



扫描电子显微镜

第一册

仪 器

The Scanning
Electron
Microscope

DF47 108
扫描电子显微镜

第一册

仪器

〔英〕C.W. 奥脱莱 著

葛肇生 刘绪平 谢信能 余建业 邱秉钧 译

姚骏恩 校



机械工业出版社

本书精辟地叙述了扫描电子显微镜的基本原理、设计原则、各部分的结构和作用以及影响分辨率的因素和电子与物质的相互作用等问题，并扼要地介绍了仪器的发展史。

本书可供从事扫描电子显微镜的设计和操作人员阅读，对高等院校有关专业的师生也有参考价值。

THE SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

PART I THE INSTRUMENT

C. W. OATLEY

Cambridge University Press

1 9 7 2

* * *

扫描电子显微镜

第一册 仪 器

[英] C. W. 奥脱莱 著

葛肇生 刘绪平 谢信能 余建业 邱秉钧 译

姚骏恩 校

*

机械工业出版社出版 (北京阜成门外百万庄南街一号)

(北京市书刊出版业营业许可证出字第 117 号)

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ · 印张 $5 \frac{3}{4}$ · 字数 125 千字

1983 年 1 月北京第一版·1983 年 1 月北京第一次印刷

印数 0,001—4,000 · 定价 0.62 元

*

统一书号: 15033 · 5408

79.871
1

前 言

现代扫描电子显微镜是一种操作比较简单的仪器，使用者只要经过最起码的训练就能对各种不同的试样拍摄出优良的显微照片。然而，操作者还有相当多的可供选择的参数：必须选择适当的电子束的加速电压；选择透镜电流值以达到所需的放大倍数；选用合适的光阑孔径以便在曝光时间和分辨率或景深之间得到一个合理的折衷；改变电子束在试样上的入射角和试样到物镜间的距离；改变探测器的位置和方向，以及加到探测器和试样间的电压。最后，还可把仪器改装，以适用于特殊的研究任务。

很明显，如果要最好地使用显微镜，操作者必须具有仪器设计方面的知识，并要了解电子与固体试样之间的相互作用。下面想尽量用最简单的方式加以说明，事先既不需要有电子光学方面的理论基础，也不需要电子和固体试样相互作用的知识。

最初设计的扫描电子显微镜，是利用入射电子探针打在试样表面上激发出来的二次电子或背散射电子作信息，对试样进行直观检测的。这是这种基本仪器的主要目的，也是本书所要讨论的内容。本书不涉及扫描透射电子显微镜以及各种附件，例如扫描电子衍射附件。这些问题，以及扫描电镜的一些特殊用途，将在我的同事尼克松博士（W. C. Nixon）准备编写的第二册中予以讨论。

借此机会，我对与我一起为这一仪器而工作的几届研究

IV

生表示赞赏。在下面有关的章节中将提到他们的贡献。需要特别指出的是麦克马伦 (D. McMullan) 博士和史密斯 (K. C. A. Smith) 博士，他们的工作使得第一台扫描电镜顺利问世；斯图瓦特 (A. D. G. Stewart) 先生在这一仪器的商品化方面起了重要作用。最后，我想向剑桥仪器有限公司的董事们表示谢意，他们最初对扫描电子显微镜的信心对随后的进展起了很大作用。

奥脱莱 (C. W. Oatley)

1972年1月于剑桥

目 录

第一章	历史的回顾	1
1.1	仪器原理	1
1.2	扫描电子显微镜的早期历史	2
1.3	剑桥小组的工作, 麦克马伦的显微镜	7
1.4	史密斯的电镜	9
1.5	扫描透射电子显微镜	10
第二章	设计上的基本限制	12
2.1	引言	12
2.2	入射电子探针的电流密度	12
2.3	电子探针电流的波动	13
2.4	图象的扫描行数	15
2.5	透镜象差	18
2.6	最佳孔径角与分辨本领极限	20
2.7	$d > 0.01$ 微米时的近似	21
2.8	近似方程组	23
第三章	扫描电镜的组成	26
3.1	电子枪	26
3.2	电子透镜	57
3.3	扫描系统	81
3.4	信号电流的接收和放大	95
3.5	真空系统	119
3.6	显象单元	120
3.7	仪器整体	121
第四章	电子与固体的相互作用	123

