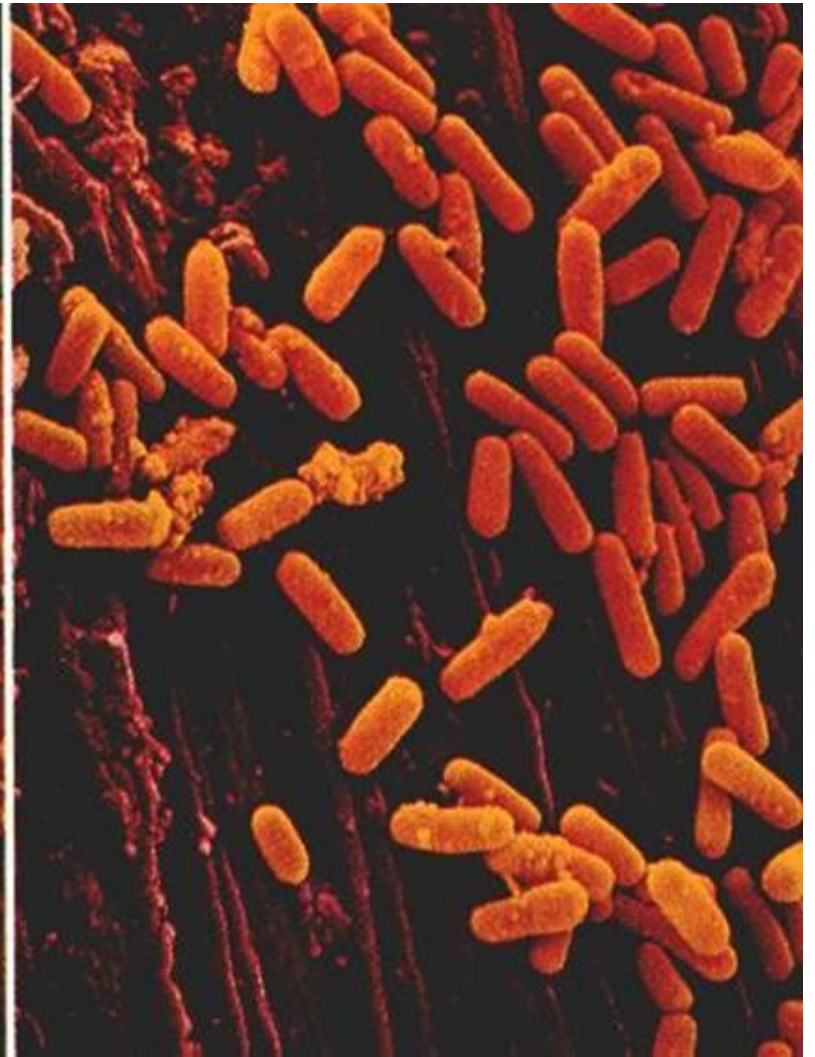
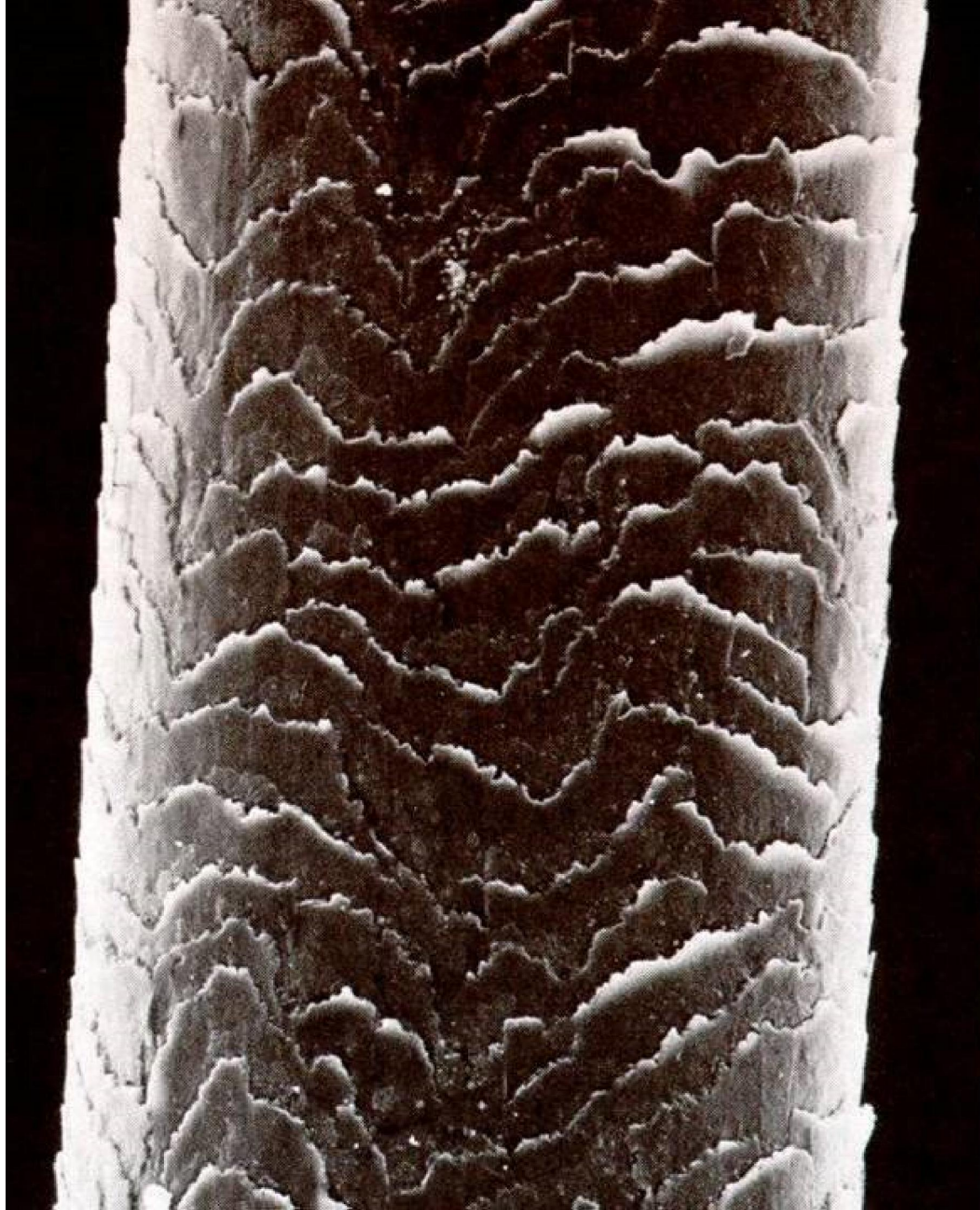









第三章 扫描电子显微镜







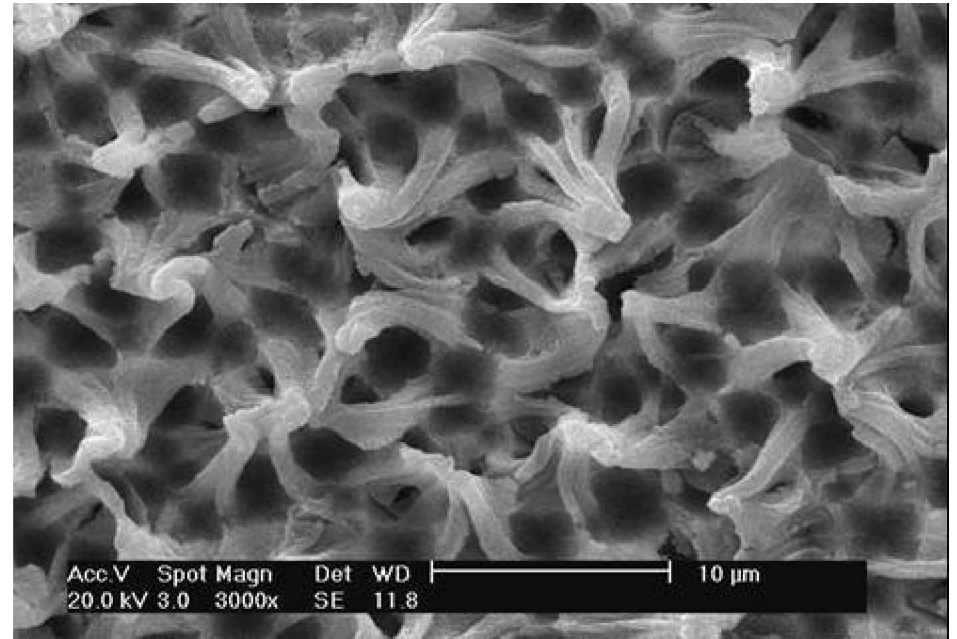
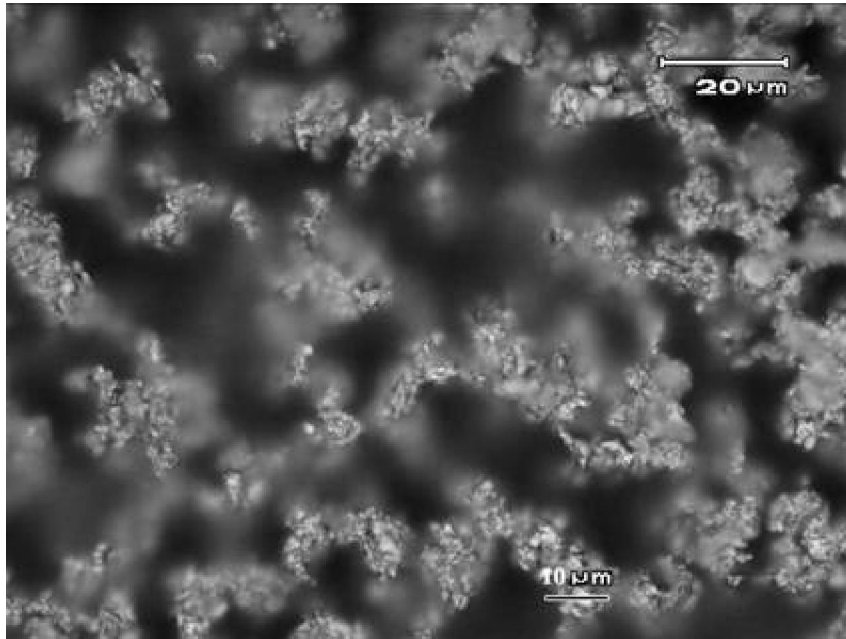
第三章 扫描电子显微镜

1. 扫描电镜的优点 
2. 电子束与固体样品作用时产生的信号 
3. 扫描电镜的工作原理与构造 
4. 扫描电镜衬度像 
 - 二次电子像
 - 背散射电子像 
5. 样品制备 
6. 应用举例 

1. 扫描电镜的优点

- 高的分辨率。由于超高真空技术的发展，场发射电子枪的应用得到普及，现代先进的扫描电镜的分辨率已经达到1纳米左右。
- 有较高的放大倍数，20-20万倍之间连续可调；
- 有很大的景深，视野大，成像富有立体感，可直接观察各种试样凹凸不平表面的细微结构
- 试样制备简单。
- 配有X射线能谱仪装置，这样可以同时进行显微组织性貌的观察和微区成分分析。
- 配有EBSD，可以进行晶体取向、物相分析。

Optical Microscope VS SEM

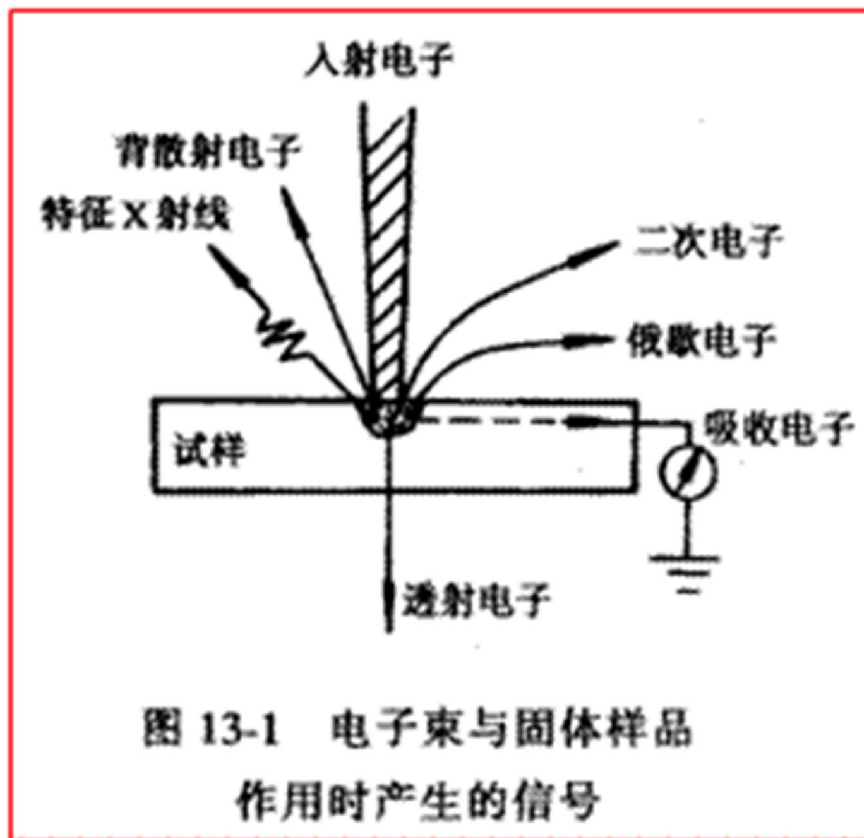


2. 电子束与固体样品作用时产生的信号

- **2.1 电子显微镜常用的信号**
- **2.2 各种信号的深度和区域大小**

2.1 电子显微镜常用的信号

- 背散射电子
- 二次电子
- 吸收电子
- 透射电子
- 特征X射线
- 俄歇电子



SEM中的主要信号

- 1. 背散射电子：指被固体样品中的原子核或核外电子反弹回来，累积散射角超过 90° 的一部分入射电子。
用 I_b 表示背散射电子流。
- 弹性背散射电子：一般样品表面原子核反弹回来可达数千至数万 ev 。
- 非弹性背散射电子：电子在固体中经过一系列散射后最终由原子核反弹的或由核外电子产生的，不仅方向改变，能量也有不同程度的损失。其能量分布范围很宽，数十 ev 至数千 ev 。

SEM中的主要信号

特征:

