

ZEISS FESEM Operator Training



陈双文

应用工程师

蔡司中国 显微镜部

Agenda



- 1 蔡司公司简介
- 2 扫描电镜基础知识
- 3 扫描电镜操作技巧
- 4 操作注意事项

卡尔蔡司：始于1846年 一百多年的创新史



使用Carl Zeiss镜头拍摄的人类首次登月所留脚印的照片

- 由卡尔蔡司先生始创于1846年，至今超过170年的历史
- 在全球有6大业务集团，在40多个国家拥有约30座工厂、50多个销售与服务机构以及约25个研发机构
- 全球超过25000名员工，15/16财年收入近50亿欧元
- 迄今并未上市，由卡尔蔡司基金会全额控股
- 每年在新产品研发投资约占营业额10%，研发人员占员工总数10%
- 每年有超过300项新发明专利产生，在R&D领域获奖无数

ZEISS Global Portfolio

Zeiss集团主营业务范围



Carl Zeiss 集团

医学与研究解决方案

医学系统



(Carl Zeiss Meditec GmbH)

眼科解决方案

(Carl Zeiss Surgical GmbH)

外科手术产品

显微镜



(Carl Zeiss Microimaging GmbH)

光学显微镜

电子显微镜

激光扫描显微镜

半导体技术



(Carl Zeiss SMT AG)

光刻成像解决方案

纳米技术解决方案

带电粒子束技术

工业测量



(Carl Zeiss IMT GmbH)

3-D 测量系统

光电系统



(Carl Zeiss Optronics GmbH)

光电子

防卫设备



(Carl Zeiss Sports Optics GmbH)

双筒望远镜

单筒望远镜

瞄准具



(Carl Zeiss AG)

照相机与电影机镜头

(Carl Zeiss Jena GmbH)

显示技术

天象仪

Vision



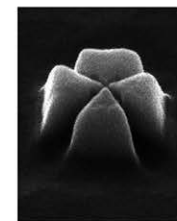
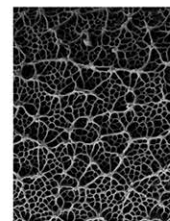
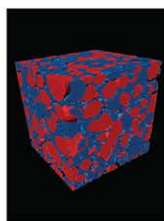
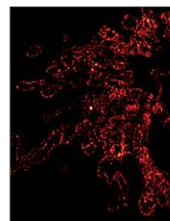
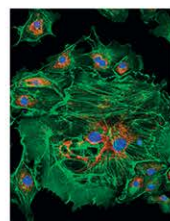
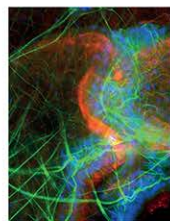
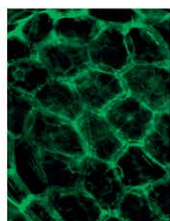
(Carl Zeiss Vision International GmbH)

50:50 Joint Venture with EQT

镜片

Carl Zeiss Microscopy product cover measure from Micron to Angstrom

卡尔蔡司显微镜产品线



Stereo

Widefield

Confocal

Superresolution

X-ray

Scanning
Electron

Field Emission
Scanning Electron

Focused Ion
Beam

Helium Ion

1 μm

250 nm

200 nm

50 nm

<50 nm

<2 nm

<1 nm

<1 nm

<0.5 nm

□ 光学显微镜/ X射线显微镜/电子显微镜/离子显微镜

□ 能够为用户提供从微米到亚纳米尺度范围的全套2D和3D显微成像解决方案

ZEISS FESEM Portfolio

蔡司场发射扫描电镜系列产品



ZEISS **New** FE-SEMs



Sigma 300

1.2nm @15kV
2.2 nm @ 1 kV



Sigma 500

0.8 nm @15kV
1.6 nm @ 1 kV



GeminiSEM 300

0.8 nm @15kV
1.4 nm @ 1 kV



GeminiSEM 500

0.6 nm @15kV
1.1 nm @ 1 kV

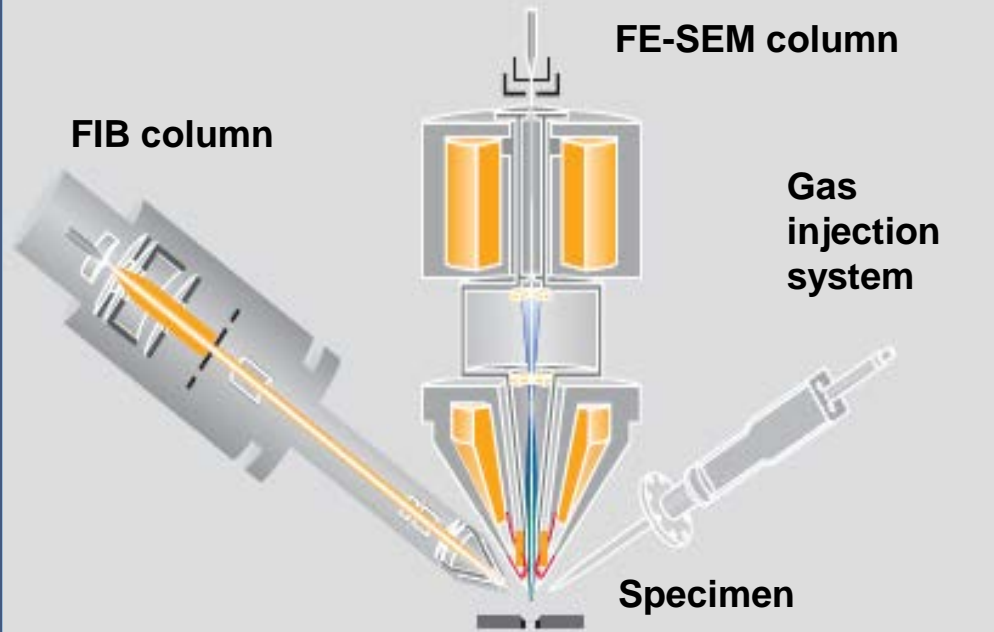
热场发射扫描电镜—MERLIN系列



MERLIN系列，GEMINI II光路

其中分辨率：MERLIN 0.8 nm @ 15kV 1.4 nm @ 1.0kV (更大束流，更多探测器选择，更多升级空间)

FIB—聚焦离子束（双束系统）



双束系统：Crossbeam 340 & 540

综合了扫描电镜和聚焦离子束技术

离子束用于微纳米加工（刻蚀、沉积）及三维重构

电子束用于实时成像观察

蔡司FIB具有业内最佳的FIB分辨率，且可实现离子束切割与电子束观察同步进行

氦离子显微镜

ZEISS



蔡司独家的氦离子显微镜：

- 突破传统的光源，以氦离子等作为点光源
- 超高分辨率 --0.5nm
- 超精细微纳米加工 --10nm
- 可扩展到其他气体离子源，满足现在及未来需求



Agenda



- 1 蔡司公司简介
- 2 扫描电镜基础知识
- 3 扫描电镜操作技巧
- 4 操作注意事项

带电粒子束显微镜

电子显微镜 Electron Microscope

扫描电子显微镜
Scanning Electron
Microscope (SEM)

