

扫描电子 中国地质大学出版社 显微镜及其在 地质学中的应用

翟淑芬·李 端·编著



前 言

扫描电子显微镜是探索微观世界奥秘的大型精密仪器之一。近20年来,由于生产和科学技术的迅速发展,使它逐渐成为研究矿物学、岩石学、构造地质学、古生物学等各个地质领域的重要手段之一。许多地质工作者利用它发现了很多有用信息,解决了大量的理论与实际问题。资料表明,它的出现赋予地质学以新的生命。

本书是以作者多年实际工作所积累的资料为基础,结合教学实践编写而成。本书主要特点是体系完整、资料丰富、内容新颖、重视理论联系实际。在介绍扫描电子显微镜基本原理之后,以大量的实例和精美照片叙述它的应用方法。例如:常见粘土矿物不同成因的形态特征;不同环境下形成的石英颗粒表面显微构造与矿床成因的关系;例举沉积岩、火山岩、实验岩石、工艺岩石的显微结构构造特征;介绍“显微构造地质”领域国内外研究现状;对超微化石进行了较系统地研究与论述。总之,这是一本目前较系统地、全面地论述扫描电子显微镜在地质学中应用的有效工具书。它不仅供地质学初学者必读,而且对从事岩石学与矿物学的教学人员、对岩矿鉴定、扫描电子显微镜实验室工作人员以及生产第一线的地质找矿人员都有较大的参考价值。

陈光远

1987年6月18日

目 录

第一章 绪论	(1)
第二章 扫描电子显微镜	(3)
一、仪器.....	(3)
(一) 电子光学系统.....	(4)
(二) 样品室.....	(9)
(三) 探测、显示、照相系统.....	(9)
(四) 电源系统.....	(11)
(五) 真空系统.....	(11)
二、工作原理及性能.....	(12)
(一) 电子束与物质的相互作用.....	(12)
(二) 扫描电子显微镜成像原理.....	(20)
(三) 扫描电子显微镜的性能.....	(21)
第三章 样品	(25)
一、样品的制备方法.....	(25)
(一) 石英砂粒样品.....	(25)
(二) 破碎带中松散样品的处理.....	(25)
(三) 定向样品的处理.....	(25)
(四) 微体化石的处理.....	(26)
(五) 钙质微型化石的处理.....	(26)
(六) 干酪根样品的制备.....	(26)
(七) 光片、薄片样品.....	(27)
(八) 古植物化石样品.....	(27)
二、粘样.....	(27)
(一) 块状样品.....	(27)
(二) 粒状样品.....	(27)
(三) 粉末状样品.....	(28)
(四) 地质构造的定向样品.....	(28)
三、喷镀.....	(29)
(一) 喷镀目的.....	(29)
(二) 喷镀材料及喷镀厚度.....	(29)
(三) 喷镀(镀膜)方法.....	(30)
第四章 矿物晶形及其微形貌	(33)
(一) 自然金.....	(33)
(二) 金刚石.....	(33)
(三) 黄铁矿.....	(33)

(四) 石英	33
(五) 锆石	34
(六) 钠硼解石	35
(七) 杂卤石	35
第五章 粘土矿物及其在SEM下观察	36
一、粘土矿物	36
二、粘土矿物的基本结构	36
(一) 结构单元层和结构类型	36
(二) 二八面体和三八面体型	37
(三) 层间域及单位构造高度 (d_0)	37
(四) 混合层构造	37
(五) 有序和无序	39
三、粘土矿物分类	39
四、几种常见粘土矿物的特征及成因	39
(一) 高岭石	39
(二) 迪开石	42
(三) 埃洛石	42
(四) 伊利石	44
(五) 蒙脱石	45
(六) 绿泥石	45
(七) 海绿石	45
(八) 海泡石	46
(九) 坡缕石	46
五、粘土矿物间转化及共生矿物	48
第六章 应用SEM对岩石的观察	50
一、砂岩	50
(一) 碎屑颗粒的结构	50
(二) 胶结类型及胶结物种类	51
(三) 砂岩孔隙类型	53
二、碳酸盐岩	54
(一) 石灰岩	54
(二) 鲕状灰岩	54
(三) 生物屑灰岩及藻灰岩	54
(四) 石灰华及泉华	54
三、利用SEM研究熔结凝灰岩中火山碎屑形态	55
四、实验岩石学	55
五、SEM在工艺岩石学中应用	56
(一) 硅铈矿结晶轴的研究	56
(二) 高炉耐火材料的研究	56
第七章 应用SEM对显微地质构造的观察	58

一、样品的制备	(58)
二、显微构造的形貌特征	(58)
(一)岩石的脆性变形特征	(58)
(二)岩石的塑性变形特征	(59)
(三)矿物表面的显微构造	(61)
三、显微构造对活断层的判释意义	(62)
(一)方法介绍	(62)
(二)显微构造的分类	(63)
(三)根据分类划分活断层时代	(63)
第八章 SEM在研究古生物学方面的应用	(65)
一、微体化石单体的观察	(65)
(一)有孔虫	(65)
(二)放射虫	(65)
(三)介形虫	(65)
(四)牙形石	(66)
(五)海绵	(66)
(六)几丁虫	(66)
(七)轮藻	(66)
(八)硅藻	(66)
(九)钙质微型化石	(66)
二、大化石显微构造的观察	(67)
三、古植物的显微构造	(67)
(一)导管	(68)
(二)纹孔	(69)
(三)气孔	(69)
(四)孢子花粉	(70)
(五)低等微生物	(70)
四、干酪根	(71)
编后语	(72)
参考文献	(73)
图版说明	(75)
图版	(83)