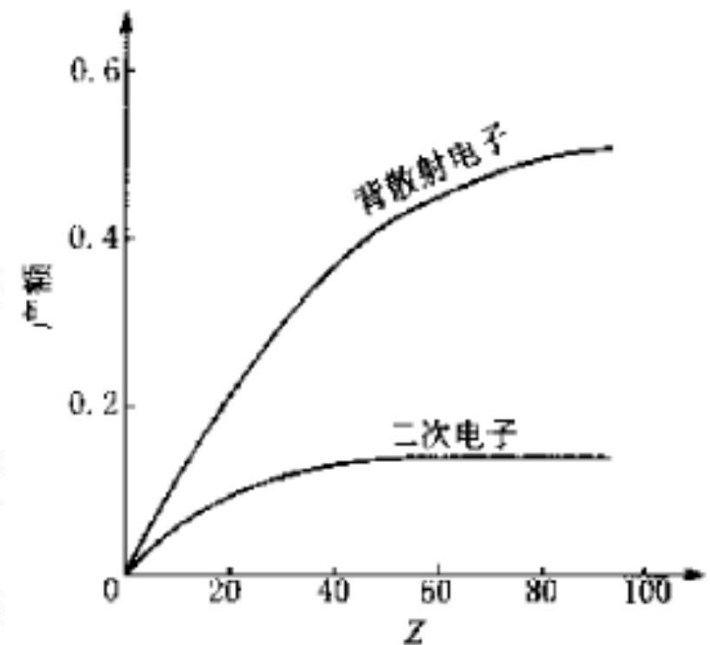
1) 其产额随原子序数增大而增多；背散射电子像的衬度与样品上各微区的成分密切相关，可以显示出金属中各相的分布情况。

可用作形貌分析、成分分析（原子序数衬度）。

2) 能量高，能量达数千至数万ev；背散射电子束来自样品表面几百nm深度范围，因此空间分辨率只能达到100nm左右。

3) 弹性背散射电子远比非弹性背散射电子所占的份额多（主要利用弹性背散射电子）

4) 入射电子的非弹性背散射，在表层几十纳米范围内成为一个点源，这些电子反向射出时与晶体产生布拉格衍射。**EBSD**



SEM中的主要信号

2. 二次电子(SEM): 在入射电子作用下被轰击出来并离开样品表面的样品原子的核外电子。

由于原子核和外层价电子间的结合能很小，因此，外层的电子较容易和原子脱离，使原子电离。用 I_s 表示二次电子流。

特征:

1. 对样品表面状态十分敏感，因此能有效地反映样品表面的形貌；因为 $\delta = I_s/I_0$ 二次电子产额与入射对于样品表面的入射角 θ 之间有如下关系：
2. 分辨率较高，5~10nm。（与照射面积相同）；来自表层5~10nm深度范围；（二次电子能量较低。一般不超过50 eV，大部分几eV）
3. 其产额与原子序数间没有明显的依赖关系。因此，不能进行成分分析。

SEM中的主要信号

3. 吸收电子

入射电子进入样品后，经多次非弹性散射，能量损失殆尽，最后被样品吸收。用 I_A 示吸收电子流。

若样品足够厚，透射电子流 $I_T=0$ ，则有

$$I_A = I_0 - (I_b + I_s) \quad (I_0\text{—入射电子流})$$

特征：

1. 吸收电子信号调制成图像，其衬度与背散射电子的衬度互补。入射电子束射入一个多元素样品中时，因 Se 产额与原子序数无关，则背散射电子较多的部位（ Z 较大）其吸收电子的数量就减少，反之亦然；
2. 吸收电子能产生原子序数衬度，即可用来进行定性的微区成分分析。

SEM中的主要信号

4. 透射电子

- 如样品足够薄，则会有一部分入射电子穿过样品而成透射电子。用 I_T 表示透射电子流。
- 特 征：
- 1. 透射电子信号由微区的厚度、成分和晶体结构决定；
- 2. 可利用特征电子能量损失 ΔE 配合电子能量分析器进行微区成分分析。即电子能量损失谱（EELS）。

SEM中的主要信号

$$i_0 = i_b + i_s + i_a + i_t$$

i_0 ——入射电子强度；

i_b ——背散射电子强度；

i_s ——二次电子强度；

i_a ——吸收电子强度；

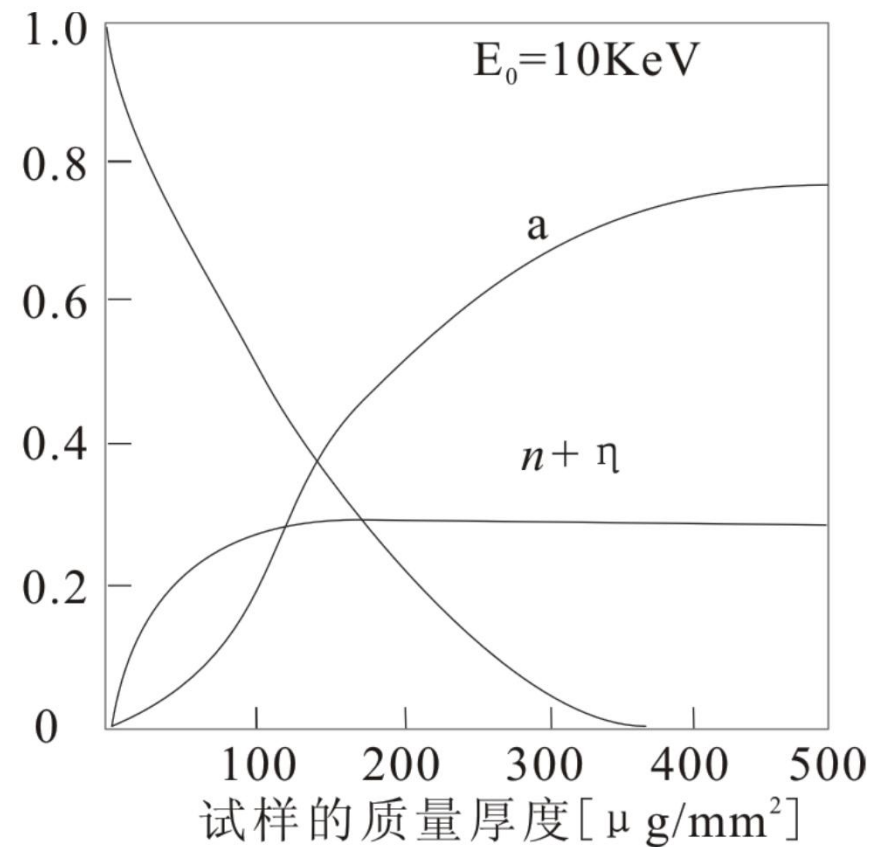
i_t ——透射电子强度。

- 将上式两边同除以 i_0 ，得
- $\eta + \delta + a + T = 1$

SEM中的主要信号

$$i_0 = i_b + i_s + i_a + i_t$$

样品质量厚度越大，则透射系数越小，而吸收系数越大；样品背散射系数和二次电子发射系数的和也越大，但达一定值时保持定值。不同材料的曲线形状大体相似。



SEM中的主要信号

- **5. 特征X射线: (EPMA、EDS)**指原子的内层电子受到激发后, 在能级跃迁过程中直接释放的具有特征能量和特征波长的一种电磁波辐射。
- 特征X射线的波长和原子序数间的关系服从莫塞莱定律。

$$\sqrt{\frac{1}{\lambda}} = C(Z - \sigma)$$

- Z—原子序数, C、 σ —常数
- 可见原子序数和特征X射线波长之间有对应关系, 据此可进行成分分析。
- 特征: 用其进行成分分析, 来自样品较深的区域。

SEM中的主要信号

◆ 特征X射线产生机理（按照经典的原子模型来分析）

- 按照经典的原子模型，原子内的电子分布在一系列量子化的壳层上，在稳定状态下，每个壳层有一定数量的电子，它们具有一定的能量，最内层(**K层**)的能量最低，然后按**L、M、N.....**的顺序递增。
- 令自由电子的能量为零，则各层上电子能量的表达式为

$$E_n = -\frac{2\pi^2 me^4}{h^2 n^2} (z - \sigma)^2$$

- 式中，
- **E_n**-主量子数为n的壳层上电子的能量；
- **n**-主量子数；
- **m**-电子质量；
- 其它符号同前。

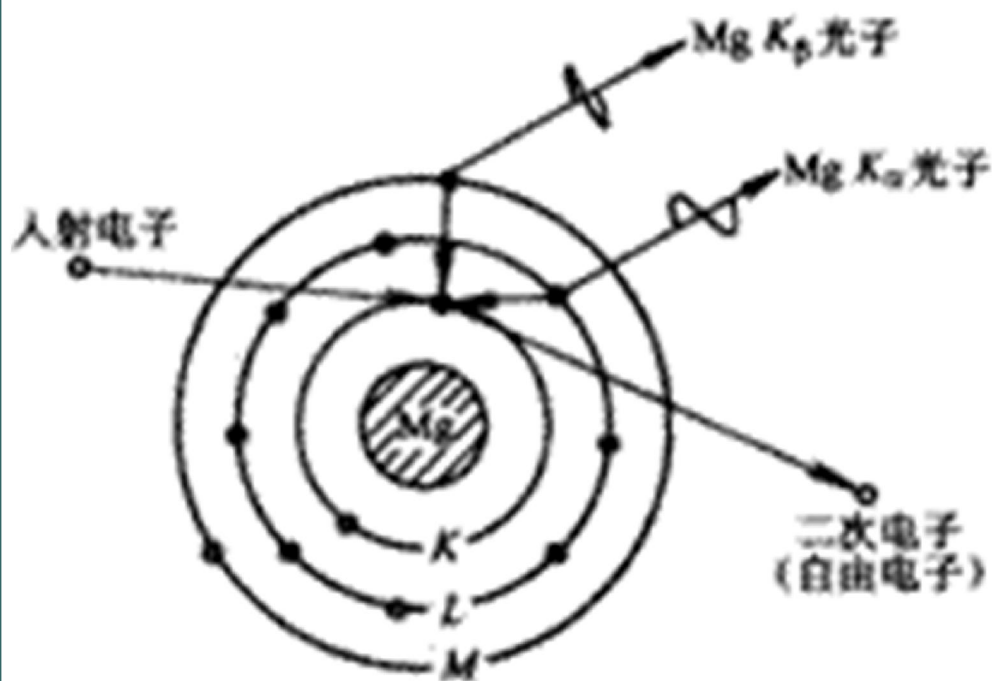


图 1-5 标识 X 射线的产生

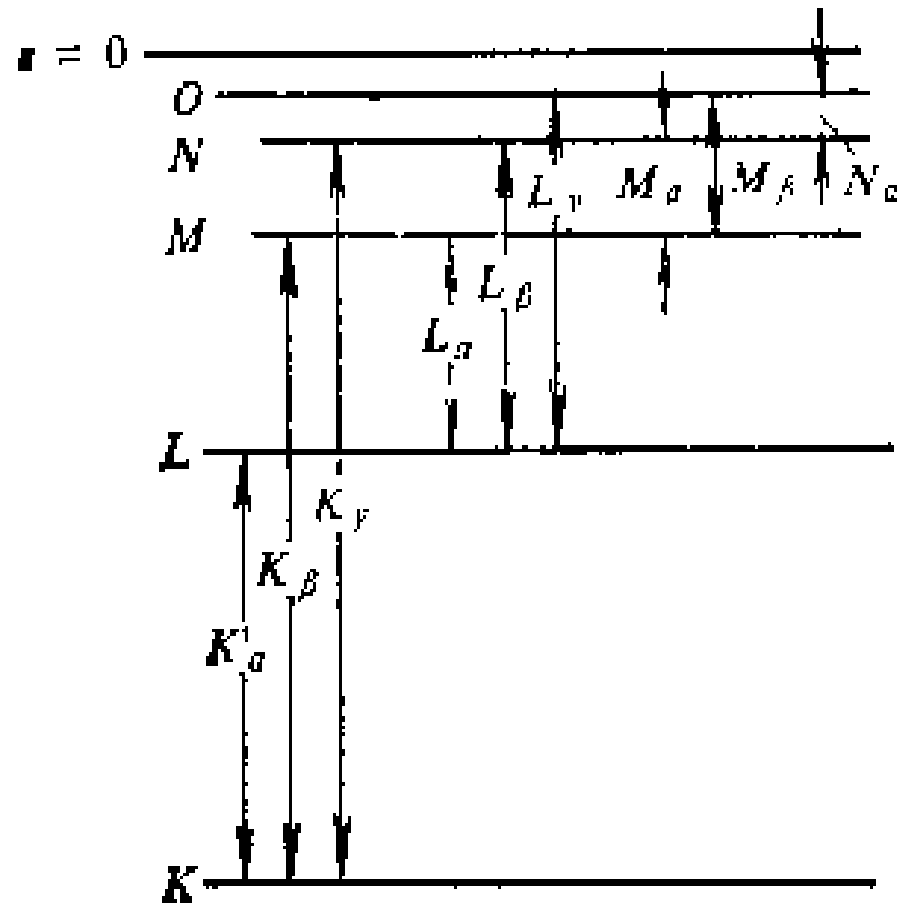
- 当冲向阳极靶的电子具有足够能量将内层电子击出成为自由电子(二次电子), 这时原子就处于高能的不稳定状态, 必然自发的向稳态过渡。
- 当K层出现空位, 原子处于K激发态, 若L层电子跃迁到K层, 原子转变到L激发态, 其能量差以X射线光量子的形式辐射出来, 这就是特征X射线。

- L层→K层的跃迁发射K α 谱线
- M层→K层，波长更短的K β 谱线
- N层→K层，波长更短的K γ 谱线

- M层→L层，波长更短的L α 谱线
- N层→L层，波长更短的L β 谱线

- 临界激发电压：产生K激发的能量为

$W_k = E_{\chi} - E_k$ ，阴极电子的能量必须满足 $eV \geq W_k$ ，才能产生K激发，称为临界激发电压。



-
- 所辐射的特征谱频率由下式计算：

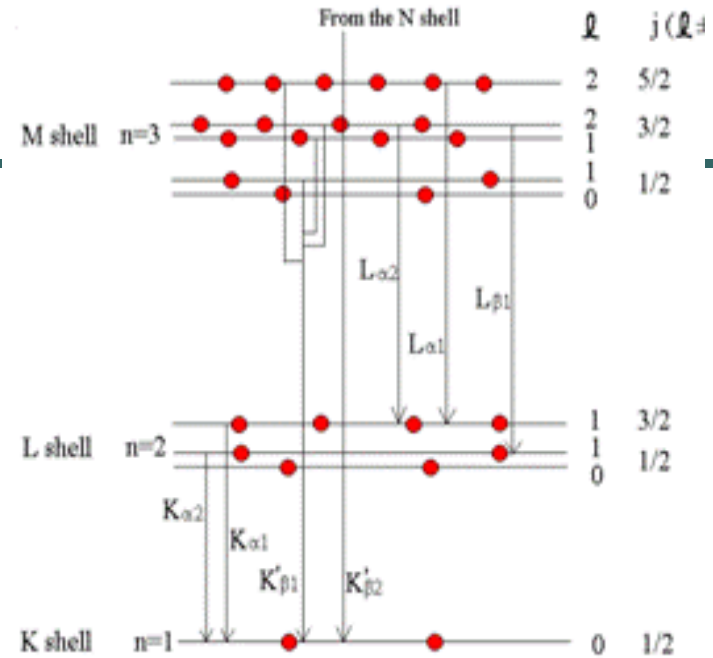
$$h\nu_{n_2 \rightarrow n_1} = E_{n_2} - E_{n_1} = RhC(Z-\sigma)^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right)$$