热发射式
(W/LaB₆)

场发射式
(热场/冷场)

透射电子显微镜
Transmission Electron
Microscope (TEM)

热发射式
(W/LaB₆)

场发射式
(热场/冷场)

离子显微镜 Ion Microscope

双束显微镜
Focused Ion Beam
(FIB)-SEM

镓离子束 + 电子束

多束显微镜
Multibeam Ion
Microscope

镓离子束 + 氦
离子束 + 氖离
子束

扫描电镜



扫描电子显微镜是一种利用*高能聚焦电子束*扫描样品表面从而获得样品信息的电子显微镜。

- 电子枪发射电子作为光源（直径 $50\mu\text{m}$ ）。
- 电压加速、磁透镜系统会聚，形成直径 1nm 的电子束。
- 电子束在偏转线圈的作用下，在样品表面作光栅状扫描，激发多种电子信号。
- 探测器收集信号电子，经过放大、转换，在显示系统上成像（扫描电子像）。

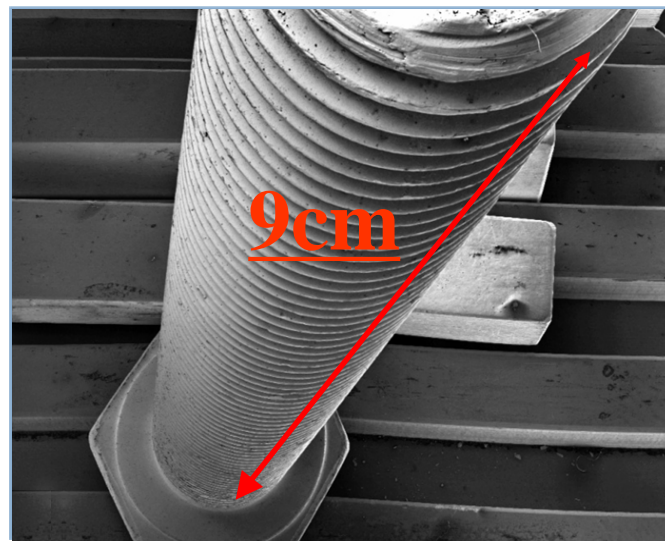
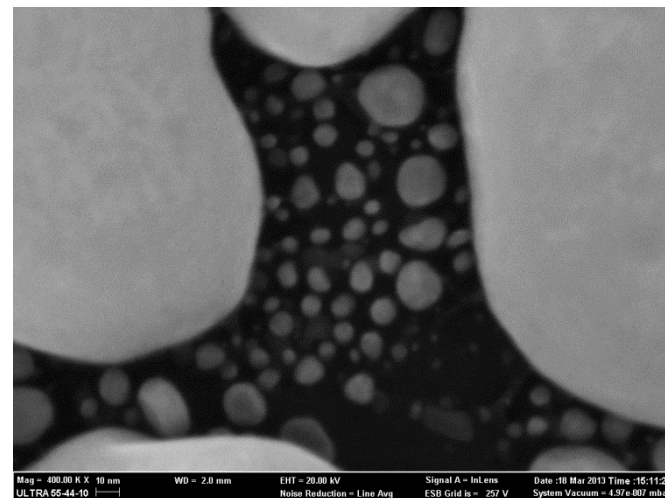
扫描电镜



扫描电镜的特点



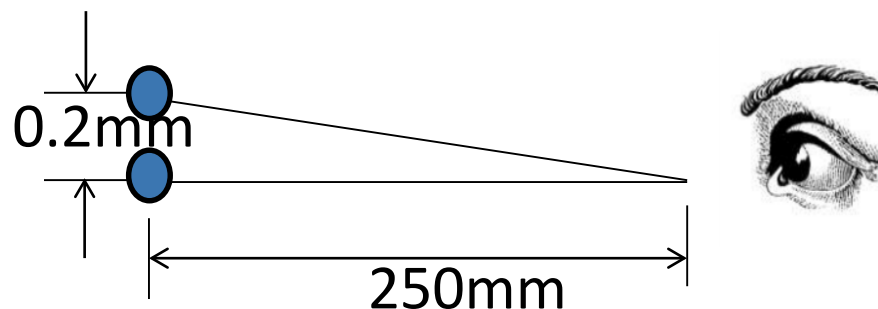
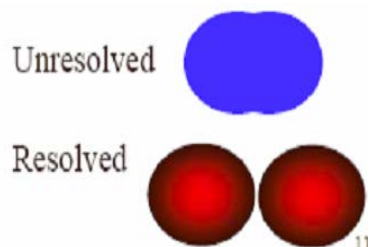
- ✓ 高分辨率
- ✓ 有较高的放大倍数
- ✓ 景深长，视野大，成像富有立体感
- ✓ 试样制备简单
- ✓ 配备EDS\CL\EBSD\STEM\EBIC等装置，
可以同时进行显微组织形貌的观察及成分
和晶体微观结构的分析