第一章 绪 论

扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope简称SEM) 是一种大型电子仪器, 应用它可以获得物体的微观形貌、结构构造、元素分布等现象。它已成为各个学科领域必备的有力武器, 地质学也不例外, 如矿物学、岩石学、构造地质学、古生物学等都已利用扫描电子显微镜进行研究工作。

众所周知, 正常人眼睛的分辨率是 $0.1-0.2\text{mm}$, 最好的光学显微镜分辨率为 2000\AA , 现代紫外光显微镜的分辨率也只能达到 1000\AA 。因为光学显微镜的分辨率受到作为成像媒介——光线的限制, 只有比光线波长一半还大的物体才会产生反射光而被放大看到, 所以, 用最好的光学显微镜, 其分辨率也只能是可见光波长的一半。例如, 可见光的波长为 $7000\text{\AA}-4000\text{\AA}$, 分辨率应为 $3500-2000\text{\AA}$, 因此, 2000\AA 已是光学显微镜的极限分辨率。要制造高分辨率的显微镜, 必须采用波长更短的波作为成像媒介。

20世纪初, 人们发现电子既有粒子性又有波动性。1924年法国学者De Broglie指出, 任何一种接近光速的运动粒子都具有波动本质。1926—1927年间, 人们从晶体对电子产生的衍射现象, 验证了电子的波动性, 并具有比X光还要短的波长。从实验中证明, 电子的波长随着加速电压而改变, 加速电压为 100kV 时, 其波长仅为 0.037\AA , 大约比可见光波长短10万倍。与此同时, 德国物理学家Busch提出电子在磁场中运动的理论, 指出“具有轴对称性的磁场对电子束来说, 起着透镜的作用”, 这为制造电子显微镜提供了理论依据。

1932年世界上第一台透射电子显微镜在德国柏林诞生, 它是由柏林工科大学Knoll和Ruska研制的, 尽管放大倍数仅有12—17倍, 分辨率很低, 但是毕竟为用电子观察物质的微观结构开辟了一条新的途径。1934年他们把透射电子显微镜的分辨率提高到 500\AA 。1938年Ruska和其同事在德国西门子公司研制分辨率为 100\AA 的透射电子显微镜, 1939年作为商品提供用户。以后10多年间, 由于样品制备只限于复型, 制样技术没突破, 研制透射电子显微镜的工作没什么进展。

50年代, 英、法、荷、日、美、苏等国透射电子显微镜已批量生产, 当时, 德国西门子公司是电子显微镜生产的先驱。50年代中期, 英国剑桥大学凯文第什实验室的Hirsch和Howie等人代表, 建立了一套直接观察薄晶体的缺陷和结构的实验技术及电子衍射衬度理论。由此, 晶体缺陷的理论得到了证实, 并且有了进一步的发展。

60年代, 透射电子显微镜分辨率达到 5\AA 左右。

70年代末至80年代, 随着电子显微镜仪器分辨率的提高, 一门新兴的高分辨电子显微学学科诞生了, 它可以了解从结构的信息到原子点阵的排列, 从而打开了观察原子世界的大门。现在, 商品透射电子显微镜点分辨率一般为 $2-3\text{\AA}$, 晶格分辨率达到 0.62\AA 。在电子衍射学说和高分辨电子显微学的实验和理论的基础上, 在人们对电子和物质相互作用的认识进一步深入及各种探测分析仪器获得巨大进展的条件下, 高分辨分析电子显微学随着人们对物质世界探索的需求而逐步形成。

随着透射电子显微镜的发展，孕育着扫描电子显微镜的诞生，1935年，德国学者Knoll首次提出扫描电子显微镜结构及原理。1938年德国Von. Ardenne提出在透射电子显微镜的两个静电透镜之间加一扫描线圈，相当于一台扫描透射电子显微镜，使用这台仪器，在加速电压23kV，放大8000倍的情况下，拍摄一张ZnO晶体的显微照片，分辨率约为500—1000 Å。由于不少科学家们的努力，解决了从理论到仪器结构方面的一系列问题。到1965年才由英国剑桥仪器公司生产出了第一台商品扫描电子显微镜，分辨率可达250 Å，使扫描电子显微镜进入实用阶段。目前，商品仪器分辨率一般为60 Å，研制的仪器已取得10—20 Å的分辨率。大型电子仪器的迅速发展，扫描电子显微镜可与特征X射线波谱仪、能谱仪结合；也可与能谱仪、图像分析仪结合；或与透射电子显微镜及能谱仪结合，做到一台仪器多种功能，既能观察形态外貌，也能进行成分的定性、定量分析。仪器的生产正朝着全自动化、超高压、超高分辨率方向发展。

我国第一台电子显微镜的研制是在1958年由中国科学院长春光机所制造，比国外晚了20多年，但发展迅速。目前透射电子显微镜点分辨率已达到3 Å，晶格分辨率为2.04 Å。1975年开始，我国自行设计制造出性能良好的扫描电子显微镜。中国科学院科学仪器厂80年代初生产的DX—5型扫描电子显微镜，其分辨率保证达到60 Å，放大倍数为10万倍。该厂于1985年生产的KYKY-AMRAY1000B型扫描电子显微镜的分辨率为60 Å，放大倍数为25万倍。还有上海新跃仪表厂、江南仪器厂都已批量生产。我国电子显微镜的研制及其应用已达到世界水平。