- 式中：表示电子从主量子数为 n_2 的壳层跃入主量子数为 n_1 壳层所释放的X射线光量子频率；
- h 为普朗克常数； R 为里德堡常数； C 为光速； Z 为原子序数； σ 为屏蔽常数。

-
- K系特征X射线：对于从L、M、N...壳层中的电子跃入K壳层空位时所释放的X射线，分别称之为 $K\alpha$ 、 $K\beta$ 、 $K\gamma$...谱线，共同构成K系标识X射线。
 - L壳层、M壳层...电子被激发时，就会产生L系、M系...标识X射线，而K系、L系、M系...标识X射线共同构成了原子的特征X射线。由于一般L系，M系标识X射线波长较长，强度很弱，因此在衍射分析工作中，主要使用K系特征X射线。

- 上述推导，可得如下结论：
- $\lambda_{K\alpha} > \lambda_{K\beta}$, 但 $K\alpha$ 谱线的强度约为 $K\beta$ 的5倍。
- 因为在 K 激发状态下， K 层与 L 层为相邻能级， L 层电子向 K 层跃迁的几率远大于 M 层跃迁的5率。

Generic Energy Level Diagram



由于 L 层内尚有能重差别很小的亚能级，不同亚能级上电子的跃迁所辐射的能量小有差别而形成波长较短的 $K\alpha_1$ 谱线和波长稍长的 $K\alpha_2$ 谱线。在一般情况下，它们是分不开的，这时， $K\alpha$ 线的波长取双线的波长的加权平均值。

表3-1 X射线分析常用阳极材料K系特征谱线

阳极 元素	K_{α_1}	K_{α_2}		K_{α}	K_{β}		K 吸收限单位 \AA	K 线系 的中肯 电压 kV
	波 长 单位: $\text{\AA}^{*(2)}$	波 长 单位: $\text{\AA}^{*(2)}$	相对 强度 (1)	波 长 单位: $\text{\AA}^{*(2)}$	波 长 单位: $\text{\AA}^{*(2)}$	相对 强度 (1)		
24Cr	2. 28970	2. 293606	51	2. 291002	2. 08487	21	2. 07020	6. 0
25Mn	2. 101820	2. 10578	55	2. 10314	1. 91021	22	1. 89643	6. 5
26Fe	1. 936042	1. 939980	49	1. 937355	1. 75661	18	1. 74346	7. 5
27Co	1. 788965	1. 792850	53	1. 790260	1. 62079	19	1. 60815	7. 7
28Ni	1. 657910	1. 661747	48	1. 659189	1. 500135	17	1. 48807	8. 3
29Cu	1. 540562	1. 544390	46	1. 541838	1. 392218	16	1. 38059	8. 9
42Mo	0. 709300	0. 713590	51	0. 71073	0. 632288	23	0. 61978	20. 0
47Ag	0. 5594075	0. 563798	52	0. 560871	0. 497069	24	0. 48589	25. 5

SEM中的主要信号

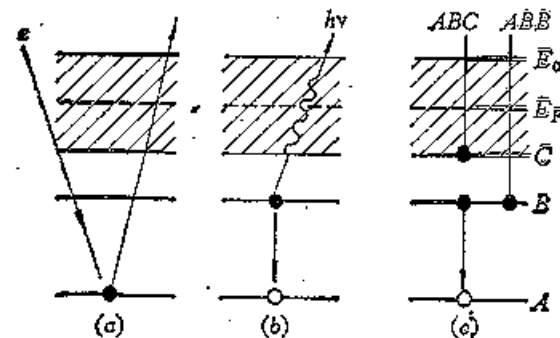
6. 俄歇电子(AES) 在SEM中用的不多。

如果原子内层电子在能级跃过程中释放出来的能量 ΔE 并不以X射线的形式发射出去，而是用这部分能量把空位层的另一个电子发射出去（或空位层的外层电子发射出去），这一个被电离的电子称为俄歇电子。

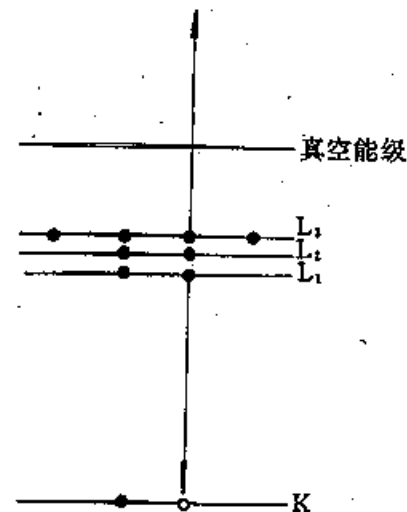
每种原子都有自己的特定壳层能量，所以它们的俄歇电子能量也各有特征值。

特 征:

1. 各元素的俄歇电子能量值很低，50~1500ev;
2. 来自样品表面1nm左右深度范围。较深区域产生的俄歇电子向表面运动时必然会因碰撞损失能量而失去特征值的特点。因此，只有在距表面1nm左右范围内逸出的俄歇电子才具有特征能量。因此它适合做表面薄层分析。



光辐射和俄歇电子跃迁过程



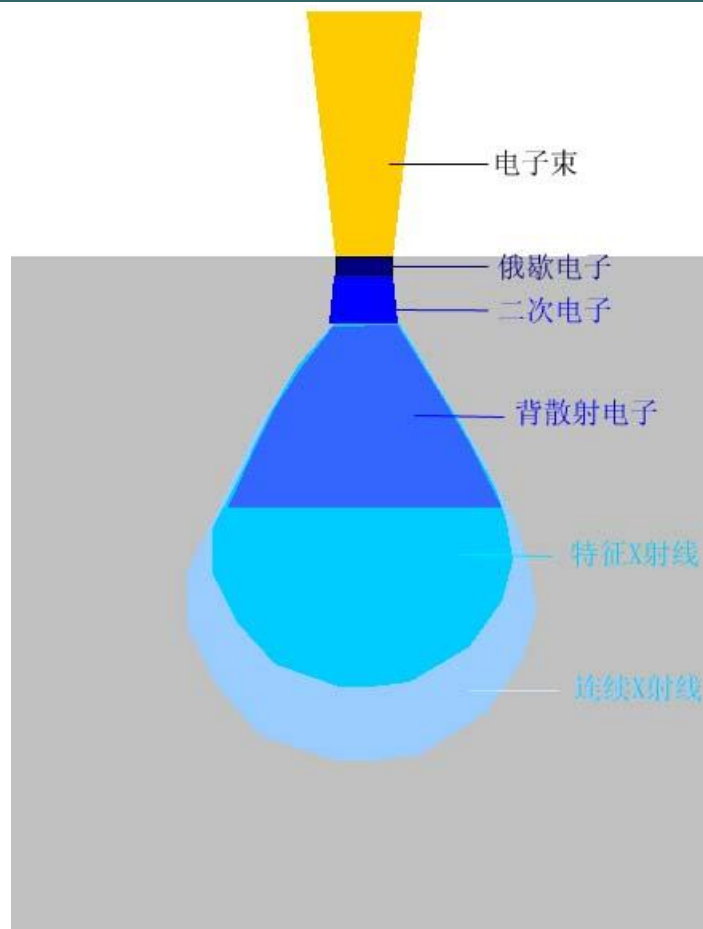
KL₁L₂ 俄歇跃迁

2.3 各种信号的深度和区域大小

可以产生信号的区域称为有效作用区，有效作用区的最深处为电子有效作用深度。

但在有效作用区内的信号并不一定都能逸出材料表面、成为有效的可供采集的信号。这是因为各种信号的能量不同，样品对不同信号的吸收和散射也不同。

随着信号的有效作用深度增加，作用区的范围增加，信号产生的空间范围也增加，这对于信号的空间分辨率是不利的。

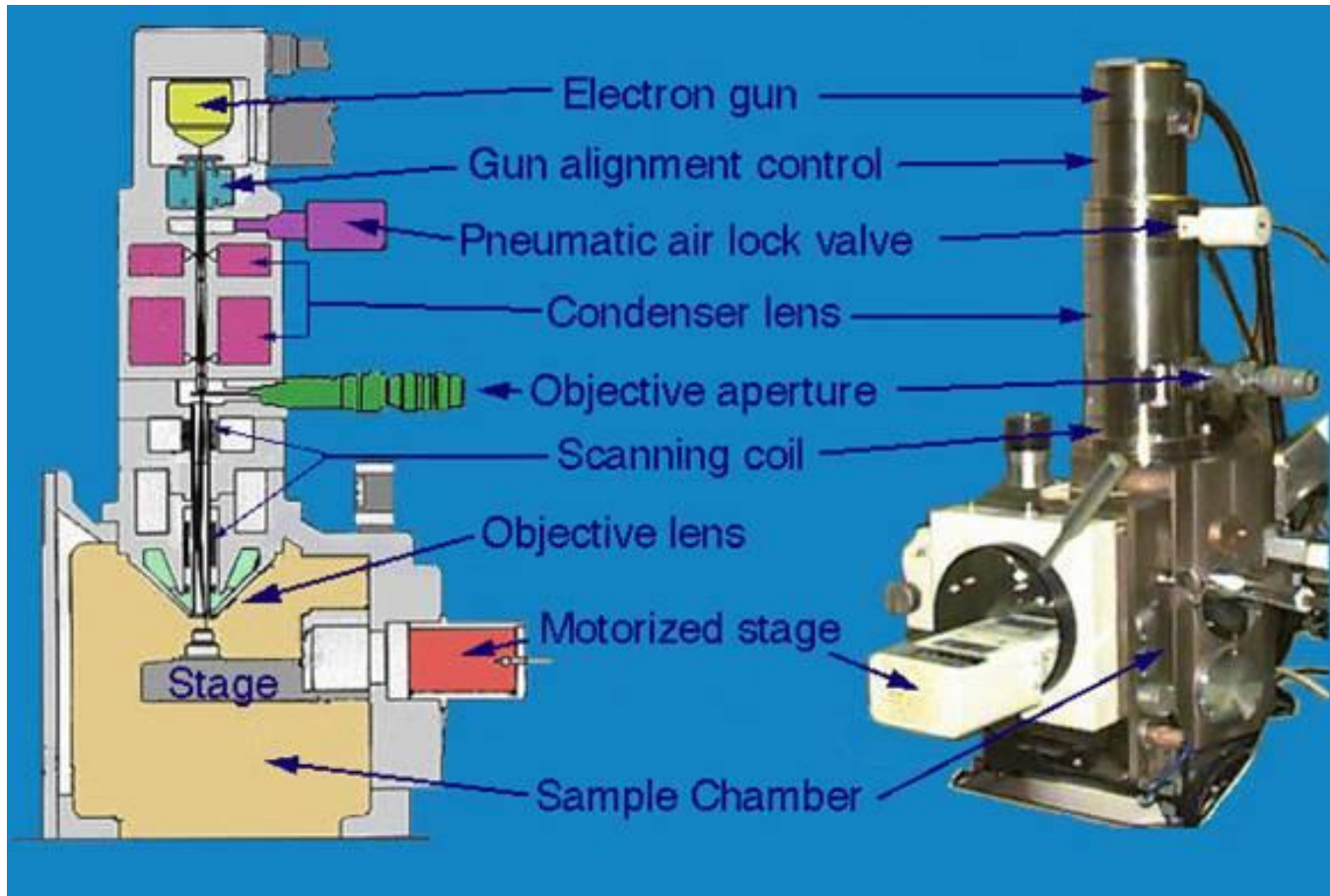


在扫描电镜中，
由电子激发产生的主要信号的信息深度：

- 俄歇电子 **1 nm (0.5-2 nm)**
- 二次电子 **5-50 nm**
- 背散射电子 **50-500 nm**
- X射线 **0.1-1 μ m**

△ 信息深度：信号电子所携带的信息来自多厚的表面层？
通常用出射电子的逃逸深度来估计。

3. 扫描电镜的工作原理与构造



3.扫描电镜的工作原理与构造

- 3.1 电子光学系统
- 3.2 信号收集及显示系统
- 3.3 真空系统和电源系统
- 3.4 工作原理
- 3.5 SEM的主要性能

3.1 电子光学系统

- 由电子枪，
 - 电磁透镜，
 - 扫描线圈
 - 样品室
 - 等部件组成。
- 其作用是用来获得扫描电子束，作为信号的激发源。为了获得较高的信号强度和图像分辨率，扫描电子束应具有较高的亮度和尽可能小的束斑直径。

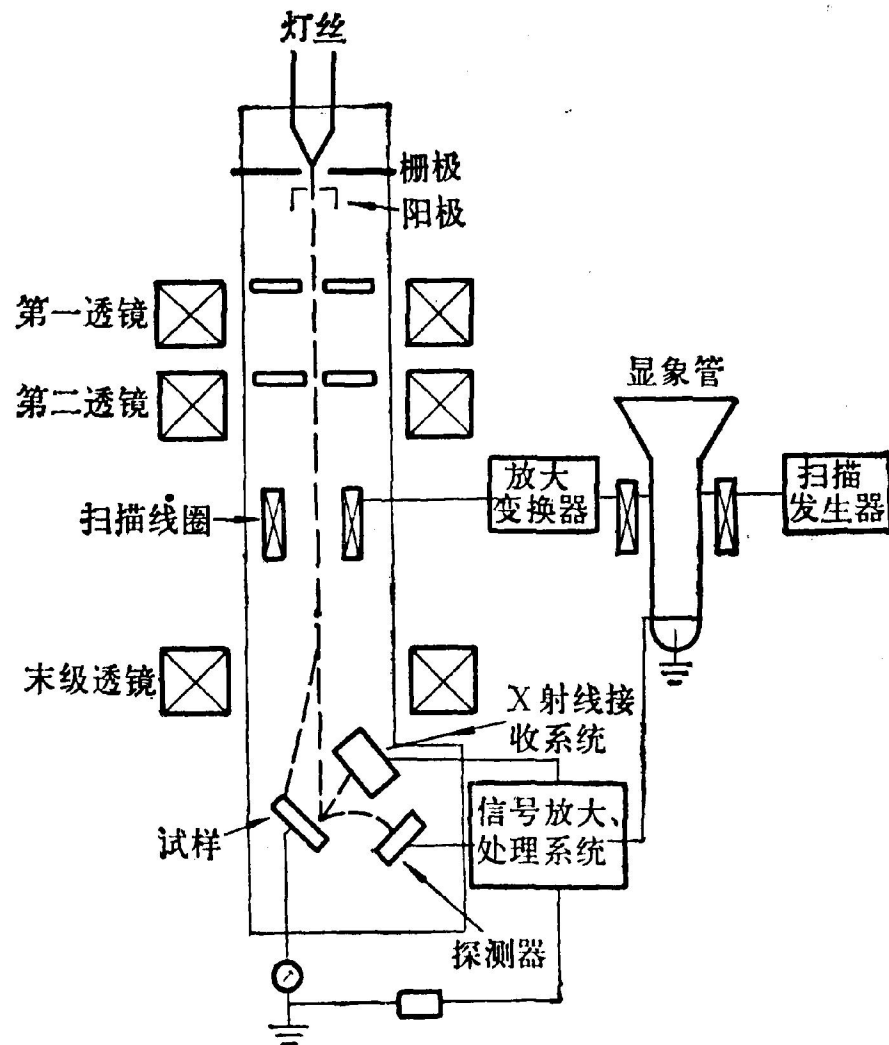


图 17-2 扫描电镜结构原理方框图

1) 电子枪

- 作用：利用阴极与阳极灯丝间的高压产生高能电子束。
- 与TEM的电子枪相似，但电压完全不同：
- TEM的分辨率与电子波长有关， λ 短，电压高：
100~300KV，甚至400KV，1000KV。
- SEM分辨率与电子在试样上的电子束斑有关，斑小，且电子束有足够的强度：
1~30KV

