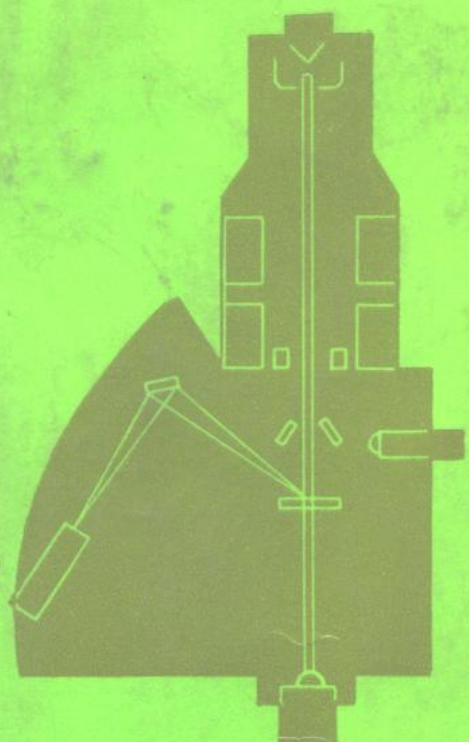
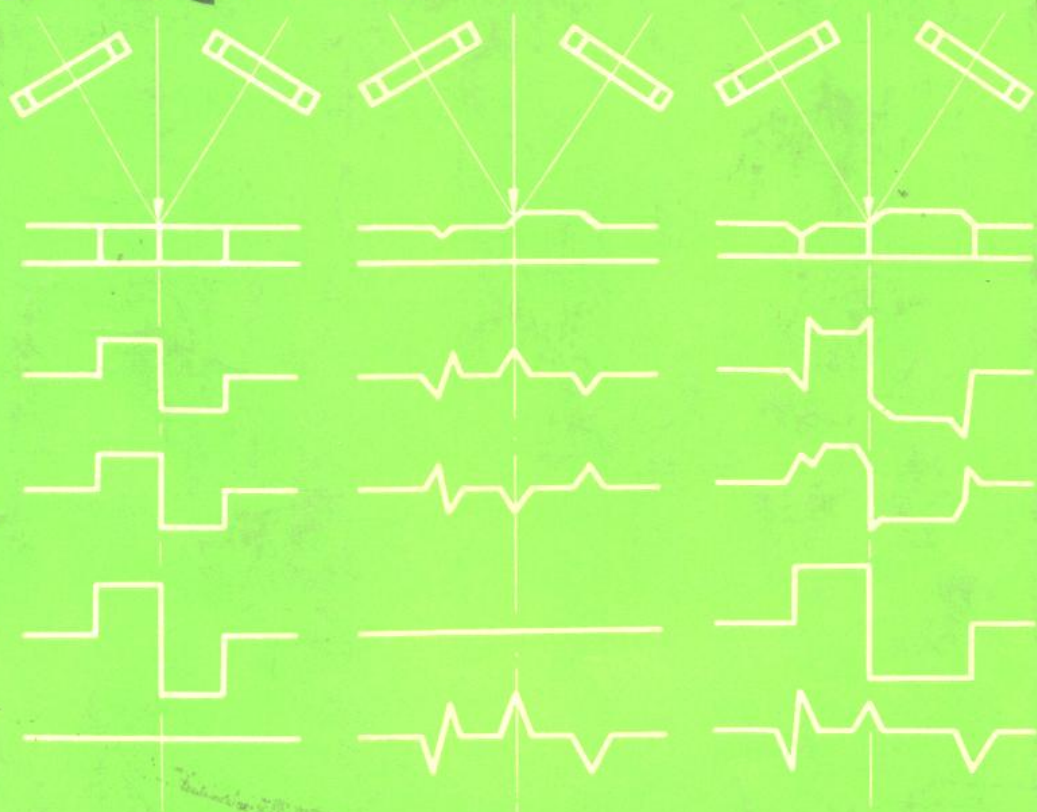


