

科学仪器资料汇编

•
1

中国科学院
图书馆
藏书之章

中国科学院北京科学仪器厂技术情报组

编 者 的 话

遵照华主席抓纲治国的战略决策以及必须充分认识科技现代化的重要意义，科研要走在生产建设前面的指示，为尽快把科学研究搞上去提供新的技术装备，我们决定不定期地出版技术性的《科学仪器资料汇编》。主要报导：电子光学、离子光学仪器的进展和动态及其有关技术，为社会主义革命和建设服务。

由于我们水平有限，缺点和错误一定不少，欢迎同志们批评指正。

中国科学院北京科学仪器厂技术情报组

一九七七年三月

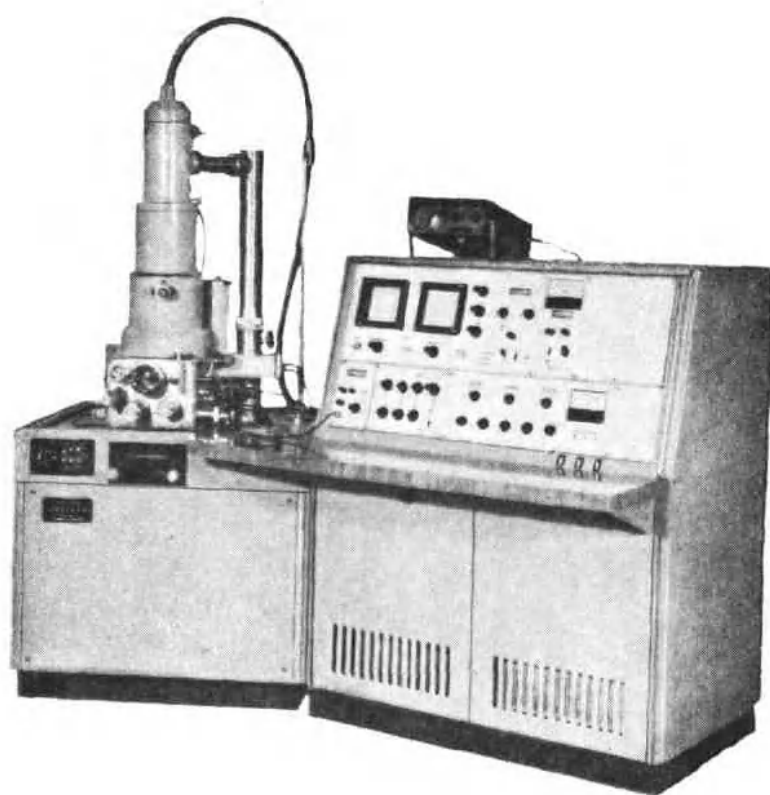


图1-1 DX-3型扫描电镜外形

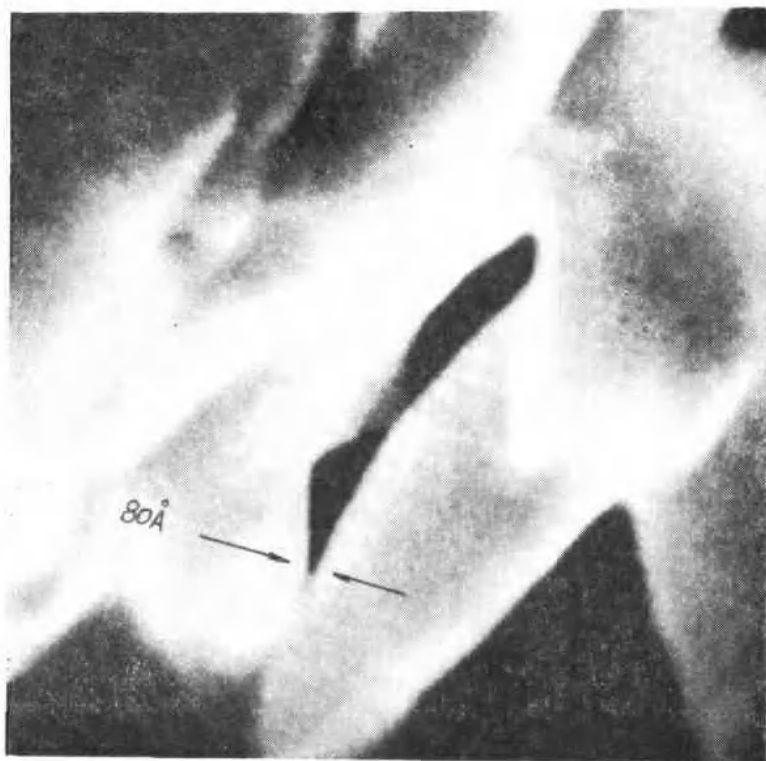


图1-13
每英寸1500目的银网,
10万倍 $1\text{mm}=100\text{\AA}$

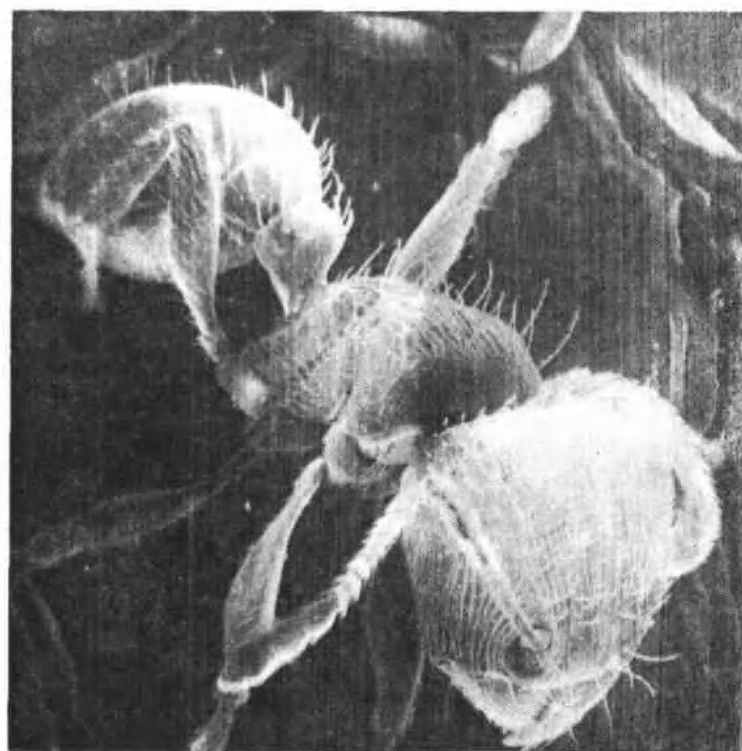