电镜分辨率 Resolution



刚好可区分两点间的最小距离



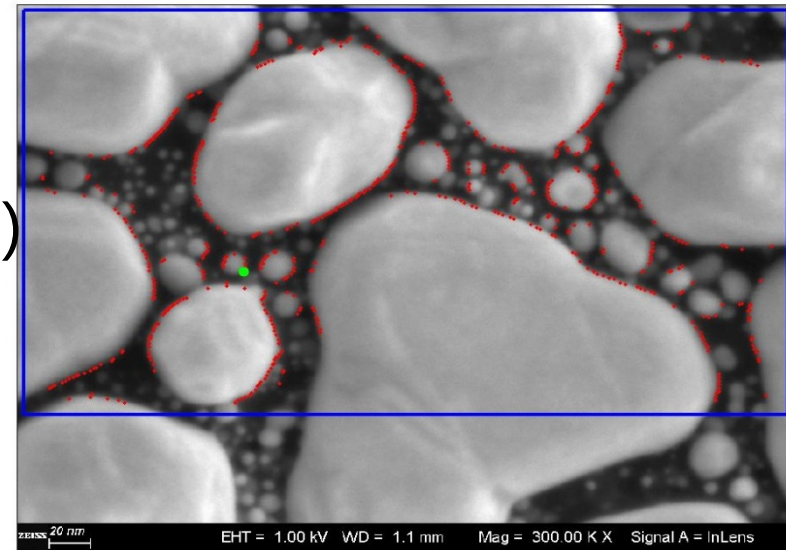
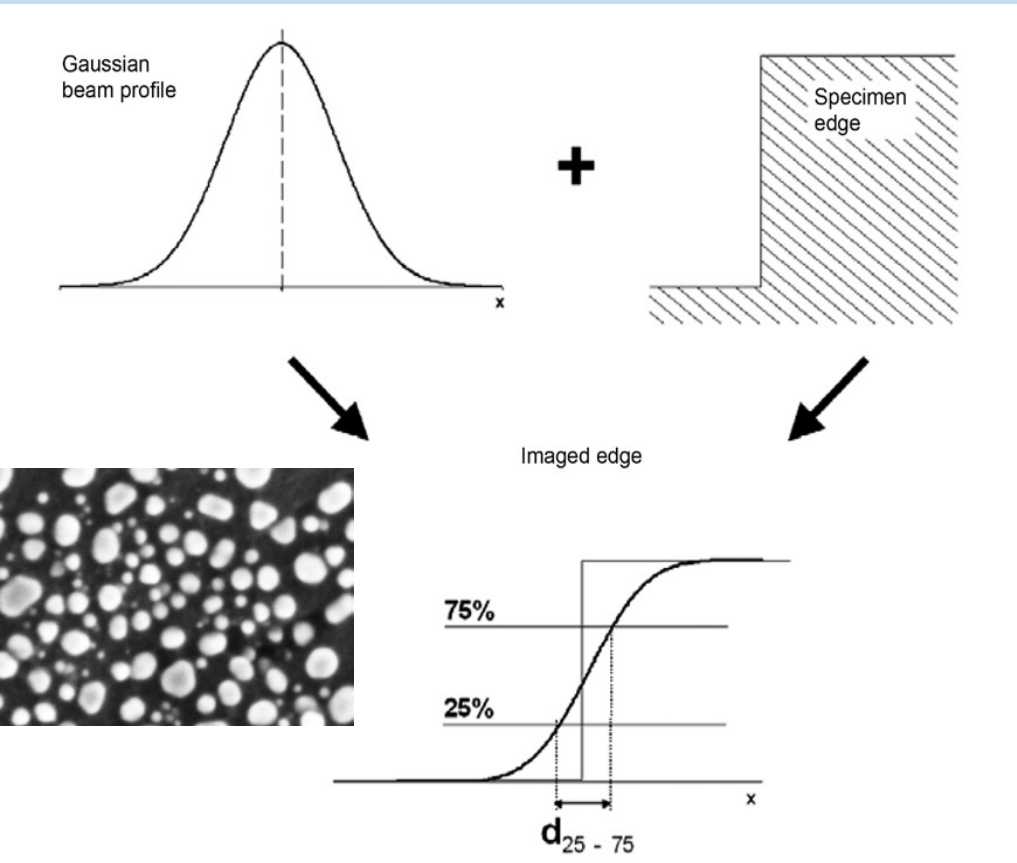
$$R = \frac{0.61 \lambda}{n \sin \alpha}$$

λ : 波长;
 n : 折射率;
 α : 孔径半角

	$\lambda = h / (2m_0 eV)^{1/2}$	实际分辨率
LM	~400nm	200nm
SEM	0.007nm(30kV)	1.0nm
TEM	0.0027nm(200kV)	0.2nm

测量分辨率

■ 边缘尺度法 (Edge criterion method)



PATE V4.00.05
17-June-2014

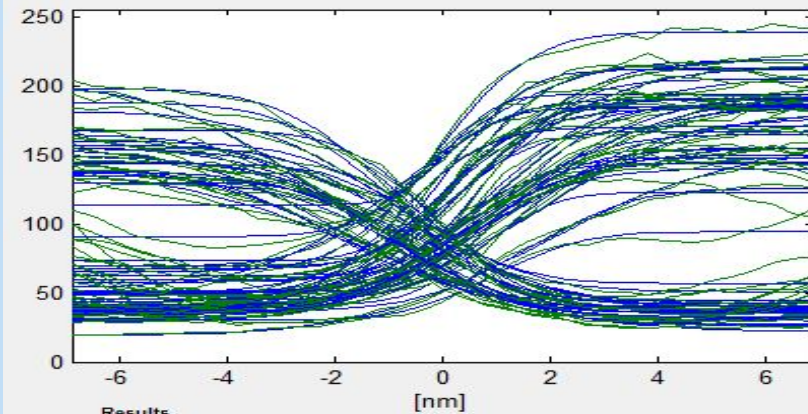
Copyright Carl Zeiss Microscopy GmbH

Results:

Resolution = 1.2 ± 0.12 nm
593 edges evaluated
S/N ratio = 212.8

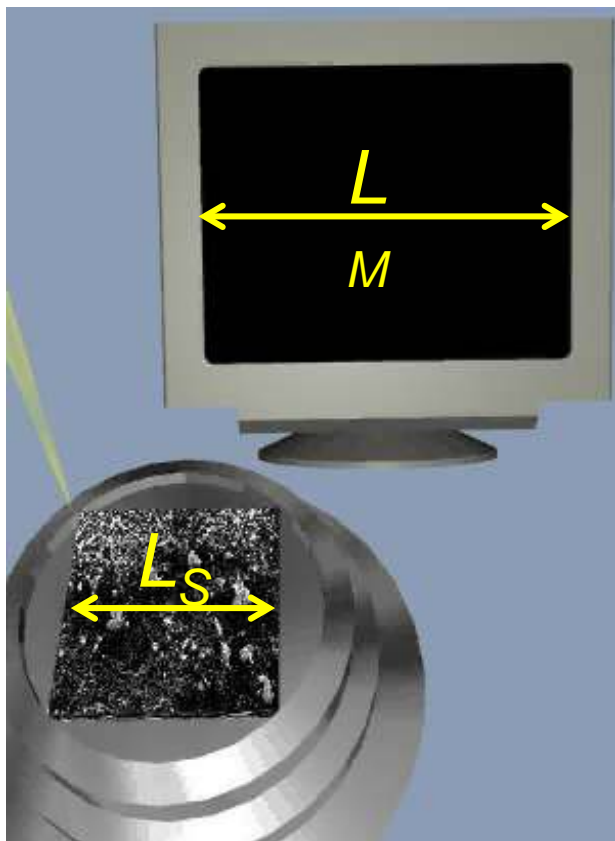
Details:

Pixelsize = 0.372 nm
Mode = Resolution 25/75

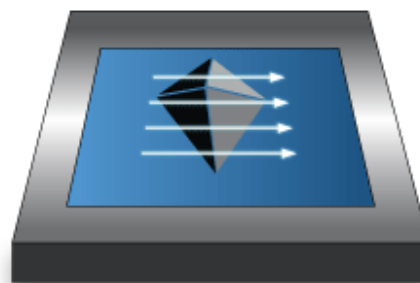


Resolution = 1.2 ± 0.12 nm
593 edges evaluated
S/N ratio = 212.8

放大倍数 Magnification



$$Mag = \frac{L_M}{L_S} = \frac{100cm}{10\mu m} = 10\,000X$$



Low magnification



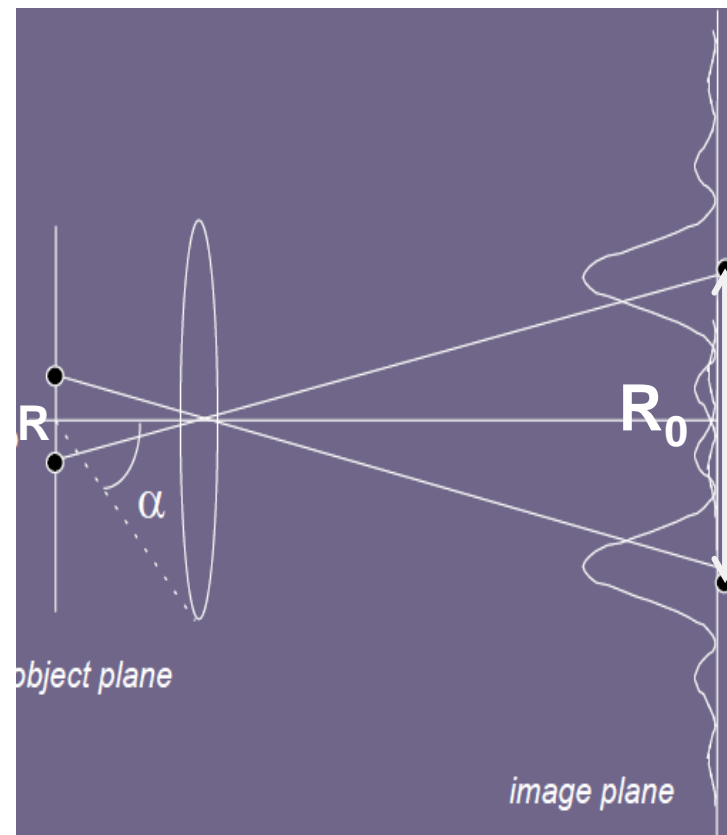
High magnification

放大倍数 Magnification



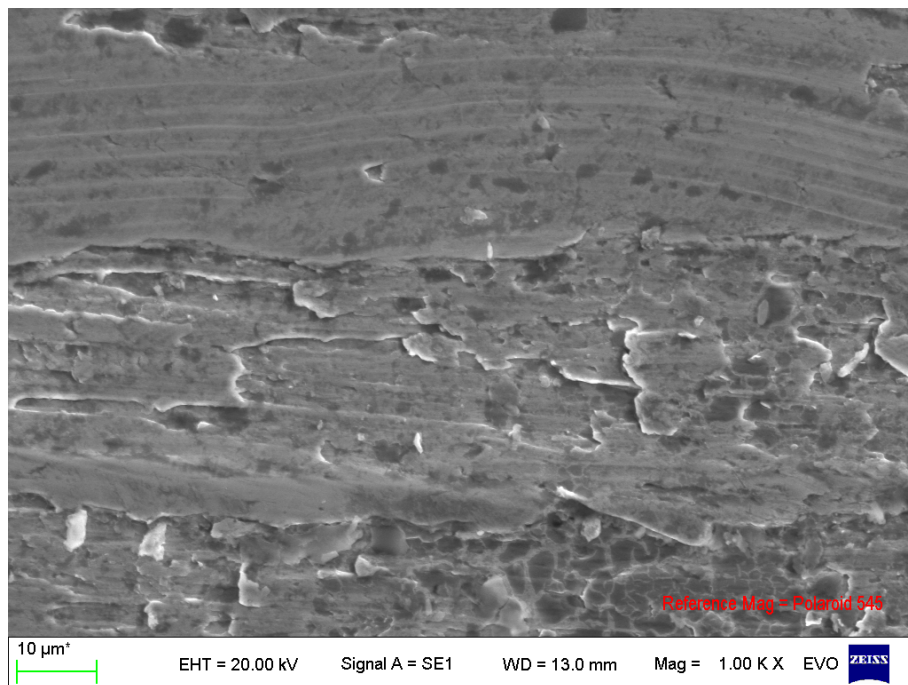
有效放大倍数 (Effective magnification) :
将样品细节放大到~~亲电则缅甸洛格~~的放大倍数。

$$R = \frac{R_0}{M} \longrightarrow M = \frac{R_0}{R}$$

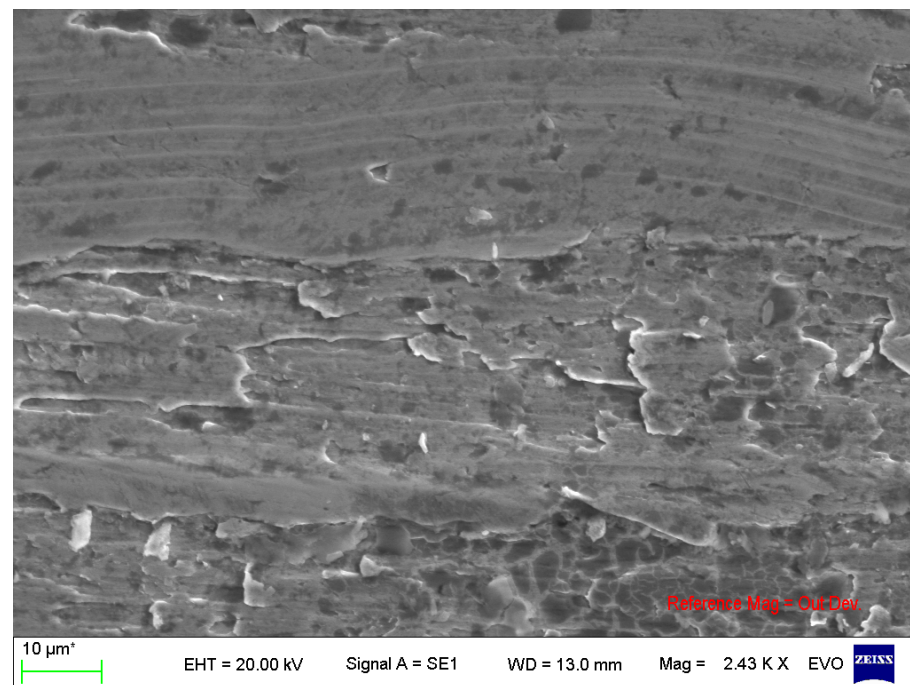


$$\text{有效放大倍数} = \frac{\text{人眼分辨率}}{\text{仪器分辨率}} \approx \frac{0.2 \text{ mm}}{1 \text{ nm}} = 200,000$$

