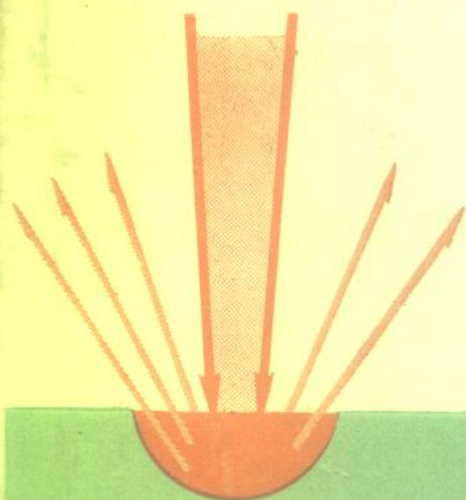


扫描电镜

原理及应

用技术



SAOMIAO  
DIANJING  
YUANLI JI  
YINGYONG  
JISHU

冶金工业出版社

TN16

345602

L53

# 扫描电镜原理及 应用技术

廖乾初 蓝芬兰 编著

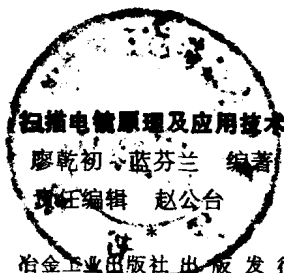


冶金工业出版社

2710056  
**内 容 提 要**

本书从入射电子与物质的相互作用入手，系统阐述了扫描电镜的原理及应用技术。内容包括扫描电镜的分类及原理、图象质量控制、立体分析技术、微区成分分析技术、结晶学分析技术。书中还介绍了扫描电镜的专门技术如电子通道显微术、罗伦兹显微术、镜反射显微术和声学显微术以及扫描电子象的数字图象处理技术。

本书可供从事扫描电镜、材料科学和表面科学等工作的研究人员、工程技术人员，及大专院校有关专业师生阅读和参考。



冶金工业出版社 出版发行

(北京北河沿大街嵩祝院北巷88号)

新华书店总店科技发行所经销

冶金工业出版社印刷厂印刷

\*

850×1168 1/32 印张 10 7/8 字数 281 千字

1990年7月第一版 1990年7月第一次印刷

印数00,001~1,200册

ISBN 7-5024-0395-7

TH·20 定价7.70元

# 前 言

扫描电镜是近代研究表面微观世界的一种全能电子光学仪器。自从1965年正式投入商品生产以来，它作为表面观察和原位显微分析的仪器，主要向高分辨率观察和更表面的显微分析方向发展。由于扫描电镜是属于一种表面显微镜，它能观察任何不规则的原始表面，所观察到的图象比其它类型的显微镜更富有立体感。且能在原位同时进行成分分析和结晶学分析，因此，它在生物学和医学，地质学，材料科学和半导体技术等各个学科领域中得到广泛的应用。目前，扫描电镜本身及其在各方面的应用还在不断发展中。

近年来，在国内的科研机构，高等院校，和厂矿中扫描电镜的应用已十分普遍，从事这方面应用研究的队伍日益扩大。为了满足科研工作日益增加的需要，使扫描电镜的应用在深度和广度上更向前推进一步，需要有一本较系统地阐述有关扫描电镜的基础理论及其应用技术的专门书籍。本书从实际应用的角度阐述扫描电镜的结构和工作原理、分析原理和应用技术，希望能对从事扫描电镜工作的专业人员或者在他们应用扫描电镜来深入地研究有关材料科学的专门问题时有所帮助。

扫描电镜在各方面应用的物理基础是入射电子与物质的相互作用，因此在第一章中首先讨论这个问题，以便对各种有用信息的性质和用途有一个清楚的概念，然后再叙述仪器的结构和工作原理。在叙述方法上，除了系统地阐明每一组成部分在整体中所处的地位和质量要求外，还讨论了各部分今后的改进途径和发展动态。因为仪器各组成部分的改进和发展，不但在一定程度上反映了它们本身质量和技术的进步，而且也反映当前科研工作的发展需要。因此，无论对仪器的设计者还是应用人员，了解这方面的情报都是有益的。

