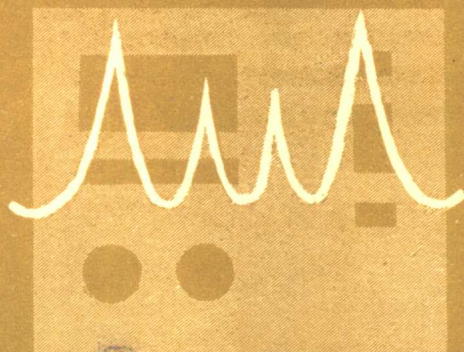


现代仪器分析丛书

扫描电子显微镜分析技术

杜学礼 潘子昂 编



化学工业出版社

现代仪器分析丛书

扫描电子显微镜分析技术

杜学礼 潘子昂 编

化学工业出版社

内 容 提 要

本书是一本介绍扫描电镜基本原理及其应用的入门书。全书共分七章：第一章讲述电子光学基本知识；第二章至第四章系统地介绍仪器结构、性能及关于二次电子图象的解释；第五章较全面地介绍扫描电镜的多种功能及各种图象的特点；第六、七章介绍用于扫描电镜观察的各种试样的制备方法和扫描电镜在金属、高分子材料、生物医学等各领域中的应用（附有一定数量的照片）。

本书可供从事扫描电镜实验工作的人员和借助扫描电镜进行科研及生产活动的技术人员阅读，也可供大、中院校有关专业师生学习参考。

现代仪器分析丛书 扫描电子显微镜分析技术

杜学礼 潘子昂 编

责任编辑：任惠敏

封面设计：季玉芳

化学工业出版社出版

（北京和平里七区十六号楼）

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

开本850×1168¹/₃₂印张7³/₄插页2字数209千字印数1—3,670

1986年5月北京第1版1986年5月北京第1次印刷

统一书号15063·3770定价1.90元

前 言

扫描电子显微镜 (SEM) 是一种大型分析仪器。这种仪器的设计思想和工作原理在本世纪30年代就提出来了,但直到1965年以后,一些国家(英国、日本、联邦德国、荷兰、美国、中国等)才陆续生产出实用化的商品。

和光学显微镜、透射电子显微镜相比,扫描电子显微镜(以下简称扫描电镜)具有分辨能力高、图象立体感强,放大倍数变化范围大,适于观察生物及非生物固体(块状、薄膜、颗粒)试样等特点。所以扫描电镜一经出现,就迅速地在材料科学、地质学、生物学、医学、物理学、化学等学科领域获得越来越广泛的应用。为适应不同分析目的的要求,在扫描电镜上相继安装了许多专用附件,实现了一机多用,从而使扫描电镜成为同时具有透射电子显微镜(TEM)、电子探针X射线显微分析仪(EPMA)和电子衍射仪(ED)等功能的一种快速、直观、综合的分析仪器。据不完全统计,世界上至少已有一万台扫描电镜(包括小型、通用性、专用型扫描电镜)在各个领域工作着。

在我国,近十几年来扫描电镜也得到了迅速发展和应用,已日益成为工农业及各个科学技术领域中的重要分析工具之一。怎样才能更充分地发挥仪器的各种性能,提高试样制备和观察水平,迅速准确地获得和分析各种有用信息以及进一步扩大应用范围,是每个扫描电镜工作者十分关心的问题。本书正是基于这种考虑而编写的,即以实用为目的,力求在全书内容上兼顾基础理论、重要概念、技术方法和实际应用。着重介绍最新仪器结构特点,操作技术及故障判断与排除,图象解释。在应用部分,通过系统实例,并根据不同试样特点,较详细地介绍了试样制备技术,而且尽可能将我国在这方面的一些工作反映出来。