-
- 电子显微镜对电子枪的要求是：能够提供足够数目的电子，发射电子越多，成象越亮；发射电子的区域要小，电子束越细，象差越小，分辨本领越好；电子速度要大，动能越大，成像越亮。
 - 普通热阴极电子枪主要由发夹式钨丝组成，当加热到高温时，钨丝发射出电子。六硼化镧灯丝以及场发射灯丝。

三级热阴极电子枪

F: 灯丝 负高压 发射电子

A: 阳极 接地 F、A间形成对电子的加速场

W: 栅极 负偏压 (相对于阴极)

△ 让电子只通过栅孔

△ 聚焦透镜作用：在阳极附近形成交叉点

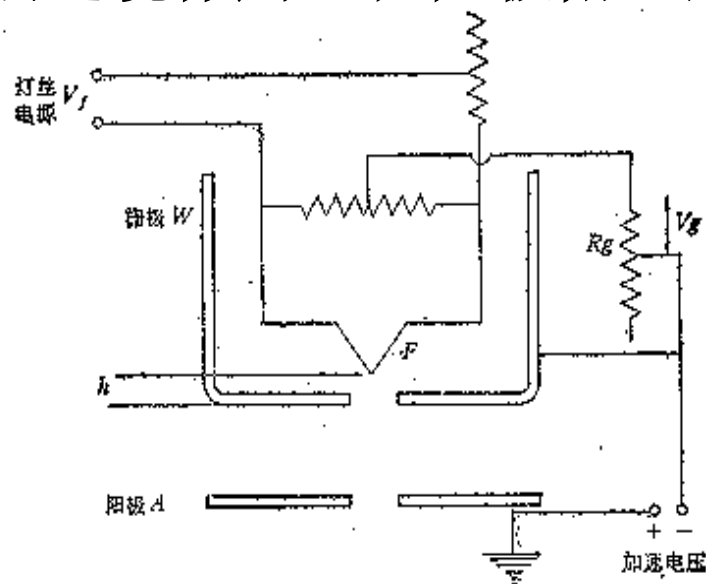


图 7.5 三极电子枪的基本结构

场发射枪

发射出来的电子在阴极尖后形成交叉虚象，
直径 100\AA 。

高电流发射强度+小交叉点
比W阴极高1000倍的亮度
减小束斑
提高仪器分辨率

- 场发射扫描电镜分热场发射扫描电镜和冷场发射扫描电镜。

- 与钨灯丝扫描电镜相比其共性是分辨率高。

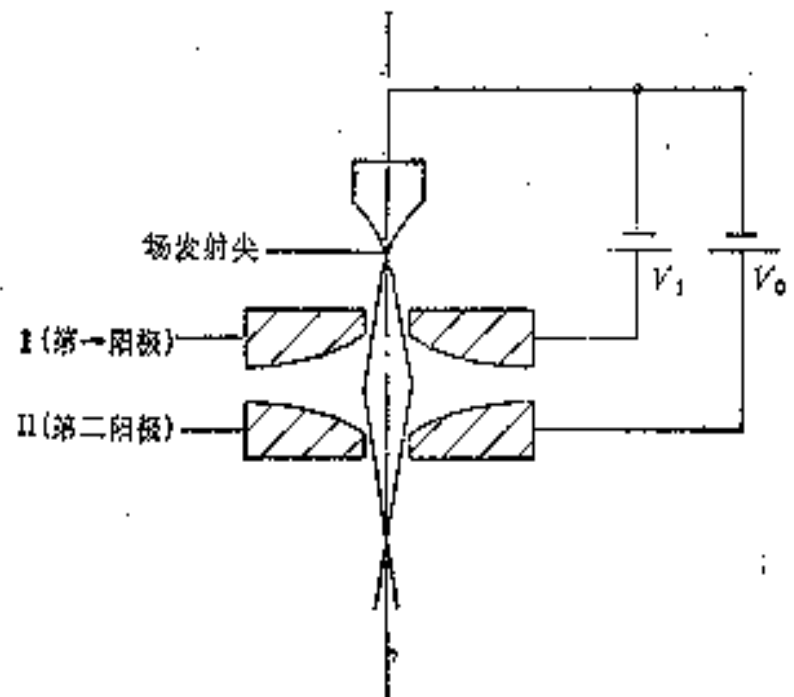
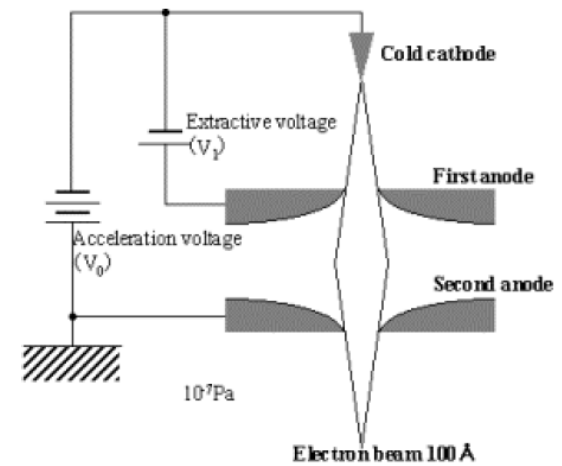
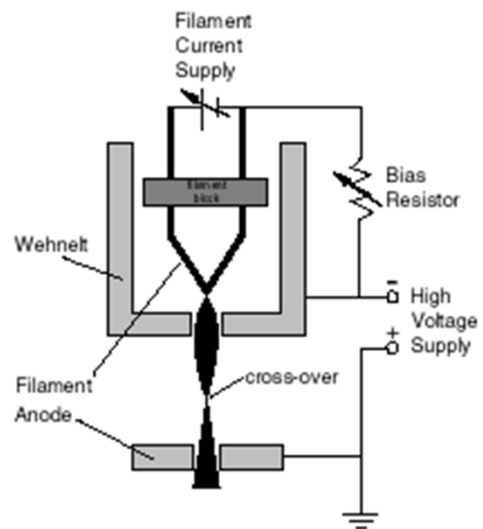
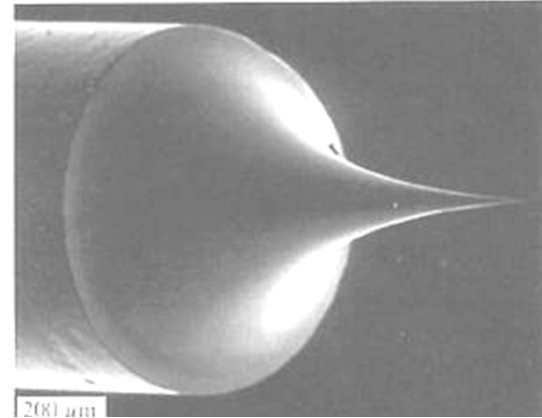
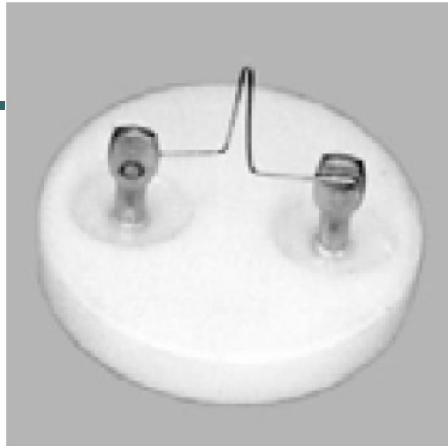


图 7.17 三极场发射枪筒图

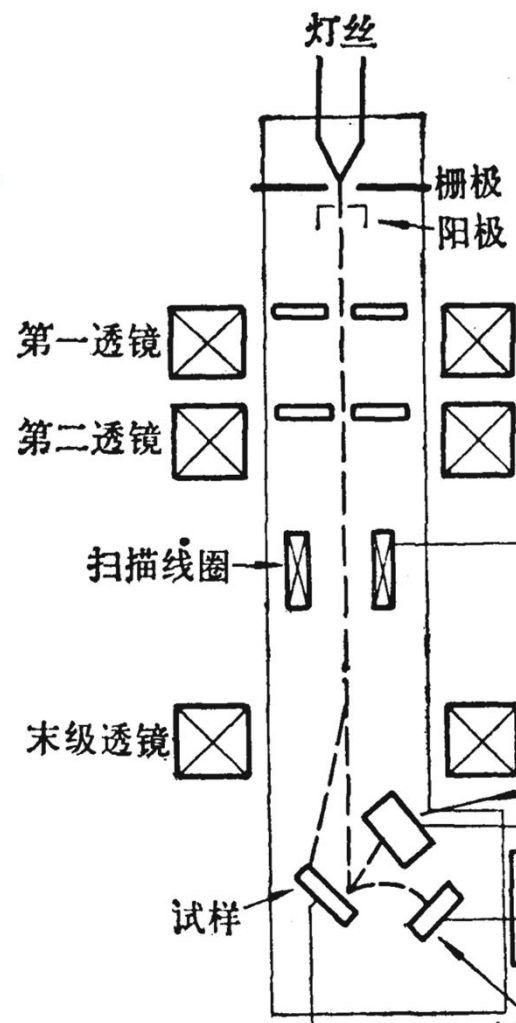
冷热场发射扫描电镜的区别是什么？

- 答：
- 冷场发射电子枪：优点：单色性好，分辨率高；
缺点：电子枪束流不稳定，束流小。
- 热场发射电子枪：优点：电子束稳定，束流大；
缺点：与冷场相比单色性和分辨率略差点。
- 热场的束流大些，适合进行分析，但维护成本相对较高，维护要求高。冷场做表面形貌观测是适合的，相对而言维护成本低些。



2) 电磁透镜

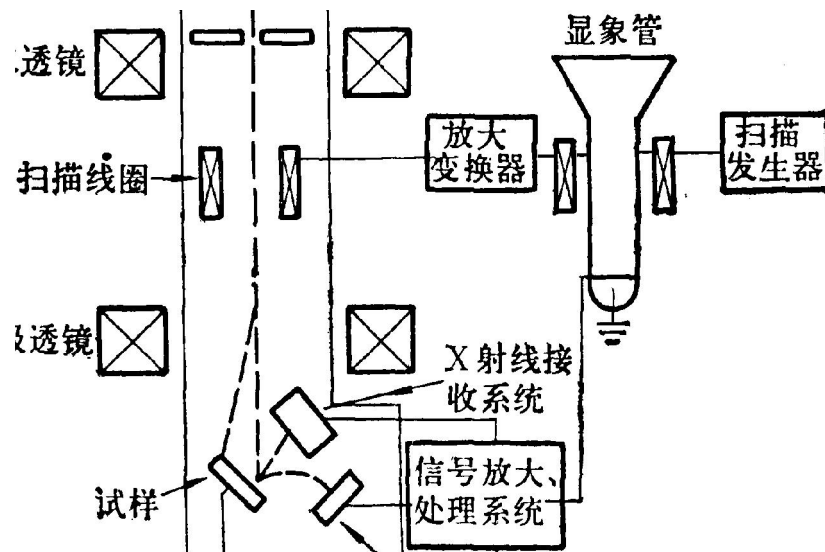
- 功能：聚焦电子束，束斑，使 $50\mu\text{m} \rightarrow$ 数 nm 斑点。一般三级透镜来完成。前二者是强透镜，可把电子束光斑缩小，第三个是弱透镜，具有较长的焦距，习惯于叫物镜，其目的在于使样品和透镜之间留有一定空间以装入各种信号探测器。
- SEM中束斑越小，即成像系元越小，相应的分辨率就愈高。
- 热阴极电子枪 束径可达 6nm
- 六硼化镧和场发射电子枪，束斑更小。



3) 扫描系统

- 扫描系统是扫描电镜的特殊部件，它由扫描发生器和扫描线圈组成。
- 它的作用是：1)使入射电子束在样品表面扫描，并使阴极射线显像管电子束在荧光屏上作同步扫描，2)改变入射束在样品表面的扫描振幅，从而改变扫描像的放大倍数。

电子束在样品上的扫描动作和显像管上的扫描动作严格同步，因为它们是由同一扫描发生器控制的。



-
- SEM的放大倍数 $M = \frac{A_c}{A_s}$



- A_c 为荧光屏长度（固定）
- A_s 为电子束在样品上的扫描长度
- M 由扫描线圈的电流调节控制。
- M 放大倍数10万~50万倍，连续可调。

4) 样品室

- 功能：放置样品，安装信号探测器；各种信号的收集和相应的探测器的位置有很大关系。
- 样品台本身是复杂而精密的组件，能进行平移、倾斜和转动等运动。
- 新式电镜的样品室是个微型试验室，带有各种附件，可使样品在样品台上加热、冷却和进行机械性能试验。（拉伸、疲劳）