扫描电镜的三大基本功能是：(1) 对表面显微组织进行三维形貌观察和分析；(2) 显微结构的成分分析；(3) 显微结构的结晶学分析。在本书第二章到第六章中将系统地阐述这三方面分析和应用的理论基础。

在微观组织的形貌分析方面，第二章、第三章和第四章中分别叙述了大家共同关心的几个基本问题，如衬度效应来源、图象质量的控制原理以及图象的立体观察和立体分析技术等。

自1963年以来，微观结构的成分分析已成为扫描电镜分析技术中一个不可分割的组成部分，第五章专门讨论了这一方面的进展。鉴于X射线能谱分析技术是按扫描电镜的发展和需要而提出来的，且随着无标样定量分析技术的发展，应用日益广泛，故这一章采用较大的篇幅阐明有关X射线能谱分析技术的工作原理，以及有关的定性和定量分析等问题。

第六章扼要地阐述扫描电镜的结晶学分析技术。尽管在这方面的分析技术发展不如在透射电镜中那样快，但从电子通道分析技术到反射电子衍射技术的发展，以及从分析技术本身的特点来看，它可以作为对透射电镜的结晶学分析技术的一个重要补充，且具有不受试样厚度限制的优点，从而大大地扩展了扫描电镜的分析能力和应用范围。

第七章阐述扫描电镜在各方面应用时所采用的专门技术，它可以作为扫描电镜基本分析技术（即立体分析，成分分析，和结晶学分析）的一个重要补充手段，从而扩大了扫描电镜所能研究的问题和获得更多资料数据的能力。

随着电子计算机技术的发展，近年来在扫描电镜中兴起了一门数字图象处理技术，它标志着扫描电镜全新一代的变革性发展。第八章将从图象的质量处理，图象的计算机定量测量和分析；以及如何实现扫描电镜的全盘电子计算机自动化三个不同方面阐述有关这方面的进展情况。

从目前商品生产的扫描电镜来看，竞争十分激烈，几乎每隔一两年便出现一种新的改进型。第九章先从各个厂扫描电镜发展

的不同特色出发,说明商品生产扫描电镜的现状,再系统阐述各种扫描电镜的发展近况,以便有规律可循地了解未来的发展动态。最后还专门讨论了扫描电镜分辨率的发展前景问题,预计在今后几年内,扫描电镜的分辨率将会有更大的突破。

本书部分资料取自我们自己的工作,由于我们水平有限,书中缺点一定很多,敬请广大读者指正。

廖乾初 蓝芬兰

1987年4月于北京钢铁研究总院

# 目 录

<b>第一章 扫描电子显微镜概述</b> .....	1
1.1 显微镜的分类 .....	1
1.2 电子与物质的相互作用 .....	2
1.2.1 入射电子在固体物质中的运动 .....	2
1.2.2 入射电子和原子核的相互作用 .....	4
1.2.3 入射电子与原子中核外电子的相互作用 .....	5
1.2.4 入射电子和晶格的相互作用 .....	9
1.2.5 入射电子与晶体中电子云的相互作用 .....	10
1.2.6 电子信息的类型 .....	11
1.3 扫描电子显微镜的工作原理和仪器结构 .....	13
1.3.1 原理方框图 .....	13
1.3.2 真空系统 .....	15
1.3.3 电子枪 .....	16
1.3.4 透镜系统 .....	21
1.3.5 样品室 .....	26
1.3.6 检测—放大系统 .....	27
1.3.7 信号处理和成象显示系统 .....	28
1.4 扫描电镜的成象特点和性质 .....	36
1.4.1 成象的等效几何关系 .....	36
1.4.2 透视学上的伸长缩短效应 .....	38
1.4.3 逐点成象和象元的概念 .....	39
1.4.4 电子学信息成象的特点 .....	40
1.5 扫描电镜的性能及其基本分析技术 .....	40
参考文献 .....	43
<b>第二章 扫描电子象的衬度效应和分析</b> .....	44
2.1 概述 .....	44

