

扫描电子显微镜 基础课

“材料人”系列讲座——第三讲
2017年11月5日

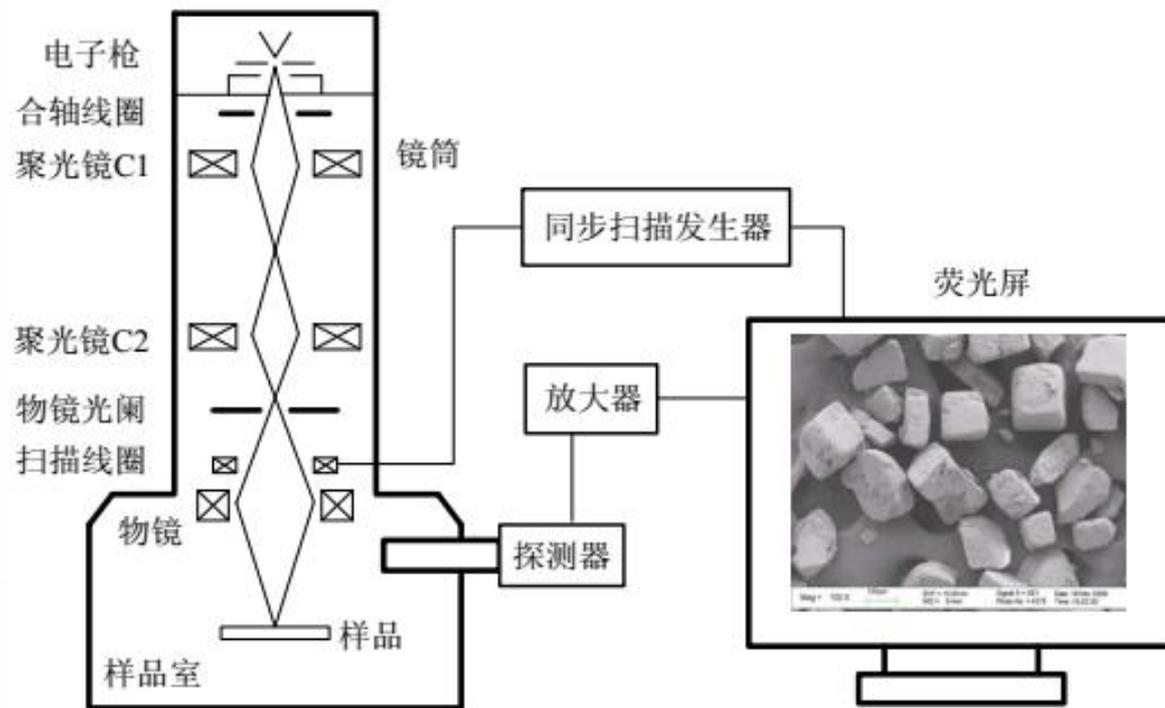




目录

- 1.灯丝损坏及安装
- 2.灯丝饱和点及电子束合轴
- 3.像散
- 4.加速电压
- 5.束流
- 6.亮度和对比度
- 7.调焦
- 8.成像时的一些参数
- 9.操作步骤

1.灯丝损坏及安装



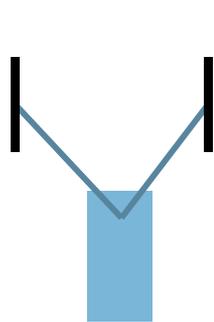
电子光学系统

信号收集及显示系统

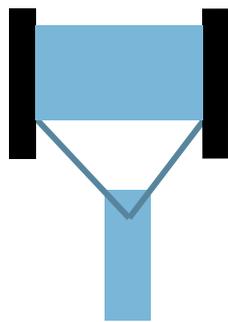
真空系统

发夹形钨阴极、 Y_2O_3 -Ir阴极、 LaB_6 阴极、场发射阴极

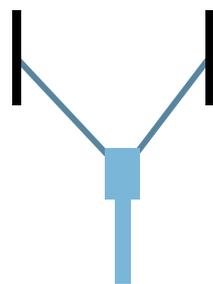
	发夹形钨丝	LaB ₆	冷场	热场
亮度 (A/cm ² ·sr)	10 ⁵	10 ⁶	10 ⁸ ~10 ⁹	5×10 ⁸
光源交叉斑 (μm)	20~40	7~15	0.01~0.02	0.02~0.04
工作温度 (K)	2650~2750	1750~1850	~300	1750~1850
灯丝烧洗	否	否	是	否
使用寿命 (h)	~100	~1000	≥10000	≥10000
真空度 (Pa)	~10 ⁻³	10 ⁻⁴ ~10 ⁻⁵	<10 ⁻⁷	<10 ⁻⁶
抗干扰能力	很强	较强	差	一般
高分辨电镜适用性	不能用	可用	很好	很好



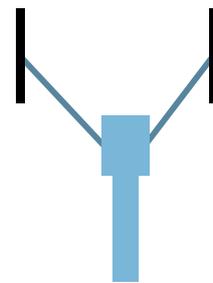
束斑大
束流密度小



束斑较小
束流密度较小



束斑最小
束流密度最大



束斑小
束流密度大



1.灯丝损坏及安装---灯丝损坏

灯丝损坏的原因：

- (1) 热发射需要较高的灯丝温度，灯丝蒸发速率随温度成指数提高，因此在满足使用条件下，**尽量使用较低灯丝温度**，这有利于增加灯丝的寿命，这就要求实验室的空调需调制制冷状态。
- (2) **真空泄露**会使真空度低，这易在钨灯丝表面容易形成氧化钨层，而氧化钨的蒸发速度比单质钨要大，灯丝寿命明显缩短，因此在试验操作过程中，应保持样品腔真空状态。
- (3) 空气湿度大，水蒸气含量高，形成的水循环效应会大大减小钨灯丝寿命，因此在试验过程中应**保持实验室湿度**。
- (4) **灯丝加热电流**加载过快，造成热应力损伤。因此电流、电压、束流Iprobe应控制较低范围内。
- (5) 在适当的时间内我们可提高拍摄进程，**加快测试速度**，这也有利于钨灯丝电子枪的使用寿命。
- (6) **长时间使用高倍拍摄**，会对电子枪造成不利影响，使其使用寿命下降，所以当需要高倍拍摄时需要实验一段时间后关闭电子枪冷却。

1.灯丝损坏及安装---灯丝安装

1.1 更换新灯丝



1.2 清洗部件

用抛光膏清洁固定盘表面、栅极帽内孔的黑斑，直到露出金属光泽，酒精超声清洗这两件，在放大镜下确保内孔没有残留物

1.3 安装部件

注意灯丝脚与固定盘上的两个槽口对齐，调节四个螺钉使陶瓷座与固定盘内孔同心，调好后，拧紧四个螺钉，见左图所示。



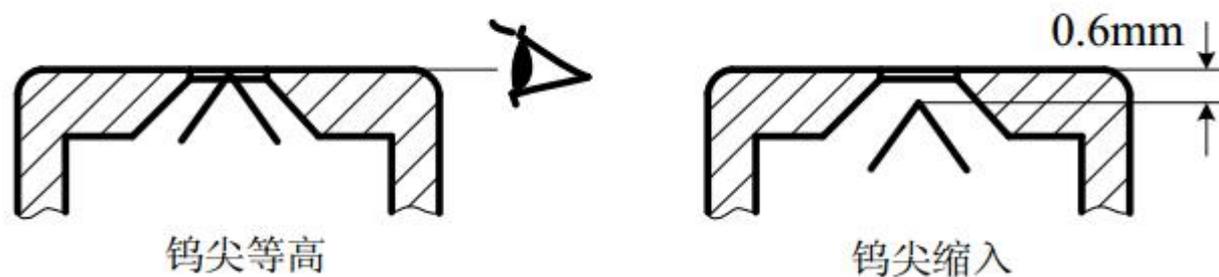
将上述组件放入对中圈内，调整另一组四个螺钉，使灯丝组件与对中圈同心。调好后，拧紧四个螺钉。注意固定盘上的缺口和小孔要与对中圈上的销和槽对齐。