3.2 信号收集及显示系统

- 检测样品在入射电子作用下产生的物理信号，然后经视频放大作为显像系统的调制信号。
- 普遍使用的是电子检测器，它由闪烁体，光导管和光电倍增器所组成。

1) 电子信号，包括二次电子、背散射电子、透射电子等用闪烁计数器检测。吸收电子可直接用电流表测出。

2) 特征X射线信号，用X射线谱仪检测，这将在下面讨论；

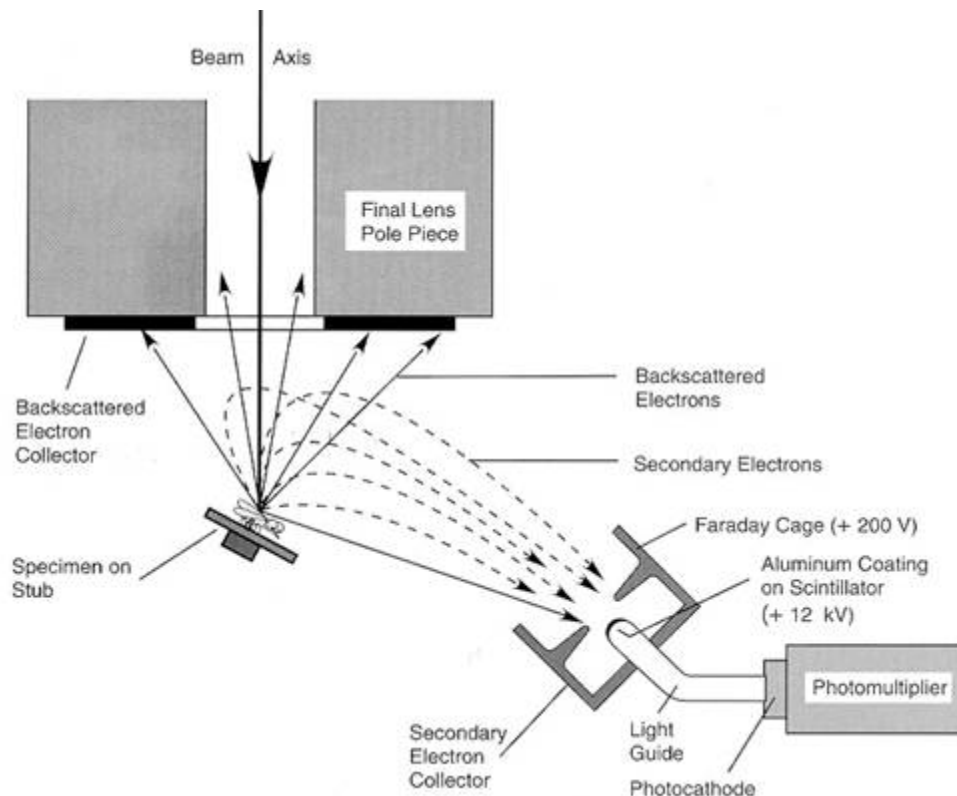


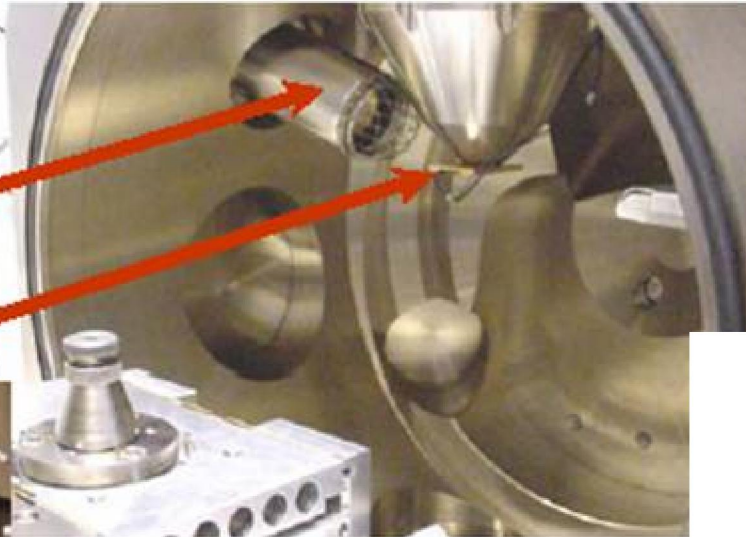
IMAGE FORMATION

- **SCAN COILS**

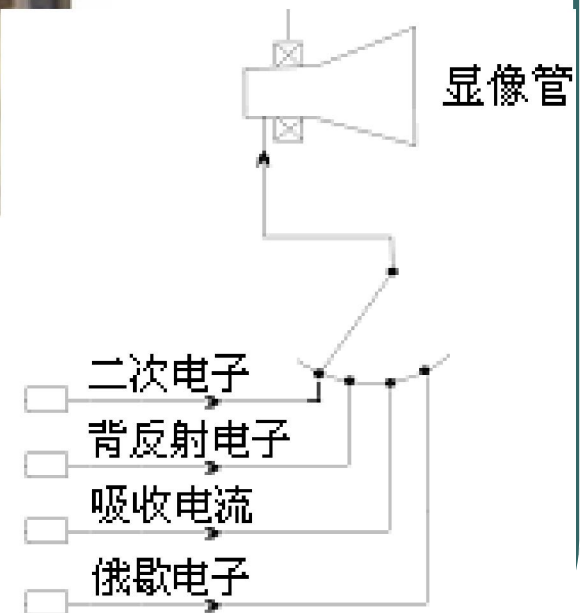
- **DETECTORS**

- Secondary

- Back scatter

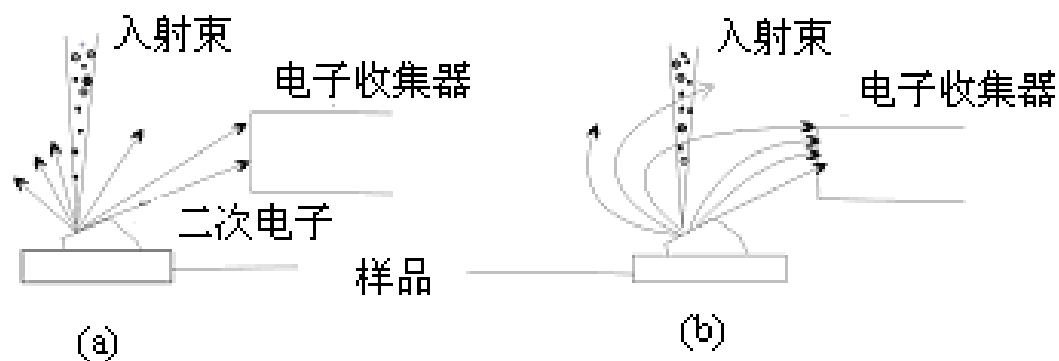


– **X-rays**



电子收集器

- 电子收集器作用是将电子信号收集起来，然后成比例地转换成光信号，经放大后再转换成电信号输出(增益达 10^6)，这种信号就用来作为扫描像的调制信号。
- 当收集二次电子时，为了提高收集有效立体角，常在收集器前端栅网上加上+250V偏压，使离开样品的二次电子走弯曲轨道，到达收集器。这样就提高了收集效率，而且，即使是在十分粗糙的表面上，包括凹坑底部或突起外的背面部分，都能得到清晰的图像。
- (景深大、立体感强)



3.3 真空系统和电源系统

- 真空系统的作用是为保证电子光学系统正常工作，防止样品污染提供高的真空度，一般情况下要求保持 10^{-4} - 10^{-5} Torr的真空度。
- 电源系统由稳压，稳流及相应的安全保护电路所组成，其作用是提供扫描电镜各部分所需的电源。



什么是环境扫描电镜？

- 80年代出现的环境扫描电镜**ESEM**，根据需要试样可处于压力为1—2600Pa不同气氛的高气压低真空环境中，开辟了新的应用领域。与试样室内为10-3Pa的常规高真空**SEM**不同，所以也可称为低真空扫描电镜**LV-SEM**。在这种低真空环境中，绝缘试样即使在高加速电压下也不会因出现充、放电现象而无法观察；潮湿的试样则可保持其原来的含水自然状态而不产生形变。因此，**ESEM**可直接观察塑料、陶瓷、纸张、岩石、泥土，以及疏松而会排放气体的材料和含水的生物试样，无需先喷涂导电层或冷冻干燥处理。

3.4 工作原理

- 会聚细电子束每一瞬间照射在样品表面
- →在一点处激发各种信号
- →接收器收集（一个点）
- →调制成像（同步逐点）

扫描电镜的工作原理可以简单地归纳为：

“光栅扫描，逐点成像”。

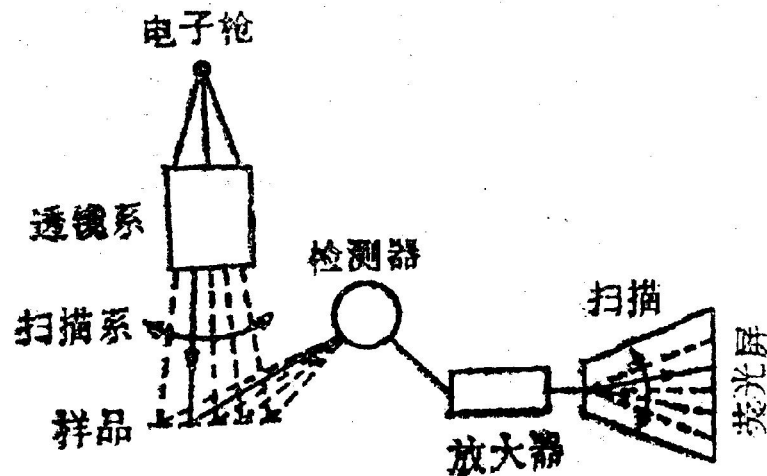


图8-1 (b) 扫描电子显微镜的成像原理

3.5 SEM的主要性能

- 1) 分辨率**
- 2) 放大倍数**
- 3) 景深**

1) 分辨率

- 对微区成分分析而言，它是指能分析的最小区域；对成像而言，它是指能分辨两点之间的最小距离。

$\left\{ \begin{array}{l} \text{电子束束斑大小} \\ \text{检测信号类型} \\ \text{检测部位原子序数} \end{array} \right\}$ 三大因素分辨率

- 入射电子束在样品中的扩展效应
- 二次电子像的分辨率约为5-10nm，背反射电子像的分辨率约为50-200nm。X射线的深度和广度都远较背反射电子的发射范围大，所以X射线图像的分辨率远低于二次电子像和背反射电子像。

- **作用体积**：电子束打到样品上会发生散射、扩散，范围如同滴状（轻元素）或半球状（重元素）（分辨率低），入射电子在被样品吸收或散射出样品表面之前将在这个体积中活动。
- ◆**AE和SE**因其本身能量较低，平均自由和平度很短，因此：
- 俄歇电子的激发表层深度： $0.5 \sim 2 \text{ nm}$ ；
激发二次电子的层深： $5 \sim 10 \text{ nm}$ ，在这个浅层范围，入射电子不发生横向扩展，因此，**AE和SE**只能在与束斑直径相当的圆柱体内被激发出来，因为束斑直径就是一个成象检测单元的大小，所以它们的分辨率就相当于束斑直径。
- 因此**SE或AE**信号的分辨率最高，**SEM的分辨率一般是指SE的分辨率。**

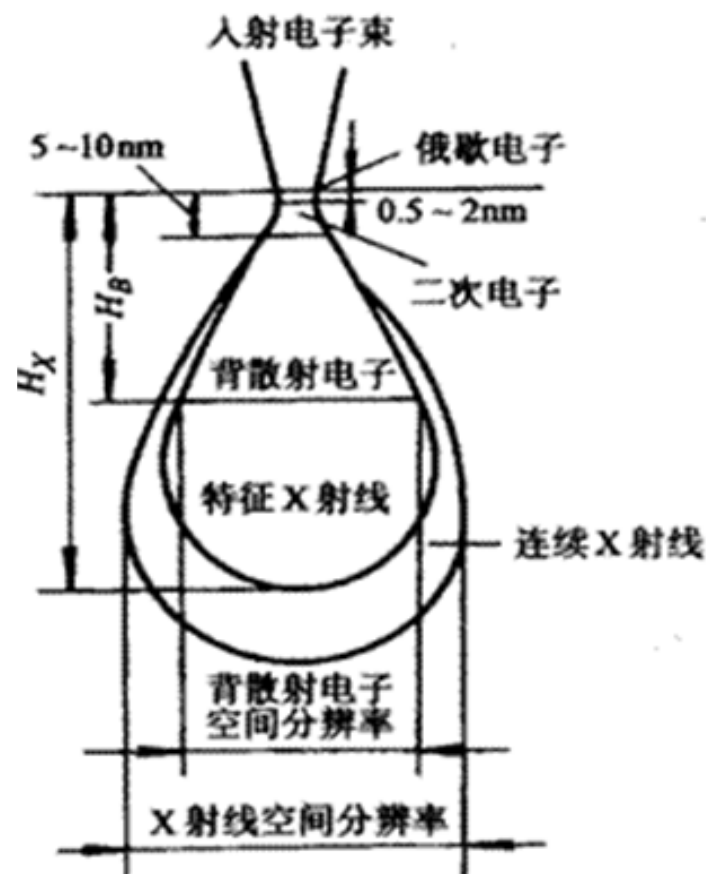


图 13-6 滴状作用体积

◆**BE**在较深的扩展体积内弹射出，其分辨率大为降低（50~200nm）。

◆**X射线**在更深、更为扩展后的体积内激发，那么其分辨率比**BE**更低。

对重元素样品，作用体积为“半球状”，因此分辨率较低。

各种信号成像分辨率（nm）

信号	二次电子	背散射电子	吸收电子	特征 X 射线	俄歇电子
分辨率	5~10	50~200	100~1000	100~1000	5~10

2)放大倍数

Ac荧光屏上的扫描振幅

As电子束在样品上的扫描振幅

$$M = \frac{A_c}{A_s}$$

放大倍数与扫描面积的关系：

(若荧光屏画面面积为 $10 \times 10\text{cm}^2$)

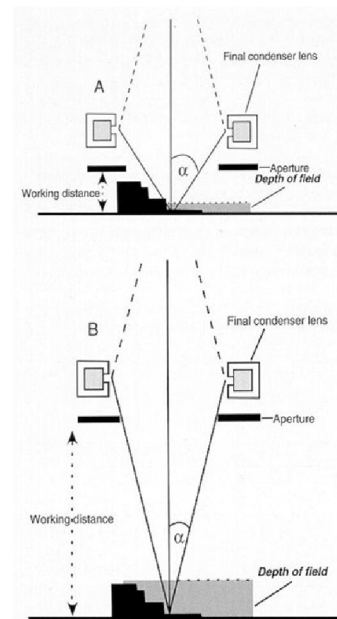
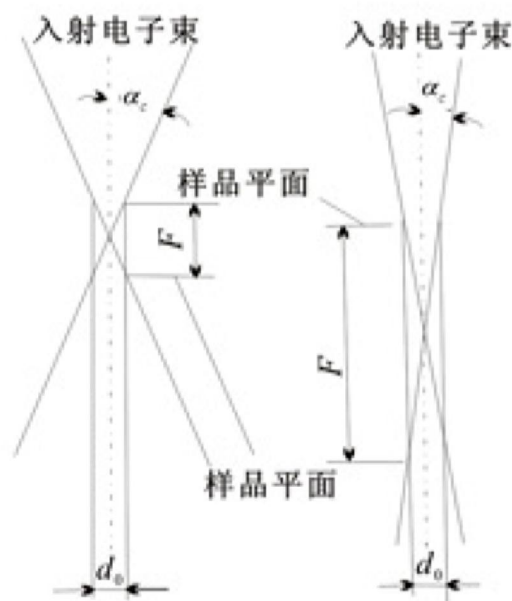
放大倍数	扫描面积
$10 \times$	$(1\text{cm})^2$
$100 \times$	$(1\text{mm})^2$
$1,000 \times$	$(100\mu\text{m})^2$
$10,000 \times$	$(10\mu\text{m})^2$
$100,000 \times$	$(1\mu\text{m})^2$