2.2	人工衬度效应的控制原理	45
2.2.1	基本原则	45
2.2.2	直流电平控制	45
2.2.3	反衬度控制	46
2.2.4	扩展衬度控制	47
2.2.5	翻转控制	49
2.3	原衬度效应的基本分析	50
2.3.1	电子信息强度和入射电子强度的关系	50
2.3.2	二次电子和背反射电子系数	52
2.3.3	描述信号电流的基本公式	55
2.4	二次电子象	56
2.4.1	基本定义和性质	56
2.4.2	几何衬度	58
2.4.3	电压衬度和电场衬度	61
2.4.4	磁畴衬度(第一类磁衬度)	63
2.4.5	结晶学衬度	65
2.4.6	物质衬度(原子序数衬度)	66
2.4.7	各种弱衬度效应的判别方法	66
2.5	背反射电子象	67
2.5.1	基本定义和性质	67
2.5.2	几何衬度	69
2.5.3	物质衬度(原子序数衬度)	71
2.5.4	磁畴衬度(第二类磁衬度)	73
2.5.5	结晶学衬度	75
2.5.6	背反射电子探测器的发展	75
2.6	其它扫描电子象	82
2.6.1	试样电流象和感生电流象	82
2.6.2	低能损失电子象	83
2.6.3	阴极发光象	85
2.7	小结	86
	参考文献	87

<b>第三章</b>	<b>扫描电子象质量的控制原理</b>	<b>88</b>
------------	---------------------	-----------



3.1	概述	88
3.2	构成图象质量的因素	88
3.2.1	象元的数目	89
3.2.2	信噪比	90
3.2.3	分辨率	91
3.2.4	焦深	93
3.2.5	反差	94
3.2.6	宽容度	96
3.3	控制图象质量的参数	96
3.3.1	电子探针参数	98
3.3.2	影响检测系统接收效率的参数	101
3.3.3	信号放大和处理系统的控制参数	102
3.3.4	显示系统的控制参数	104
3.4	优质扫描电子象的获得	104
3.4.1	前提	104
3.4.2	图象所要求的最低分辨率的确定	105
3.4.3	获得最大电子探针束流的条件	106
3.4.4	具体控制参数的选择	107
3.5	小结	111
	参考文献	112
<b>第四章</b>	<b>扫描电镜的立体分析技术</b>	<b>113</b>
4.1	概述	113
4.2	立体摄影原理	113
4.2.1	体视效应	113
4.2.2	拍摄立体对照片的方法	115
4.2.3	注意事项	118
4.3	立体对照片的复合观察	119
4.3.1	基本原则	119
4.3.2	平移试样法的情况	120
4.3.3	倾斜试样法的情况	121
4.4	立体几何特征参数的确定	122

4.4.1	立体几何分析的基本原理	122
4.4.2	平移试样法	124
4.4.3	倾斜试样法	126
4.4.4	沉积污染线法	133
4.5	立体分析技术现状	136
4.5.1	两次拍照的缺点	136
4.5.2	一次完成立体对成象的原理	137
4.5.3	电子计算机控制成象	139
4.6	小结	139
	参考文献	140

## 第五章 扫描电镜的成分分析技术 142

5.1	概述	142
5.2	X射线波谱分析	143
5.2.1	基本原理和分析特点	143
5.2.2	谱仪的结构和组成	144
5.2.3	谱仪质量的评价	147
5.2.4	实验中的一些问题	151
5.2.5	分析模式	155
5.2.6	X射线波谱的注释	157
5.2.7	元素成分的定量分析	162
5.3	X射线能谱分析	168
5.3.1	基本原理和分析特点	168
5.3.2	X射线能谱分析系统的结构和组成	170
5.3.3	PHA分析模式	181
5.3.4	MCS分析模式	185
5.3.5	能谱分析系统的质量评价	187
5.3.6	日常操作要点	191
5.3.7	X射线能谱的定性分析和伪峰的识别	197
5.3.8	X射线能谱的定量分析	199
5.4	X射线荧光谱分析	203