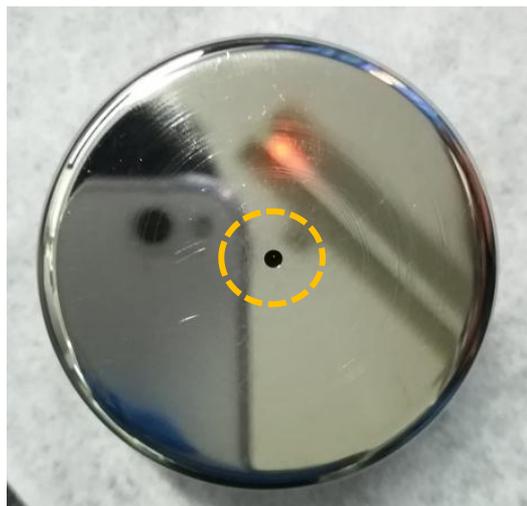
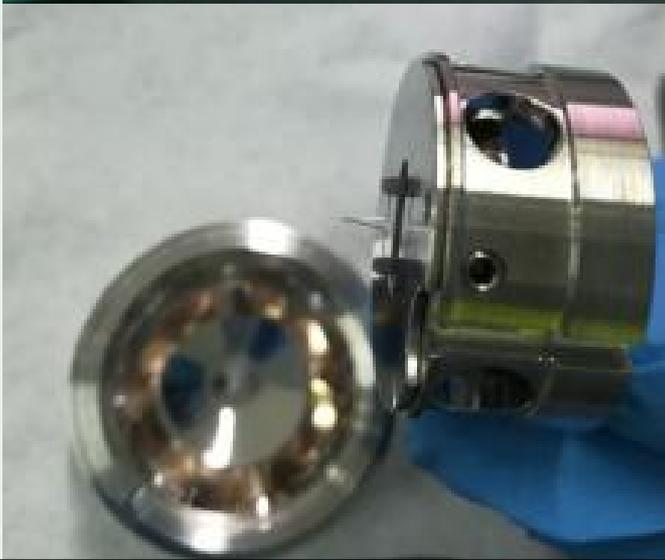
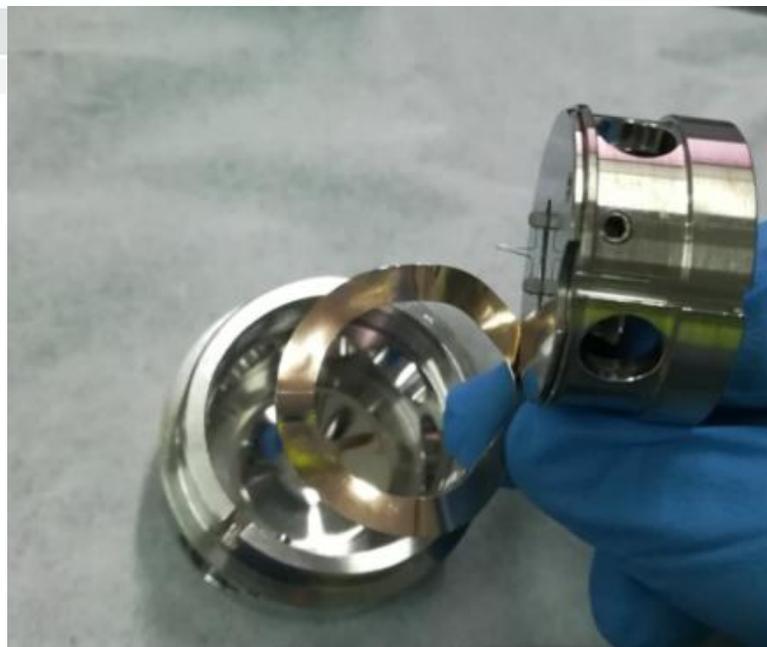
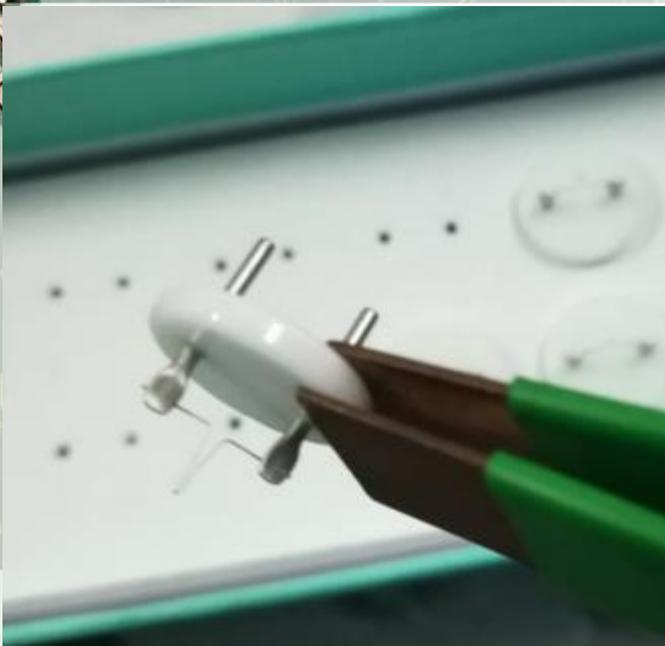


将弹簧片放入栅极帽内，再放入上述组件，利用调节圈锁紧，见左图。将组件翻转，使栅极帽内孔向上，观察钨尖是否在孔中心，可以重复上述调整步骤，使钨尖位于孔中心，最好在体视显微镜下调整，转动栅极帽，从两个方向判断钨尖是否调整到孔心。



手持整个组件，转动调节圈，使钨尖与栅极帽大平面同高。反时针转动调节圈1圈加1/4圈，钨尖缩入下表面0.6mm，见下图。每次更换灯丝均要保证这个缩入量。也可以反转3/4圈，增加灯丝发射束流，分辨率可适当改善，但灯丝寿命可能略短。



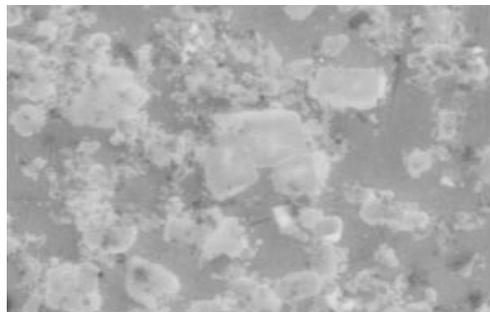
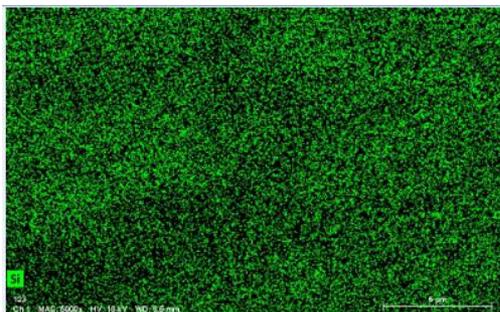
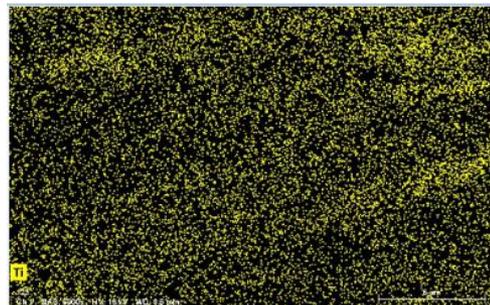
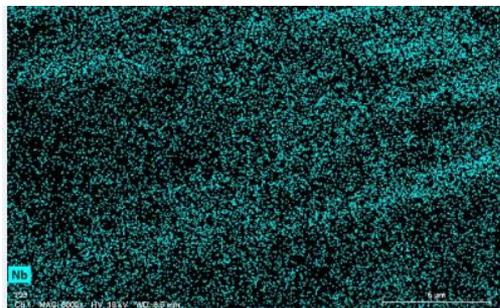