电子束扫描成像及微区分析



张铭诚 袁自强 编著
万固存 李春远

DIANZISHU SAOMIAO CHENGXIANG
JI WEIQU FENXI



原子能出版社

电子束扫描成象及微区分析

张铭诚 袁自强 编著
万固存 李春远

原子能出版社

内 容 简 介

显微形貌观察和微区成分分析这两类技术在一定空间分辨率下结合使用,有力地帮助人们正确解释发生在 μm 和亚 μm 范围内的各种现象,成为近代科研和生产中的重要手段。扫描电镜和电子探针是提供这种手段的仪器。本书以一定篇幅介绍仪器的基本原理和结构(成针电子光学、X射线衍射和聚焦、Si[Li]探头组成的能谱谱仪),在电子束与固体样品相互作用的物理基础上,着重对电子束激发下,样品信号、信息的产生、检测方法、处理技术、信号与噪声、信号与信息等相互之间的关系进行详尽的分析,以阐明各类扫描电子图象的成象机理及X射线光谱,X射线能谱在微区上的定性、定量分析原理。探讨提高图象品质(对比度、分辨率、信噪比、灰度级数)和分析检测指标(准确度、精密度、检测灵敏度、谱线分辨率等)的途径。以及实现仪器最佳操作和扩大仪器应用范围的条件和方法。书中还以一定篇幅介绍成象及分析样品,特别是生物样品的制样技术。最后以丰富的应用实例说明这两类技术在各种领域中的具体应用。本书内容丰富,配有解释原理的各种插图和不同条件下摄取的各种生动、翔实的照片。在阐述方法上,系统性强,新颖独到,行文深入浅出,力求避免繁琐的数理推导。本书适应各类读者的需求、可供从事金属、材料、矿物、微电子学、天津化学、晶体结构、机械、造纸、法医学、环境科学、动植物学及医学等方面的科技人员,仪器设计及研制人员以及大专院校有关专业师生参考。

电子束扫描成象及微区分析

张铭诚 袁自强 编著
万固存 李春远

责任编辑 崔廷荣

原子能出版社出版
(北京2108信箱)

原子能出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

☆

开本 787×1092_{1/16}·印张 35.125·字数 873千字

1987年5月北京第一版·1987年5月北京第一次印刷

印数 1—1800·统一书号: 15175·821

定价: 7.10元

符 号 说 明

A	原子量；探头有效面积；探头电流增益；收集器表面积
A_c	薄膜元素原子量
A_i	i 元素原子量
A_s	基体元素原子量
ADC	模-数转换；模-数转换器
a	与样品中存在的其它元素有关的转换系数；俄歇跃迁几率
a_{H}	Bohr半径
a_1	聚光镜物距
a_2	物镜物距
$aK\alpha$	a 元素 $K\alpha$ 谱线
$a(x)$	吸收参数
B	被研究信号的带宽；磁场强度；电子枪亮度
$B(c)$	未知样上的背景信号
$B(l)$	标样上的背景信号
b	散焦宽度
b_1	聚光镜像距
$bK\alpha$	b 元素 $K\alpha$ 谱线
C	元素真实浓度；光速；对比度；等离子体放电电流
C_s	轴上象散系数
C_B	背散射电子信号的成分对比度
C_c	色差系数
C_{ECP}	通道花样对比度
C_i	i 元素浓度
C_o	标样浓度
C_s	球差系数
C_{sc}	样品电流信号对比度
C_{SE}	二次电子信号对比度
C_{MDL}	最低浓度检测极限
C'	元素未校正浓度
$C(E)$	背散射常数
CPS	计数率，次/秒
D	极靴直径
DR	闪烁体吸收辐射的剂量率
D_1	物镜上极靴直径
D_2	物镜下极靴直径
DAC	数-模转换；数-模转换器