3) 景深

- 景深是指一个透镜对高低不平的试样各部位能同时聚焦成像的一个能力范围。
- 扫描电镜的景深为比一般光学显微镜景深大100-500倍，比透射电镜的景深大10 倍。立体感强

$$F = \frac{d_0}{\tan \alpha_c} = \frac{0.02\text{mm}}{M \tan \alpha_c}$$

SEM景深取决于分辨本领和电子束入射半角 α_c 。显然， α_c 愈小，F愈大，一般SEM的末级透镜（物镜）焦距很长（为了放探测器）， α_c 角很小（约 10^{-3}rad ），所以景深很大。



4. 扫描电镜衬度像

4.1 二次电子像

4.2 背散射电子像

4.3 吸收电子成像的衬度原理及应用

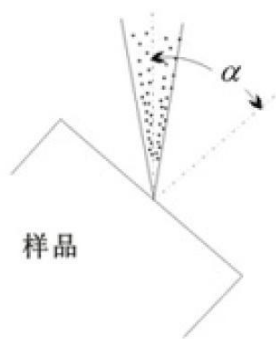
4.4 背散射电子衍射分析**EBSD**及应用

4.5 特征x射线成分分析（电子探针）

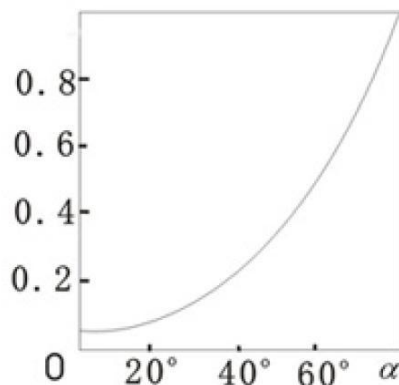
EDS、WDS

4.1 二次电子像

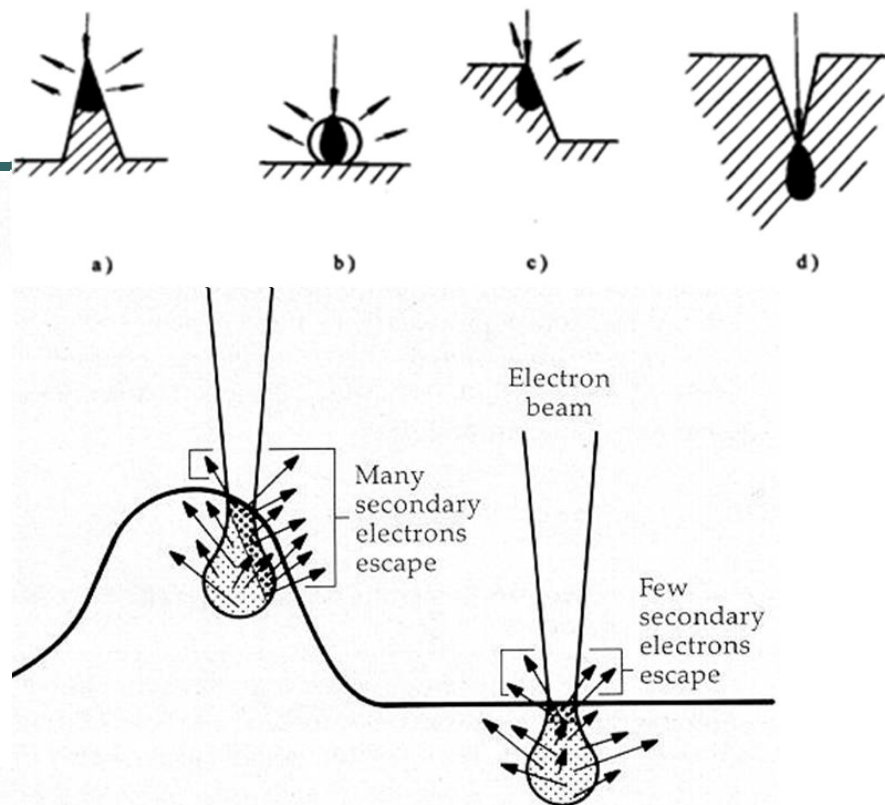
1. 表面形貌衬度



(a) 入射角 α



(b) δ - α 曲线

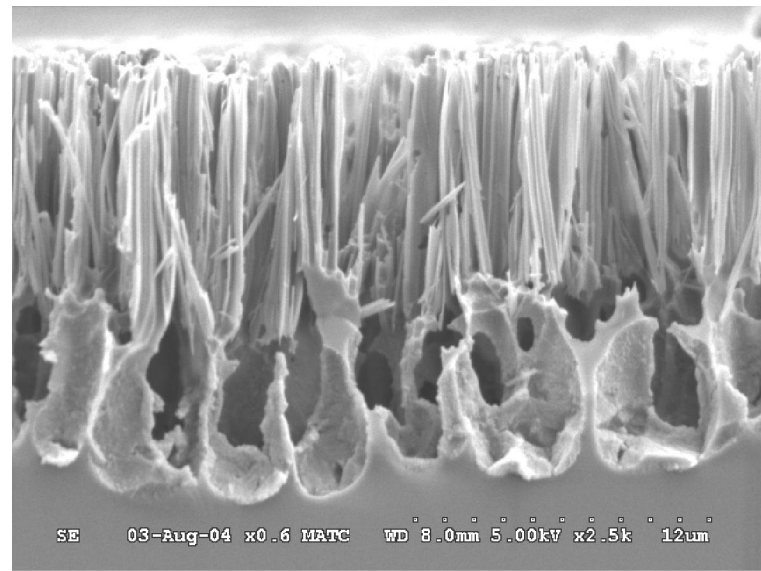
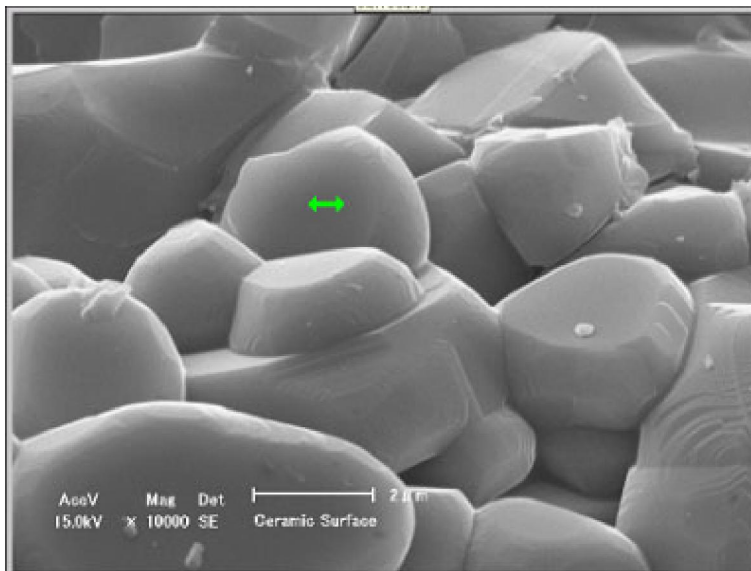


成像原理为：二次电子产额对微区表面的几何形状十分敏感。

二次电子产额 δ 与二次电子束与试样表面法向夹角有关， $\delta \propto 1/\cos\theta$ 。

因为随着 θ 角增大，入射电子束作用体积更靠近表面层，作用体积内产生的大量自由电子离开表层的机会增多；其次随 θ 角的增加，总轨迹增长，引起价电子电离的机会增多。

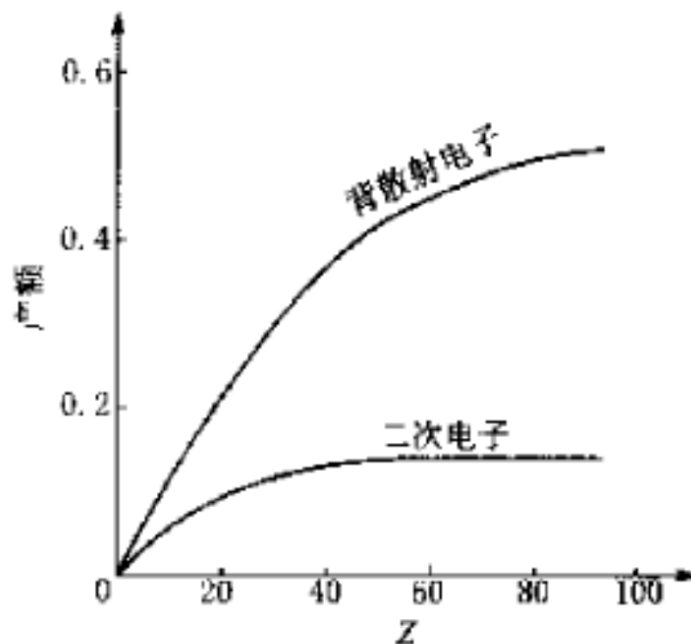
二次电子像



(a) 陶瓷烧结体的表面图像 (b) 多孔硅的剖面图

2. 原子序数差异造成的衬度

当 $Z > 20$ ， δ 基本不随 Z 而变化。故一般不用于观察成分衬度。



4.2 背散射电子像

背散射电子用于：

- 形貌分析——来自样品表层几百nm范围
- 成分分析——产额与原子序数有关
- 晶体结构分析——基于菊池花样

4.2 背散射电子像

- 背散射电子既可显示形貌衬度，也可显示成分衬度。
- ### 1. 形貌衬度
- 用背反射信号进行形貌分析时，其分辨率元比二次电子低。
 - 背反射电子能量较高，它们以直线轨迹逸出样品表面，对于背向检测器的样品表面，因检测器无法收集到背反射电子，而掩盖了许多有用的细节。因此，BE形貌分析效果远不及SE，故一般不用BE信号。

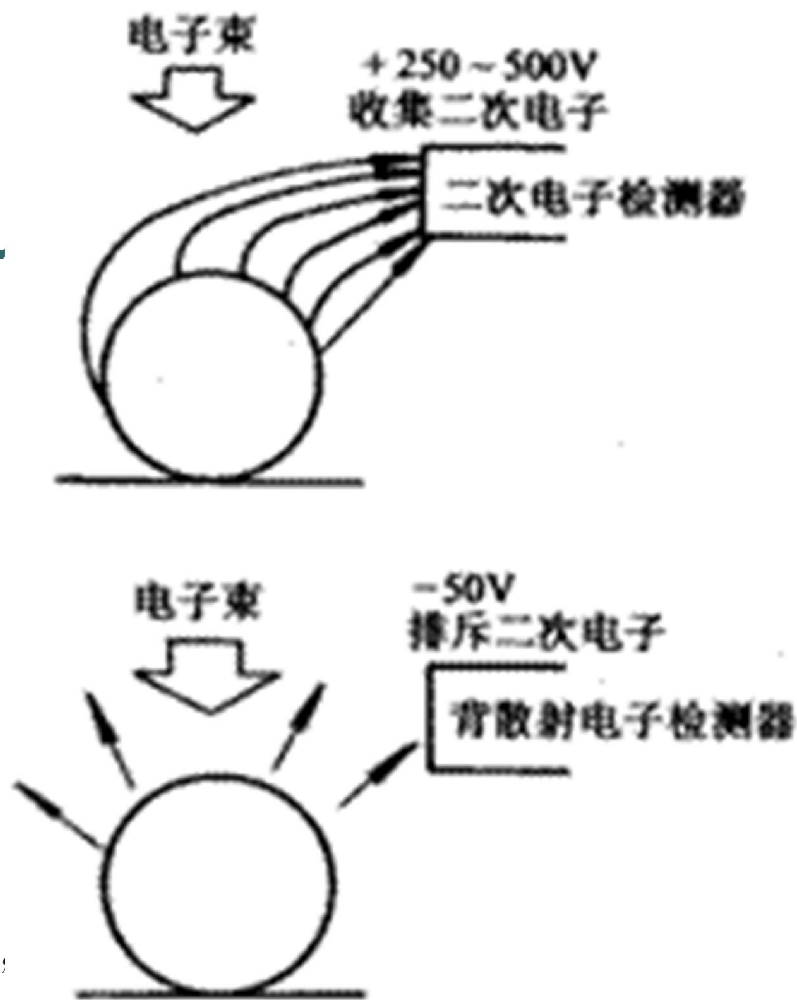


图 13-20 背散射电子和二次电子的运动路线以及它们进入检测器时的情景

2. 成分衬度

- $Z < 40$, η 对 Z 十分敏感。进行分析时, 样品上原子序数较高的区域中由于收集到的背散射电子数量较多, 故在荧光屏上的图象较亮。因此, 利用原子序数造成的衬度变化可以对各种金属和合金进行定性的成分分析。
- 粗糙表面的原子序数衬度往往被形貌衬度所掩盖。

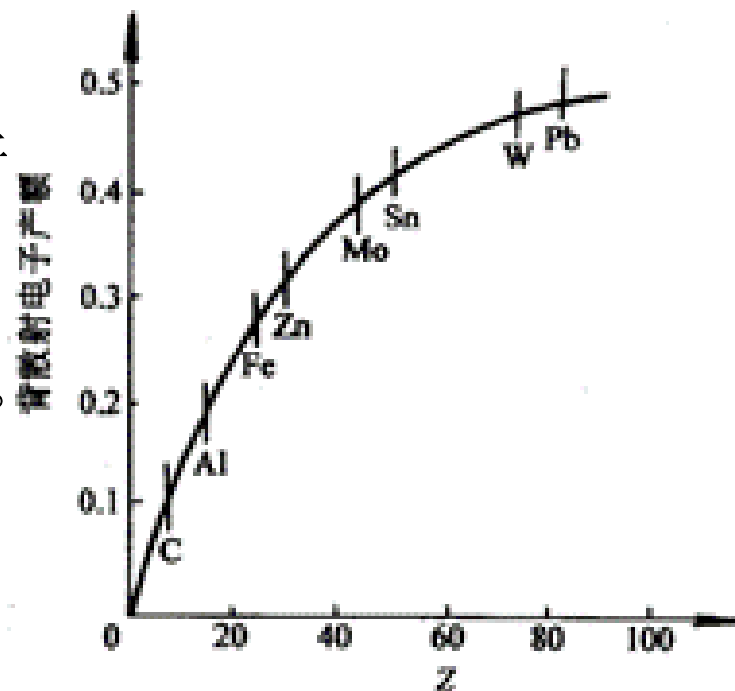
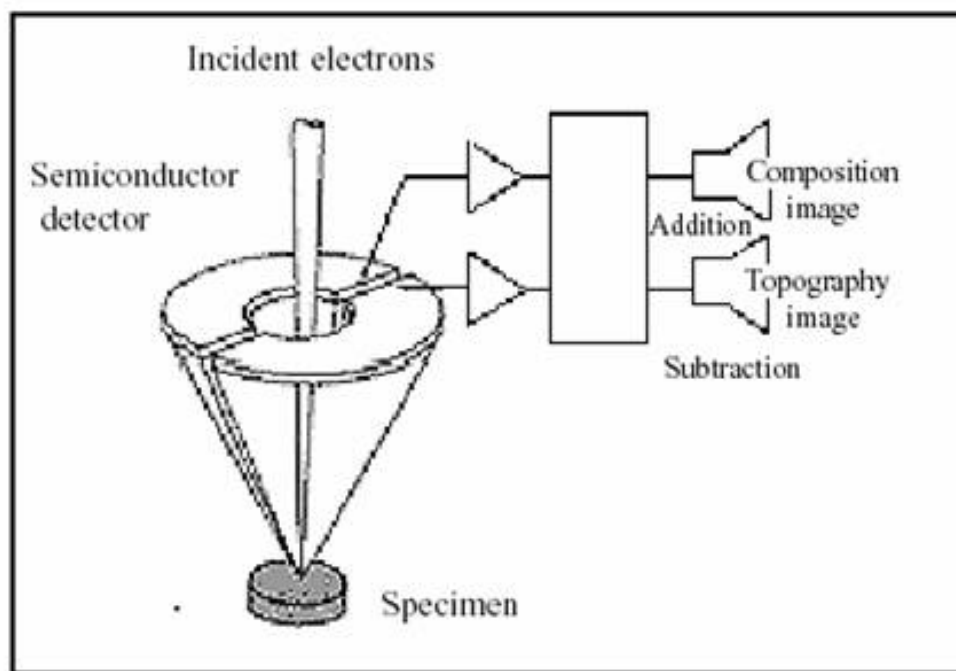