图1-14 蚂蚁40倍

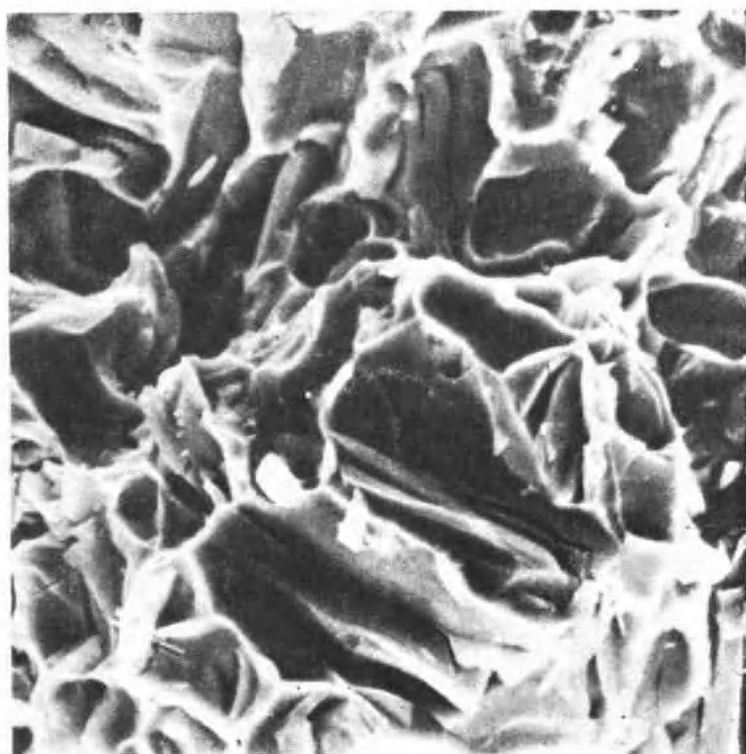


图1-15 铝断口1400倍

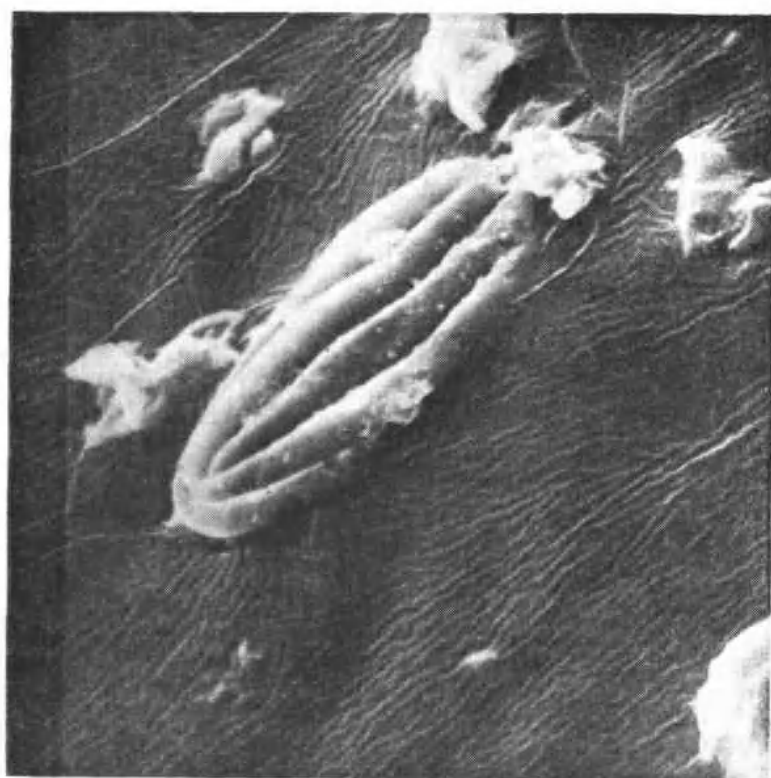


图1-16
希指蕨孢子化石，1000
倍，距今年代约1400至
800万年。

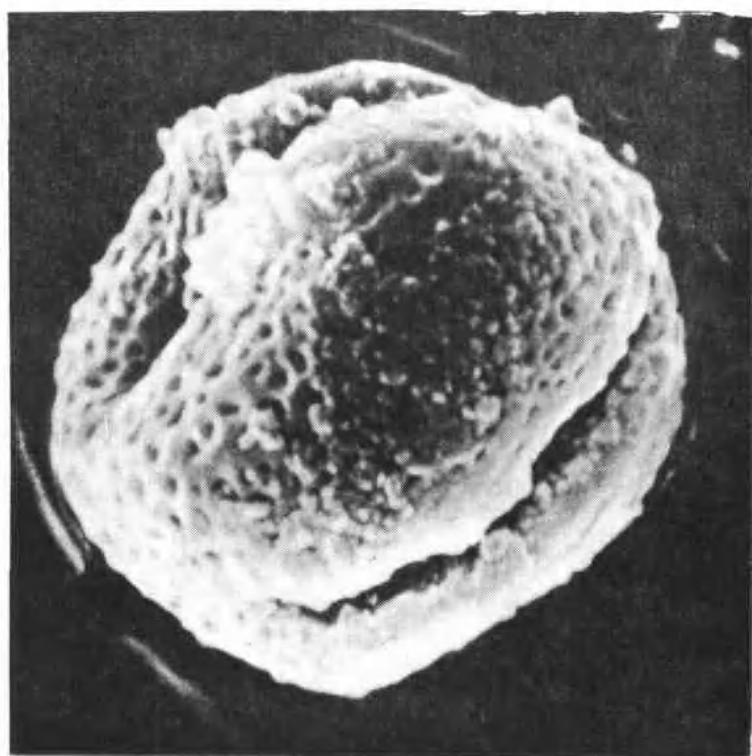


图1-17
铁力木孢子1000倍

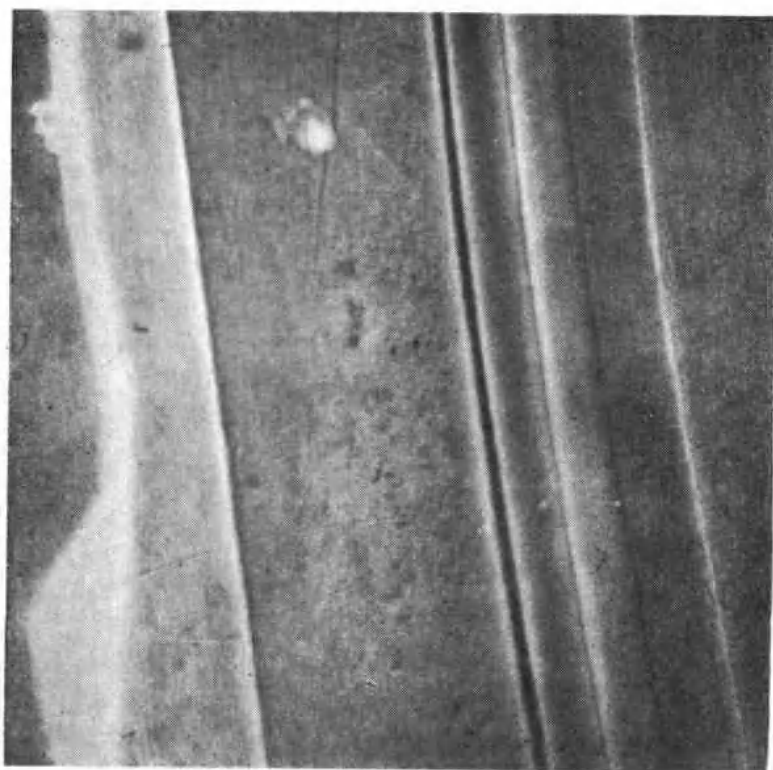


图1-18
双异质结激光器外延片
从照片中可以清楚地看到六层结构： GaAs — $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ — GaAs — $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ — GaAs — GaAs ，3000倍。