d	电子束直径
d_s	轴上像散模糊圆直径
d_c	色差散射圆直径
d_f	衍射模糊圆直径
d_g	高斯像直径
d_s	球差模糊圆直径
d_s	路程元
$d_{c.o.}$	慧差模糊圆直径
E	入射电子能量
E_c	临界激发能量
E_0	入射电子束能量
E_x	光子能量
$E_{t,1}$	最大允许的损耗电压
$E_{L,S}$	电子在样品内的损耗电压
$E_{r,0}$	电压分辨率
e	电子电荷量
F	元素的ZAF校正因子, Fano因子
F_0	标样ZAF校正因子
F_a	吸收校正因子
F_b	背散射校正因子
F_c	收集器场强
F_f	荧光校正因子
$F_{r,1}$	二次电子减速场场强
$F(E_{L,S})$	能量过滤器接收低损耗电子的几率
F_s	阻止本领校正因子
f	透镜焦距
f_s	物距
$f(bK\alpha)$	样品对 $aK\alpha$ 光子的吸收因素
f_b	象距
f_E	样品对连续谱光子的吸收因子
f_0	对称透镜焦距
$f(t)$	二次电子信号 $h(t)$ 的权函数
$f(x)$	吸收因子, 二次电子逃逸机率
f_1	聚光镜焦距
f_2	物镜焦距
Δf_s	轴上象散象差
G	计数器增益
$G(E, \Psi)$	硅二极管固体探头增益
g	放大系统增益

$g(t')$	二次电子输出信号
$g'_1(t)$	正聚焦下二次电子信号微分函数
$g'_2(t)$	散焦下二次电子信号微分函数
H	荧光屏高度; 磁场强度的数值
HL	磁场范围
$h(t)$	样品上某点发射的二次电子信号函数
$h(u, U_0)$	连续荧光吸收因子
I	试样X射线强度; 电流密度
I_a	薄膜吸收的X射线强度
$I_{aK\alpha}$	$aK\alpha$ 谱峰内不同能量处的X射线光子强度
I_{BS}	背散射电子电流
$I_{B(j)}$	背散射电子总强度; 第 j 个布氏波作用下逸离样品表面的背散射电子总强度
$I_{B(x)}$	电子束在深度 x 处的背散射电子强度
i_{bm}	电子束束流
I_c	连续谱电流强度; 探头收集电流; 基结电流; 聚光镜励磁电流
I_d	闪-光探头输出电流
I_D	硅二极管固体探头输出电流
I_E	连续谱电流强度
I_F	薄膜X射线强度
I_{FS}	带基体薄膜X射线强度
I_l	荧光辐射强度
I_k	特征X射线光子强度
I_M	选定的散焦电流范围, 块状标样X射线强度
I_0	正聚焦下的透镜聚焦电流; 标样X射线强度; 入射束流
$I_j^{(j)}$	进入样品表面第 j 个布氏波的强度
I_p	初始条件下的散焦电流
I_S	基体X射线强度; 反向饱和电流
I_{SC}	样品电流
I_{SE}	二次电子电流
I_t	透射电流
I_{th}	阈值束流
i_n	噪声电流
J	平均电离电位
$J(A)$	荧光校正参数
K	导热率; 打拿极效率; 有效信噪比
K_E	Kramers常数
K_{PC}	前置放大器转换因子
k	励磁参数
K_e	薄膜荧光激发常数

K_0	能量过滤器栅网透过率
K_s	基体荧光激发常数
L	电子在样品中的穿透路程; 电子平均自由路程; 物镜工作距离
L_e	弹性散射平均自由程
L_i	非弹性散射平均自由路程
L_p	灰度电平偏离几率
l	两透镜间距
M	放大倍数; 总缩小倍数; 灰度电平级数; 镀膜材料重量
M_1	聚光镜缩小倍数, 调制单位
M_2	物镜缩小倍数, 解调单位
m_i	i 元素质量
m_0	原子单位质量
N	阿伏加德罗常数; 扫描线数
\bar{N}	平均计数值
\bar{n}_b	黑像素平均信号量子数
$N(E)$	光量子数
N_{EH}	每个背散射电子在固体Si二极管探头中产生的电子-空穴对数
n	电子数; 重复测量次数; 衍射级数
n'	重复测量次数
n_0	有效电子数
\bar{n}_N	信号全噪声
\bar{n}_w	白像素平均信号量子数
P	峰值强度; 散射几率; 衍射峰值系数
P_E	探头收集效率
$P_{(\phi)}$	电子经过 ds , 通过 ϕ 角散射进入立体角 $d\Omega$ 的几率
$P_{i,j}$	荧光激发常数
$p_{K\alpha}$	$K\alpha$ 谱线的权
$p_{K\beta}$	$K\beta$ 谱线的权
P_γ	置信度
Q	电离横截面
Q_0	试样表面的电离截面
$Q(\rho z)$	试样深 ρz 处的电离截面
R	峰背比; 喷金乳胶球裂缝上背散射电子的强度比; 探头分辨率; 样品至蒸发源的距离
R_B	贝思作用区
R_b	谱峰观察区
R_m	最大作用区
R_0	表面电离函数
R_s	X射线空间分辨率