放大镜、
手机灯光

2.灯丝饱和点及电子束合轴

当观察上千倍图像时，如果反复调焦发现图像跑动，说明物镜光阑不合轴，利用物镜光阑调节钮合轴。像散调节效果不明显。

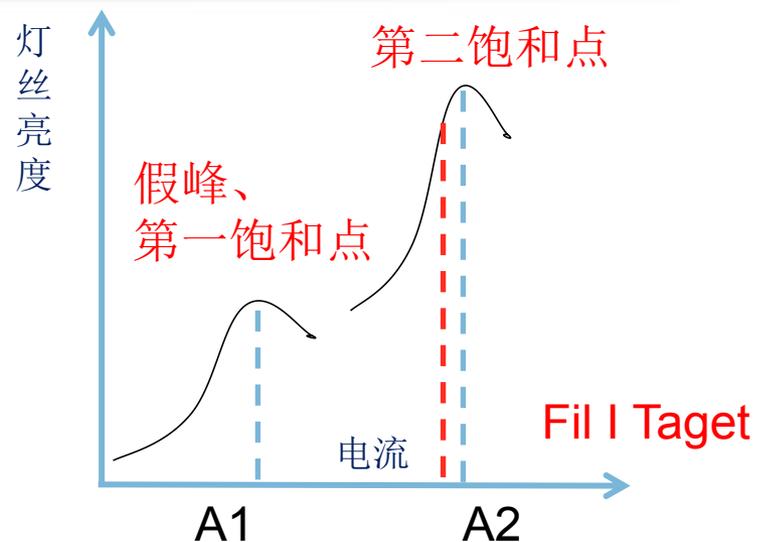
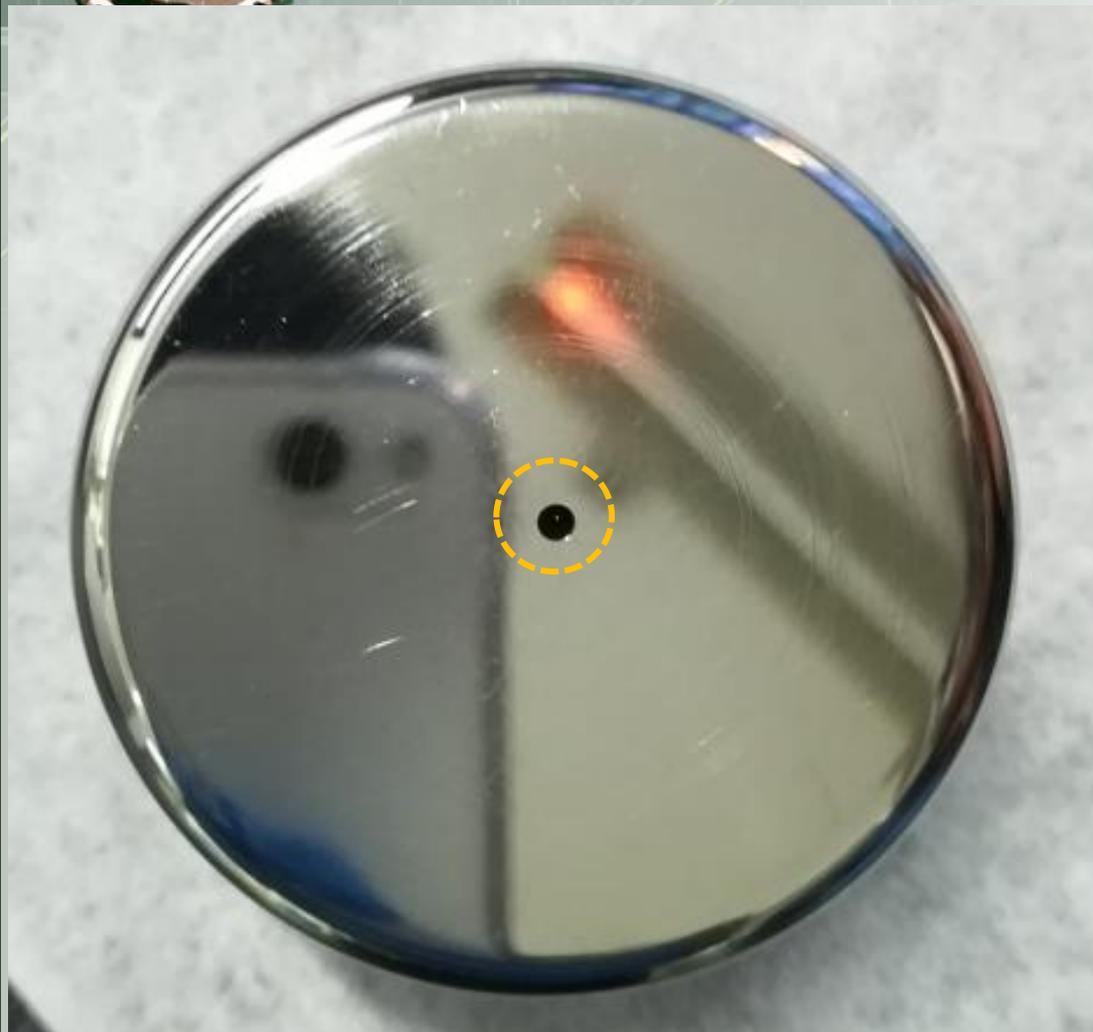
：高倍二次电子成像漂移明显、高倍能谱漂移明显、低倍也存在。



×10000

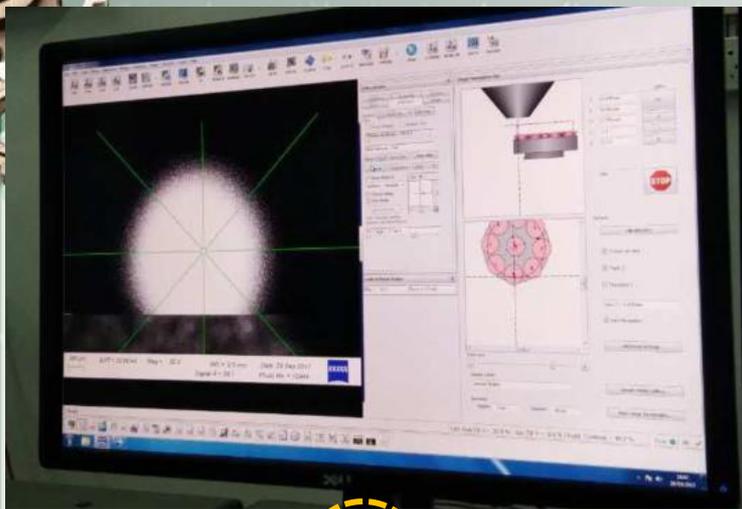
- ✓ 电子枪合轴
- ✓ 物镜光阑合轴
- ✓ 像散

2.灯丝饱和点及电子束合轴——2.1饱和点

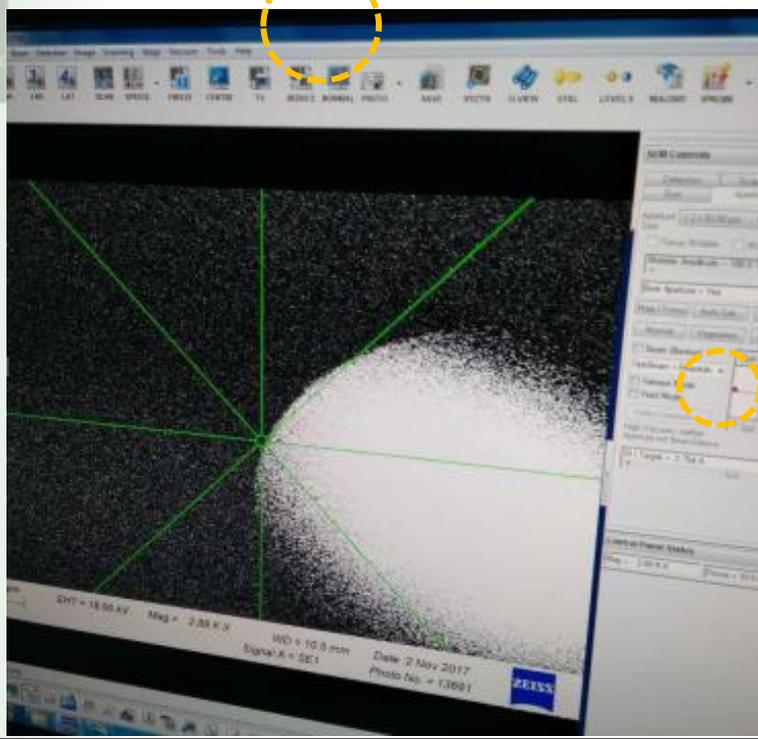


灯丝电流的调整直接影响灯丝寿命及发射电流强度，电子枪亮度随灯丝温度上升而增加，但当电子枪亮度增大一定程度后，再增加灯丝电流，则亮度增加较少，即灯丝电流饱和，

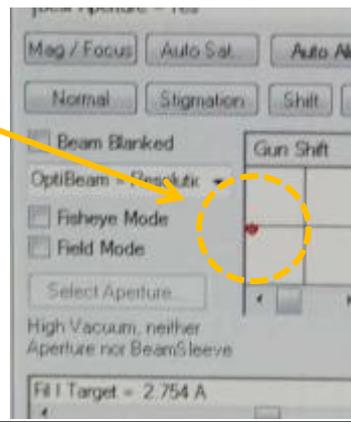
超过饱和点后，灯丝电流继续增加不仅对电子枪亮度贡献不大，反而影响灯丝寿命。灯丝使用一段时间后，产生应力变形及热蒸发，灯丝顶端相对栅极偏移，需要检查饱和点及合轴情况。



手动：在有图像时，选择发（Emission），黑屏上出现黄色米字线，交叉点为屏幕中心，在中心附近出现一个椭圆亮斑。如果灯丝处于第1峰位附近，中间小亮斑外围有较暗的大亮斑，此亮斑会在第2峰位饱和点时逐步缩小并和中间小亮斑聚合。先利用Gun Shift调节大亮斑在正中，再调节Gun Tilt使小亮斑在正中。而后选择正常（Normal），高亮度图形复出。