图 13-22 原子序数和背散射电子产额之间的关系曲线

-
- 需注意以下二点：
 - 1) 用**BE**进行成分分析时，为避免形貌衬度对原子序数衬度的干扰，被分析的样品只进行抛光，而不必腐蚀。
 - 2) 既进行成分分析又要进行形貌分析时，可采用对称分布的检测器收集信号（同一部位的**BE**），然后计算机处理分别得到形貌信号和成分信号。相加为成分像，相减为形貌相。

背散射电子像的获得

采用一对探测器收集试样同一部分的背散射电子，然后将两个探测器收集到的信号输入计算机处理，可分别得到放大的形貌信号和成分信号。



背散射电子像的获得

•对既要进行形貌观察又要进行成分分析的样品，将左右两个检测器各自得到的电信号进行电路上的加减处理，便能得到单一信息。

A) 成分有差别，形貌无差别

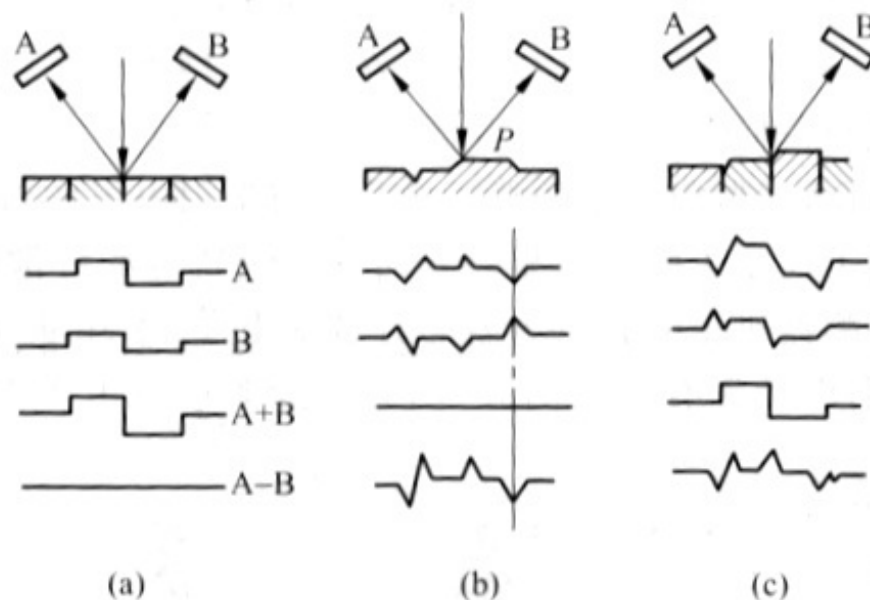
•进行成分分析，A、B两个检测器的信号，其大小是相同的，把A+B得到成分像；A-B为一条水平线。

B) 形貌有差别，成分无差别

对于有起伏的试样的P点，P位于A的正面，A的信号强，位于B的背面，B的信号弱，A-B得到形貌像。若A+B得成分像。

C) 成分形貌都有差别

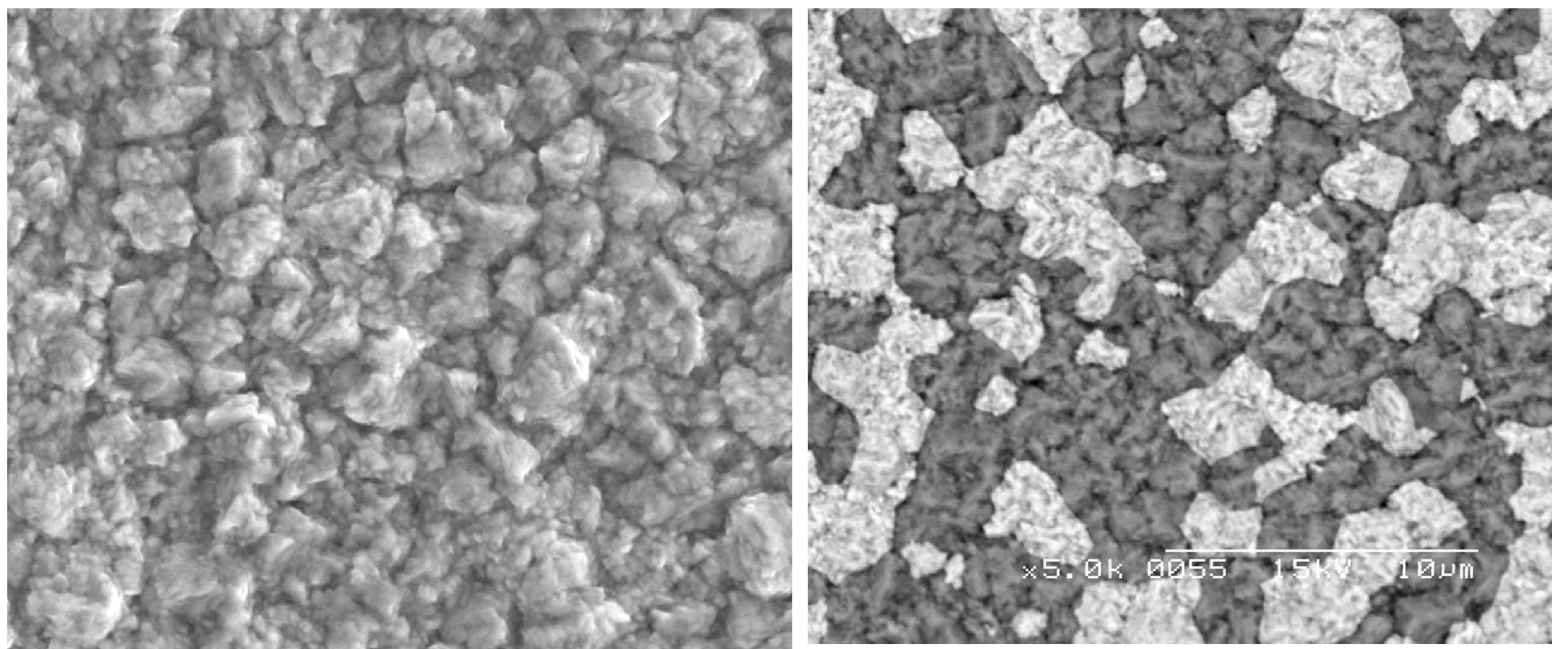
A-B得到形貌像，若A+B得成分像。



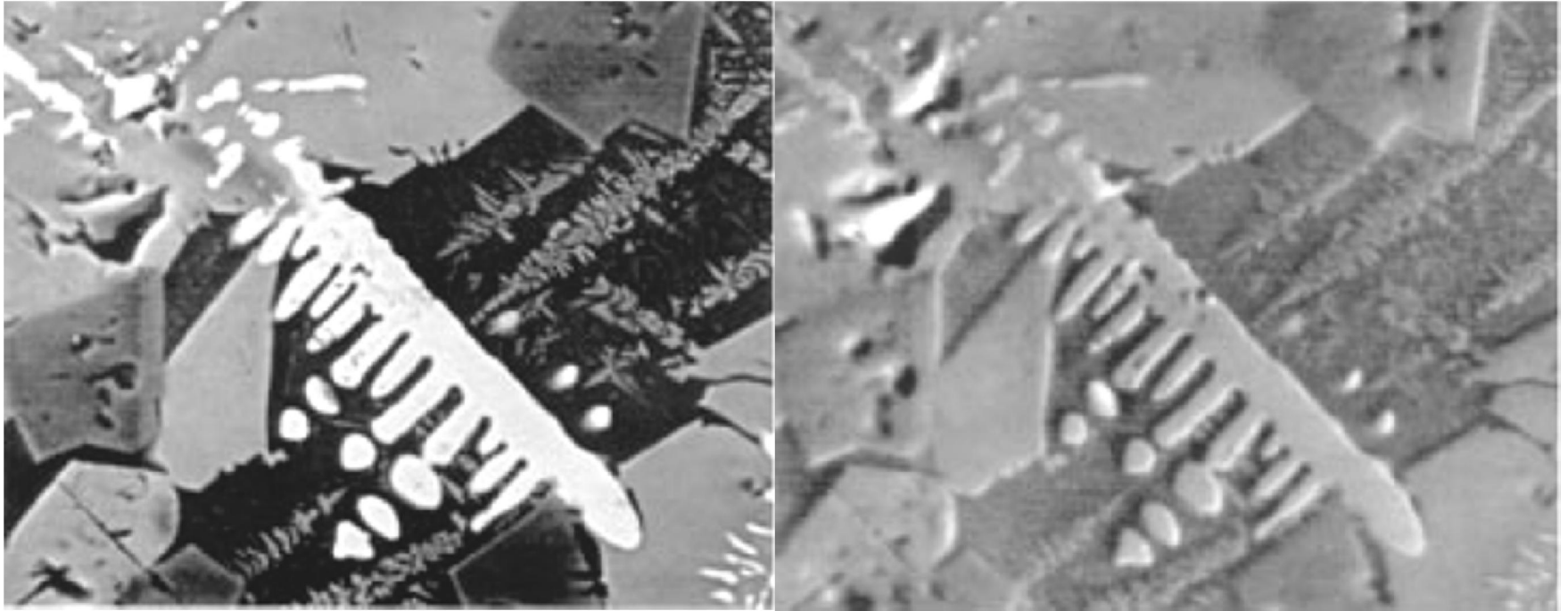
(a) 成分有差别，形貌无差别；
(b) 成分无差别，形貌有差别；
(c) 成分、形貌都有差别

相加为成分像 相减为形貌相

两种图像的对比



锡铅镀层的表面图像 (a) 二次电子图像 (b) 背散射电子图像



背散射电子探头采集的（a）成分像和（b）形貌像

二次电子象与背散射电子象的比较

	二次电子象	背散射象
主要利用	形貌衬度	成分衬度
收集极	+250—500V	—50V
分辨率	高	较差
	无阴影	有阴影
	信号大，信噪比好	

4.3 吸收电子成像的衬度原理及应用

如前所述，吸收电子产生的电流

$$I_a = I_0 - (I_b + I_s + I_t),$$

当样品很厚， $I_t = 0$ ，则： $I_a = I_0 - (I_b + I_s)$

所以，吸收电子象的衬度是与BE和SE的衬度是互补的。

实际上，SE信号与原子序数没有明显关系，因此，*可以认为，背散射电子像和吸收电子像衬度正好相反。*

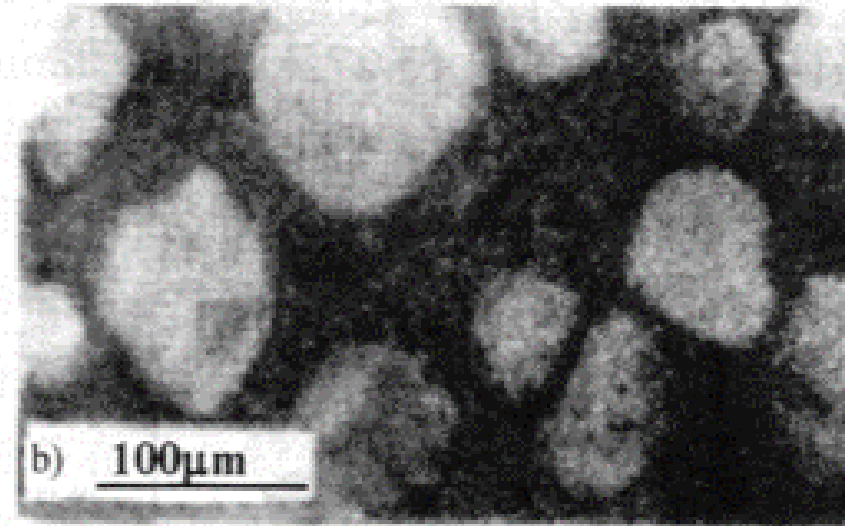
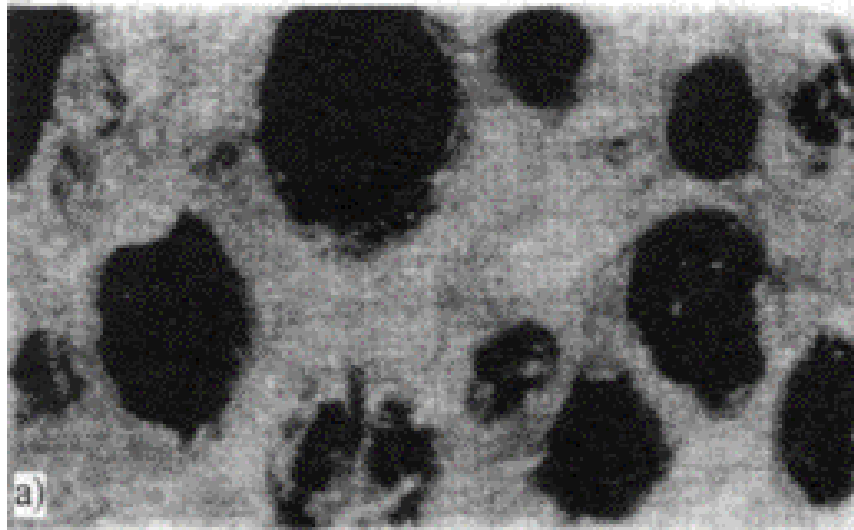