R_s	外推作用区
S	二次电子强度微分信号极大值; 阻止本领; 气隙宽度; 探头检测灵敏度; 基体校正因子; 偏离泊松分布实际测量的标准方差
S_K	校正的X射线信号强度的方差
S_N	计数产生的均方差
S_P	从极靴上收集的二次电子信号
S_S	从样品上收集的二次电子信号
S/N	信号噪声比
T	镀膜厚度
T_R	分辨时间
t	薄膜厚度
$t_{.f}$	自动聚焦时间
$Y(c)$	未知样上的信号计数
YEL	赝随机数
$Y(1)$	标样上的信号
Z	原子序数
Z_i	i元素原子序数
Z_t	薄膜原子序数
Z_s	基体原子序数
α	光阑孔径角, 入射角
α_i	电子枪阴极发散角
α_{opt}	光阑最佳孔径角
β	衍射角
γ	吸收道阶跃比; 探针半径
δ	二次电子产额
$\overline{\delta}_A$	有效信号转换系数
$\overline{\delta}_B$	背景信号转换系数
$\delta_{(E)}$	电子束入射样品激发的二次电子量
$\delta_{(0)}$	正入射下的二次电子产额
δ_P	极靴上的二次电子产额
$\delta_{\gamma-1}$	第 γ 级的转换系数
δ_T	样品上的温升
$\delta_{(t)}$	样点上一点的 δ 函数
δ	束电子在样品中散射引发的二次电子
ϵ	转换效率因子
η	电子背散射系数
$\eta_{m.c.}$	混合物或化合物的背散射系数
η_d	探头效率
$\eta_{L,L}$	低损耗电子转换效率

$\eta_{s,}$	基体背散射比
$\eta_{t,}$	薄膜背散射比
$\eta_{t,ot}$	总背散射比
η_x	背散射强度相对损失
$\eta^{(j)}$	晶体对第 j 个布氏波的散射系数
η_w	背散射电子积分能量分布函数
η^0	晶体的平均背散射系数
Q	电子束对样品表面的掠射角, 衍射角, 样品表面倾角
$\Delta Q'$	二次电子偏离角
λ	波长
μ_0	晶体对电子的平均吸收系数
μ	质量吸收系数; 折射指数
μ_c	薄膜质量吸收系数
μ_i	纯金属 (i) 对 λ_i 辐射的质量吸收系数
$\mu^{(j)}$	晶体对第 j 个布氏波的吸收系数
ν	频率
ρ	样品密度
$\bar{\rho}$	空间电荷平均密度
ρ_i	i 元素密度
ρR_B	贝思质量作用区
ρt	质量厚度
$\bar{\rho Z}$	平均质量深度
σ	Lenard系数; 标准偏差; 高斯分布误差; 光栅常数, 卢瑟福散射截面
σ_{BSE}	背散射电子在固体探头中引起的散粒噪声
σ_{DET}	固体探头检测背散射电子的总噪声
σ_f	电源线频率噪声
σ_G	固体探头增益变化引起的噪声
σ_i	流过电阻 R 的电流信号中的标准偏差
σ_L	探头漏电流噪声
σ_n	入射探头背散射电子数 n 的标准偏差
σ_{PA}	放大器等效输入噪声
σ_Q^2	电容器上电荷 Q 的方差
τ	时间常数; 与 τ' 共为一组数据的不同计数时间
ϕ	磁偏转角; 散射角; 电子在样品内的偏转角
ϕ_c	光栅全反射临界角
ϕ_e	弹性散射最大几率散射角
ϕ_0	表面电离函数
ϕ_{opt}	光栅最佳入射角
ϕ_s	收集器接收角

$\phi(\rho z)$	X 射线深度分布函数
ψ	散射电子接收角
Ω	收集器立体角
ω	方位角; 荧光产额
ω_c	薄膜元素荧光产额
ω_K	K 线荧光产额
ω_L	L 线荧光产额
ω_s	基体元素荧光产额