5.4.1 基本原理和分析特点	203
5.4.2 在样品室中X射线源的结构	204
5.4.3 最佳工作条件的选择	206
5.4.4 分析结果实例	207
5.5 扫描电镜显微分析技术发展前景	208
5.6 应用	213
参考文献	214

## 第六章 扫描电镜的结晶学分析技术 215

6.1 概述	215
6.2 电子通道花样分析技术 (ECP)	216
6.2.1 电子通道效应	216
6.2.2 电子通道效应的理论解释	219
6.2.3 获得电子通道花样的电子光学条件	224
6.2.4 电子通道花样的几何测量和分析	226
6.2.5 电子通道花样的衬度测量和分析	230
6.2.6 应用	232
6.3 电子背散射花样分析技术 (EBSP)	234
6.3.1 电子背散射角分布的各向异性	234
6.3.2 获得电子背散射花样的仪器条件	236
6.3.3 电子背散射花样的结晶学注释	238
6.3.4 电子背散射花样与电子通道花样的比较	238
6.3.5 应用	240
6.4 反射电子衍射技术 (RED)	240
6.4.1 掠入射电子的表面衍射现象	240
6.4.2 获得反射电子衍射的仪器条件	243
6.4.3 反射电子衍射花样的分析	243
6.4.4 应用	243
6.5 X射线柯塞尔花样分析技术 (XKP)	244
6.5.1 晶体对发散X射线束的衍射效应	244
6.5.2 获得X射线柯塞尔花样的实验条件	246
6.5.3 X射线柯塞尔花样的测量和分析	248

6.5.4 应用	249
6.6 各种结晶学分析技术的评价	250
参考文献	251
<b>第七章 扫描电镜的专门技术</b>	<b>252</b>
7.1 扫描电镜的电子通道显微术 (EPM)	252
7.1.1 原理	252
7.1.2 观察条件和光路	254
7.1.3 应用	257
7.2 扫描电镜的罗伦兹显微术 (SELM)	257
7.2.1 原理	257
7.2.2 实现第一类磁衬度观察的条件	261
7.2.3 实现第二类磁衬度观察的条件	262
7.2.4 应用	263
7.3 扫描电镜的镜反射显微术 (SEMM)	264
7.3.1 原理	264
7.3.2 实现观察的条件	264
7.3.3 应用	266
7.4 扫描电镜声学显微术 (SEAM)	266
7.4.1 原理	266
7.4.2 实现观察的实验条件	269
7.4.3 应用	270
7.5 扫描电镜的X射线投影显微术 (XPM)	271
7.5.1 原理	271
7.5.2 实现观察的条件	273
7.5.3 应用	273
7.6 扫描电镜的专门制样技术	274
7.6.1 显示三维物理结构的制样技术	274
7.6.2 斜剖金相面技术	278
7.6.3 蚀坑技术	281
7.6.4 镀膜技术	285
7.6.5 粉末 (微粒) 样品制备技术	287

参考文献 .....	290
<b>第八章 扫描电镜的数字图象处理技术 .....</b>	<b>291</b>
8.1 概述 .....	291
8.2 数字图象的获得和特点 .....	292
8.3 数字图象的质量处理技术 .....	295
8.3.1 基本概念 .....	295
8.3.2 几何畸变的校正 .....	296
8.3.3 消除机械震动噪音 .....	297
8.3.4 图象衬度增强处理 .....	298
8.3.5 图象边缘增强处理 .....	299
8.3.6 提高图象的信噪比 .....	301
8.3.7 提高图象的分辨率 .....	302
8.3.8 图象混合处理 .....	302
8.4 数字图象的定量测量和分析技术 .....	304
8.5 仪器操作与控制 .....	307
8.5.1 自动聚焦 .....	307
8.5.2 自动消象散 .....	309
参考文献 .....	311
<b>第九章 扫描电镜的现状和展望 .....</b>	<b>312</b>
9.1 商品生产扫描电镜的近况 .....	312
9.2 KYKY-AMRAY-1000B扫描电镜 .....	314
9.3 高分辨率场发射扫描电镜 .....	316
9.4 高分辨率分析扫描电镜 .....	320
9.5 低压扫描电镜 .....	322
9.6 数字扫描电镜 .....	323
9.7 频闪扫描电镜 .....	325
9.8 环境扫描电镜 .....	327
9.9 展望 .....	329
参考文献 .....	331