在本书编写过程中，曾得到有关电镜同行的帮助和支持，特别是在应用部分，提供了许多宝贵的照片，谨此一并表示诚挚的感谢。

编者 1984

目 录

第一章 扫描电子显微镜 (SEM) 原理	1
第一节 基本原理	1
第二节 扫描电子显微镜的特点	3
第三节 电子光学基本知识	5
1. 光学折射率及电子光学折射率	6
2. 透镜	8
3. 透镜象差	15
第二章 扫描电子显微镜的构造	23
第一节 概述	23
第二节 镜体	23
1. 电子光学系统	23
2. 试样室	34
3. 真空排气系统	34
第三节 电源电路系统	38
1. 高压电源	38
2. 二次电子加速电源及光电倍增管电源	39
3. 扫描电源	39
4. 透镜电源	43
第四节 信号检测及放大系统	43
1. 二次电子检测及放大系统	44
2. 视频放大系统	44
3. 图象显示和记录系统	44
第五节 扫描电镜仪器实例	46
第三章 成象原理	54
第一节 电子与物质相互作用	54
第二节 图象解释	58
1. 倾斜效应	59

2. 原子序数效应.....	61
3. 边缘效应.....	62
第三节 图象解释中的几个问题	64
1. 检测器与试样的相对位置.....	64
2. 荷电效应.....	66
3. 加速电压效应.....	66
第四节 扫描电镜的主要性能及检测	70
1. 分辨能力.....	70
2. 放大倍数.....	76
3. 焦深.....	79
4. 畸变.....	81
5. 稳定性.....	81
第四章 扫描电镜操作技术及象缺陷的处理	84
第一节 电子枪	84
1. 高压及灯丝加热.....	84
2. 发射电流选择.....	84
3. 电子束稳定性及灯丝寿命.....	84
第二节 物镜光阑合轴	88
第三节 校正象散与调整聚焦	89
第四节 图象拍照	91
第五节 图象缺陷	94
1. 图象缺陷起因.....	94
2. 象分辨能力低及处理.....	94
3. 象质不好的原因及处理办法.....	99
4. 象缺陷及处理.....	103
5. 图象畸变及变形.....	106
第五章 扫描电镜的多功能化	110
第一节 背散射电子检测及成象	110
第二节 阴极荧光检测及成象	114
第三节 吸收电子(试样电流)检测及成象	115
第四节 俄歇电子检测及成象	116
第五节 透射电子检测及成象	120
第六节 电子通道花样(ECP)	122

第七节 特征X射线检测	125
1. 波谱法	125
2. 能谱法	130
第八节 信号与图象处理	144
1. 信号加减运算	144
2. 数字图象处理	144
3. γ 调制	144
4. 视频调制	146
5. Y调制	147
6. 多种图象表示及不同倍数观察	147
第九节 试样的加热、冷却和拉伸	148
1. 加热观察	148
2. 低温观察	149
3. 拉伸观察	150
第十节 与扫描电镜有关的仪器	152
1. 低压扫描电镜	152
2. 频闪扫描电镜	152
3. 低能损失扫描电镜	153
4. 俄歇扫描电镜	154
第六章 试样制备技术	157
第一节 导电材料试样制备	158
第二节 非导电性材料的试样制备	158
1. 非金属材料试样制备	158
2. 生物医学材料试样制备	161
3. 无导电膜非导电性材料试样制备	165
第三节 制样设备实例	167
第七章 应用	171
第一节 在分子方面应用	171
1. 试样制备	171
2. 电镜观察	174
3. 应用实例	176
第二节 在催化剂方面的应用	186
1. 催化剂表面观察	187

2. 催化剂粒度分布测定·····	188
3. 沸石结晶过程观察·····	192
第三节 在金属材料方面的应用·····	195
1. 断口观察·····	195
2. 铸铁·····	201
3. 事故、故障分析·····	205
第四节 在石油、地质、矿物方面的应用·····	207
1. 在古生物学方面·····	207
2. 在生油岩方面·····	209
3. 在油气储集层方面·····	210
第五节 在半导体器件及集成电路方面的应用·····	211
1. 形貌图象法·····	212
2. 电压衬度象法·····	213
3. 电子电动势象法·····	214
4. 电力束感生电流象法·····	217
第六节 在昆虫学研究中的应用·····	220
1. 试样制备·····	221
2. 应用实例·····	222
第七节 在生物学上的应用·····	224
1. 脏器·····	225
2. 关节及滑膜·····	229
3. 皮肤及感觉器官·····	229
4. 游离细胞·····	234
5. 结石·····	236
主要参考文献 ·····	237