前 言

电子探针及扫描电镜的先后研制成功并广泛使用，为在亚微米尺度研究固体中微观形貌及成分开辟了一条新的途径，大大促进了与固体有关的诸学科的发展。从第二十章所列的应用范围看来，可以说本书是“天、地、生、理、化、工”无所不包。在科学技术高速发展的今天，扫描电镜-电子探针不仅是一般研究实验室的必备设备，并已逐渐成为工厂中心实验室甚至生产线上的检验工具了。

张铭诚、袁自强、万固存、李春远等同志在研制和使用电子探针和扫描电镜方面有多年的丰富经验，加以博览群籍，取其精华，编写出这本六十万字的巨著。他们的写作态度是非常认真的，前后五年、四易其稿，终成此书。为了进一步保证写作质量，还请在这些仪器的研制和使用方面的专家林卓然（国家地震局地质研究所副研究员）、谢信能（中国科学院科学仪器厂高级工程师）和徐乐英（中国科学院沈阳金属研究所副研究员）等同志审校全书。这种精益求精的精神是值得称赞的。

本书的重点是分析各类信号（包括噪声信号）的产生、获取、处理及有效利用的方法，有其新颖独到之处，而这也正是在各有关领域中从事使用这种仪器的广大科技工作者所共同需要的基础知识。因此本书是会受到广大读者的欢迎的。在此我愿向编著者表示衷心地感谢和祝贺。

我受原子能出版社的委托和编著者的要求审定此书，一则挤不出时间，二则自己的知识面也不能概括全书内容，只好求助于林卓然、谢信能和徐乐英三位同志。他（她）们慨然应允，花了不少时间和精力，认真阅读了有关章节，提出了不少宝贵建议。他（她）们这种为繁荣我国的科学技术事业而无私奉献的精神是值得我们学习的。

最后，我愿向广大的固体科学工作者，特别是对物质微观世界有兴趣的同志，推荐这本书。它可以作为手册查找有关资料，也可以作为一本专著系统阅读。开卷有益，我已早读为快了！

郭可信

1984年12月于沈阳

序 言

扫描电镜、电子探针和透射电镜都是利用聚焦电子束为激发、照明源的显微分析仪器。但是前两类仪器与后者是有根本区别的。前者主要是利用电子束激发的信号和信息实现厚样品的微区观察和微区分析；而后者则是利用电子束穿过薄样品时，电子散射引起的对比度实现薄样品的显微观察。因此，在前两类仪器上，有效地利用电子束在固体样品上激发的各种信号和调制产生的各类信息，对进一步提高两类仪器的技术指标，实现仪器的最佳操作，灵活运用它们去完成多种任务，以及进一步开辟新的应用领域，都有十分重要的意义。我们在仪器的研制和调试实践中，对此体会尤深。我们认为有必要在电子束与固体样品作用的物理基础上，着重从信号与信息的有效利用出发，通过分析各类信号、信息激发、调制产生的特点，围绕信号电子、X射线光子的检测处理技术以及特征信号（即信息）的形成方法，阐明各类电子图象的成象机理和微区元素的定性、定量分析方法、探讨各类信号、信息对图象品质和分析检测指标的影响，以及这两类技术在各个领域中的具体应用。通过这样的步骤阐明电子束扫描成象及微区分析这两类技术的原理和应用，对仪器的设计者和使用者深入理解并掌握这两类技术，透析仪器性能，正确操作和灵活运用这两类技术会有较大帮助；就上述问题在国内本领域学术界同行中引起讨论，以期起到抛砖引玉的作用，也是本书的目的之一，这样的阐述方法也便于初学读者迅速理解和掌握这两类技术。