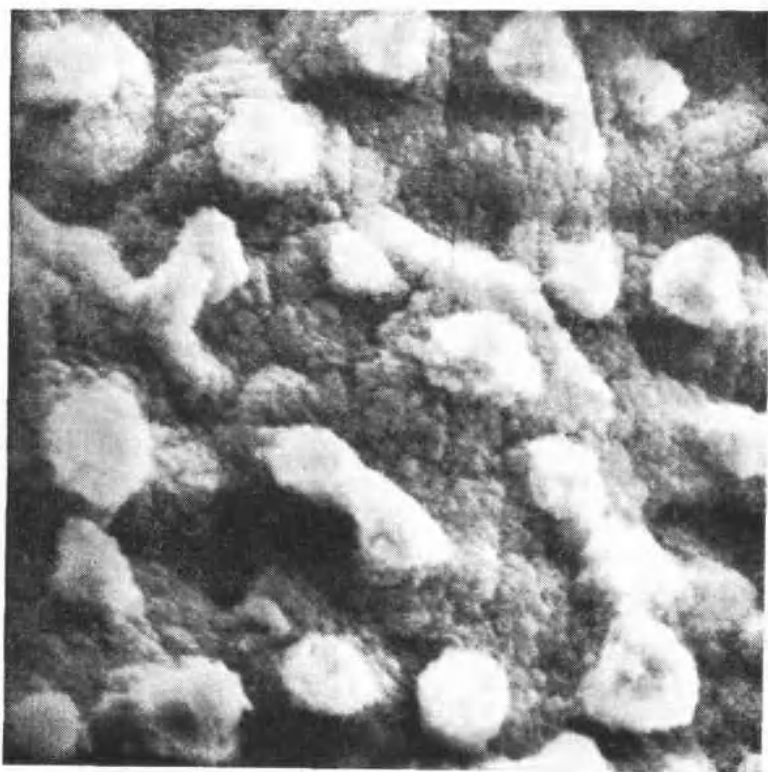


图1-19
荷叶表面细微结构，可
以看到钉形毛及拟蜡物
质的分布情况。

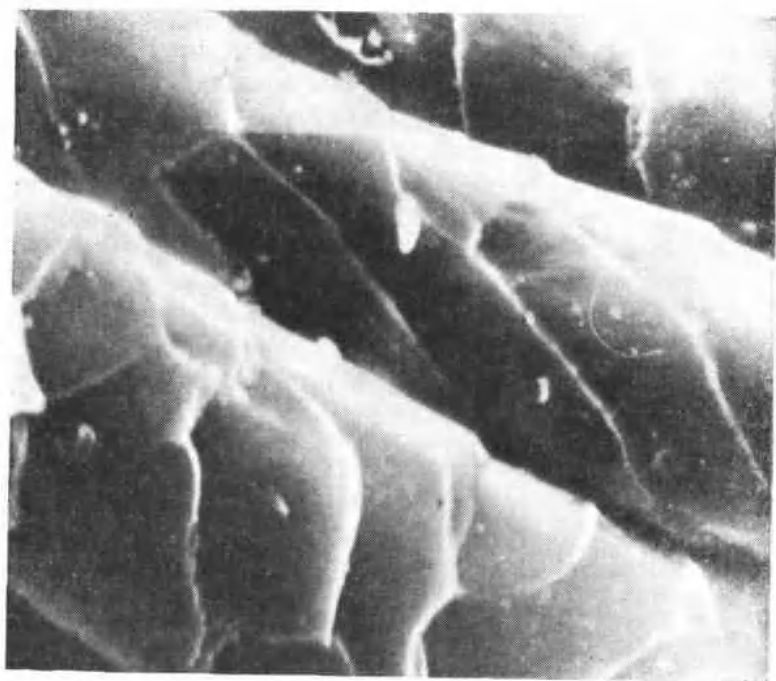


图1-20
羊毛纤维表面

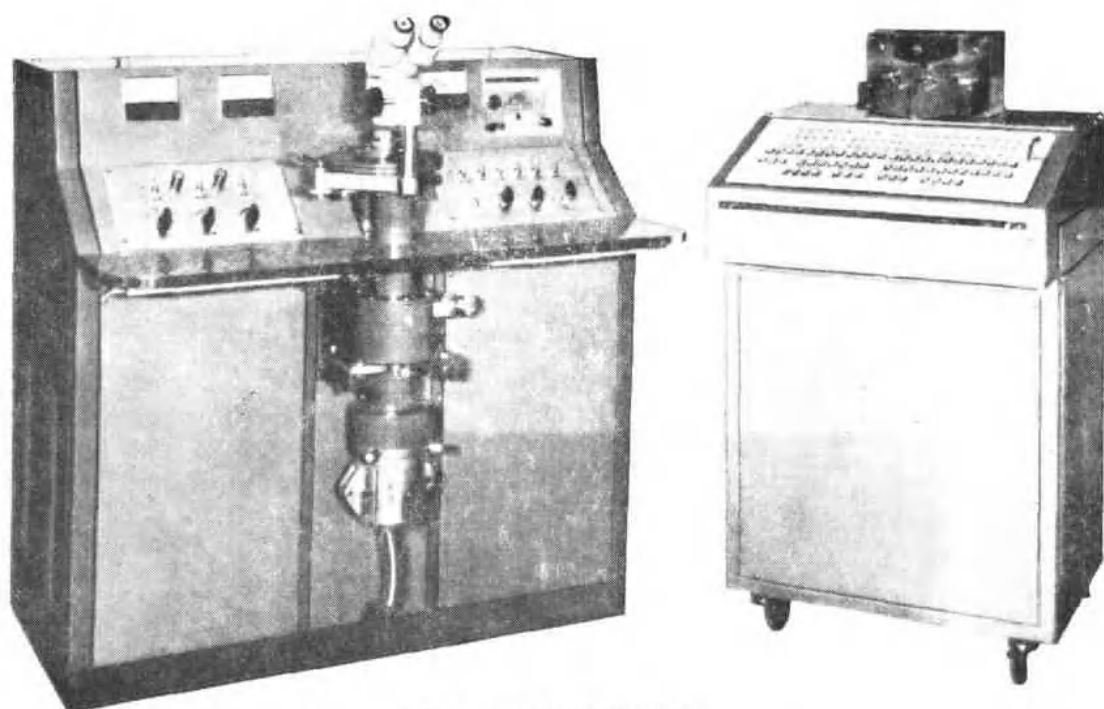


图3-1 电子束制版机外形图

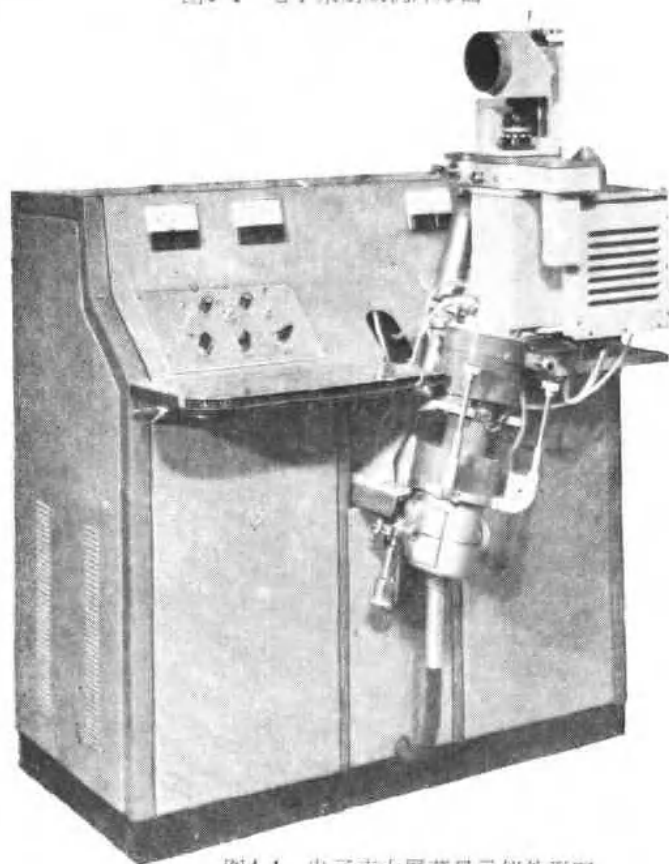


图4-1 电子束大屏幕显示仪外形图

目 录

DX-3 型扫描电子显微镜	(1)
DX-3 型扫描电子显微镜中的二次电子探头	(20)
DB-1 型电子束制版机	(25)
电子束大屏幕显示仪	(45)
电子束加工机的电子光学设计	(51)
具有最短焦距的电磁电子透镜	(63)
电子显微镜钼片光栏孔的一种加工工艺	(68)
电子显微镜的发展动态	(73)
对称和非对称型磁透镜	(87)
岛津 ASM 型扫描电子显微镜	(114)
全国电子探针、扫描电镜技术经验交流会在桂林召开	(129)
主要国家商品扫描电子显微镜的主要技术性能	(130)

DX-3型扫描电子显微镜

中国科学院北京科学仪器厂 扫描电镜组

前 言

扫描电子显微镜是一种大型电子光学仪器，用它可以进行对各种试样的图象观察，加附件后逐步进行元素分析和晶体结构分析。扫描电子显微镜与光学显微镜及普通的电子显微镜相比，有下列特点：