放大倍数 Magnification



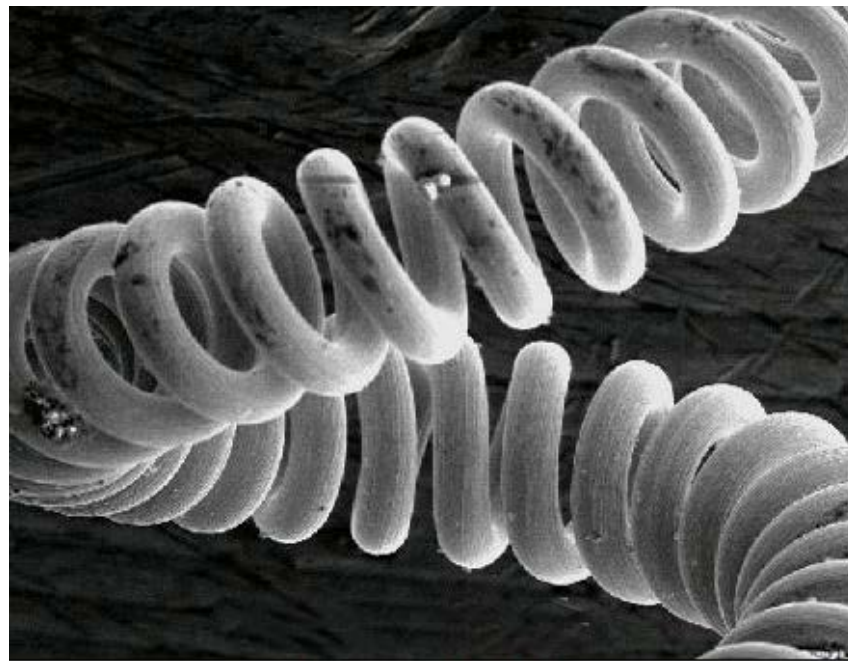
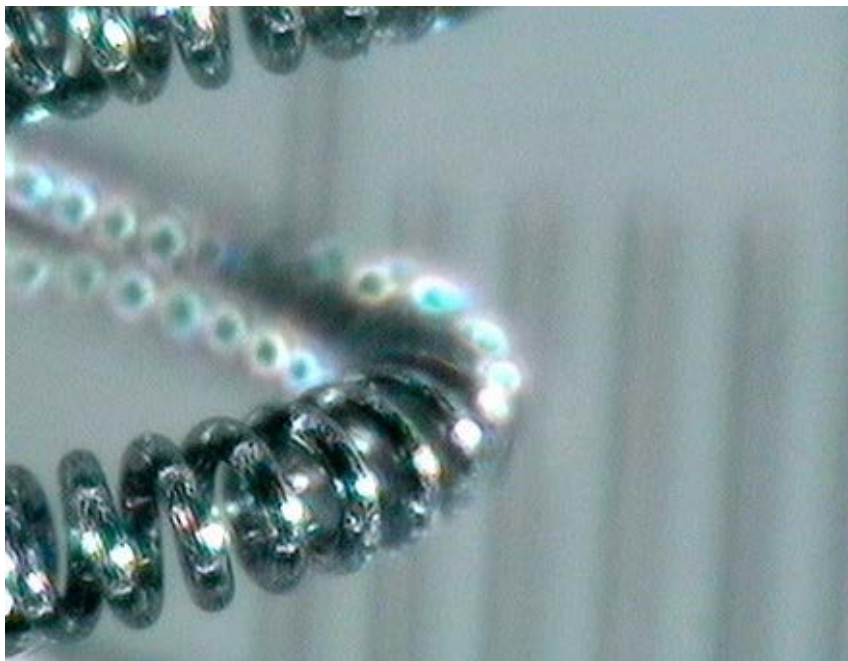
Mag: Polaroid 545



Mag: Out Dev

放大倍数常有两种表示方法，屏幕输出比（Output Reference）与胶片比（Polaroid 545 Reference），两者放大倍数之比大概在2.6左右。