VI

4.1	引言	123
4.2	电子在固体内的射程	130
4.3	背散射电子	137
4.4	电荷和能量的分布	143
4.5	二次电子发射	145
4.6	试样的充电	153
第五章	反差和分辨本领	156
5.1	反差	156
5.2	立体操作	169
5.3	分辨率	171
参考文献	175

第一章 历史的回顾

1.1 仪器原理

扫描电子显微镜的原理如图 1.1 所示。从阴极 C 发出并经加速的电子束相继通过电子透镜 L_1 、 L_2 、 L_3 而聚焦于试样 S 的表面，这些透镜把电子束聚得很细，其直径可能小到 0.01 微米，甚至更小些。离开 S 的一部分电子束为探测器所接收并送到放大器 A 。

放大器的输出决定了显示管调制极的电位。因此，显示管荧光屏上的亮度决定于到达探测器 P 的束流。

从锯齿波发生器 B 发出的电流，分别通过偏转

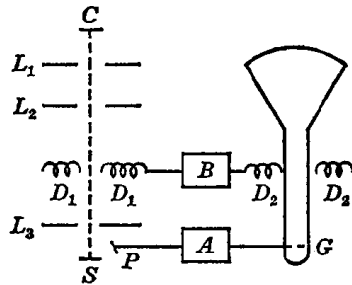


图1.1 扫描电子显微镜原理图

线圈 D_1D_1 和 D_2D_2 ，使显微镜镜筒中的一次电子束和显示管荧光屏上的亮点偏移。用两个这样的系统产生相互垂直的偏移，因此，聚焦在试样 S 上的电子束和显示管上的亮点将进行之字形同步扫描，分别形成一个长方形光栅。当电子束在试样 S 表面扫描时，到达探测器 P 上的束流随着各点的构造、组织或形貌的不同而改变，因而，显示管上各点的亮度也随之而变。所以，从某种意义上说，荧光屏上形成了一个试样 S 的图象，尽管不能立即直观地得出这样的结论，即它与试样表面的光学象是十分相似的，但是如以后将看到的，

实际情况也是如此，而且正是根据这一点，扫描电子显微镜才得到了广泛的应用。

选择各个偏转线圈的匝数，或者在显微镜中偏转电子束的线圈上并接一电阻，就可使试样 S 上扫描光栅的尺寸远小于显示管上的光栅。因此，终象乃是物体的放大象。在一定范围内，我们把图象放大到多大都可以。实际上，在大多数光学或电子光学仪器中，有效放大倍数取决于能达到的分辨率，对于某些试样，放大倍数可高达十万倍，但是，也有很多试样适于用很低的放大倍数观察。

在基本原理不变的情况下，图 1.1 也可以有些变动：可以用到达试样 S 并回到阴极的束流变化，而不用离开试样到达探测器的电子为输出信号；其次，如果试样很薄，探测器也可放在阴极的另一侧，这时，以穿过试样的束流为信息。总之，图 1.1 中所示的各种部件也可以采用不同的形式。下面几章将详细论述这些变动。

1.2 扫描电子显微镜的早期历史

克诺尔 (Knoll) 制成了第一台用上述原理工作的仪器 (1935)，然后，克诺尔和泰尔 (Theile) 发表了改进的文章。这些研究者最初感兴趣的是研究二次发射，把这个装置作为电子显微镜则是偶然的。因此，他们并不想得到截面很小的电子探针，电子束是由一组电极产生的，该电极与普通阴极射线管中的相类似。这里也没有缩小透镜。由于束直径所限，分辨率只有 100 微米左右。

第一台真正的扫描电子显微镜是冯·阿登纳 (Von Ardenne) 一九三八年制成的。尽管这仪器在好些方面与图 1.1 不同，特别是没有用阴极射线管，而图象则是照相记录在一个