第二章 扫描电子显微镜

一、仪 器

扫描电子显微镜 (SEM) 由以下一些系统组成: 电子光学系统、样品室、探测和显示系统、照像系统、真空系统及电源供给。见图2-1及图版1-1。

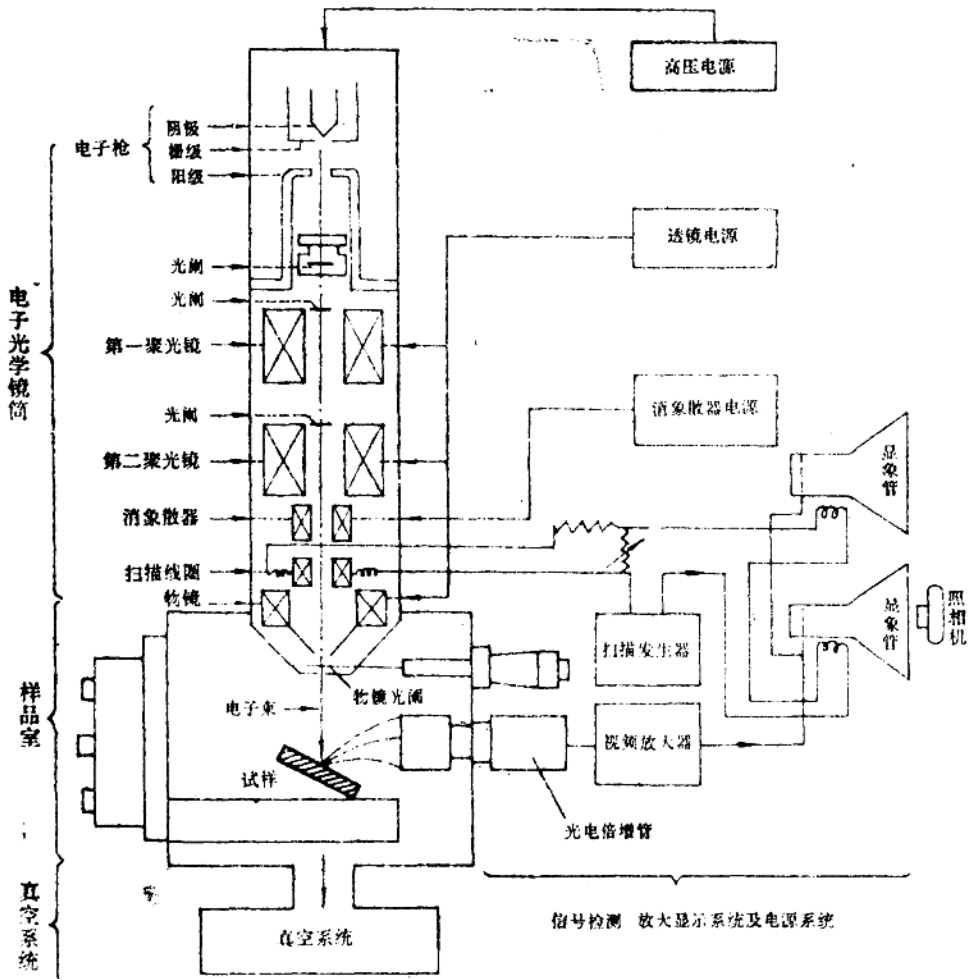


图2-1 扫描电子显微镜结构图

下面对各系统做简要介绍

(一) 电子光学系统

电子光学系统的功能是产生具有一定能量、强度和直径的电子束，并将其照射到样品表面上。这个系统由电子枪、电磁透镜、扫描线圈、消像散器及有关电源组成。

1. 电子枪 电子枪的作用是产生连续不断的稳定的电子流。它由阴极（灯丝）、栅极、阳极组成。因此，一般称为三极电子枪（图2-2）。

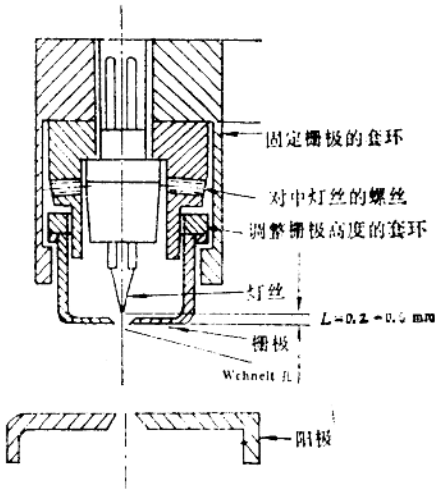


图2-2 热钨丝电子枪结构图

(1) 热钨丝电子枪 其阴极是用直径为0.125mm的钨丝制成的，大多数作成V形（通常称叉型），它为热发射源。灯丝通电发热，温度升高，当钨丝达到白热化，电子的动能增加到大于阳离子对它的吸引力（逸出功）时，就发射出电子。各种材料逸出功不同，发射率也不一样。例如，当钨丝加热到2300K时，1cm²的发射数约为100mA，温度每增加100K，发射率约增加一倍，但灯丝寿命将缩短4—5倍。钨丝通常工作于2600K为宜。

阴极是在白热化工作状态下作电子发射源，尤其其加热功率又集中于尖端，所以它的寿命较短。一般在扫描电子显微镜内用的灯丝寿命约20—50h^{*}，当真空度高于10⁻⁶Torr时，可达100h以上。

阳极是由金属制作的圆盘物，其中间有一个圆孔，安装在栅极的下方。其作用是透过高压电源在阴极与阳极之间形成加速电场；拉出热电子，并使其形成具有一定能量的电子束。一般来说，加速电压可以在5—50kV之间随意改变，但实际用的加速电压多为5—30kV。为了安全将阳极接地，所以它为地电位，负高压。

栅极呈圆筒或成圆锥形，中间有一小孔叫Wehnelt孔，热电子从中间通过。由于它象一个螺丝帽拧在灯丝的下方，所以也称它为栅帽。该极电位比阳极低，处于负电位。其作用是将发射的电子束汇聚起来，在阳极附近形成一交叉区（亦称交叉斑，此点可以认为是很小的电子源），此交叉区的最小截面直径大约10—100μm，一般20—30μm（依电子枪的设计而定），然后进入后场空间形成一发散束。电磁透镜的作用就是把这发散束聚集到样品表面上，照射到样品表面的电子探针就是这个交叉点的缩小像。灯丝发射区的大小决定于栅偏压的高低，改变栅极负偏压，就可以改变电子束流强度。