景深 Depth of Focus

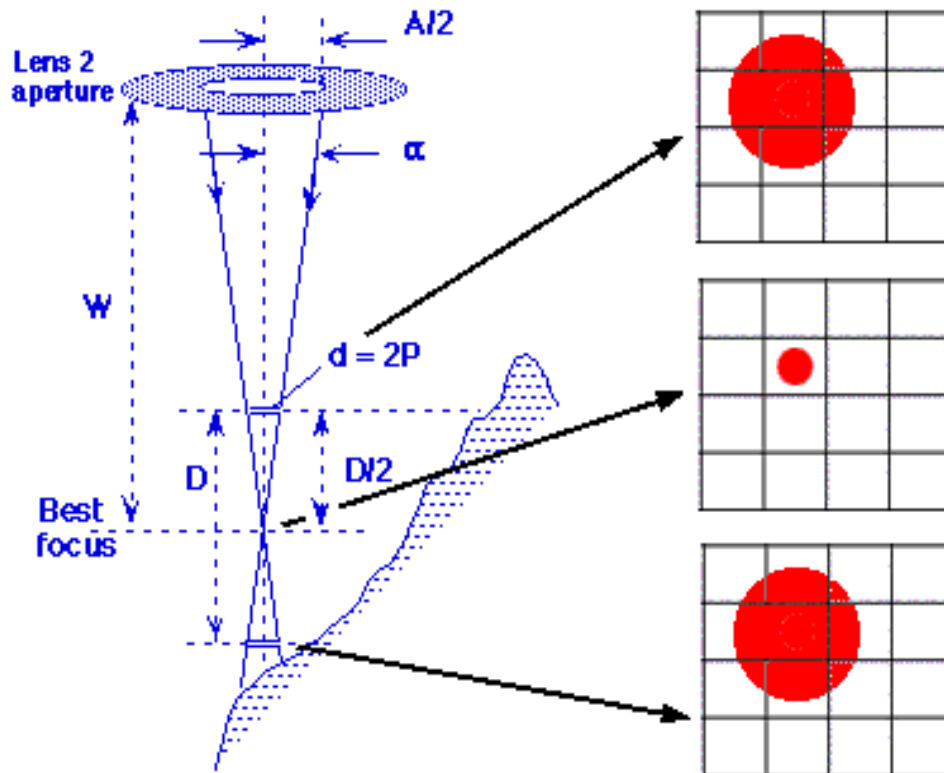


景深是指一个透镜对高低不平的试样各部位能同时聚焦成像的一个能力范围。

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**。

景深

Depth of Focus



$$D \approx \frac{0.2\text{mm}}{\alpha M} \propto \frac{W}{A}$$

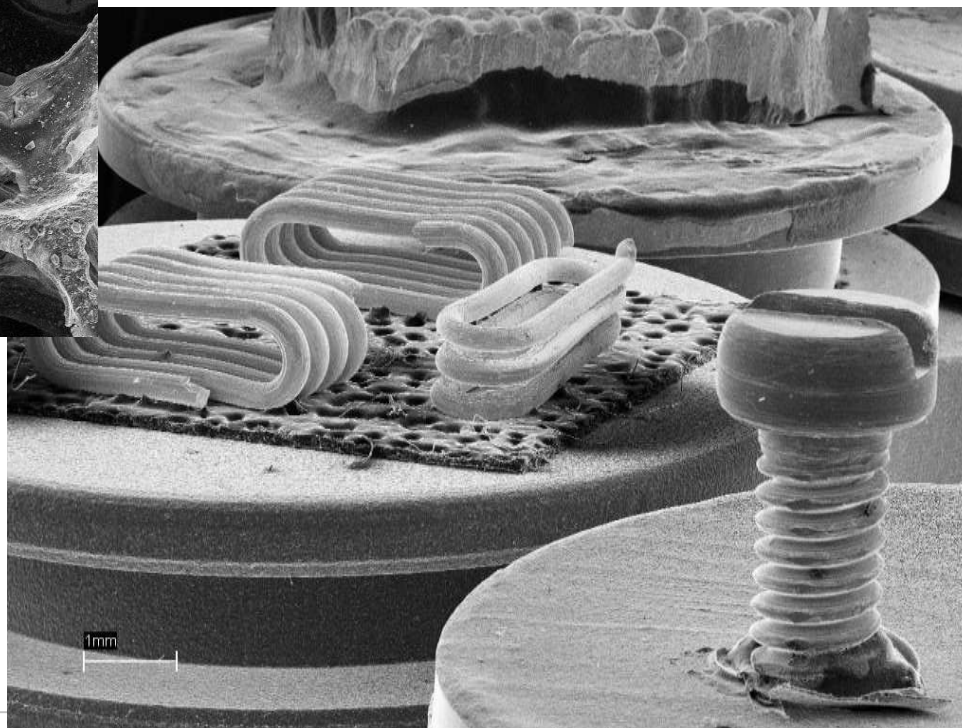
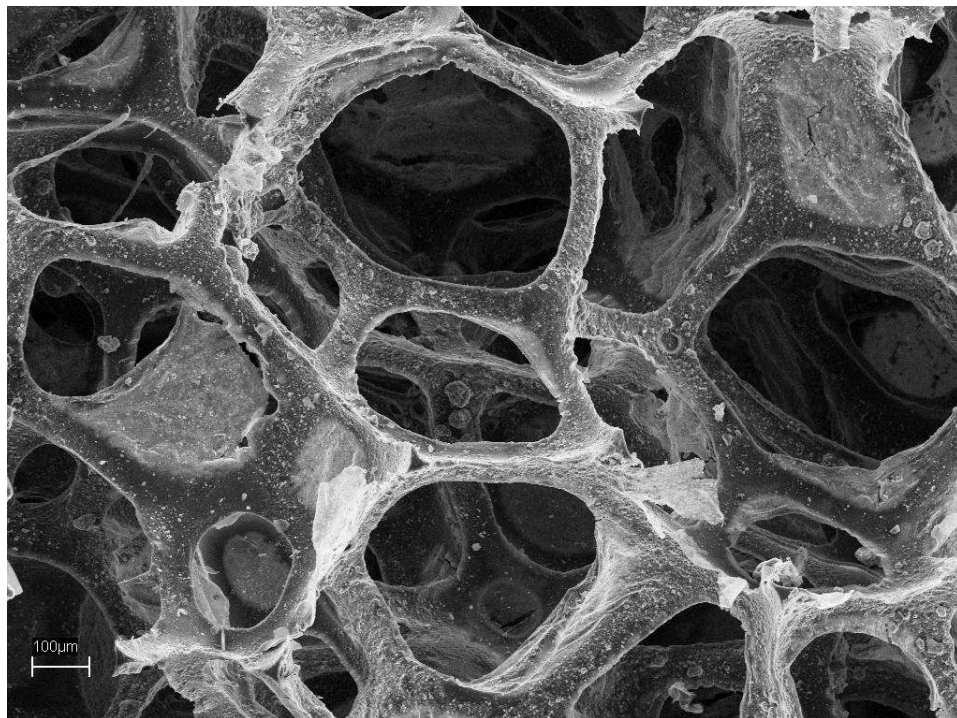
$$\alpha \approx R_{\text{aperture}}/W, \quad R_{\text{aperture}} = A/2$$

- At some distance $D/2$ above and below the focus plane, the image will appear to be in acceptably sharp focus, and so this distance is called “the depth of focus”.
- The depth of focus is determined by the aperture diameter A , and the working distance W .

Table 4.3. Depth of Focus (Field) in μm

Magnification	α (rad)		
	5×10^{-3}	1×10^{-2}	3×10^{-2}
10X	4,000	2,000	670
50X	800	400	133
100X	400	200	67
500X	80	40	13
1,000X	40	20	6.7
10,000X	4	2	0.67
100,000X	0.4	0.2	0.067