转鼓上，而且，仪器采用透射电子束。这是为研究很薄的试样而设计的。

冯·阿登纳的仪器如图 1.2 所示。从电子枪 A 发出的极细电子束相继通过磁透镜 B 和 C 而聚焦于试样 D ，电子束斑直径为 0.01 微米数量级。电子通过试样，落在圆鼓 E 上的照相胶卷上，用螺线机构使圆鼓旋转并作轴向运动。线圈 F_1 和 F_2 产生的磁场使电子探针在两个互相垂直的方向上偏转，而通过这两个线圈的电流则由装在转鼓上的电位器控制。因此，聚焦电子探针在试样表面上作 Z 形扫描。同时，通过试样的电子落在照相胶卷上一个很小的区域内，实际上，这些电子在胶卷上的扫描范围要相应地大几千倍。

冯·阿登纳清楚地认识到这个系统的主要优点及其局限性。原则上，分辨本领被电子透镜的象差所限制，因此，其分辨本领不应比普通透射电子显微镜差。实际上，正如冯·阿登纳指出的，在扫描仪器上色差应该变小，因为透过试样并有一定速度分散的电子，并不象在普通电子显微镜里那样，需要再经过一个磁透镜聚焦。但是，也必须看到，电子探针的截面直径缩小到约 0.01 微米时，探针电流势必限制在 10^{-12} 安数量级，这样低的电子探针电流将引起照相胶卷上信

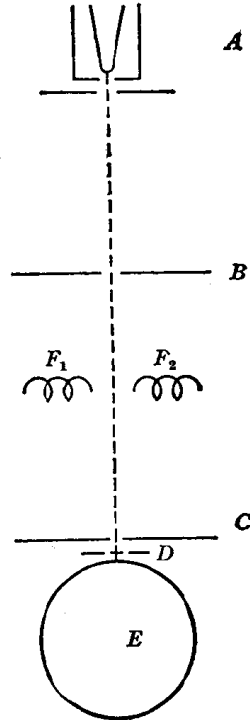


图1.2 冯·阿登纳
电镜的原理

号的统计涨落，这些涨落形成图象的背景噪声。增加记录图象的时间，使大量的电子落在各个象素上就可减少噪声幅度。在冯·阿登纳的实验中，记录时间往往高达十分钟甚至更长些。

虽然冯·阿登纳显微镜的原理是正确的，但是由于性能无法与一般透射仪器相比，结果还是失败了。这种扫描电子显微镜的优点是在观察厚试样时色差较小，但是仪器更复杂，没有供直接观察图象的装置，因此，仪器调试比较困难，记录时间又长，最终实际达到的分辨率还没有普通电子显微镜高。冯·阿登纳曾考虑采用图 1.1 中所示扫描电子显微镜的可能性，这种电子显微镜用从厚试样表面发出的二次电子束成象，但这一研究未能实现。

兹维里金 (Zworykin)、希利尔 (Hillier)、斯奈德 (Snyder) 于 1942 年发表了一篇新的扫描电子显微镜的文章，他们第一次表明了用这种仪器来观察不透明试样的前景。当时，复型技术还在发展初期，因此，对于不透明（厚）试样与普通电子显微镜之间的竞争不如薄试样那么严重。薄试样可以直接用透射电子观察。

图 1.3 说明了这类仪器的基本特性。从钨丝 F 发出的电子，通过栅极 G ，被加在 F 和阳极 A 之间的 10000 伏电位差所加速。这束电子通过静电透镜 L 和 M ，形成一个大大缩小了的电子源的象。因此，聚焦在试样 S 上的亮点直径为 0.01 微米数量级。 S 保持在相对于 F 800 伏的正电位，因此，入射电子束以能产生较多二次电子的速度打到试样上。二次电子被透镜 M 吸回，由于初始速度较低，在离开透镜后很快汇聚，然后发散，再打到荧光屏 K 的表面。该屏上有一个一次电子束通过的小孔。从 K 发出的光照在光电倍增管 P 上，最