(1)分辨能力较高。通过二次电子图象可以看到100埃或更小的物体结构形态。

(2)放大倍数可以很方便地在20~100,000倍间连续变化。高放大倍数下也可得到高亮度的图象。

(3)景深长、视场大、成象富有立体感。可以直接观察金属试样凹凸不平的断口等。例如整个蚂蚁都能看得清清楚楚，这是其它显微镜无法达到的。

(4)试样制备简单。表面导电的试样可以立即放入扫描电子显微镜中观察。一般试样，稍加处理（表面真空蒸涂一层导电金属膜，或经过脱水处理），就可观察，不破坏试样。因而更接近于物体的自然状态，并能迅速得到结果，无需如一般透射电子显微镜那样要将试样制成超薄切片、薄膜或表面形态的复型等冗长而繁复的过程。试样的大小也比较随便，一般尺寸在直径10~25mm，高10~20mm的试样均可直接观察。

(5)试样综合分析。扫描电子显微镜加上X光微区分析器及电子衍射等附件，可以在观察微观形貌的同时逐点分析其化学成分及晶体结构。打破了显微镜只能观察、成分分析仪器（如电子探针、电子衍射仪等）只能分析成分的局限，兼具电子显微镜、电子探针、电子衍射仪等的特点，而成为一种快速综合分析、检验工具。

(6)观察半导体器件及集成电路的工作状态，寻找其失灵原因以提高成品率。加上附件后，还可以观察试样的电、磁、发光性能等，应用范围广泛。

所以，扫描电子显微镜（以下简称扫描电镜）的应用范围很广，在现代工农业及科学技术中已日益成为一种重要的工具。在冶金、矿物、半导体材料、物理、化学、电子学、医学、生物、轻工业等各个领域中有极为广泛的应用。例如，可以检测金属材料的质量，找寻大型钢材断裂的原因。观察孢子花粉壁、种皮和果皮表面纹饰和叶子表皮结构等特征，特别是研究植物化石，如孢粉化石，具有特殊的意义。因为孢粉对于陆相沉积的地层划分具有决定作用，可以据以确定钻井取得的各地层岩芯中的古生物种类，为找寻石油及其他矿物提供可靠根据。生物医学方面，可直接观察癌细胞与正常细胞的差异，为分析致癌原因提供线索。在轻工业中，扫描电镜可以用来检查纸张、纺织品的质量，控制工艺流程等。

根据国家计委及中国科学院有关大型科学仪器试制生产计划的要求,我厂试制成功了DX-3型扫描电镜。DX-3型扫描电镜(图-1),经过一年多的调试,拍摄了成百种低倍数、中倍数、高倍数的照片,其中有金属、植物、动物、医学、地质、物理、轻工业等方面的样品。一九七五年八月,中国科学院组织了有关单位对仪器进行了鉴定。经过审查和实测,仪器的性能达到原设计指标,分辨本领为100埃,放大倍数从20倍至10万倍可调,图象立体感较强,可以满足一般使用要求。DX-3型扫描电镜的特点是:整个仪器自行设计、自行制造,材料和元件全部国产,分辨能力高,放大倍数连续可调,全部电子线路晶体管化,真空操作全自动化。

本文介绍DX-3型扫描电镜的主要技术性能,仪器的总体考虑及结构,电子光学系统设计,及影响扫描电镜分辨本领的因素等。

一、DX-3型扫描电镜技术性能

DX-3型扫描电镜(图1-1)包括电子光学系统(镜筒)、真空系统及电气系统三部分,在设计时考虑到实际使用的要求,我们确定了整个仪器的总体设计思想为(1)具有高分辨本领100埃,(2)仪器的电气线路采用全晶体管化,(3)真空系统自动。具体的设计指标和技术性能为:

分辨本领:保证100Å(二次电子图象)

放大倍数:20×~100,000×,连续可调

观察图象:二次电子图象、背散射电子图象、吸收电子图象、透射电子图象和电子通道效应图象

加速电压:5, 10, 15, 20, 25, 30KV 六挡(细调连续)

加速电压稳定度:5×10⁻⁵/10分

束流:最大200μA

灯丝:发叉形

偏压:自偏压(七挡)

灯丝更换:局部破坏真空

电子枪对中:电磁对中(倾斜,平移)

透镜系统:三个电磁透镜

物镜电流稳定度:2×10⁻⁵/10分

物镜光阑可调:∅100μ, 200μ, 600μ

扫描线圈:双层磁偏转线圈

消象散器:二组四极透镜,独立调节

试样台:X位移0~10mm

Y位移0~25mm

Z位移13mm, 33mm 二挡

倾斜-5°~+45°

旋转0~360°连续

样品更换：局部破坏真空，1分钟

最大样品尺寸： $\varnothing 15\text{mm} \times 10\text{mm}$

$\varnothing 25\text{mm} \times 20\text{mm}$

显象管：长余辉1个（ $100\text{mm} \times 100\text{mm}$ ）

短余辉1个（ $100\text{mm} \times 100\text{mm}$ ）

扫描速度：行扫（ms） 2 10 20 50 500

帧扫（S） 0.5 5 10 50 500

线条（条） 250 500 500 1000 1000

扫描方式：点，线，面，全幅，选区

图象记录：DF型135相机

图象电位移： $\pm 10\mu$

真空：机械泵二个（60升/分）

扩散泵一个（450升/秒）

真空度 5×10^{-6} 托

真空计 皮氏计三个

真空控制 全自动或手动

二、总体考虑和仪器简介

为了得到 $100\text{\AA}$ 的分辨本领，打在试样上的电子探针直径要求在 $80\text{\AA}$ 左右。我们采用锥形栅极的三极电子枪，这样电子枪的最小交叉圆斑直径大约为 $12\sim 16\mu$ ，亮度在 1×10^5 安培/厘米²·立体角以上，可以满足要求，如（图1-2，2）所示，阴极采用 $\varnothing 0.1\sim 0.12\text{mm}$ 钨丝，高频电流直接加热。