要实现上述目的，仅靠我们研制和调试仪器积累的知识是远远不够的，我们又广泛参阅了国内外有关这两类仪器的原理、研制及应用等方面的报道，并且有选择地吸取了国外近年来这方面有影响的某些专著、论文集和期刊杂志中的有关资料。如O.C.Wells等人所著的《Scanning Electron Microscopy》，J.I.Goldstein等人所著《Practical Scanning Electron Microscopy》，D.K.Bowen等人所著《Microscopy of Materials》，K.F.J.Heinrich所著《Electron Beam X-ray Microanalysis》，D.B.Holt所著《Quantitative Scanning Electron Microscopy》；由IITRI和SEM Inc在1968~1980年间逐年编辑出版的《Scanning Electron Microscopy》论文集，以及第四至第十届《Inter.Conf. X-ray Optical and Microanalysis》论文集；近年发行的“X-ray Spectrometry”、“Analysis Chemical”、“Vacuum Science and Technology”、“J.A.P”等专业期刊。书中也引用了一些未公开发表的资料，例如第二届全国电子显微学会会议论文集中的有关资料；冯思异先生翻译的“扫描电镜闪烁材料的性能”一文中的有关资料。也引用了姚骏思主编的《扫描电子显微术》（1979年会议资料选编）一书中的有关资料。

全书除导论外共分二十章。导论由张铭诚、袁自强编写。第五、六、七、八、九、十、十五、十六等八章由张铭诚编写。第一、二、三、十一等四章由袁自强编写（第三章中扫描显示部分由徐以文编写）。第四、十九、二十等三章由万固存编写。第十二、十三、十四、十七、十八等五章由李春远编写。全书由张铭诚负责统一编篡整理，李春远参加了本书的部分编篡工作。

本书由中国科学院技术学部委员、中国电镜学会副主席郭可信教授主持审定。中国科学院科学仪器厂高级工程师谢信能、国家地震局地质研究所副研究员林卓然、中国科学院金属研究所副研究员徐乐英具体参加了审稿工作。郭可信教授最后审定了本书，并为本书写了前

言。

审稿过程中，郭可信教授对本书内容、结构提出了宝贵建议，我们又对原稿进行了大量修改和补充。谢信能、林卓然、徐乐英等同志分别对原稿进行了细致的修改和审校，他(她)们从编写方法到一些问题的描述措词均提出了具体的修改建议，对保证本书质量起了重要作用。为此我们特向郭可信教授所给予的指导和付出的辛勤劳动表示衷心感谢。也衷心感谢在本书细致审校中付出辛劳的谢信能、林卓然、徐乐英等同志。

本书是在中国科学院地球化学研究所各级领导关怀、鼓励和支持下写成的。所出版组曾饶明同志协助完成本书的编辑加工工作。全书插图清绘和照片洗印放大，分别由我所陆宝林、程应良负责完成，在此向他(她)们一并致谢。

由于作者水平有限、书中难免还有不当之处，敬请读者指正。

编著者

84年11月

目 录

前言	(5)
序言	(6)
导论	(1)
一、 扫描电镜和电子探针发展历史的回顾	(1)
二、 发展前景	(5)
三、 本书主题及概要	(8)
第一章 电子与样品的相互作用	(12)
一、 电子散射	(12)
二、 电子作用区的物理模型	(18)
三、 Bethe作用区和最大作用区	(19)
四、 背散射电子	(23)
五、 二次电子	(28)
六、 电子与薄膜样品的相互作用	(32)
七、 俄歇电子和阴极荧光	(36)
第二章 缩小系统电子光学	(42)
一、 电子束品质与图象分辨率	(42)
二、 磁透镜的光学特性	(44)
三、 磁透镜的象差	(47)
四、 球差和色差对束斑和束流的影响	(52)
五、 电子束直径的计算	(55)
六、 电子束极限直径	(57)
七、 磁透镜的发展	(58)
第三章 仪器的设计与操作	(61)
一、 镜筒尺寸的选择	(61)
二、 电子枪	(62)
三、 物镜	(71)
四、 光学元件的合轴	(73)
五、 扫描器	(74)
六、 扫描器位置的选择	(77)
七、 图象显示与畸变	(78)
八、 新的扫描显示技术	(80)
九、 景深	(83)
第四章 样品室与真空系统	(86)
一、 样品室和样品台	(86)
二、 光学显微镜	(90)
三、 真空系统及污染控制	(94)
四、 电子束的稳定性及影响因素	(99)
第五章 图象信号的检测	(108)
一、 散射电子对精细形貌检测的影响	(108)