灯丝像椭圆；大小亮斑不聚合；及移动到极限位置依然无法调灯丝像；



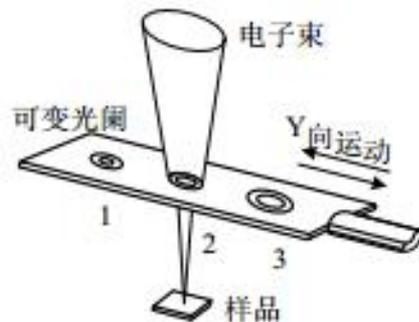
注：钨灯丝通常椭圆灯丝像，场发射通常圆形。

2.灯丝饱和点及电子束合轴——2.2合轴



Y 调节钮

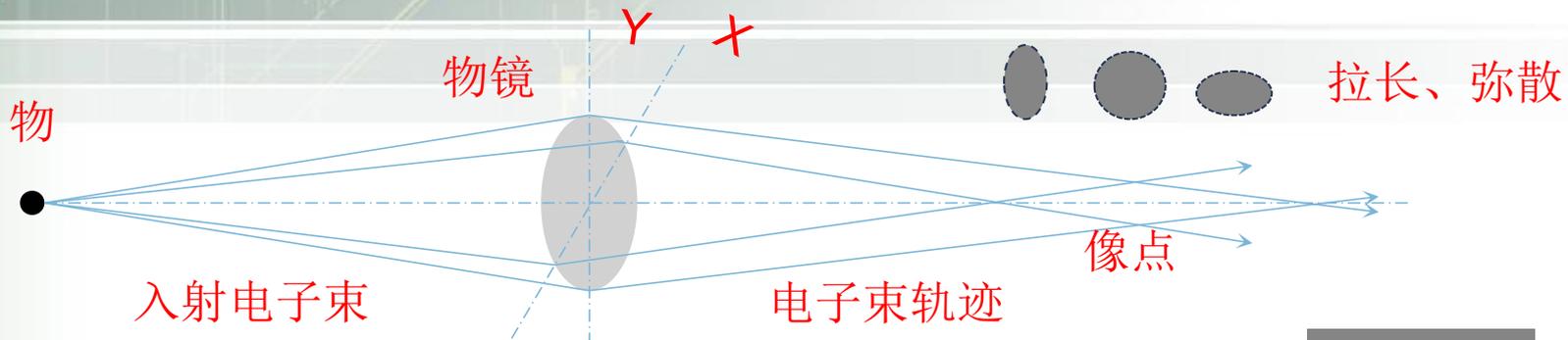
X 调节钮



用震动（Wobble）功能，图像发生不规则跑动，分别仔细调节X和Y两个旋钮，使图像不跑动，只是如同呼吸一样原地闪动，这时光阑合轴调好了，关闭震动功能。调高倍率图像时，在电子枪合轴后，物镜光阑必须合轴，才能消像散。

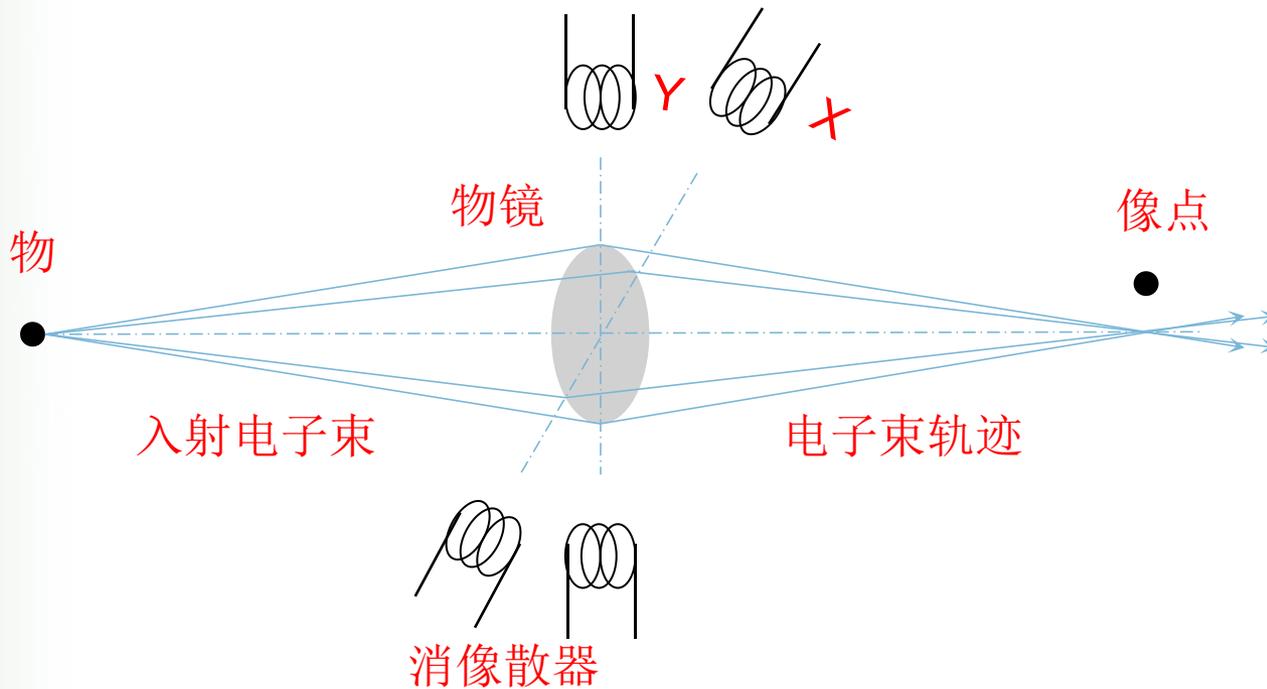
检验：图像在调焦时，图像不会明显移位或者漂移，即合轴良好

3. 像散



消像散前

消像散后



3. 像散

产生像散：电子学系统中所形成的磁场及静电场不能满足轴对称的要求。磁场不对称而造成的像散对一台确定的仪器是固定不变的，静电场引起的像散主要是电子通道周围被污染，特别是物镜光阑被污染时将严重产生像散。