在理想成像情况下，以电子枪最小交叉圆斑为物，经透镜系统缩小成电子探针。因为透镜系统的象差及衍射象差的影响，理想成像下的电子探针直径必须比 $80\text{\AA}$ 还要小（考虑分辨本领优于 $100\text{\AA}$ ），令理想成像情况下电子探针直径为 $d_g = 60\text{\AA}$ ，所以总的电子光学缩小倍数M为

$$M = \frac{d_o}{d_g}$$

d_o ~电子枪交叉斑直径

d_g ~试样上的最小电子探针直径，M为 $2000\sim 2700\times$ 左右。

为了使扫描电镜的透镜系统能获得缩小2000倍以上的能力，我们采用三个透镜，二个聚光镜和物镜。用三个透镜的优点为：

- （1）和二个透镜相比，同样的镜筒高度，缩小倍数大得多；
- （2）缩小倍数和调焦可以相互独立地进行；
- （3）仪器的工作状态比较灵活，如可以方便地进行选区衍射等工作；
- （4）二个聚光镜，每个透镜的缩小倍数都不大，透镜的孔可大些，里面加防污染套筒，清洗方便。

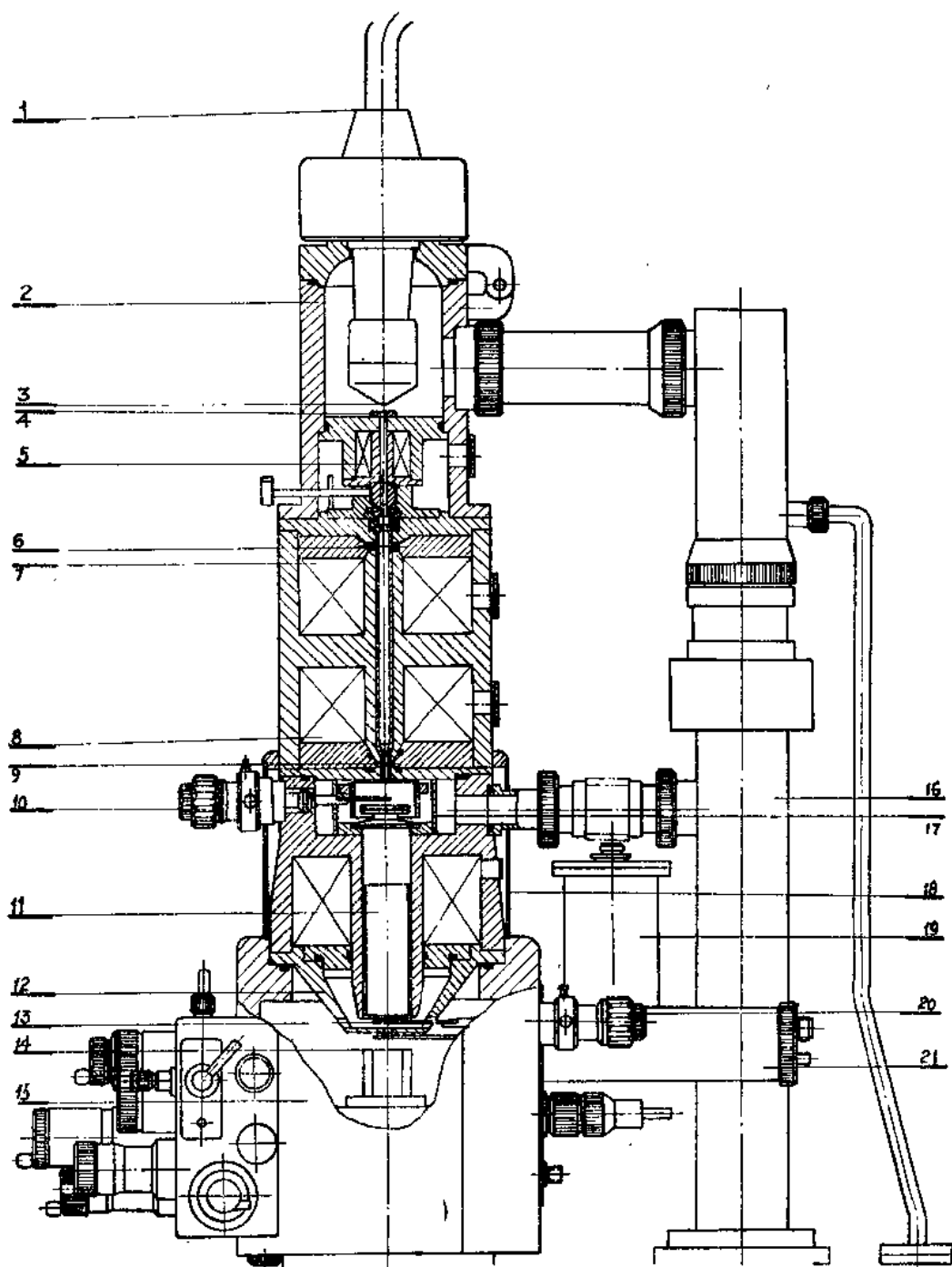


图1-2 DX-3型扫描电镜筒剖视图

- (1)高压电缆; (2)电子枪; (3)灯丝和栅极组件; (4)阳极; (5)电磁对中线圈; (6)第一聚光镜;
 (7)第一聚光镜线包; (8)第二聚光镜线包; (9)第二聚光镜; (10)聚光镜光阑; (11)扫描线圈、消
 象散器组件; (12)物镜; (13)物镜光阑; (14)试样座; (15)试样室; (16)真空管道; (17)双层磁屏蔽
 外套; (18)外层磁屏蔽套; (19)冷却; (20)物镜光阑调节手把; (21)二次电子接收器。

从阴极发出的电子，经电子枪栅极、阳极会聚成一交叉斑（在阳极孔附近），再经二个聚光镜缩小，由物镜会聚在试样上。电子枪灯丝与栅极组件相对阳极能机械倾斜（半可调），电子枪与透镜系统间装有电磁对中线圈（图1-2，5），能进行电子束的平移和倾斜调整（独立调整）。当换了新灯丝后，适当调整机械半可调及电磁对中，可方便地获得最大束流。