栅极的重要参数是小孔直径和从灯丝尖端到平顶栅帽的高度。当小孔直径一定时，灯丝尖端到平顶栅帽的高度直接影响发射电流的强度。每台仪器对该高度都有一定标准。HITA-CHI S-450型扫描电子显微镜要求在0.2—0.5mm（加速电压20—25kV），过高或过低直接影响图像质量及灯丝寿命。

* h为时间单位，1h=1小时。

(2) 六硼化镧电子枪 该电子枪与常规钨丝电子枪相似, 由阴极、阳极、栅极组成, 不同之处是将叉叉式钨丝阴极换成六硼化镧阴极。

六硼化镧 (LaB_6) 阴极的结构有几种形式: 场发射六硼化镧阴极; 直热型六硼化镧阴极; 改进型直热式六硼化镧阴极等。但是, 常见的是直热型六硼化镧阴极。

直热型六硼化镧阴极 (图2-3), 六硼化镧棒用电火花切割成 $1 \times 1 \times 5 \text{mm}^3$ 小条, 然后将其端点制成圆锥角 60° 、曲率半径为 $10 \mu\text{m}$ 左右的尖。六硼化镧条夹持在两块 $1 \times 0.8 \times 0.6 \text{mm}^3$ 的热解石墨块之间, 通过两个螺钉固定在两个不锈钢支架内, 栅极孔的直径为 2.5mm , 阴极尖端距栅极外表面约 0.2mm 。

改进型直热式六硼化镧阴极, 改进之处只是将两个螺钉顶紧机构改为由两个弹簧压紧, 据说这样可以减小阴极支架的机械热漂移。

六硼化镧阴极电子枪的优点是亮度高、寿命长。它的亮度比热钨丝阴极电子枪高一个数量级左右, 灯丝寿命约 1000h , 工作时需要真空度 $1 \times 10^{-6} \text{Torr}$, 但是它需要相当复杂的附属设备, 而且价格也较贵, 因此应用此电子枪的仪器不多。

(3) 场发射电子枪 场发射电子枪主要靠加在阴极表面的电场发射电子。这种电子枪的结构如图2-4所示, 由一个阴极两个阳极组成。阴极为晶体钨, 其顶端被磨成曲率半径为 1000\AA 的尖。加几千伏的电压到阴极和第一阳极, 一般 $1-3 \text{kV}$, 图2-5 U_1 所示。于是在强大的电场作用下, 第一阳极从阴极尖端抽取电

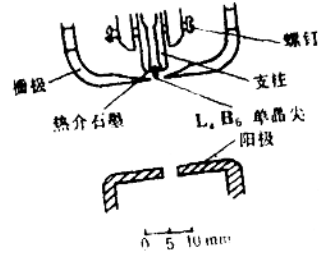


图2-3 LaB_6 阴极电子枪结构图(18)

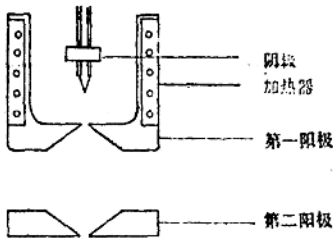


图2-4 场发射电子枪结构图(44)

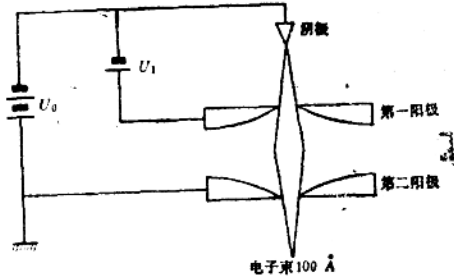


图2-5 场发射电子枪工作原理图(44)

子; 而第二阳极对抽出的电子加速。阴极与第二阳极之间的电压 U_0 为 $1-25 \text{kV}$, 经第二阳极加速了的电子汇聚成的电子束, 其直径为 100\AA 。

对扫描电子显微镜来说, 电子束源最重要的要求是高亮度和高稳定性, 特别是发射电子束流的稳定性是很重要的, 前者靠增加灯丝温度, 后者靠电子枪在饱和状态下工作来实现。

场发射电子枪的特点⁽³⁴⁾:

a) 亮度高 SEM的分辨率与电源的亮度 ($\text{A}/\text{cm}^2 \cdot \text{sr}$) 密切相关, 例如热钨丝电子枪在加速电压为 20kV 时, 能达到最大亮度是 $10^5 \text{A}/\text{cm}^2 \cdot \text{sr}$, 而场发射电子枪的最大亮度是 10^9

• $\text{A}/\text{cm}^2 \cdot \text{sr}$ 表示安培/厘米²·立体角

$A/cm^2 \cdot sr$, 约为热发射电子源的100—1000倍, 为 LaB_6 电子枪的50—100倍。因此, 场发射电子枪的亮度是场发射扫描电子显微镜分辨率高的重要条件。它的束斑直径可达 10 \AA , 这是一般扫描电子显微镜所达不到的。

b) 分辨率高 目前场发射电子枪的扫描电子显微镜分辨率可达 30 \AA 。

c) 寿命长 阴极尖的寿命一般在半年至一年左右。

d) 能实现快速扫描观察和记录 一般扫描电子显微镜由于受亮度的限制, 快速扫描时信噪比不能满足高质量图像的要求。而场发射扫描电子显微镜由于亮度高可以解决快速扫描高质量图像的观察和记录的问题, 为记录试样的动态过程创造了条件。

e) 场发射扫描电子显微镜可以在低加速电压下进行高分辨率观察 例如美国 Coates-Welter公司的MPS-30型电子显微镜采用电视频率扫描照像, 在 $1kV$ 的加速电压下, 分辨本领可达 100 \AA , 因此, 可直接观察绝缘体而不发生充电放电现象, 成为研究各种纤维、陶瓷, 半导体器件的有力工具。