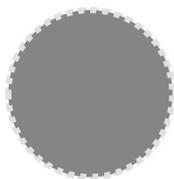
像散特征：在过焦和欠焦时图像细节互为 90° 方向拉长；

像散校正：通过调整消像散器，利用调焦功能键辅助；

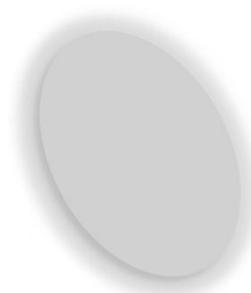
注：像散特别严重时应考虑清洗镜筒和物镜光阑。



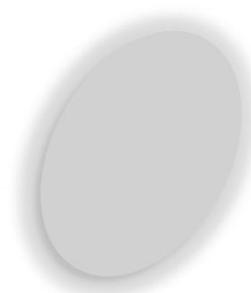
消像散图



正焦

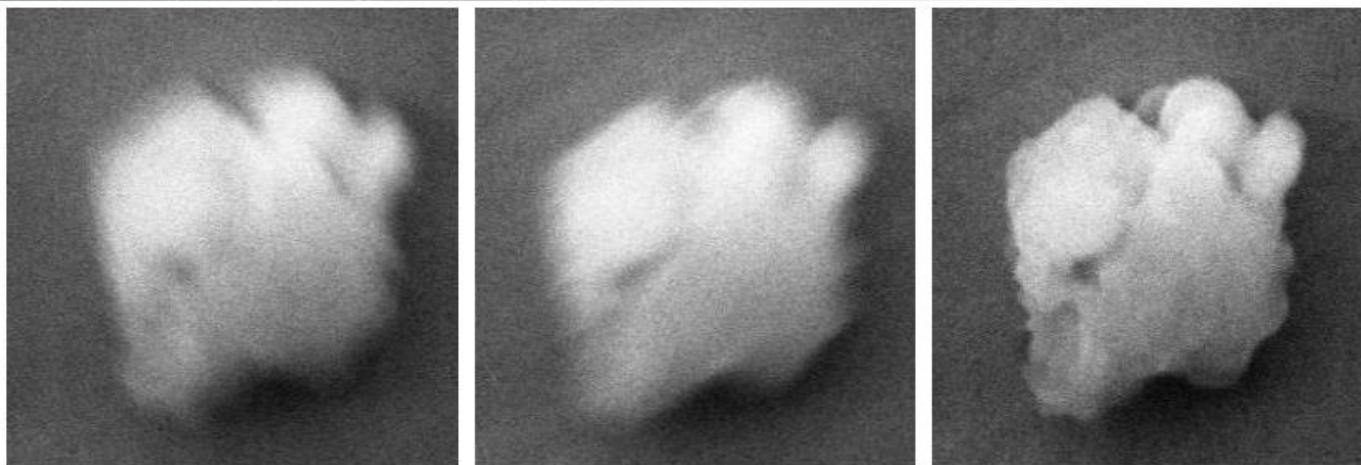


过焦



欠焦

3. 像散



当观察高倍图像时，反复调焦都不清楚，图像在相互垂直方向上有模糊边，见上图，这就是像散，必须予以消除。

点击消像散图标
(**Stigmatism**)，
拖动鼠标左键分
别上下或左右移
动，使模糊边
尽量减小，

调焦，清晰度
有所改善，该
过程反复进行，
直到图像清晰

点击消像散
(**Stigmatism**)，
分别拖动XY坐标
线的两个方向滑
尺，减少模糊量

利用手动操作板
上的两个消像散
旋钮，分别缓慢
转动，消除模糊
边



➤ 提高极靴的加工精度：**减少像散途径**
均匀性好、结构致密、无气孔的软铁或其他铁磁性材料作极靴。

➤ 提高光阑的加工精度：
良好的旋转对称性和锋利整齐的边缘、保证边缘清洁、及时更换。

➤ 调整消像散器：
装配精度高、减少及尽量消除像散，一般只能消除低频像散。

➤ 电子光学通道洁净：
碳氢聚合物沉积形成有机膜层，负电荷难以排出，影响入射电子束的原定路线，电子束斑呈不完全旋转对称。

**注：随工作距离增加，即焦距加大，像散增大；
如果内部被污染，在改变加速电压的时候，须重新进行像散校正
5000倍及以下图片质量不能被接受，需要对电镜进行清洗**



4.加速电压

加速电压是重要参数，仪器提供的使用范围0.2~30kV，需要根据样品种类和分析目的进行选择，见下：

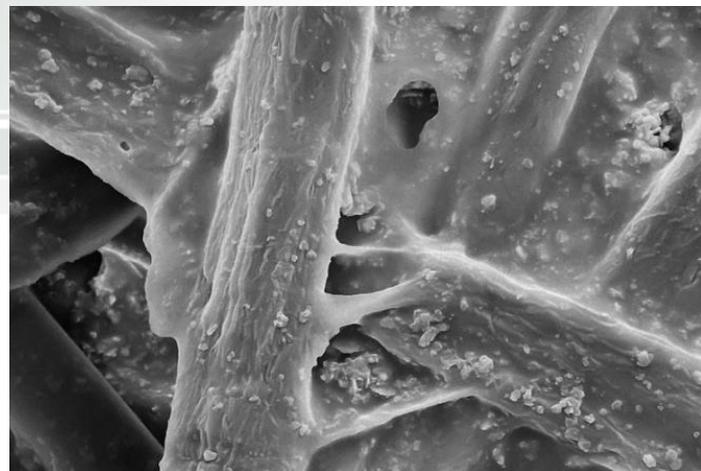
样品成像或成分分析	加速电压 (EHT/kV)	应用
低原子序数样品	5~10	纤维、塑料、橡胶、食材等
中等以上原子序数样品	10~20	金属、半导体、陶瓷，常规观察
高分辨率观察	20~30	电子束波长短，像差小，高倍
荷电样品	1~3	不导电样品
能谱分析	15~20	与元素种类有关



相对不清晰的表面精细结构
更大的边缘效应
更大的电荷积累
更大的辐射损伤

高分
辨率

15kV

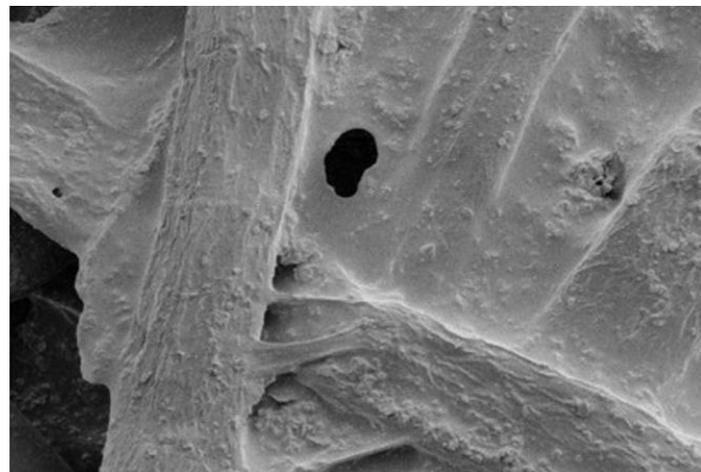


加速电压

相对较清晰的表面精细结构
更小的边缘效应
更小的电荷积累
更小的辐射损伤

低分
辨率

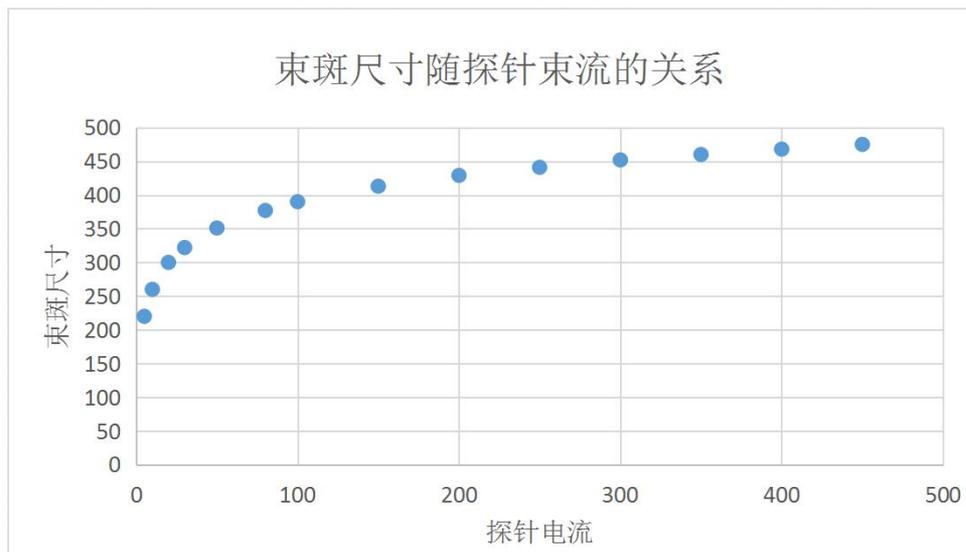
5kV



能谱分析中，选择加速电压通常需要考虑如下因素：1，加速电压必须大于被测元素线系的临界激发能。比如：**NiK**线的临界激发能为**7.47kV**，加速电压通常为其**2-3**倍，即**15-20kV**较合适。2，需要有合适的过压比。如此可使试样中产生的**X-ray**有较高的强度，较高的峰背比。实验表明，过压比约为**2.5**倍时，**X-ray**强度最高。而过压比大于**1**时，才能激发出该特征**x-ray**。为了有效激发获得高峰值强度，过压比至少等于**2**。

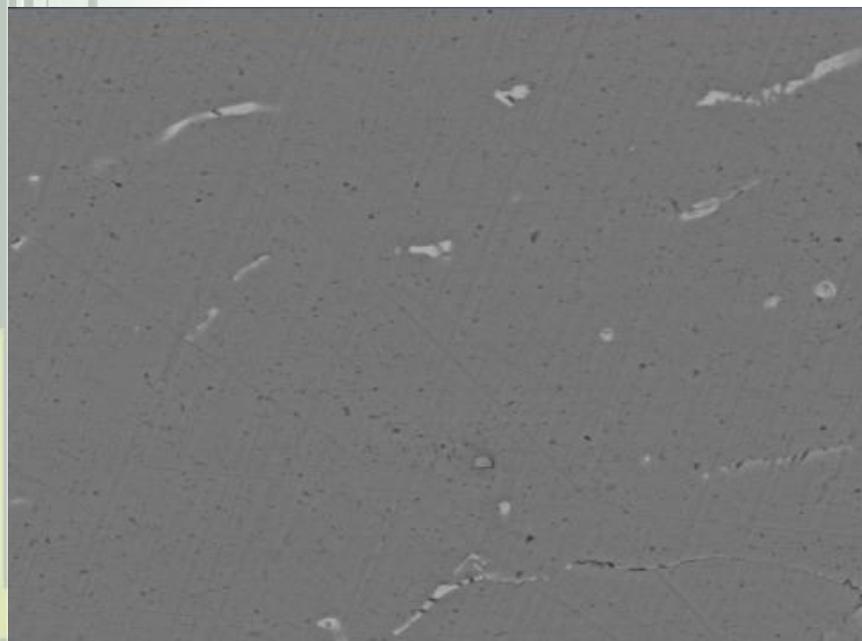
5.束流

电子枪发射束流，经过聚光镜调节，会聚成更小的束斑尺寸（**Spot Size**）入射样品，其对应的束流称为探针电流（**I_{probe}**），探针电流大，束斑尺寸相应增加，见下表，探针电流从**5pA**变到**100pA**，束斑尺寸明显变大。而后，束斑尺寸随探针电流变大趋于平缓，两者不呈线性关系。

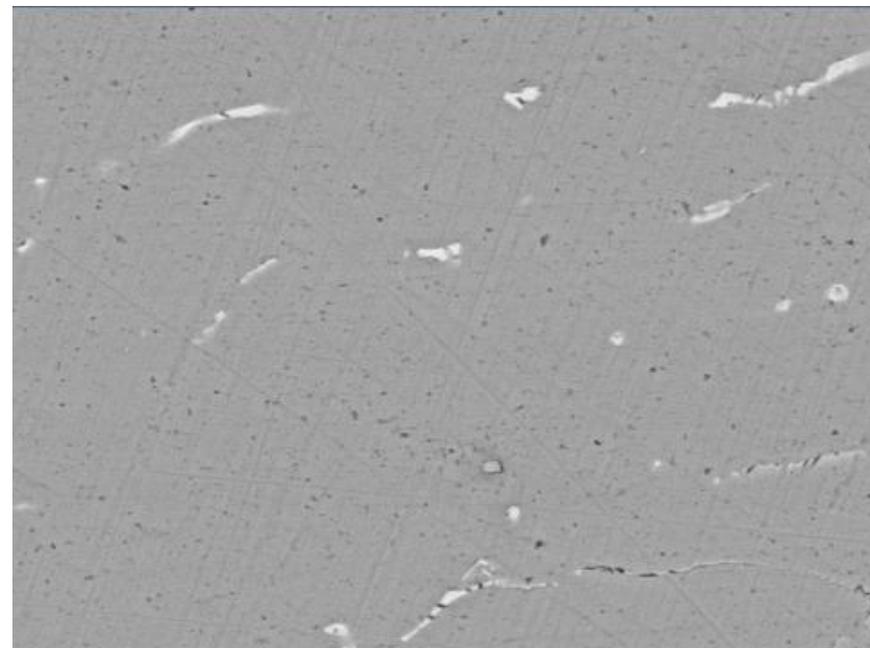


	探针电流 (pA)	束斑尺寸
高分辨像	1~5	120~220
常规观察	>20	>300
背散射像	100~300	390~450
X射线成分分析	300~600	450~490
荷电样品	3~5	160~220