双聚光镜的结构如（图1-3），由于采用整体结构式，二个聚光镜用一整块纯铁加工而成，每个透镜的磁路和极靴为一整体，这样，减少了中间过渡配合，能较好地保证透镜之间的对中要求，并可减低对机械加工精度的要求。适当地选择二个聚光镜电流组合，就可以得到不同的电子探针电流（ $10^{-7} \sim 10^{-12} \text{A}$ ）。

第二聚光镜与物镜之间，装置有聚光镜活动光阑，有三个孔分别为 $\varnothing 50\mu$ ， 100μ 及 200μ ，主要是控制选区衍射时电子束的发散角，以提高角分辨率。

物镜采用非对称型透镜（图1-2，12）物镜下极靴孔较小（ $\varnothing 5\text{mm}$ ），使试样上的透镜磁场小，有利于磁性试样的观察和二次电子的收集。上极靴孔内装有扫描线圈~消象散器组件（图1-4）。

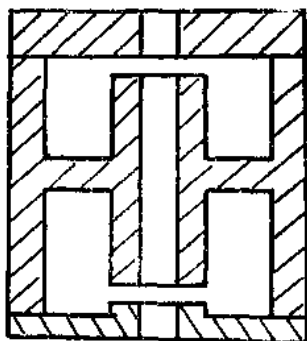


图1-3 双聚光镜磁路图

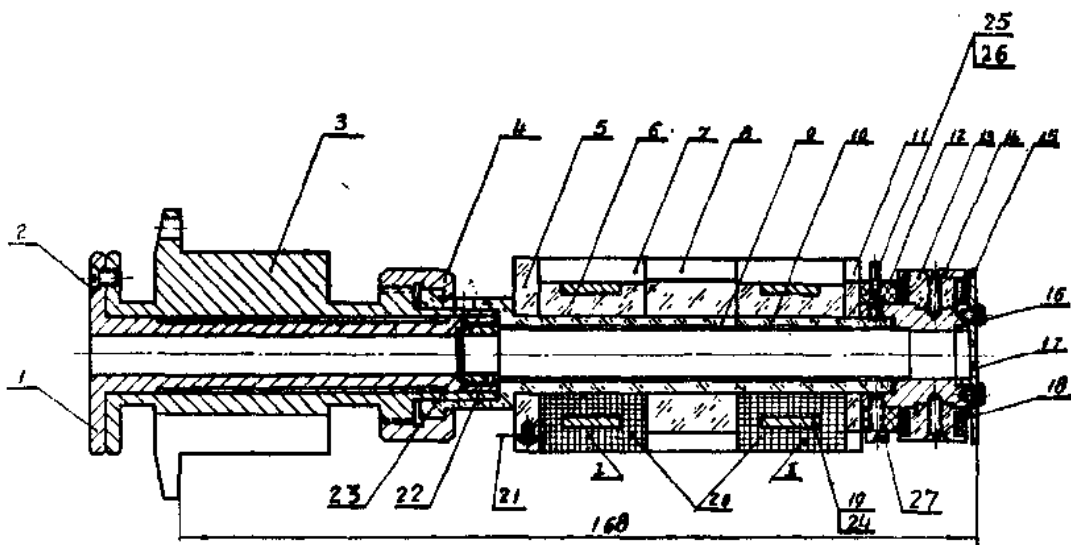


图1-4 扫描线圈~消象散器组件

其中：（I）上偏转线圈；（II）下偏转线圈；（13）消象散器骨架；（18）消象散器线包（其它从略）。

扫描线圈采用双偏转系统，使偏转中心与物镜光阑中心相重后，便于实现低倍象并降低偏转象差。消象散器位于扫描线圈下方，二组四极透镜相交 45° 角，电流可以独立

调节(图1-4, 11)。

为了保证获得高分辨本领。并能考虑接收X射线及其他信号, 试样位置采用二种:

$L = 20\text{mm}$, 在高分辨本领时使用, 保证放大倍数为10万倍。(L ~ 试样离物镜光阑的距离)。

$L = 40\text{mm}$, 用在一般工作情况。束斑直径要能小于 $150\text{\AA}$, 以便保证在一般观察二次电子图象时, 有 $200\sim 250\text{\AA}$ 的分辨本领。另外, 束斑直径能达到 $0.5\sim 1\mu$, 以便在接收X射线时又有足够的束流。

物镜活动光阑, 用以选择电子探针的孔径角。光阑片为 0.05mm 厚的钼片, 孔径有二种组合: ($\varnothing 50\mu$, 100μ , 200μ) 和 ($\varnothing 100\mu$, 200μ , 600μ)。在观察二次电子图象时主要用 $\varnothing 100\mu$, 200μ 光阑。 $\varnothing 50\mu$ 用于获得高焦深的图象。 $\varnothing 600\mu$ 用于吸收电子图象及X射线分析。

此外镜筒内有数个固定光阑, 以阻挡杂散电子, 降低噪声本底, 防止绝缘物充电等。

二次电子接收器由聚焦极、闪烁体、光导管和光电倍增管组成(图1-5)。聚焦极上加 $+250\text{V}$, 闪烁体上加 $+10\sim 12\text{KV}$ 。二次电子经聚焦、加速后打到闪烁体上, 转换成光信号, 经光电倍增管放大输出视频信号。

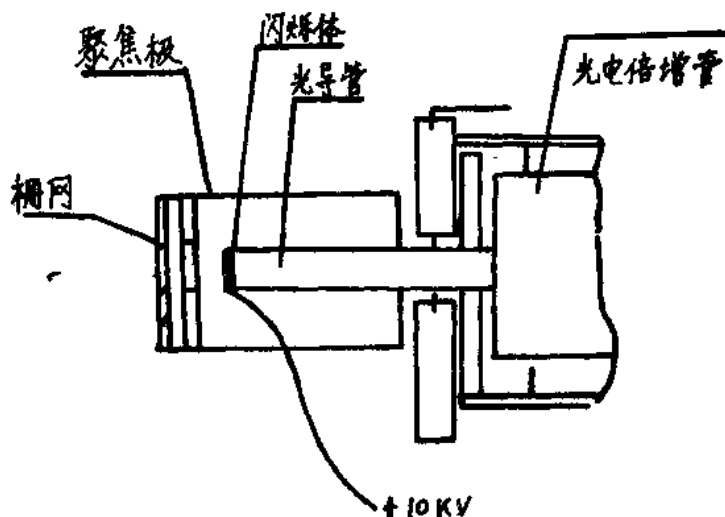


图1-5 二次电子接收器

聚焦极上加 -26V , 能阻挡二次电子, 仅得背散射电子信号。

在试样室下方有透射电子室。内有透射电子接收器。利用二块光阑片, 保留中心束时可得明场象, 挡住中心束时则得暗场象。此室另有一组扫描线圈, 用以获得一般的电子衍射图象。挡片上涂有荧光粉, 通过观察窗可观察电子束斑点, 以利对中调整。