# 第一章 扫描电子显微镜概述

## 1.1 显微镜的分类

为了了解和研究自然现象，通常开始是用人的肉眼进行观察的。但是，人肉眼的观察能力是有限的，它能分开的最小距离一般只能达到0.2mm左右。为了把人的视力范围扩大到微观区域，就必须借助于一种观察仪器，把微观形貌放大几十倍到几十万倍，以适应人眼的分辨能力。我们把这类仪器称为显微镜。

随着科学技术的进步，显微镜的类型和用途也不断的更新和发展。但不管哪种类型的显微镜，尽管所依据的物理基础不同，但其基本工作原理都是类似的，即首先采用一种照明源，把照明源缩小成极细的照明束，再以一定方式照射到被观察的试样上。根据照明束与被观察试样物质的相互作用，把这种相互作用结果所发回的信息通过成像放大系统，构成放大像，然后再由人眼进行观察。

根据照明源的性质、照明方式、以及从被观察对象所收回信息的性质和对信息的相应放大处理方法，通常可以分为光学显微镜、透射电子显微镜、场发射电子显微镜、和扫描电子显微镜等。常用的各种显微镜类型如表1-1所示。

由此可见，扫描电子显微镜是以电子束作为照明源，把聚焦得很细的电子束以光栅状扫描方式照射到试样上，产生各种同试样性质有关的信息，然后加以收集和处理，从而获得微观形貌放大象的一种显微镜。

扫描电子显微镜的成象信息来自电子与物质相互作用，因此，后者也就成为扫描电子显微镜在各方面应用的物理基础。下面我们首先讨论电子与物质的相互作用。

表 1-1 常用显微镜类型

照明源	照射方式	成像信息	名称	缩写符号
可见光	光束在试样上以静止方式正投射	反射光 透射光 干涉光	金相显微镜 生物显微镜 干涉显微镜	OM
电子束	电子束在试样上以静止方式正投射	透射电子	透射电子显微镜	TEM
	电子束在试样上作光栅状扫描	透射电子 反射型电子	透射扫描电子显微镜 表面扫描电子显微镜（简称为扫描电镜）	STEM SEM

## 1.2 电子与物质的相互作用

### 1.2.1 入射电子在固体物质中的运动

当一束聚焦电子束沿一定方向入射到试样内时，由于受到固体物质中晶格位场和原子库仑场的作用，其入射方向会发生改变，这种现象，称为散射。如果在散射过程中入射电子只改变方向，但其总动能基本上无变化，则这种散射称为弹性散射；如果在散射过程中入射电子的方向和动能都发生改变，则这种散射称为非弹性散射。

入射电子的散射过程是一种随机过程，每次散射后都使其前进方向改变，在非弹性散射情况下，还会损失一部分能量，并伴有各种信息的产生如热、X射线、光、二次电子发射等。从理论上，入射电子的散射轨迹可以用蒙特卡罗方法来模拟如图1-1所示。

并且推导得入射电子的最大穿透深度可用如下公式来描述<sup>[1]</sup>：

$$Z_{\max} = 0.0019 \frac{1}{\rho} \left( \frac{A}{Z} \right)^{1.65} E_0^{1.71} \quad (1-1)$$