第一章 扫描电子显微镜(SEM)原理

第一节 基本原理

扫描电镜获得试样放大成像的过程既与光学显微镜不同，又与透射电子显微镜(TEM)不同，如图1-1所示。扫描电子显微镜的成像过程首先是镜体内聚焦扫描入射电子束(简称电子探针)从试样激发各种信号(如二次电子)，经检测、放大后，最终在设于镜体外的显象管(CRT)荧光屏上形成一副反映试样表面形貌、组成及其它物化性能的扫描图象。而透射电镜(或光学显微镜)则是入射电子(或光)穿透薄试样，再经透镜系统放大，直接在镜筒下方荧光屏(屏幕)上成像。扫描电镜成像过程与电视设备成像过程相似，但形成一副图象的时间要比电视图象长得多，一般为5~50s。图1-2是扫描电镜的成像过程示意图。扫描电子象的衬度，如二次

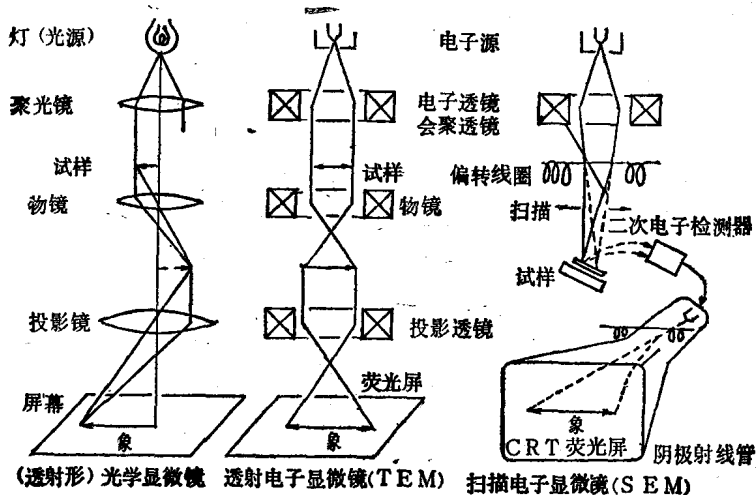


图 1-1 扫描电镜与光学显微镜、透射电镜成像的差别

电子象衬度由入射电子束从试样表层不同微区激发的二次电子量决定。而被激发的二次电子量的多少，主要与试样表面的凹凸有关。故二次电子象衬度主要反映试样表面的形貌特征（图1-3）。在显象管上显示的扫描图象，可用一般照相机或极化底片相机拍照。

扫描电镜的放大倍数定义为显象管电子束扫描宽度与镜体电子束在试样上扫描宽度之比。由于显象管成象荧光屏尺寸一定，通过改变镜体内电子束偏转角，即改变电子束在试样上扫描范围，可使