小束流



大束流





6 亮度和对比度

亮度：指图像的基准电平。也就是当没有图像时屏幕的亮度。

对比度：指对形成图像信号的放大量。

灰度：指黑白之间能够分辨的等级数。

增大对比度，降低亮度可以使图像的立体感增强

由于二次电子衬度原理，边缘效应，样品导电性等条件影响，图像有时反差过大，表现为有的地方特别亮，有的地方特别暗。

调节灯丝像：亮度和对比度47%左右，电压15~20，束流80~100；

SE局部特别亮时：降低对比度，适当增加亮度；

SE全部特别暗时：适当增加对比度和亮度，先增加亮度；

BSD衬度不明显时：增加对比度、增大束流（I Probe）；

能谱计数低：增大束流、增大电压；



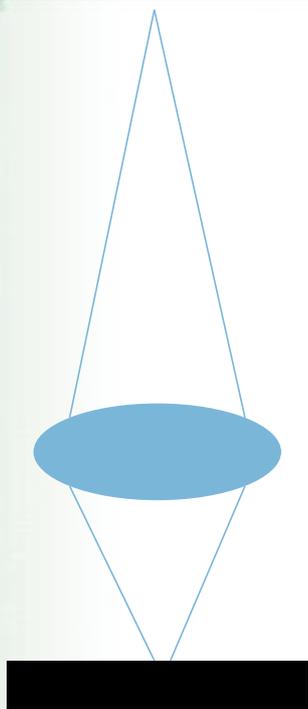
注：

扫描速度与图片衬度的关系：

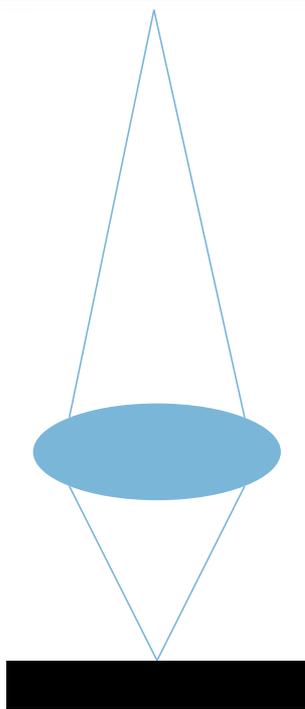
- ❑ 当扫描速度越大时，形貌衬度越不明显，边沿效应越小；反之速度越小，边沿效应越明显。
- ❑ 建议在低倍寻找需要区域时，速度快，节省时间；
- ❑ 在中高倍寻找区域 或中低倍拍摄照片时，速度稍快，保证移动时图像清晰又能节约时间；
- ❑ 在中高倍拍摄样品时，速度慢，保证图片清晰度。

当高倍下扫描时，需要速度较慢，此时若出现边沿效应明显，需要降低对比度，并适当调整亮度，以求得到满意的图片质量。

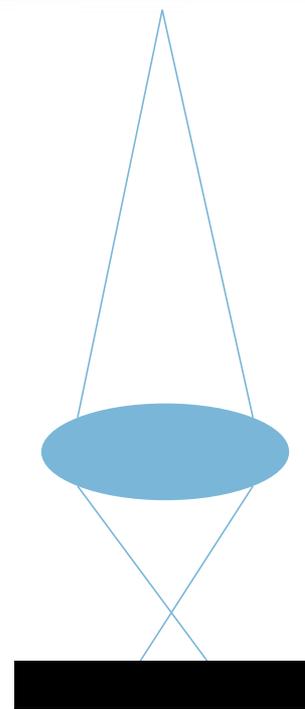
7 调焦



欠焦



正焦



过焦

寻找样品区域：低倍移动或转动样品台，找到所需样品台，再放大、调焦



7 调焦

步骤

- ✓ 在原定区域进行放大若干倍，进行更精确的调焦和消像散
- ✓ 可选用“选区模式”（**reduced area**）来聚焦，有助于对电子束过焦或欠焦进行即时调整
- ✓ 对感兴趣的部位进行放大时，调节像散及衬度
- ✓ 衬度和亮度调节，得到反差适当，层次清晰的图片

如果在低倍就出现较大像散，不能明显改进。就要考虑：

合轴不良

光阑污染

试样磁性

荷电情况

电子光学系统污染

如果需要景深增大：欠焦或过焦；增大工作距离

8 成像时的一些参数

SED/BSD成像

常规观察

高压EHT=10~20kV

束流I probe=20~200pA

工作距离WD=10~15mm

灯丝电流I第一峰位 <10kx

灯丝电流I第二峰位 >10kx

物镜光阑 30 μ m

成像扫描时间 20s

高分辨观察

高压EHT=30kV

束流I probe=3~10pA

工作距离WD=5mm

灯丝电流I第二峰位 >10kx

物镜光阑 20 μ m

成像扫描时间 80s

常规观察选EHT=10kV, Iprobe=20pA,
样品微区的表面细节优于20kV。

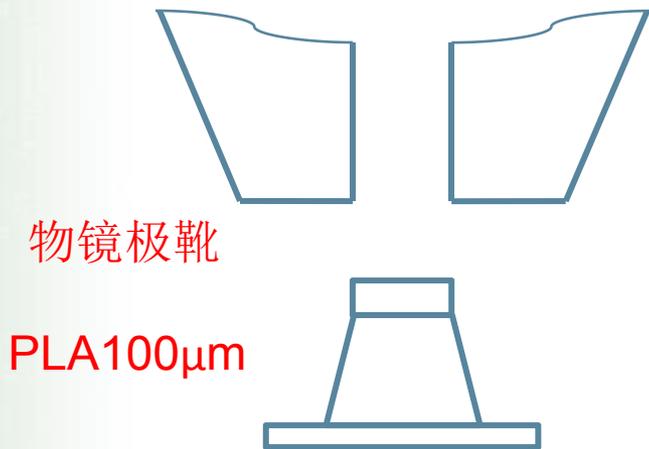
成分像操作条件的选择与形貌像常规观察类似,但必需选用背散射电子探测器(BSD), EHT=15~20kV, Iprobe=100~200pA。

8 成像时的一些参数

可变压力（Variable Vacuum, 简称VP）成像

对于荷电效应明显的样品，利用可变压力功能（VP模式），范围10~400Pa，可以直接观察这类样品，样品室通入适量气体，这些气体被电子束电离，正离子与样品表面负电荷中和，消除荷电效应。

选用这种模式时，样品室的真空比镜筒真空差，要求在物镜下部安装限压光阑（Pressure Limiting Aperture, 简称PLA），将样品室和镜筒隔开，以保证电子枪与镜筒仍然处于高真空下。



操作步骤:

- 将750 μ m物镜光阑推入光轴，需马上合轴调整。在VP下，Wobble功能不起作用。
- 样品室放气，取下BSD，放到储存位。
- 利用专用工具安装100 μ m光阑，见左图，不要拧的过紧。将BSD复位。
- 选中Select Aperture，VP功能激活，选择所需的VP值，例如10Pa，抽真空。
- 选用探测器BSD或VPSED，SED不能使用。



高真空操作

高压EHT=1kV

束流I probe=10pA

工作距离WD=5mm

灯丝电流I第二峰位

物镜光阑 30 μ m

成像扫描时间 20s

EHT可以按100eV的间隔调整，
直到消除荷电效应

VP操作

高压EHT=25kV

束流I probe=250pA

工作距离WD=8.5mm

灯丝电流I第二峰位

物镜光阑 750 μ m, PLA=100 μ m

成像扫描时间 20s或更长

样品室压力: 10Pa用BSD,

40Pa用VPSED

以消除荷电为准



8 成像时的一些参数

扩展压力（Extended Pressure, 简称EP）成像

对于含水样品，样品室可以通入适量水蒸气，延缓冷冻样品中水分的挥发，或者使水分基本不挥发，样品保持原生态观察

对于含水样品的直接观察，在PLA基础上还要加装**500 μ m电子束套筒（Beam Sleeve）**，保持电子束在较高的真空下达到样品表面，特别有利于能谱分析和改善分辨率。最好配有**样品冷冻台**，样品中的水分结冰固定后，采用EP模式，压力选在**2000Pa**，样品中水分挥发少，所含元素不会走动，也适合微区成分分析。