式中  $\rho$  —— 密度；

$A$ ——原子量；  
 $Z$ ——原子序数；  
 $E_0$ ——入射电子的能量。

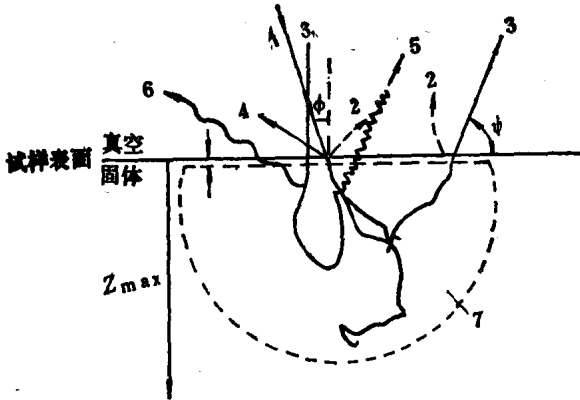


图 1-1 用蒙特卡罗方法计算得出的入射电子的散射轨迹  
 1—入射电子；2—二次电子；3—背反射电子；4—俄歇电子；5—X射线；6—阴极发光；7—扩散云； $Z_{max}$ —入射电子的最大穿透深度； $\phi$ —入射电子的入射角； $\psi$ —返回表面的出射角

如图1-1所示，入射电子经过多次弹性和非弹性散射后，可能出现如下情况：(1)部分入射电子所累积的总散射角大于 $90^\circ$ ，重新返回表面逸出，这些电子称为背反射电子（原入射电子或称为一次电子）；(2)部分入射电子所累积的总散射角小于 $90^\circ$ ，并且试样的厚度小于入射电子的最大贯穿深度，则它可以穿透试样而从另一面逸出，这部分电子称为透射电子；(3)部分入射电子经过多次非弹性散射后，其能量损失殆尽，不再产生其它效应，被试样吸收，这部分电子称为吸收电子。

系统研究表明，入射电子的散射过程可以在不同的物质层次中进行。如果入射电子的能量是在 $5\sim 30\text{keV}$ 之间，则可能存在如下几种情况：(1)入射电子和原子核相互作用；(2)入射电子和原子中核外电子相互作用；(3)入射电子和晶格相互作用；(4)入射电子和晶体空间中电子云相互作用。



现将上述各种相互作用的物理过程说明如下。

### 1.2.2 入射电子和原子核的相互作用

当入射电子从原子核近距离经过时，由于受原子核库仑电场的作用，会引起入射电子被散射。这种散射过程可以分为弹性散射和非弹性散射两种情况：

#### 1. 卢瑟福散射和弹性散射电子

如果入射电子与原子核作用遵守库仑定律，则电子在库仑势作用下发生散射，散射后电子的能量并不改变，这种散射即弹性散射，其运动轨道将以一定的散射角 $\theta$ 偏离原来的入射方向如图1-2所示。

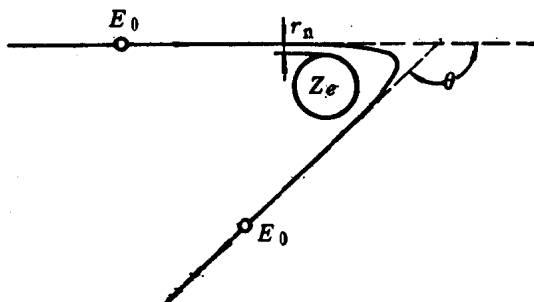


图 1-2 卢瑟福散射模型

$E_0$ —入射电子的能量； $\theta$ —散射角

这种散射称为卢瑟福散射 (Rutherford scattering)，相应被散射的入射电子称为弹性散射电子。理论分析表明，弹性散射电子的散射角 $\theta$ 可以用如下公式来确定：

$$\theta = \frac{Ze^2}{E_0 r_n} \quad (1-2)$$

式中  $E_0$ ——入射电子的能量；

$Z$ ——原子序数；

$e$ ——电子电荷；

$r_n$ ——入射电子轨道到原子核距离。