热钨丝电子枪, LaB_6 电子枪及场发射电子枪比较见表2-1。

表2-1 三种电子枪性能对比表

参 数	热 电 子 发 射		场 发 射
	发 叉 式 钨 丝	LaB_6	
亮度($A/cm^2 \cdot sr$)	10^8	10^8	10^9
光源大小	$\sim 20 \mu m$	$\sim 10 \mu m$	50—100 \AA
寿命(h)	40—100	1000	>1000
工作温度(K)	2600	1800—1900	加热炉温度
真空度(Torr)	$\sim 10^{-9}$	$\sim 10^{-9}$	10^{-9} — 10^{-10}
发射电流(μA)	~ 100	250	5—20
能量范围(eV)	3—4	2—3	~ 0.2
熔点($^{\circ}C$)	3370	2200	3370
仪器分辨率(\AA)	60	54—40	30

2. 电磁透镜 在实验的基础上1926年Busch提出电子在磁场中运动原理, 即当由一点发射的带电粒子通过轴对称的电场或磁场时, 又将汇聚到一点, 这表明轴对称的电场或磁场对带电粒子具有透镜作用。它与光学透镜作用相当, 但是, 光学透镜有着明显的界面, 而利用电场或磁场的电磁透镜没有明显的界面, 在这一点上虽然有所不同, 但对光学透镜适用的透镜概念对电磁透镜也几乎全部适用。参看图2-6。

电磁透镜是由励磁线圈和包着它的框架以及极靴所组成。

当线圈上有电流通过时, 便会在其周围产生磁力线, 为了使磁力线不致在线圈面上四处扩展而是集中到一个狭小区域内, 并在该处形成透镜作用, 所以采用了框架和极靴。框架和极靴都是用磁性材料制作的, 能够很好地传导磁力线, 两者的作用也是一致的, 只不过为了方便起见, 在结构上把二者分开。极靴及框架都做成轴对称形式, 而且在轴向有间隙, 所以极靴分为N极和S极, 通过其间隙的磁力线流向轴的中心部分, 这种磁力线所形成的磁场, 对于沿中心轴入射的电子具有透镜作用。这种透镜的性质主要由极靴孔径的大小, 轴向间隙的大小及励磁强度所决定的。励磁强度以流过线圈的电流强度与线圈的匝数之积来表示, 单位为安匝 (At)。例如在2000匝的线圈上流过 $1A$ 的电流, 则其励磁强度为 $2000At$ 。虽然对于用不同的加速电压也可使透镜的励磁电流相应改变, 但在一般情况下所使用的励磁强度为 200 — $2000At$ 。

为了使照射到样品表面上的电子束直径小于仪器的分辨率（如仪器分辨率是 60 \AA ，则电子束直径应小于 60 \AA ）。通常采用三极磁透镜（即二个聚光镜和一个物镜），使交叉点缩小到原来的 $1/100-1/1000$ 。将

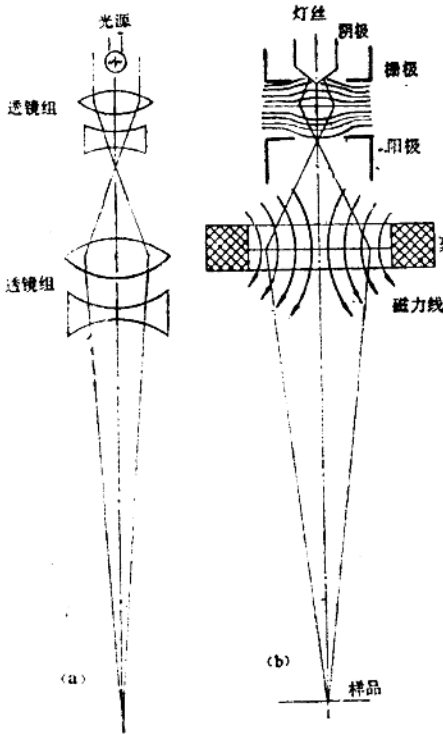


图2-6 透镜聚焦图

(a)—光学透镜聚焦 (b)—电磁透镜聚焦

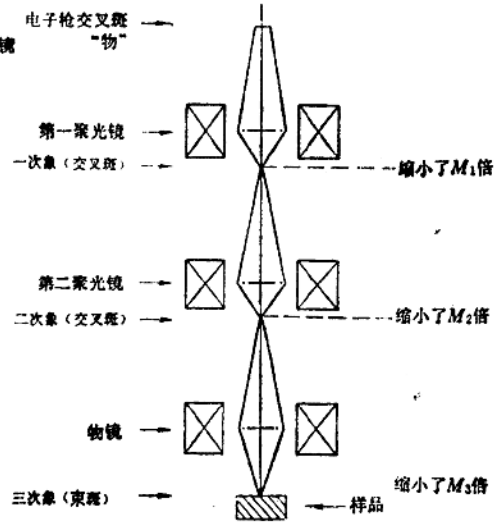


图2-7 电磁透镜工作原理图

靠近电子枪的电磁透镜称为聚光镜，而靠近样品的电磁透镜称为物镜。聚光镜主要用来调节入射到样品上的电子束强度，从而改变图象亮度和反差，同时也用来缩小入射电子的束斑直径。物镜主要用来改变入射电子束斑直径和进行图像聚焦（图2-7）。