后由这一装置输出的信号成象。以后 (§ 3.4.6) 将证明荧光屏和光电倍增管相结合可以给出很高的增益，而附加的噪音很小。即使如此，由于电子束不是连续地落在试样上而引起的噪音还是很麻烦的，如冯·阿登纳的仪器那样，需要长达十几分钟的记录时间。终象是记录在传真打印器上，由于这不能提供一种方便的聚焦手段，所以还加了一个示波器以显示输出信号的波形。当波形中频率最高的部分幅度最大时，可认为电子显微镜是聚焦的了。任何散焦都会使入射电子探针的直径增加，从而减小了高频部分的幅度。

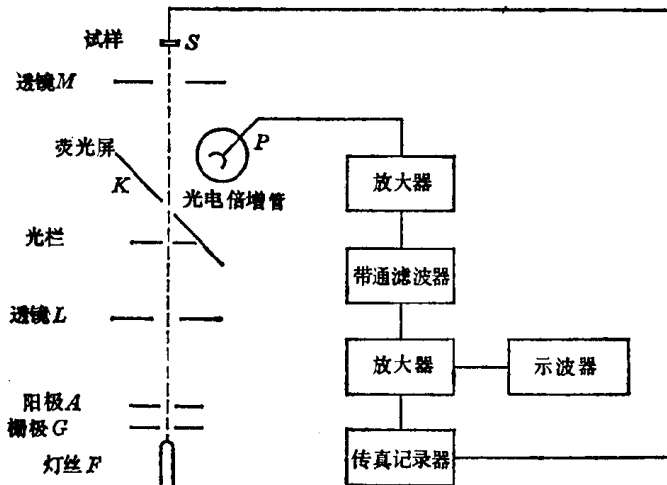


图1.3 兹维里金、希利尔和斯奈德电镜示意图

对于这么长的记录时间，一般需要一个直流放大器来放大输出信号。在此情况下，随之产生的漂移是不能忽视的。克服这个困难的方法是，在栅极和阴极之间加一个 3000 赫兹的方波电压来截止入射电子探针，使光电倍增管的输出变成一个载波频率为 3000 赫兹的调制信号。由于可以用交流

耦合，放大这样的信号没有什么困难，而且，在放大线路中可以加一个带宽为 700 赫兹的带通滤波器以除去信号频率范围以外的噪音，也可用一个上升振幅特性为非线性的放大器来获得更高的图象反差。信号在传真记录器内可得到有效的解调。

在最初的仪器中，扫描是机械式的，用记录器控制的机械或液压连杆使试样移动。以后一个时期，采用了入射电子束磁偏转扫描的方法，达到了更高的精度。偏转电流则用传真记录器起动的锯齿线路来产生。为了有足够的空间放置偏转线圈，在原有显微镜筒里又加了两个透镜，仪器的分辨率大约为 0.05 微米。

兹维里金、希利尔和斯奈德的扫描电子显微镜，在技术上有了极大的进步，引进了一系列新技术，有些在近期的工作中证明还是很有价值的。然而，这台仪器的发展前途并没有得到充分的肯定，其设计后来也就中断了。这台扫描电子显微镜的缺点可归因于（按现代标准来说）信噪比太差。武断地确定产生这一缺点的原因是很困难的。看来，只有离开试样的很少一部分二次电子对最后信号有贡献；同时，光电倍增管和放大器带来的噪声比现代的大得多；虽然不能用一秒钟左右这么短的记录时间在阴极射线管上显示出图象，以便操作者选择观察区域并进行聚焦，但是，即使用很长的记录时间得到的显微照片（不论是由于什么原因），噪声仍然很大，难能令人满意。另一个可能的、现在还不能肯定的缺点是，接收二次电子的方法似乎对反差和三维图象有不利的影响。最后，仪器复杂，记录系统昂贵。