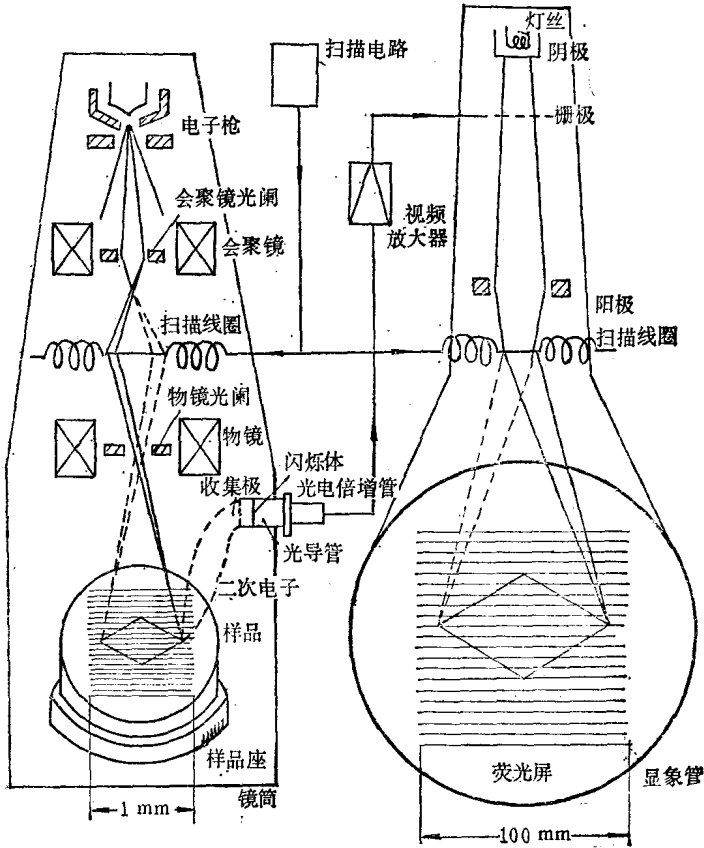


图 1-2 扫描电镜成象过程示意图



图 1-3 硅酸钙的二次电子象

扫描电镜放大倍数在7~200000倍之间任意选择。扫描电镜的放大倍数、图象聚焦及衬度等，一般可独立地进行调节。

第二节 扫描电子显微镜的特点

用于扫描电镜观察的试样尺寸比透射电镜试样大得多。为获得扫描图象，入射电子束不需要，一般也不可能透过试样。如图 1-4 所示，入射试样的电子，由于多次与试样原子（核及核外电子）相互作用，其能量大部分以热能形式损失，小部分用于激发或电离试样原子。而入射电子本身，一部分作为试样电流被引出试样，一部

分作为背散射电子，再从试样弹性（非弹性）反射出来，因试样原子激发或电离产生的信号有二次电子、特征X射线、阴极荧光等等。这些信号都可作为成象信号，而以二次电子信号最为重要。因为二次电子能量低（50eV以下），只有距试样表面很近（约100Å）的表层产生的二次电子才能逸出试样，并被检测、放大、成象。用于检测二次电子的检测器，可将从试样向各方向发出的二次电子全部收集起来，因此扫描电镜的二次电子象富有很强的立体感（见图1-3）。从光学照明效果看，反映试样表面形貌的二次电子象具有医学上在无影灯下看到的实体那样的效果。

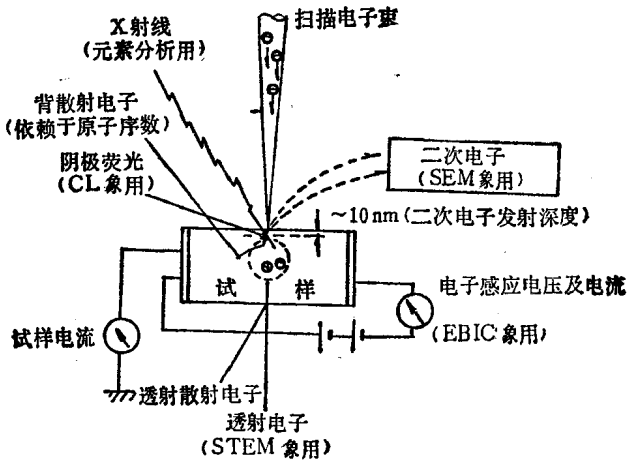


图 1-4 入射电子从试样激发的信号

具有较高的二次电子象分辨能力（30~50Å）和较大的焦深，是扫描电子显微镜另一突出的特征。表面起伏较大的试样，在扫描电镜二次电子图象上可以同时聚焦清楚，这是一般光学显微镜远远不如的。另外，用扫描电镜观察的试样，制备方法比透射电镜的试样简单。金属、矿物、半导体等块状试样，不需制备试样复型或超薄切片，就可直接用扫描电镜进行观察。高分子材料、植物、昆虫或医学试样等，由于不导电或含水分、粘液等原因，在观察前一般要