两种透镜都有着控制亮度作用的光阑。

3. 光阑 扫描电子显微镜中主要有聚光镜光阑和物镜光阑。聚光镜光阑是直径约 6mm ，孔径为 1mm 的圆形金属片，一般放在聚光镜极靴处，称固定光阑。其作用是挡掉由电子枪出来的、散射角度较大的电子或其它杂散电子，以降低噪声，防止绝缘物充电等。物镜光阑有圆形的固定光阑和矩形的可动光阑。可动光阑为长 45mm ，宽约 4mm 的金属片。孔径为 $400\text{ }\mu\text{m}$ ， $300\text{ }\mu\text{m}$ ， $200\text{ }\mu\text{m}$ ， $100\text{ }\mu\text{m}$ ，沿中线均匀排列。一般放在物镜的极靴处，通过物镜可动光阑旋钮，可以进行光阑孔的选择和轴对中调试。其作用是限制入射电子束在样品上的张开角（孔径角）。如图2-8所示。

这个张开角的大小一般以公式 $\text{tg}\alpha = A/D$ 表示， A 为物镜光阑半径， D 为光阑至样品表面的距离，张开角为 2α 。从公式中可以看出：物镜光阑的孔径越小，张开角 2α 越小，可使物镜球差减小，焦深变大，以提高图像的分辨率。因此，在实际工作中要选用孔径较小的物镜光阑，有利于改善图像的质量。但物镜光阑不能任意地无限制地减小，因孔径减小必然会使人射电子束的强度减弱，以致使信噪比减小，结果会使图像质量变坏。物镜光阑的孔径和焦点

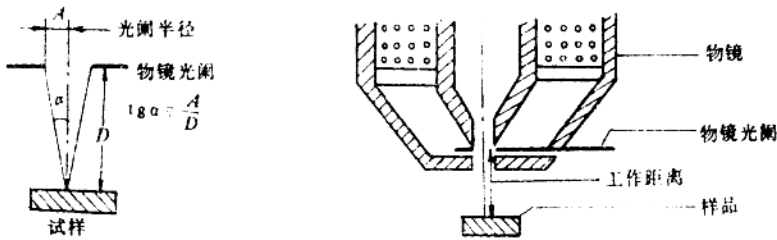


图2-8 物镜光阑示意图

表2-2 光阑孔径、焦距、分辨率、样品电流关系表

光阑孔径(μm)	400	300	200	100
焦点深度	浅	←	→	深
分辨率	低	←	→	高
样品电流	多	←	→	少

深度、分辨率及样品电流的关系列于表2-2中。

一般观察时用200μm或300μm光阑孔径。

光阑的清洁度对扫描电子显微镜图像质量影响很大,尤其是物镜光阑极容易污染,所以要定期清洗。

4. 消像散器 当电子光学系统的磁场或电场的轴对称性被破坏时,结果是将原来应该是圆的交叉点像变为细长的了。荧光屏上的图像好象流水一样,向一个方向模糊,由于有时是欠焦,有时是过焦,所以模糊的流动方向相差90°。像散使图像出现模糊重影,它直接影响仪器的分辨率。

造成像散的主要原因:一是目前工艺水平和材料质量等的影响,不能制成完全轴对称的电磁透镜,因而引起像散。此种像散称为固定像散,该像散的消除应在仪器制造时减少到最小。另一种是电子束通道被污染而引起的非轴对称性电场时产生的像散,称非固定像散。该像散主要由于仪器脏、样品表面不洁或样品有磁性等原因引起的。当像散不太严重时,可用消像散器消除;若严重时应清洗仪器。

最简便的消像散器是8极电磁性消像散器(图2-9)。

消像散器一般装在物镜极靴上方。两组4极透镜按45°角排列成圈。工作时,一组通电流 I_1 ,另一组通电流 I_2 ,且使 $I_1=I_2$,此时每组电磁透镜产生的磁场以N、S表示,两组电磁透镜的合成磁场以①和②表示。若电子光学系统存在非固定像散,则电子束斑将变成椭圆形(图2-9中无斜线表示的椭圆)。如果入射电子束垂直于纸面从上向下入射的,则根据法拉第左手法则,电子束将按箭头所指方向受力,即产生了外加的“电像散”(图2-9中斜线表示的椭圆)。由于“电像散”方向与非固定像散方向垂直,且大小相等,因而可使椭圆形电子束斑变成圆形,即可消除非固定像散。实际观察时,随时调节消像散旋钮,以提高图像质量。尤其调高倍时,像散是影响图像质量的重要因素。

5. 扫描系统 扫描电子显微镜中必须有一个使电子束进行矩形扫描的部件,即扫描线圈,它是电子光学系统的核心。扫描系统受扫描发生器的控制,扫描发生器常用的是一对靠近电子光轴圆形磁偏转线圈,这就是扫描线圈。扫描线圈一般采用双偏转系统,即将扫描线圈分上、下两层装在聚光镜与物镜之间。当这两层线圈装配时,要严格做到极性相反,即当上层扫描线圈使电子束产生偏转时,下层扫描线圈恰好使电子束产生反方向偏转,如图2-10,

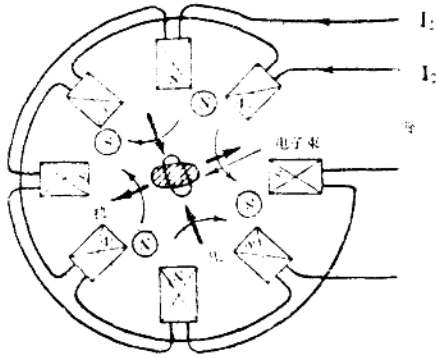


图2-9 像散校正装置工作原理图(38)

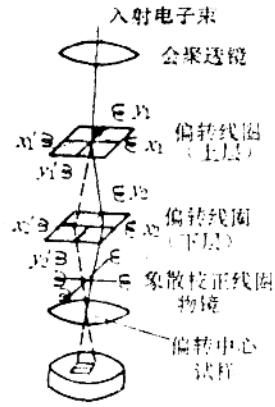


图2-10 扫描系统示意图(19)