这里，我们不再详细讨论早期为制造一台性能满意的扫描电子显微镜所作出的各种努力，因为这对技术发展并无多

大神益。值得一提的是布拉契特(Brachet, 1946)提出的一个理论考虑,即,如果在接收和放大试样发出的二次电子时不引入附加的噪声,那么分辨率应能达到0.01微米。台伏恩(Davoine 1957)报道了一种特殊用途的扫描电子显微镜,专门用来研究金属在应力状态下的二次电子发射,其分辨率低于2微米。

1.3 剑桥小组的工作;麦克马伦的显微镜

一九四八年,作者在剑桥大学工程系起草了一个扫描电子显微镜的研究计划,自此以后,作者和他的同事们一直在这个领域内不断地工作。下面几章中将谈及这些研究的结果。这里有必要详细介绍剑桥制成的第一台扫描电子显微镜。这台仪器是由麦克马伦(McMullan, 1953)设计的。图1.4即选自他发表的一篇文章。

麦克马伦由于提高了观察不透明(厚)试样时的信噪比,从而改进了电镜的性能。为了让离开试样表面的相当一部分电子进入探测器,使试样表面与入射束成 30° 左右的倾角,探测器则用二次电子倍增器,它的放大倍数高而噪声小。多年来,人们虽都知道这一点,但早期的倍增器中的电极是镀铍的,在可拆卸的真空系统中使用很不方便。二次世界大战后不久,开始普遍使用铍-铜打那极〔巴克斯特(Baxter) 1949],麦克马伦用的就是这种探测器。虽然,这个系统也已被淘汰,但与以往相比总是一个很大的进步,它在扫描电子显微镜的发展过程中起了很大作用。起初,人们担心由于电子束倾斜入射到试样上会引起图象的缩短,因而是不可取的,但事实证明并非如此,现代仪器已广泛使用倾斜入射。

由于提高了信噪比,麦克马伦缩短了记录时间,已能在

一至二秒的帧扫时间内得到相当好的图象。因此，他采用了长余辉显示管，以得到一个直观的图象，使聚焦和选择视场大大简化。但是，这种管子并不适用于照相记录，因为长余辉显示管往往出现光晕，影响了清晰度。因此，又增加了一个照相用的显示管，并选择扫描频率使记录时间长达几分钟以平均本底噪声。