进行清洗、固定、脱水及导电（金属蒸涂）等处理。此外，放大倍数变化范围大（从几倍到几十万倍），也是扫描电镜的特征。配上适当附件，可以进行微区元素、电、磁、光性能分析，可以对检测信号及图象进行各种处理等。关于扫描电镜、透射电镜及光学显微镜特征比较，见表1-1。

表 1-1 各种显微镜特征比较

性能特征	种类	光学显微镜	透射电子显微镜	扫描电子显微镜
分辨能力	简易型	5 μ m	100 Å	0.2 μ
	普及型	0.2 μ m	10 Å	100 Å
	高级特殊型	0.1 μ m	2 Å	30 Å
焦深		浅 (500倍时2 μ m)	中等 (500倍时500 μ m)	深 (500倍时1000 μ m)
观察方式	透射	可能	可能	可能
	反射	可能	可能 (扫描附件)	可能
	衍射	可能	可能	可能
	其它	若干	少	多
试样制作技术	制作技术	容易	复杂	容易(非生物) 较复杂(生物)
	种类	多	薄膜	多
	厚度	厚	极薄	薄
	大小	大	小	大
	状态	大气	真空	真空
视场		大	小	大
信号处理		后处理	不可(后处理)	可能
色彩		有	无	无

第三节 电子光学基本知识

电子光学是一门研究电场及磁场对电子偏转、聚焦和成像规律的科学。电子显微镜是根据电子光学原理设计制造出来的一种典型仪器。为了正确地理解电镜成像原理和更好地发挥仪器的性能，具备一些电子光学基本知识是非常必要的。

电子在静电场或磁场中的运动规律与人们所熟悉的光束（线）

在光学介质中的传播规律极为相似。光学显微镜和电子显微镜都属于光学放大仪器，基本功能相同，成象过程也很相似。在电子光学及电镜中一些问题的处理方法，许多名词，概念也多沿用和引自几何（普通）光学。如在电子光学中也有（电子光学）折射率、焦点、分辨本领、放大倍数……之称。在介绍电子光学时，为便于理解，将力求和几何光学联系起来。

1. 光学折射率及电子光学折射率

几何光学指出，当光线从一种介质向另一种介质传播时，在两种介质界面处光线发生折射（图1-5）。光的入射角、折射角和介质折射率之间的关系，遵从光的折射定律。

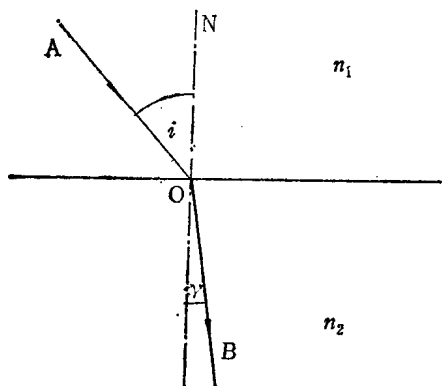


图 1-5 光线的折射

$$\frac{\sin i}{\sin \gamma} = \frac{n_2}{n_1}$$

(1-1)

式中 i 为入射角，是入射光线 AO 与介质界面法线 ON 的夹角； γ 为折射角，是折射光线 OB 与法线 ON 的夹角； n_1 为介质 I 的折射率； n_2 为介质 II 的折射率。

根据式 (1-1)，可方便地求出光线通过两介质界面时的光的折射方向。

与几何光学相对，电子射线（运动着的电子流）在两个不同电位区域的交界处也产生折射，即电子运动方向发生改变（图1-6），且有

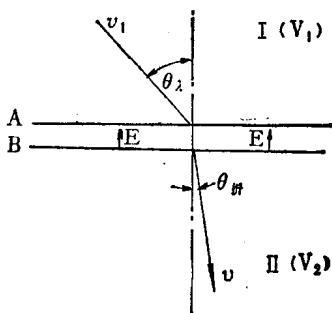


图 1-6 电子的折射作用

$$\frac{\sin i}{\sin \gamma} = \frac{\sqrt{V_1}}{\sqrt{V_2}} \quad (1-2)$$

式中 i —— 电子射线入射角；

γ —— 电子射线折射角；

V_1 —— 电位区 I 的电位；

V_2 —— 电位区 II 的电位。

比较 (1-1) 式及 (1-2) 式，形式相似。与几何光学中折射率 n 相对应，一般称 $\sqrt{V_1}$ 和 $\sqrt{V_2}$ 为电子光学折射率。根据式 (1-2) 可确定电子射线（电子）从一个电位区进入另一个电位区的方向。