箭头所示方向。在两层扫描线圈作用下，电子束连续实现从实线到虚线状态的变化（图2-10），构成试样表面矩形扫描。在扫描电子显微镜设计制造中，要确保在任何状态下，经过两次偏转的电子束都要通过处于物镜中心位置且与偏转中心点重合。

扫描线圈由锯齿波发生器供电，锯齿波发生器还对阴极射线管提供同步讯号（见图2-1），即扫描电子显微镜中电子束的偏转必须与显示系统中阴极射线管中电子束的偏转严格同步。

通过双偏转扫描线圈的作用，使电子束在试样表面和荧光屏上实现同步水平（行扫）和同步垂直（帧扫）二维扫描。帧扫时间一般为0.02s*、0.5s、2s、5s、50s直至250s。快速帧扫描如0.02s、0.5s，多用于寻找视场；而5s、10s帧扫描用于一般观察；慢速帧扫描40—50s则用于扫描图像拍照。行扫描线数决定于帧扫和行扫速度，如帧扫时间为50s时，行扫线数为2000条，即行扫一次时间为25ms（50s/2000）。改变扫描速度是通过改变扫描线圈电源的锯齿波电流周期实现的，放大倍数的改变是通过改变锯齿波振幅（电流量）实现的。

扫描线圈的位置可以放在物镜与样品之间，但这样放却占据了宝贵的空间，增加透镜的工作距离。因此，实际上往往是放在聚光镜与物镜之间的位置。

（二）样品室

样品室为放试样的地方，其位置在镜筒的下方，样品室内装有可动的工作台，如图2-11 HITACHI S-450型扫描电子显微镜的工作台及其微动装置（图中状态是工作台已从样品室抽出来的情况）。通过调节工作台上的微动装置，可以使样品作各个方向的运动，以实现对接口的全面观察分析。这些运动方向有X、Y方向的水平移动，Z方向的垂直移动（变换工作距离），调节倾斜钮可使样品倾斜，调节旋转钮可使样品台水平方向旋转360°。样品室周围还有许多窗口，以便安装各种探测器。

（三）探测、显示、照相系统

入射电子束打到样品上产生一系列信号，如二次电子、背散射电子、吸收电子、阴极发

* s为时间单位，1s为1秒

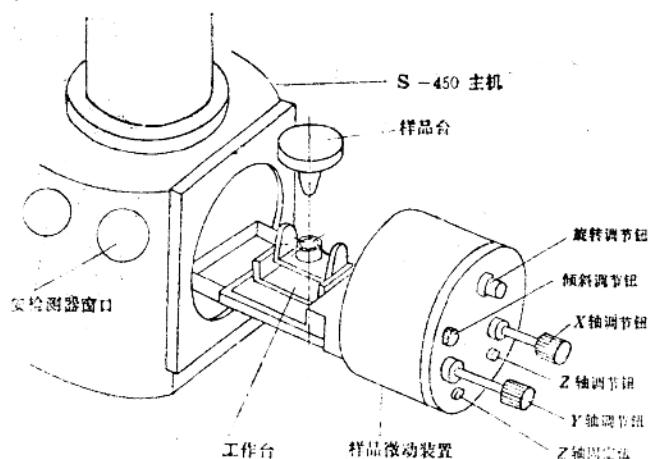


图2-11 工作台及其微动装置图 (HITACHI S-450)

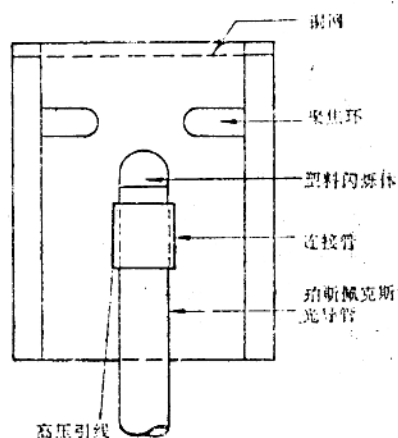


图2-12 闪烁体探测器示意图(36)

光、透射电子、特征X射线等。探测器的作用就是接收这些信号，经过信号放大等光电效应，然后显示在荧光屏上，最后用照相机胶片记录下来。

1. 二次电子探测器 二次电子用的是闪烁体探测器(图2-12)。扫描电子显微镜用的闪烁体，光电倍增管放大器是由Everhart and Thornley (1960)发展起来的。其原理是自试样发出的慢二次电子通过加有正300V的金属网窗口时加速，进入金属网筒。金属网筒内放闪烁体，闪烁体为半球状的塑料块上涂约 $0.07\mu\text{m}$ 厚的金属铝膜，在铝膜上加有约12kV的电位差，使进入圆筒的电子加速。金属网和闪烁体之间的金属聚焦环所产生的静电场使大多数电子都打到球面闪烁体顶点附近。闪烁体

所产生的光子由光导管输送到通常位于真空外的光电倍增管上，再把光子转换为电流。

光电倍增管其作用是将原光电阴极上发射的电子倍增到极大的数目，其大小可由打拿极上电压控制，光电倍增管工作原理参考图2-13。

电极D作为聚焦用，将光电阴极上轰击出的光电子聚焦在 D_1 电极上。 D_1 至 D_2 是相同的电极，而且逐次加上相当的电压(约80—150V)。这些电极称为打拿极，用以产生二次电子。当电子轰击这些材料时就能打出多于1个的二次电子(一般为3—6个电子)。从每一级电极上打出的电子立即被加速并聚焦到后一级上去，这样又产生更多的电子。这个过程一直继续下去，可以将原先光电阴极上发射的电子倍增到极大的数目，最后收集于阳极A输出。