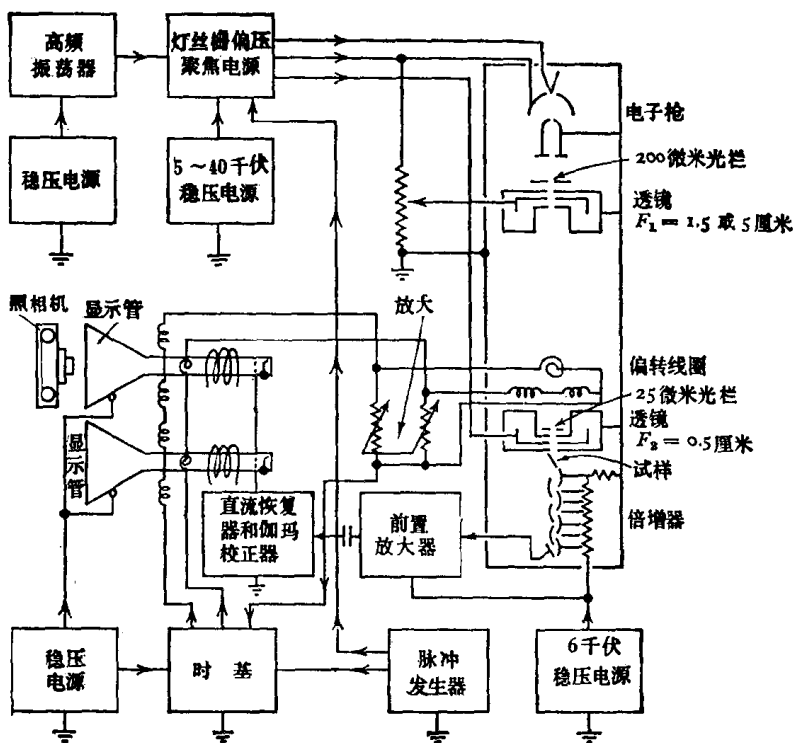


图1.4 麦克马伦的电镜示意图

麦克马伦提出，并在后来被采用的另一个改进是双偏转入射电子探针系统。为使入射电子束在试样表面上扫描，让电子束在通过物镜后再偏转是很不方便的，因为这里没有足

够的空间来放置扫描线圈。因此，把线圈装在最后两个透镜之间并用两对线圈使电子束分别在两个互相垂直的方向上偏转两次，如图 1.5 所示。这样，电子束总是对称地通过透镜光栏，而使象差最小。在早期的仪器中，人们曾认为，不透明（厚）试样的反差都是由表面上各点二次电子发射系数不同而产生的，麦克马伦首先认识到，其它因素也能对反差产生很大影响。这将在下章里予以讨论。在麦克马伦的仪器中，信号电流几乎全部都是由高速的背散射电子，而不是由低速的二次电子产生的。

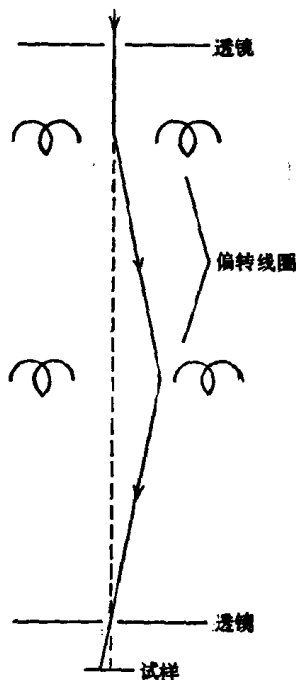


图1.5 偏转系统

1.4 史密斯 (Smith) 的电镜

虽然，麦克马伦的工作在扫描电子显微镜的发展中是头等重要的，但由于他在剑桥的大部分时间都花在设计 and 制造仪器方面，还来不及用来观察各种各样的样品。这个任务落到了 K.C.A. 史密斯身上，他继承了麦克马伦的电镜，并对仪器作了大量改进。尤其是通过改变探测器的位置并使它处于对试样的正电位，史密斯做到了在接收较快的背散射电子的同时，还能接收慢二次电子。这样，提高了信噪比和最后图象的反差。

至此，扫描电子显微镜的前景才开始受到一些实验室研究人员的重视，并用来观察各种试样，特别是，有一次，观察一个云杉木纤维的结果引起了加拿大纸浆和造纸研究所的极大兴趣，赢得了这个研究所对剑桥电镜研究工作的支持，并提出制造一台显微镜供其使用的要求。一九五八年，根据史密斯的设计，在大学的工程系制造了一台新仪器并运到了加拿大。这台仪器对发展现代扫描电子显微镜作出了很大贡献，拍了很多显微照片，其质量并不比用最新式的仪器拍得的差很多〔史密斯 1959 和雷查诺维奇(Rezanowich)1968〕。

史密斯一九五八年为加拿大制造了一台扫描电子显微镜，这台仪器现保存在渥太华的加拿大国家科学博物馆里。根据前面的介绍可以认为，扫描电子显微镜在 1958 年后已经成为一种有用的研究工具。然而，当时很多影响分辨率和反差的因素尚不清楚，所以，此后剑桥的研究工作主要集中于上几个方面以及仪器在一些特殊问题上的应用。一九六五年，由于剑桥仪器公司（现为剑桥科学仪器公司）生产了商品 Stereoscan（立体扫描）而使扫描电子显微镜的工作达到了高潮。

1.5 扫描透射电子显微镜

上面已经指出过，图 1.1 的示意图并不是扫描电子显微镜的唯一形式。如果试样很薄，探测器可以放在能接收透射电子（有散射或没有散射）的位置上。入射电子探针在试样表面扫描，而以透射电子成象。

为实现这一方案，试样的厚度必须小于一微米或者更薄些，这样的试样也可以在普通的透射电子显微镜中观察。于是就产生了一个问题，即透射扫描电子显微镜是不是有更大