景深 Depth of Focus





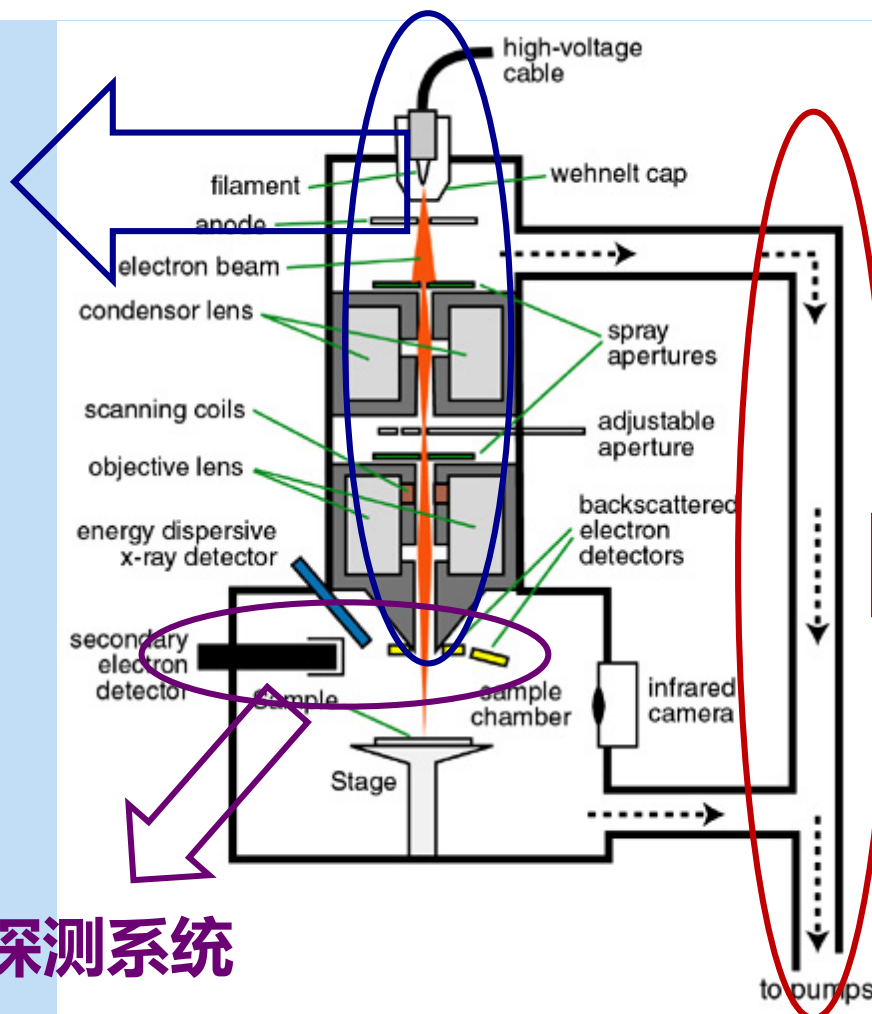
扫描电镜的主要组成部分

The Main Components of SEM



电子光学系统

- 电子枪
- 电磁透镜
- 扫描线圈
- 光阑



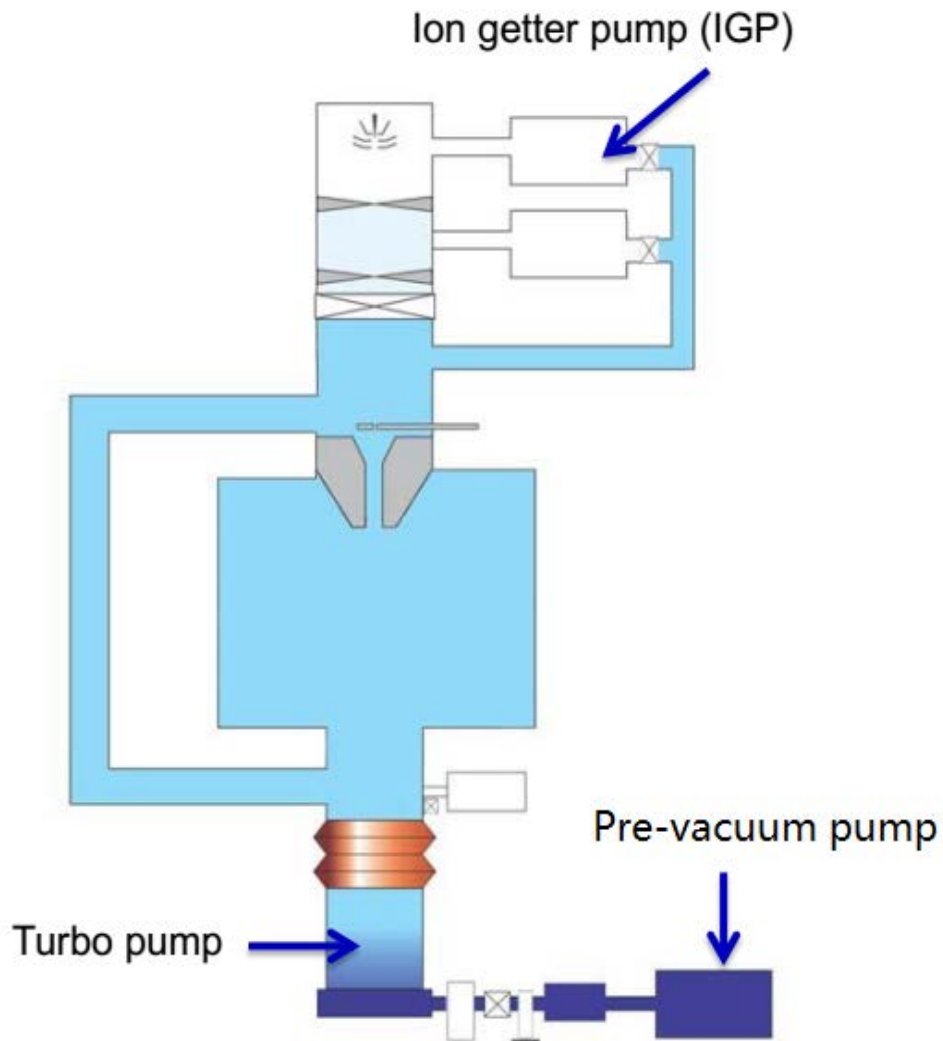
信号探测系统

真空系统



计算机控制系统

真空系统 Vacuum System



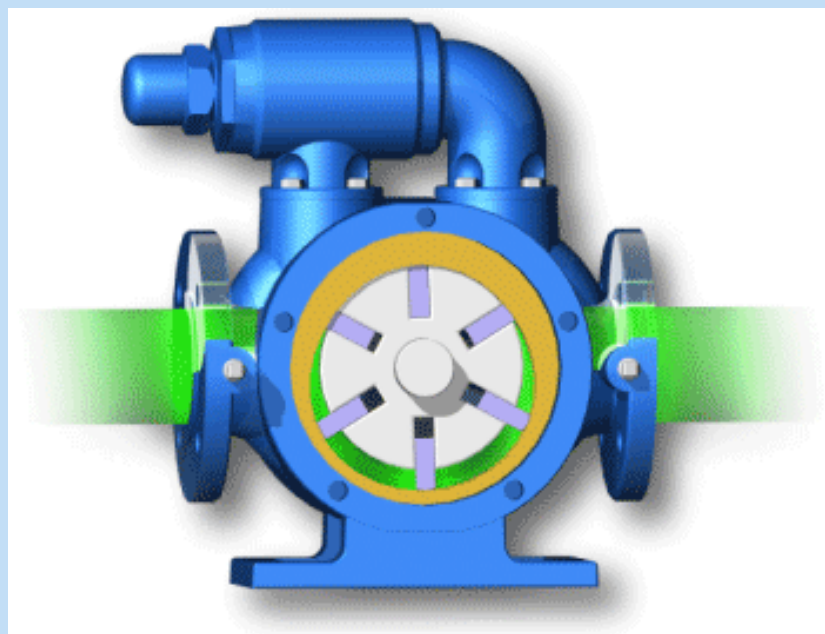
- Primary vacuum ($>0.1\text{Pa}$)
 - Mechanical pump
- Secondary vacuum ($<10^{-4}\text{Pa}$)
 - Oil diffusion pump
 - Turbomolecular pump
- High and ultra-high vacuum ($<10^{-6}\text{Pa}$)
 - Ion pump
 - Cold trap