EP模式操作（冷冻样品）

高压EHT=30kV

束流I probe=300pA

工作距离WD=8.5mm

灯丝电流I第二峰位

物镜光阑 750 μ m PLA=100 μ m

成像扫描时间 20s或更长

样品室压力：650Pa，缓慢脱水，温度保持1 $^{\circ}$ C

EP模式操作（含水样品）

高压EHT=30kV

束流I probe=300pA

工作距离WD<5mm

灯丝电流I第二峰位

物镜光阑 750 μ m PLA=100 μ m

电子束套筒500 μ m

成像扫描时间 20s或更长

样品室压力：2000Pa，样品保持20 $^{\circ}$ C

9 操作步骤——9.1 开机

在电镜基座的前面板上有绿（ON）、黄（STANDBY）、红（OFF）三个按钮

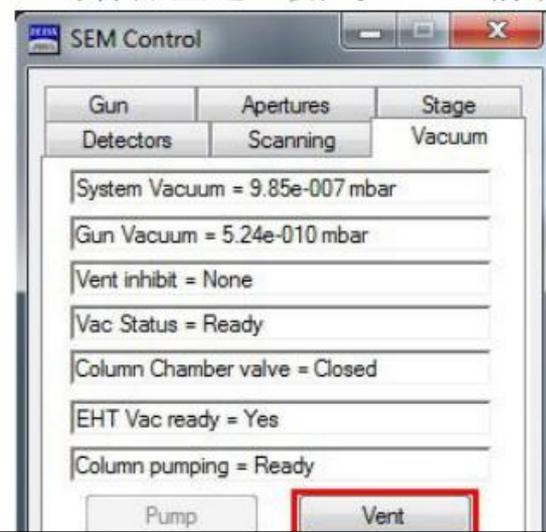
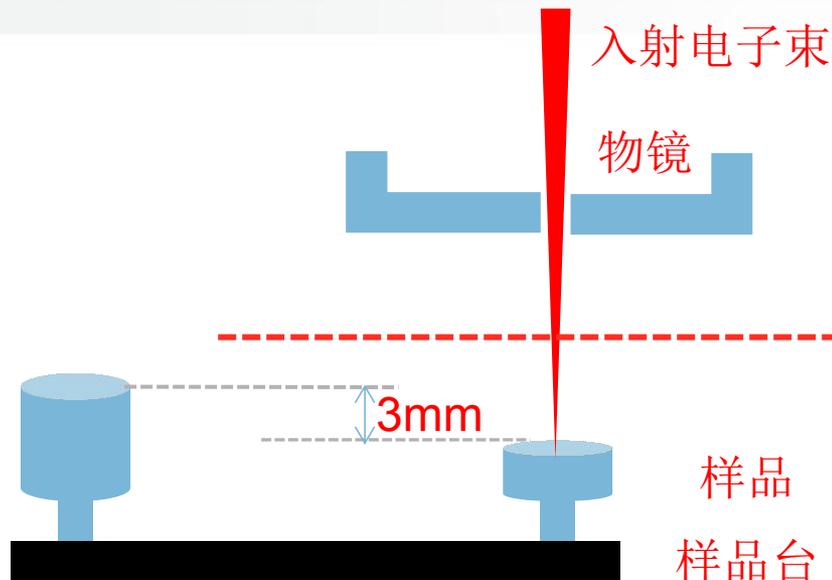


- 接通电源后，按红色按钮，电镜通电。
- 按黄钮，真空系统开始工作，整机处于待机状态。
- 约 1 分钟后按绿钮，所有系统开始工作，同时电脑自动启动(或人工手动启动)，进入系统。
- 双击 **SmartSEM** 并登陆

9 操作步骤——9.2放置样品

粉末、块体、薄片

- 打开扫描电镜控制窗口（SEM Control）。该窗口包括六个控制版面：电子枪（Gun）、探测器（Detector）、光阑（Aperture）、真空（Vacuum）、样品台（Stage）。
- 选中 Vacuum 版面，点击 Vent 对样品室通入氮气（Vent 前确保 EHT 已经关掉）。（先打开N₂阀门）
- 等待几分钟后，样品室可以打开，放入样品。



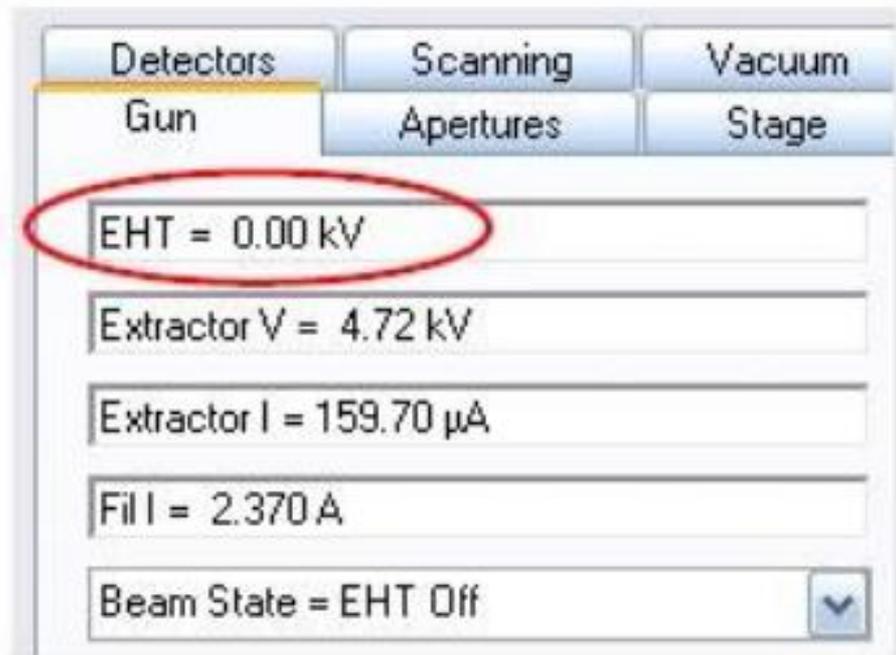
9 操作步骤——9.2观察样品

- 通过样品台控制器将样品移到合适的位置，如图所示：
 - 当 2 号操纵杆上下移动，控制样品台的上下移动。
 - 当 2 号操纵杆左右移动，控制样品台的左右倾斜。
 - 当 1 号操纵杆上下左右移动，控制样品台前后左右(X & Y axis)移动。
 - 当旋拧 1 号操纵杆，控制样品台顺时或逆时旋转。
 - 当按 3 号按钮，样品台紧急停止。



9 操作步骤——9.2观察样品

- 选择加速电压（EHT），如图为 SEM Control: Gun 面板，在 EHT target 中输入设定的加速电压数值，在 Beam State 的下拉菜单中选择 EHT on。不同加速电压的适用范围如下表：



样品成像或成分分析	加速电压 (EHT/kV)	应用
低原子序数样品	5~10	纤维、塑料、橡胶、食材等
中等以上原子序数样品	10~20	金属、半导体、陶瓷，常规观察
高分辨率观察	20~30	电子束波长短，像差小，高倍
荷电样品	1~3	不导电样品
能谱分析	15~20	与元素种类有关

9 操作步骤——9.2观察样品

- 选择合适光阑，如图为 SEM Control: Aperture 面板：Aperture size 的下选择光阑（一般 **30 μ m** 光阑即可，采集能谱信号需要 60 μ m 或 120 μ m 的大光阑）；光阑选择后勾上 Focus Wobble，Wobble amplitude 调整为 50%左右；选择 Aperture Align 中调节光阑，调至图像不再跑动，原地闪动即可；再勾掉 Focus Wobble（在放大倍数不是很大情况下，wobble 可以不用调节，若放大倍数一万倍以上，wobble 必须需要调节）。

选择不同的尺寸的光阑

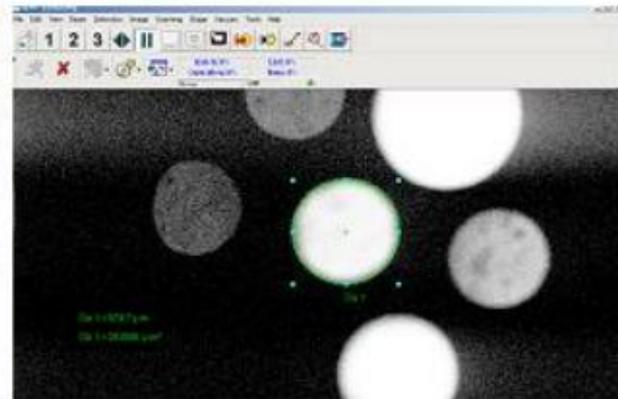
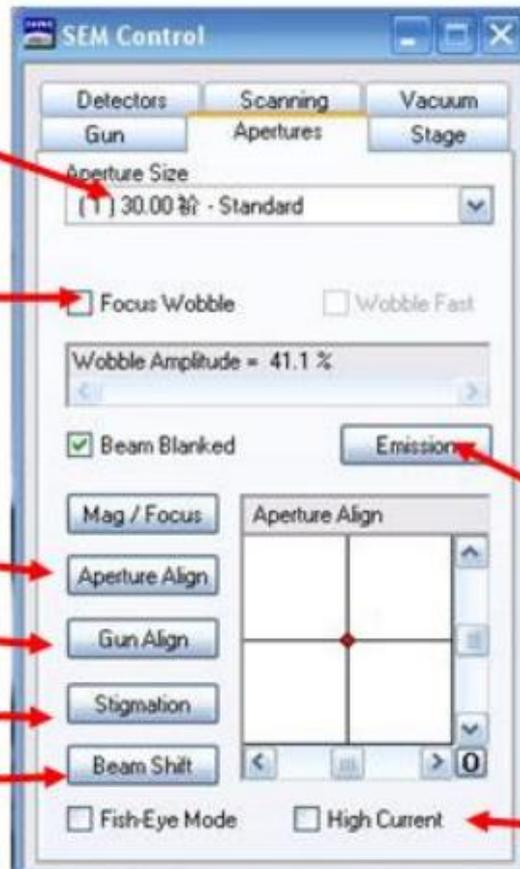
激活此处，可进行光阑对中

