar{n}_b} \right]^2 \quad (7b)$$

$\bar{n}_w$ 和 $\bar{n}_b$ 分别是与图象中最亮和最暗象元相对应的信号量子数。

4. 信号噪声比

图象的信号噪声比反映了象元具有某一灰度级 m , 或某一视频电平 V_c 的可靠性。具有第 r 级灰度象元的信号噪声比定义为

$$K_r = \frac{\Delta \bar{n}_r}{\bar{n}_{nr}} \quad (8)$$

这里 $\Delta \bar{n}_r$ 是第 r 级和 $r+1$ 级电平相对应的信号量子数差, $\bar{n}_{nr}$ 是第 r 级灰度电平中总的噪声量子数。误差函数的计算表明, $K=1$ 时, 一个象元的灰度出现误差的几率是0.31, 也就是大约三个象元中会有一个象元的灰度是失真的。不同 K 值下, 象元灰度出现误差的几率如表1所示。 K 的大小反应了图象中的噪声水平。根据不同的需要取不同的 K 值。在电视图象中, 一般要求 $K=5$ 。在扫描电子显微镜中, 对于低放大倍数, 取 $K=5$ 较好; 对于高放大倍数,