图 13-24 铁素体基体球墨铸铁拉伸断口的背散射电子像和吸收电子像
a) 背散射电子像，黑色团状物为石墨相 b) 吸收电子像，白色团状物为石墨相

4.4 背散射电子衍射分析**EBSD**

- 1. 工作原理
- 2. EBSD的应用

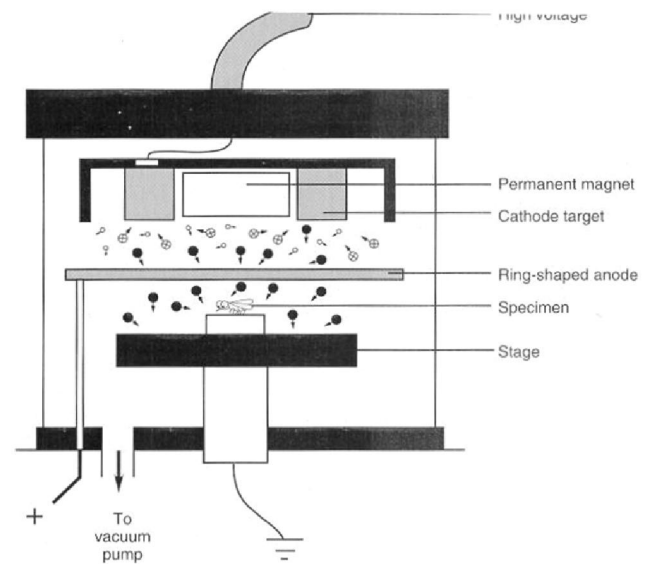
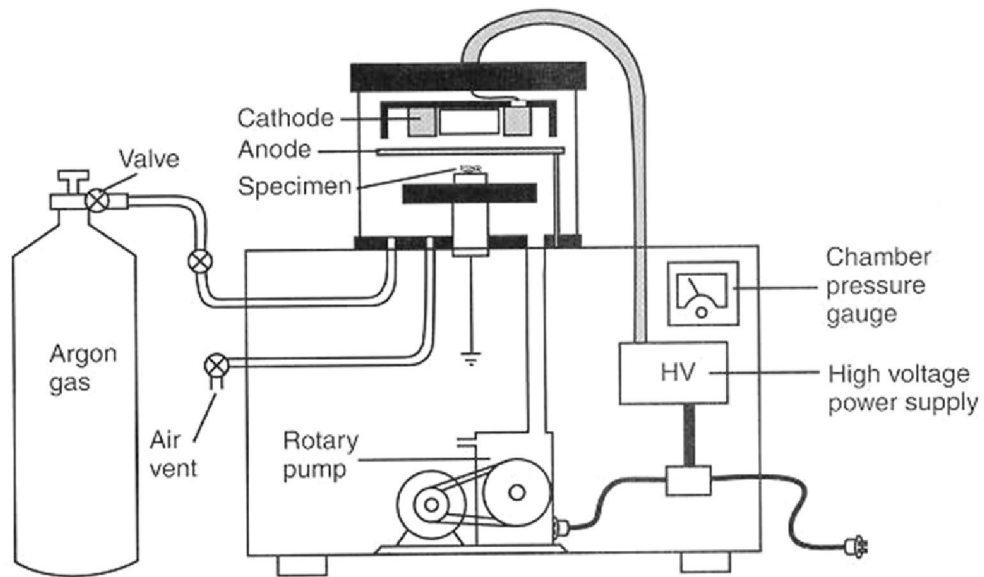
-
- 测定材料晶体结构及晶体取向的传统方法主要有：
x射线衍射、透射电镜中的电子衍射、EBSD。
 - 1) x衍射技术获得材料晶体结构和取向的宏观统计信息，不能与材料的微观组织形貌相对应；
 - 2) TEM电子衍射与衍衬分析相配合，实现材料微观组织与晶体结构及取向分析的微区对应，这些信息是微观的、局部的、难以进行宏观意义的统计分析
 - 3) 背散射电子衍射(EBSD)技术兼备了x射线衍射统计分析和TEM电子衍射微区分析的特点，为其补充。成为研究材料形变、回复和再结晶过程的有效手段，尤其在微区组织分析方面成为一种新的方法。

SEM的综合分析能力

- 现代的**SEM**都配有**X**射线能谱仪，有些还有**X**射线波谱仪，用来进行成分分析；还可配有**EBSD**背散射电子衍射谱仪，以便对块体材料做晶体结构和晶体取向分析。这样就可以形貌、微区成分和晶体结构分析等不同种类的分析。
- 若采用环境扫描模式，还可在低真空、有水汽的环境下做扫描电镜观察，甚至做拉伸、加温、冷冻、喷气、喷液等实验。

5. 样品制备

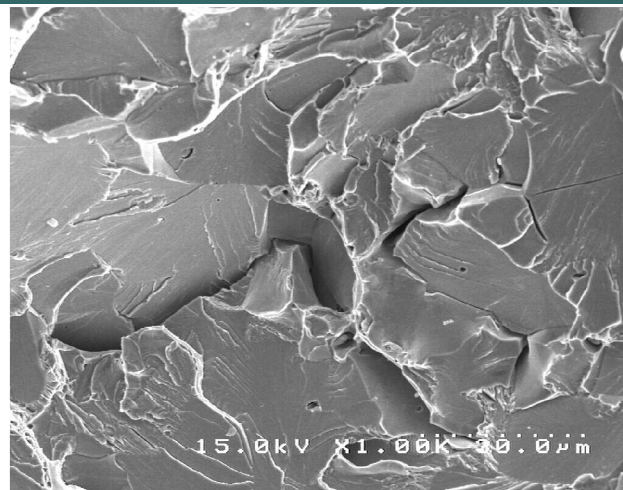
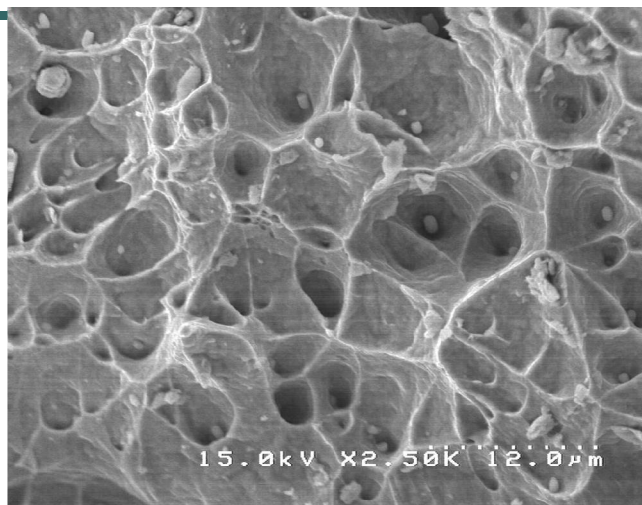
- 扫描电镜的最大优点是样品制备方法简单，对金属和陶瓷等块状样品，只需将它们切割成大小合适的尺寸，用导电胶将其粘接在电镜的样品座上即可直接进行观察。
- 对于非导电样品如塑料、矿物等，在电子束作用下会产生电荷堆积，影响入射电子束斑和样品发射的二次电子运动轨迹，使图像质量下降。因此这类试样在观察前要喷镀导电层进行处理，通常采用二次电子发射系数较高的金银或碳膜做导电层，膜厚控制在**20nm**左右。



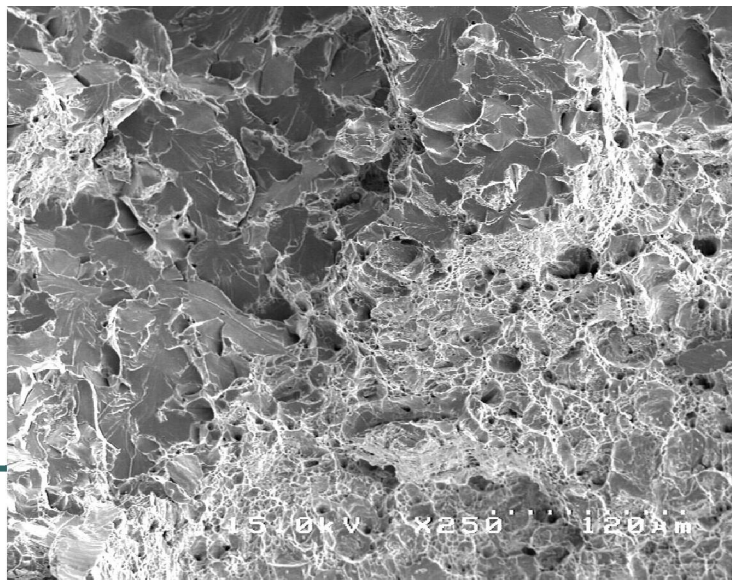
6. 扫描电镜应用实例

- 断口形貌分析
- 纳米材料形貌分析
- 在微电子工业方面的应用

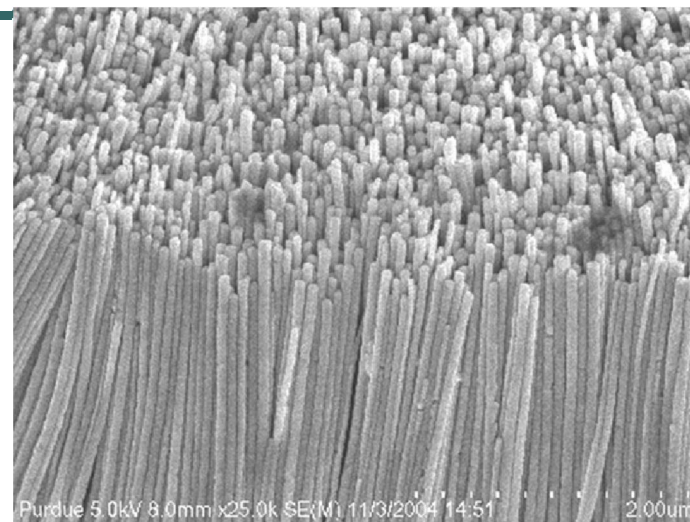
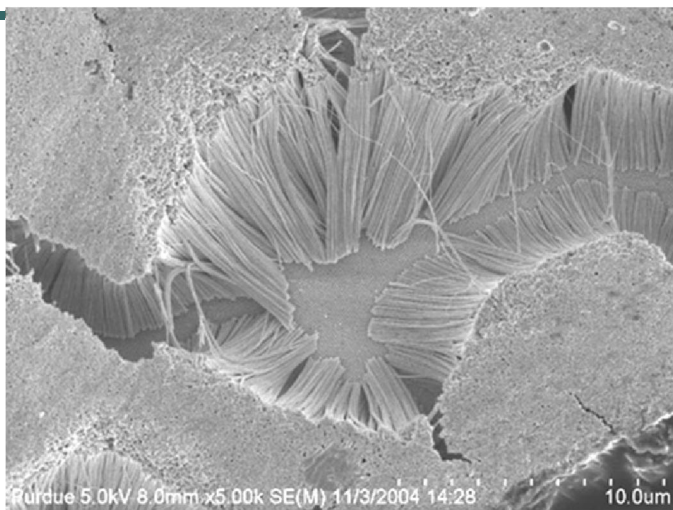
6.1 断口形貌分析



1018号钢在不同温度下的断口形貌

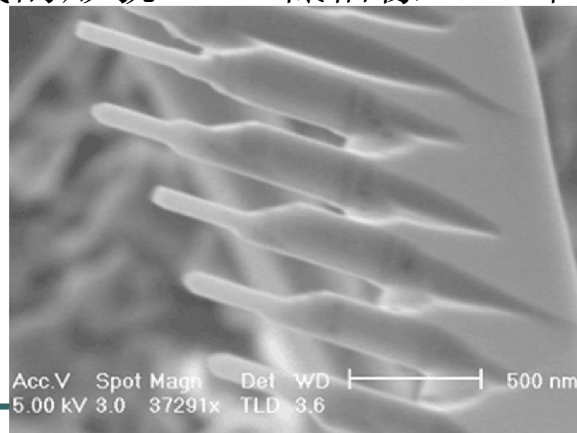


6.2 纳米材料形貌分析

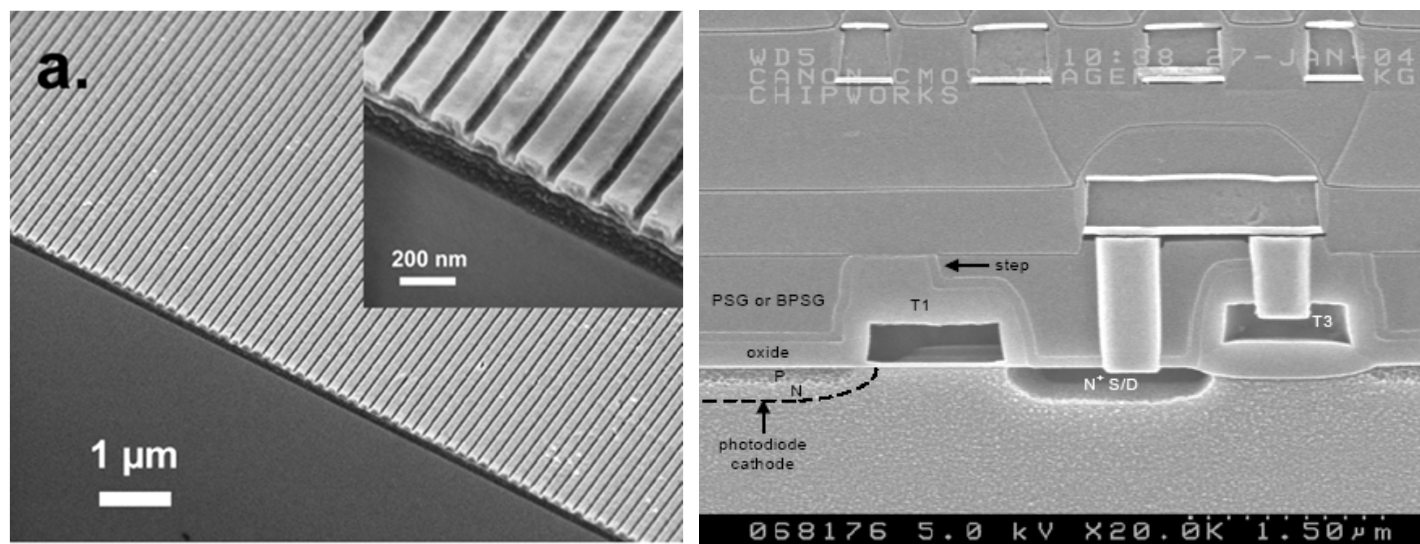


多孔氧化铝模板制备的金纳米线的形貌 (a) 低倍像 (b) 高倍像

ZnO纳米线的二次电子图像



6.3 在微电子工业方面的应用



(a) 芯片导线的表面形貌图， (b) CCD相机的光电二极管剖面图。

本章重点

电子束与固体样品作用时产生的信号

扫描电镜的工作原理

扫描电镜衬度像（二次电子像、背散射电子像）