二、	背散射电子的检测	(112)
三、	低损耗电子的检测	(123)
四、	二次电子的检测	(129)
五、	样品电流信号的检测	(138)
六、	阴极荧光的检测	(139)
第六章	图象的信号噪声比(SNR)	(148)
一、	图象的品质因素	(148)
二、	成象束流的计算	(153)
三、	检测系统的噪声	(157)
四、	保证各类图象品质的束流的计算	(162)
第七章	图象信号的处理	(167)
一、	黑电平抑制	(168)
二、	非线性放大	(169)
三、	图象信号的微分处理	(175)
四、	图象信号的模数-数模转换	(177)
五、	信号的Y调制处理	(179)
六、	成分与形貌信息的分离	(181)
七、	自动聚焦选择最佳图象信号	(182)
第八章	对比度机理	(193)
一、	原子序数对比度	(193)
二、	形貌对比度	(197)
三、	电压对比度	(199)
四、	磁对比度	(207)
五、	电子束感生电流(EBIC)对比度	(210)
六、	阴极荧光图象对比度	(210)
第九章	对比度与分辨率	(218)
一、	获取高分辨率的措施	(218)
二、	对比度与分辨率	(220)
三、	导电样品的二次电子图象	(226)
四、	绝缘样品的二次电子图象	(230)
五、	发光图象	(231)
第十章	散射电子与样品电流图象	(241)
一、	普通背散射电子图象	(241)
二、	导电样品的低损耗电子图象	(245)
三、	导电样品的样品电流图象	(249)
第十一章	电子通道花样	(258)
一、	电子通道花样对比度机理	(258)
二、	电子通道花样	(263)
三、	通道花样的电子光学条件	(265)
四、	信号的收集与处理	(267)
五、	选区通道花样	(268)
六、	多晶体的通道对比度	(271)

第十二章	X 射线检测	(279)
一、	X 射线检测原理	(279)
二、	探测器特性	(280)
三、	探测器性能的比较	(285)
四、	正比计数器	(286)
五、	闪烁计数器	(293)
六、	计数系统	(294)
七、	X 射线图象	(300)
第十三章	X 射线光谱谱仪	(305)
一、	布拉格定律与聚焦几何学	(305)
二、	分光晶体	(310)
三、	谱仪设计概要	(318)
四、	可变曲率聚焦谱仪	(321)
五、	直进式谱仪	(323)
六、	光栅谱仪	(327)
第十四章	探针定量分析校正理论	(338)
一、	非线性因素	(339)
二、	阻止本领校正	(342)
三、	背散射校正	(348)
四、	吸收校正	(355)
五、	荧光校正	(363)
六、	校正计算程序	(370)
第十五章	X 射线能谱法(EDX)微区定性分析	(376)
一、	X射线能谱谱仪(EDS)	(376)
二、	能谱分析中的各种虚假因素	(385)
三、	X射线能谱法(EDX)微区定性分析	(398)
第十六章	X 射线能谱法(EDX)微区定量分析	(404)
一、	背景校正	(404)
二、	重叠校正	(407)
三、	X 射线能谱定量分析的典型程序	(410)
四、	相对 K 比值法的应用	(414)
五、	人发微区硫和氯的定量分析实例	(417)
六、	EDX与WDX检测极限的对比	(421)
第十七章	轻元素、超轻元素的分析	(431)
一、	概论	(431)
二、	校正计算	(434)
三、	碳的污染	(446)
第十八章	薄膜分析	(453)
一、	概论	(453)
二、	薄膜定量分析	(455)
三、	薄膜厚度的测量	(465)
第十九章	制样	(478)

一、 常用制样技术·····	(478)
二、 固体样品(岩石、金属、颗粒物等)制样·····	(489)
三、 生物样品制样·····	(492)
第二十章 应用 ·····	(507)
一、 金属学中的应用·····	(507)
二、 材料学中的应用·····	(509)
三、 地质和矿物学中的应用·····	(510)
四、 月岩研究·····	(513)
五、 机械学中的应用·····	(514)
六、 微电子学中的应用·····	(516)
七、 晶体结构学中的应用·····	(518)
八、 动态试验中的应用·····	(520)
九、 造纸工艺上的应用·····	(521)
十、 法学鉴别中的应用·····	(522)
十一、 生物学及医学中的应用·····	(524)