光阑对中

灯丝对中

像散校准

电子束移动



观察六孔光阑的位置和形状

高电流模式

9 操作步骤——9.2观察样品

□ 选择合适的探头，

二次电子探头：**SE2 探头**和 **Inlens 探头**。

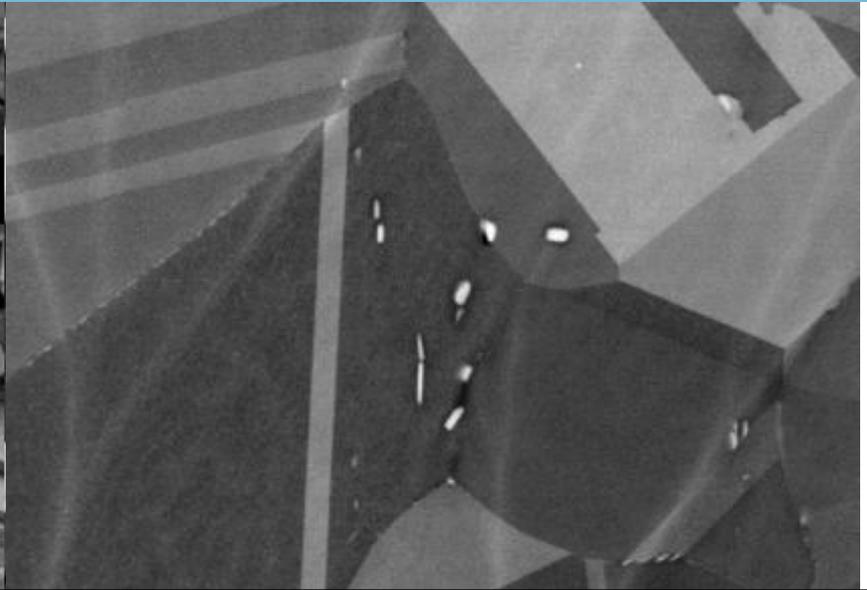
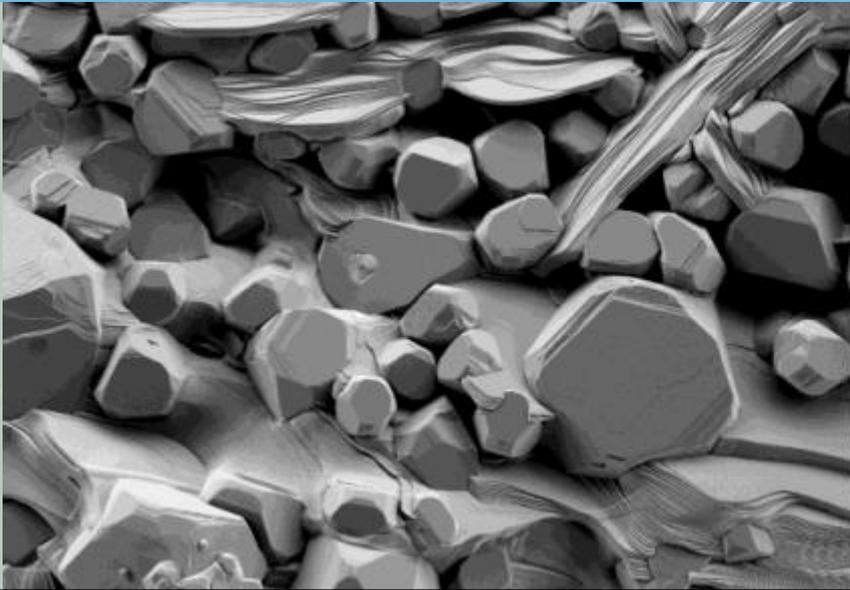
➤ **SE2 探头**的最高加速电压为**30kV**，偏压为 **300V** 左右，拍出的图像更具有立体感；

➤ **InLens 探头**最高的加速电压为 **20kV**，其拍出的图像分辨率更高一些；

背散射探头包括 **EsB(或 Inlens Duo)探头**和 **AsB 探头**。

✓ **EsB(或Inlens Duo)探头**前加有能量过滤器 (**0~1500V**)，可以将一部分二次电子排除，拍出的图像主要反映样品的元素衬度；

✓ **AsB 探头**是极靴整合的角度选择性背散射探头，在大 **WD** 下采集的高角度被散射电子，提供元素衬度信息 (**BSD 探头效应**)，在小 **WD** (**2~5mm**)下选择性地采集低角度的背散射电子，并提供晶体取向信息



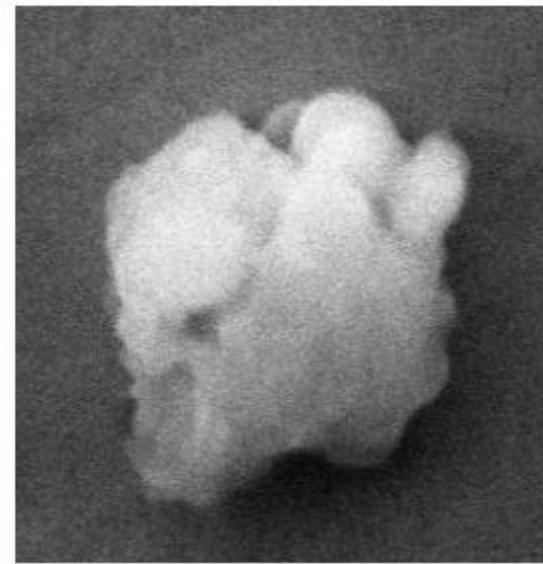
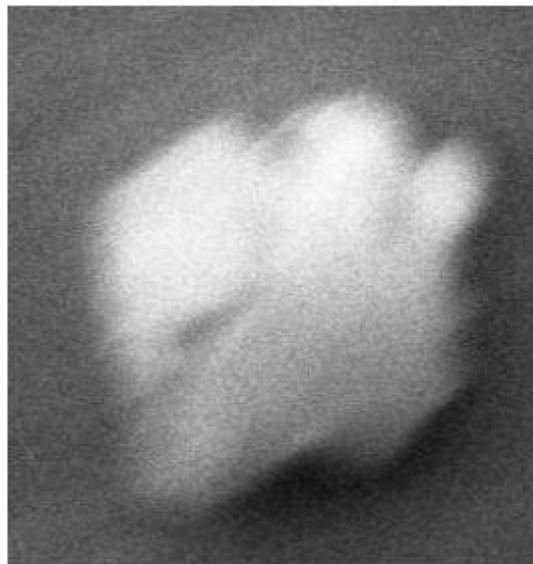
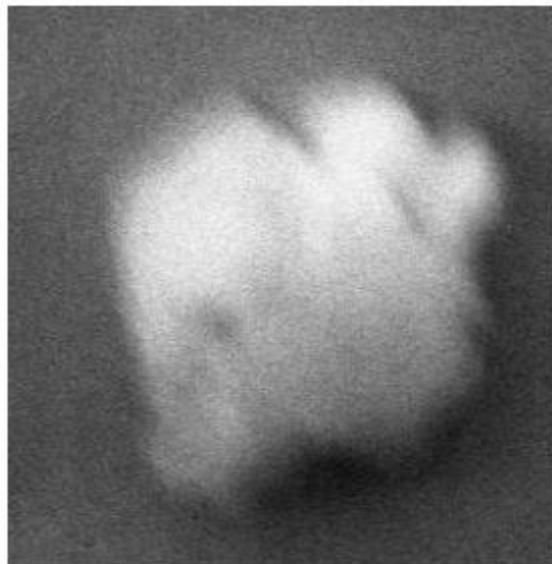
9 操作步骤——9.3 高质量图片的获取

找到感兴趣的区域后，低倍下聚焦，消像散，调节光阑对中；提高放大倍数，再聚焦，消像散。如此类推，直至需要的放大倍数。以下为消像散的方法：

a1 点击下拉菜单的消像散图标，拖动鼠标左键分别上下或左右移动，使模糊边尽量减小，再调焦，清晰度有所改善，该过程反复进行，直到图像清晰。

a2 在光阑版面点击消像散（**Stigmation**），分别拖动 XY 坐标线的两个方向滑尺，减小模糊量。

a3 利用手动操作板上的两个消像散旋钮，分别缓慢转动，消除模糊边。





选择合适的 **Scan Speed**、**Store resolution** 和 **Noise Reduction**，使去除噪音的效果最好，得到高质量的图片。一般选择扫描速度为“6”。噪声去除方式选择线平均：**line avg**，积分次数选“**N=30** 左右”即可。然后点击 **Freeze** 键（注意 **Freeze** 的模式选择 **End frame**）。

保存：光盘、联网传输

9 操作步骤——9.4 关机

电子枪Gun

~2分钟

开氮气阀

点击Vent

等待样品室开启

速度快

取样品



扫描电子显微镜 基础课

谢谢收听，如有不妥，敬请指出
邮箱：1412365584@qq.com

注：本ppt借助ZEISS 培训资料