电子在磁场中产生折射，即运动方向的改变比较复杂。在磁场中电子受磁场力作用，其数学表达式可写为

$$\vec{f}_e = -e\vec{v} \times \vec{B} \quad (1-3)$$

式中 e —— 电子电荷；

\vec{B} —— 磁感应强度（真空中磁场强度 $H=B$ ）；

\vec{v} —— 电子运动速度。

均匀磁场中，入射电子受磁场力作用，其运动方向的变化有下列三种情况：

① 平行磁场方向入射 ($\vec{v} // \vec{B}$) 由于不受磁场力作用 ($\vec{f}_e = 0$)，电子将按入射方向保持匀速直线运动，即不产生折射。

② 垂直磁场方向入射 ($\vec{v} \perp \vec{B}$) 由于受磁场力作用最大 ($f = evB$)，电子将在由 \vec{v} 和 \vec{B} 决定的平面内做圆周运动 (图 1-7)。

圆周半径 r 为

$$r = \frac{mv}{eB} = \frac{v}{\eta B} \quad (1-4)$$

式中 m 为电子质量； η 为质荷比。

如运动一周所需时间为 τ ，则有

$$\tau = \frac{2\pi r}{v} = \frac{2\pi}{\eta B} \quad (1-5)$$

式 (1-5) 表明，在均匀磁场中以不同速度和角度由一点发射的所有电子，经过时间 τ 后将重新回到出发点，这是电磁透镜对电子聚

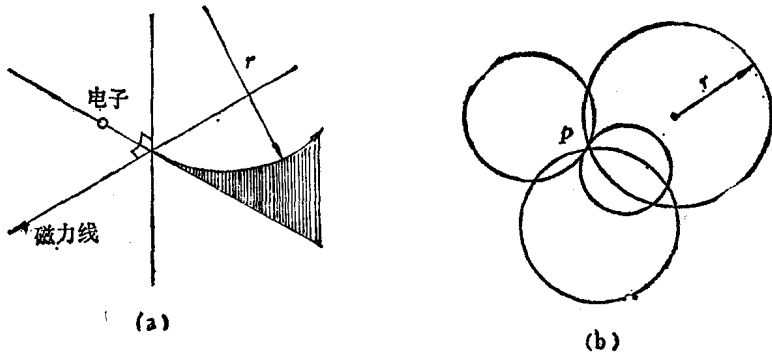


图 1-7 电子在磁场中运动 (圆形轨迹)

焦作用的理论依据。

③ 电子与磁场成任一角度入射 在受到磁场力作用下, 其运动情况比较复杂。为讨论方便, 可将入射电子速度 \vec{v} 分解为沿磁场方向的速度分量 v_x 和垂直磁场方向的速度分量 v_r 。

$$\begin{cases} v_r = v \sin \theta \\ v_x = v \cos \theta \end{cases} \quad (1-6)$$

显然, ③为①、②两种情况的综合, 此时电子在磁场中的运动可看成沿磁场方向的匀速直线运动和垂直磁场方向的圆周运动的合成运动。

应当指出, 光线只在两种介质交界面处产生折射。而电子在电场或磁场中运动方向的改变 (折射) 则是连续的, 其运动轨迹是圆滑曲线。电子光学折射率与电场 (磁场) 强弱有关。有了如上所述的光线在光学介质 (如玻璃透镜) 中及电子射线在电场 (磁场) 中传播或运动的概念之后, 就不难理解有关透镜及聚焦成象的问题了。通过改变电场及磁场强度, 可方便地改变电子光学折射率。而光学材料一经制成透镜, 其光学性质 (如折射率) 就完全固定了。

2. 透镜