这个过程主要是光电效应即将光信号转变成电信号，同时将光电阴极上发射的电子不断倍增到极大数目。目前光电倍增管不断朝体积缩小方向发展。

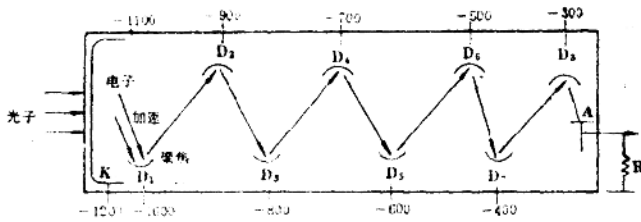


图2-13 光电倍增管工作原理图

K—光电阴极 D—电极 A—阳极 R—输出电信号

前置放大器（视频放大器），其作用是将光电倍增管输出的信号放大，并将其输入显像管的栅极中。

2. 显像单元 入射电子束发射到样品表面，由于二次电子的发射随样品表面起伏变化，而在荧光屏上的显示则反映亮暗程度不同，一般在荧光屏上亮度强的则是样品高的地方，而亮度弱的则是样品低的地方。这样具有不同的灰度，以呈现立体感。应该指出，入射电子束在样品上光栅扫描应与在荧光屏上光栅扫描同步，这样以保证样品上任一“物点”与荧光屏上相应“像点”在时间与空间上一一对应。

在扫描电子显微镜里，试样的放大像呈现在阴极显像管上，一般至少有二个显像回路，分别借以观察和照像记录之用。观察用显像管的帧扫描可以有不同的速度，用余辉相当长的荧光屏来降低闪烁。对于这种显像管，电子在荧光屏上产生的光（或紫外光）会激发附近的磷光体而引起余辉，所以光点尺寸将大于电子束直径，因此，管子的分辨本领较低。边长为10cm的正方形荧光屏的典型值为500行扫描线，这对肉眼观察已足够了。

对于照相用的荧光屏，希望有很高的分辨率，常用的是边长为10cm的正方形荧光屏上有800—1000行扫描线，在这种情况下，选用余辉较短的磷光体。

当然，为了在荧光屏上显示图像，在显示面板上需要一系列操纵旋钮，如调节亮度旋钮、对比度旋钮、放大倍数旋钮等。

3. 照相系统 扫描电子显微镜成果是照片，即将荧光屏上观察到的现象用照相机拍摄下来。不同仪器附带不同型号的照相机（略）。

（四）电源系统

电源系统是保证仪器各部件正常协调运转的能量源泉。必须通过一些电子学线路控制电子枪、加速电压、透镜电流、扫描发生器、信号放大器以及真空系统。

（五）真空系统

扫描电子显微镜在工作时，整个镜筒和样品室均要求处于高真空状态。即要求发射的电子束很快打到样品上，所以必须高真空，一般要求（ 5×10^{-6} — 5×10^{-8} ）Torr。

抽真空时，主要用旋转机械泵和油扩散泵来维持 5×10^{-6} Torr左右的真空度。机械泵的作用是预抽低真空和排除废气，一般低真空为 5×10^{-3} Torr。油扩散泵的作用是抽高真空，但在其工作前必须使真空度保持为 5×10^{-2} Torr，所以，先要用机械泵预抽低真空，否则油扩散泵中的硅油易氧化。

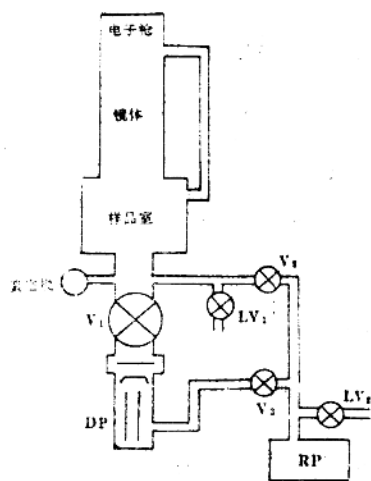


图2-14 真空系统示意图

V_1 V_2 V_3 : 阀门 LV_1 LV_2 : 放气阀门
DP: 扩散泵 RP: 旋转泵

另外，不需要冷却扩散泵中硅油用的循环水。

机械泵是运用机械的空气压缩原理，如图2-15所示。

扩散泵是利用气体动力学的原理，用加热器将扩散泵油（硅油）加热，使油气化，利用气化的油分子的动能，在一个方向上带走较轻的空气分子或水蒸气分子（如图2-16所示）。循环水用来冷却气态油分子使其冷凝液化，然后返回加热器，这样往返循环以达到高真空。

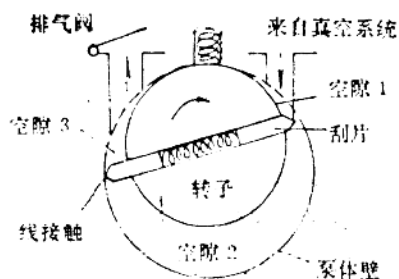


图2-15 机械泵结构图

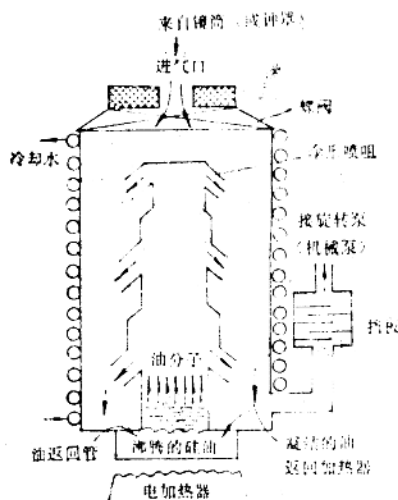


图2-16 扩散泵截面图

二、工作原理及性能

（一）电子束与物质的相互作用

• min为时间单位，1min为1分钟