为了减弱外界环境杂散电磁场对电子束的干扰, 在物镜外部置有一坡莫合金屏蔽套(图1-2, 18), 在物镜与聚光镜之间也装有双层坡莫合金屏蔽环。

试样室装有冷阱附件。冷阱内可以充液氮。使冷却片降温, 冷却片伸至试样与物镜

极靴之间,在试样附近造成一低温环境,能减小镜筒污染。冷阱主要在作X射线分析时用。

本仪器除电子光学镜筒外,尚有电器系统及真空系统。

电气系统包括高压电源、透镜电源、光电倍增管电源、扫描部件、微电流放大器及低压电源等。

真空系统是用以保证在整个工作时间内扫描电镜镜筒中获得 5×10^{-5} 托的高真空。真空系统包括机械泵、扩散泵、气动蝶阀、真空管道、真空测量及真空保护装置等。真空系统的控制分全自动及手动两种,仪器正常时用自动控制,开机时只须按下真空“启动”按钮,仪器即可自动按操作顺序工作。自动系统失灵时,可用手动操作程序,各阀门能分别独立控制。停机时,只消按下“停机”按钮,30分钟后,自动断电、断水停机,操作方便。

三、电子光学系统设计

在设计扫描电镜时,物镜的设计是很重要的,因为它对分辨本领起决定性作用。其次是要考虑整个光路设计,以满足对电子探针直径的要求。

1、物 镜 设 计

在扫描电镜物镜设计中要考虑:

(1)扫描电镜的物镜,是用在缩小倍率情况。球差系数有: C

$$C_s = C_{s0} \left(1 + \frac{1}{M} \right)^4 \quad (1)$$

M——缩小倍率

C_{s0} ——透镜焦点处的球差系数

因为一般 M 在 $6 \sim 10 \times$, 所以 $C_s \sim 2C_{s0}$

(2)在整个光学系统光路的尺寸确定后,物镜的最小焦距 f 基本上也就确定了。这时,极靴孔径 D 大时,球差系数下降。

因为

$$\frac{f}{D} = \left[0.68 + 3.2 \left(\frac{S}{D} \right)^3 \right] \left[46 - \frac{V}{(NI)^2} + 0.25 \right] \quad (2)$$

$$\frac{C_s}{f} = 3000 \left[\frac{V}{(NI)^2} \right]^2 + 0.8 \quad (3)$$

这里 S 是极靴间隙距离

从式(2),(3)可知,当 f 和 $\frac{S}{D}$ 一定时,随着 D 的增大,要求透镜的激励加强 (V 一定时 NI 增大),球差系数 C_s 变小。所以采用大孔径物镜极靴为好。

(3) 希望在色差(受电气电源稳定度的限制)和球差一定时有最长的工作距离。若定义工作距离 l 是物镜下极靴内表面至试样的距离(图1-6),

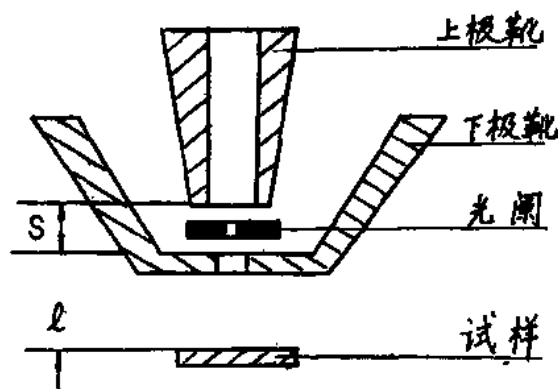


图1-6 物镜工作距离

因为
$$l = Z - \frac{S}{2} \quad (4)$$

这里, Z ——物镜中心至试样的距离。

有
$$\frac{l}{R} = \frac{Z}{R} - \frac{S}{D} \quad (5)$$

所以
$$\frac{1}{C_c} = \frac{\frac{Z}{R} - \frac{S}{D}}{\frac{C_c}{R}} \quad (6), \quad \frac{1}{C_s} = \frac{\frac{Z}{R} - \frac{S}{D}}{\frac{C_s}{R}} \quad (7)$$

其中 C_c ——色差系数, C_s ——球差系数

$\frac{Z}{R}$, $\frac{C_c}{R}$, $\frac{C_s}{R}$ 是透镜激励强度 $\frac{V_r}{(NI)^2}$ 及 $\frac{S}{D}$ 的函数。我们选择不同的 $\frac{S}{D}$,

求得 $\frac{1}{C_c}$, $\frac{1}{C_s}$ 与 $\frac{V_r}{(NI)^2}$ 的关系, (图1-7) 列出了它们的关系曲线。从图1-7可知:

a、 $\frac{C_s}{l}$ 与透镜激励强度 $\frac{(NI)^2}{V_r}$ 有极值关系。

b、当 $\frac{S}{D}$ 减小时, $\frac{1}{C_s}$ 增大, 但 $\frac{S}{D}$ 趋近 0.2 时 $\frac{1}{C_s}$ 趋向 0.61, 再减小 $\frac{S}{D}$ 没有实际意义, 因为间隙太小容易产生磁饱和。

c、 $\frac{1}{C_c}$ 与 $\frac{V_r}{(NI)^2}$ 没有极值关系。 $\frac{1}{C_c}$ 随透镜激励强度的增大而单调下降。在 $\frac{V_r}{(NI)^2} \sim 0.05$ 时趋向于 1。