电子枪真空常闭
 10^{-8}Pa

真空泵 Vacuum Pumps



机械泵 (Mechanic pump) : atmosphere $\rightarrow 10^{-1} Pa$

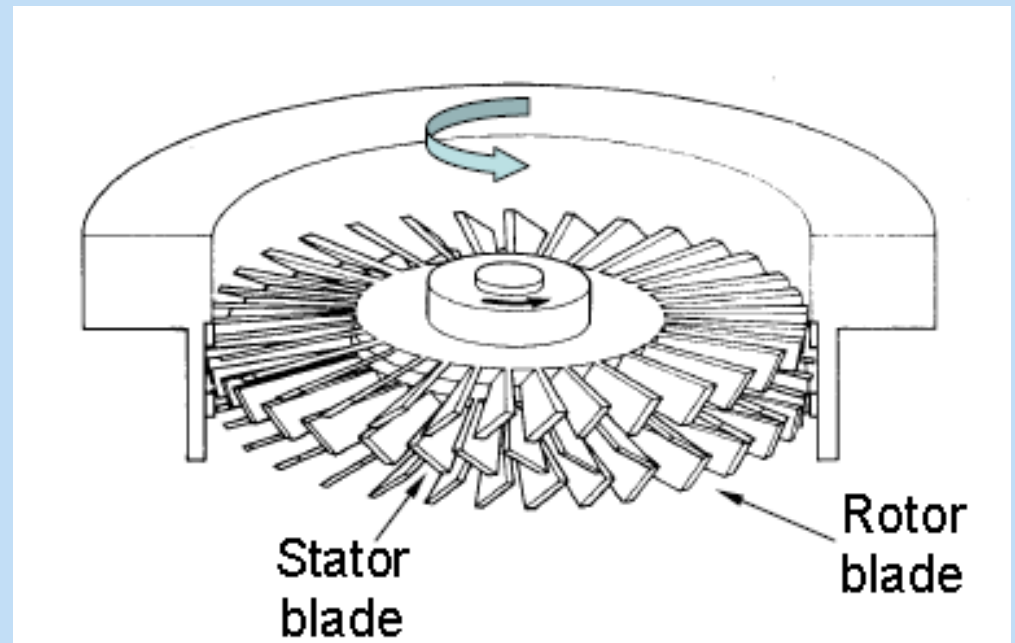


它工作时是靠泵体内的旋转叶轮刮片将空气吸入、压缩、排放到外界的。机械泵的抽气速度每分钟仅为160L左右，工作能力也只能达到0.1~0.01Pa，远不能满足电镜镜筒对真空度的要求，所以机械泵只做为真空系统的前级泵来使用。

真空泵 Vacuum Pumps



涡轮分子泵 (Turbomolecular pump) : $5\text{ Pa} \rightarrow 10^{-5}\text{ Pa}$

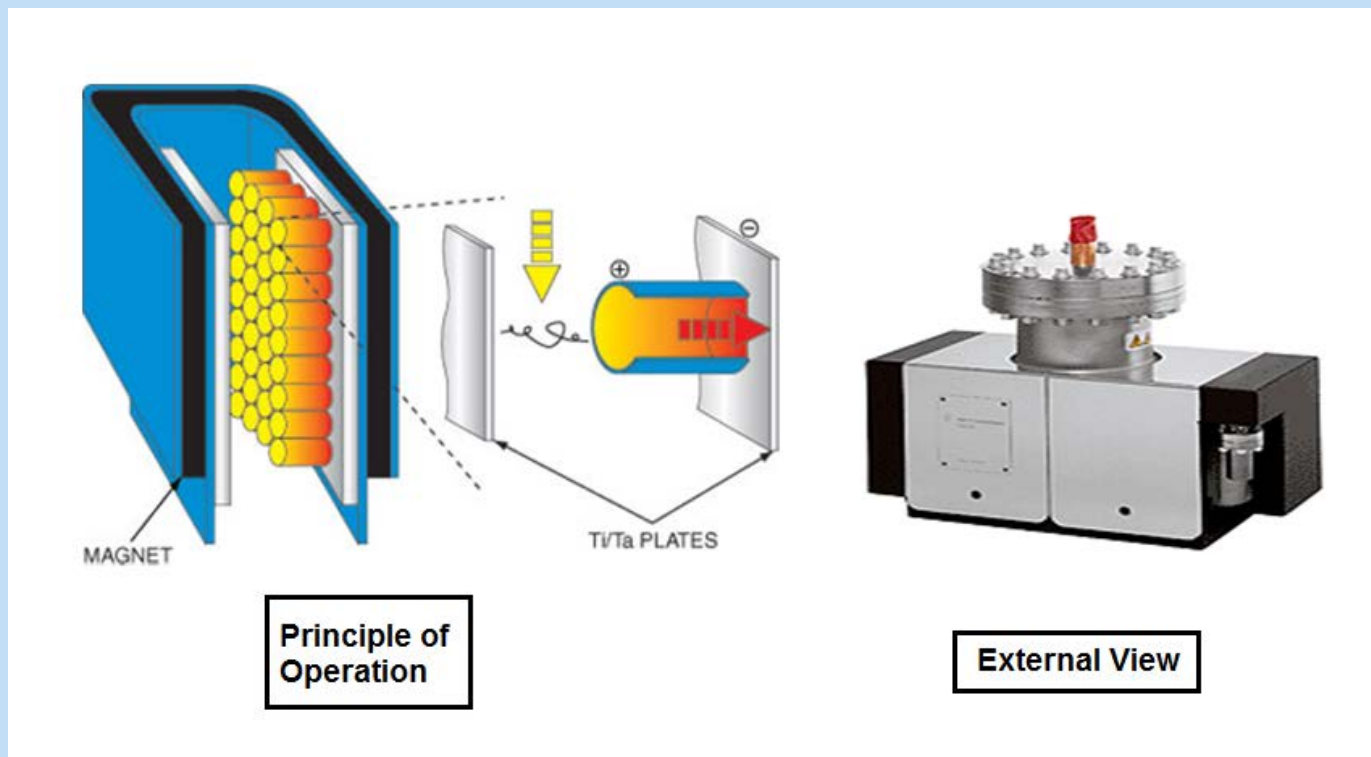


分子泵是利用高速旋转的转子把动量传输给气体分子，使之获得定向速度，从而被压缩、被驱向排气口后为前级抽走的一种真空泵。

真空泵 Vacuum Pumps



溅射离子泵 (Sputter ion pump) : $10^{-2} Pa \rightarrow 10^{-8} Pa$



利用阴极放电将气体分子电离，离子撞击阴极而被阴极捕捉，同时也产生溅射效果。阴极材料用金属Ti制作，金属Ti被溅射后，在腔体的内壁连续形成活性膜，继续和气体分子反应，从而不断进行排气。

真空规 Vacuum Gauges



Pirani gauge (皮拉尼规)



测量低真空 ($> 10^{-2}$ Pa)

Penning gauge (潘宁规)



测量高真空 ($1 - 10^{-7}$ Pa)

真空系统

Vacuum System



- Why do we need a vacuum ?
 - 电子束的产生和聚焦要在超高真空中进行；
 - 电子束轰击样品后产生各种粒子射线要在真空中才完整地到达探测器；
 - 多数探测器也需要在高真空中才能正常地工作；
 - 减少阴极发射电子和气体分子碰撞几率，从而减少散射；
 - 防止电子枪灯丝迅速氧化；
 - 提高阴阳极之间的空气绝缘性，使之能够承受高电位差，而不至于高压击穿短路，造成电器烧毁；
 - 减少空气中的尘埃对电子枪，镜筒和样品的污染。

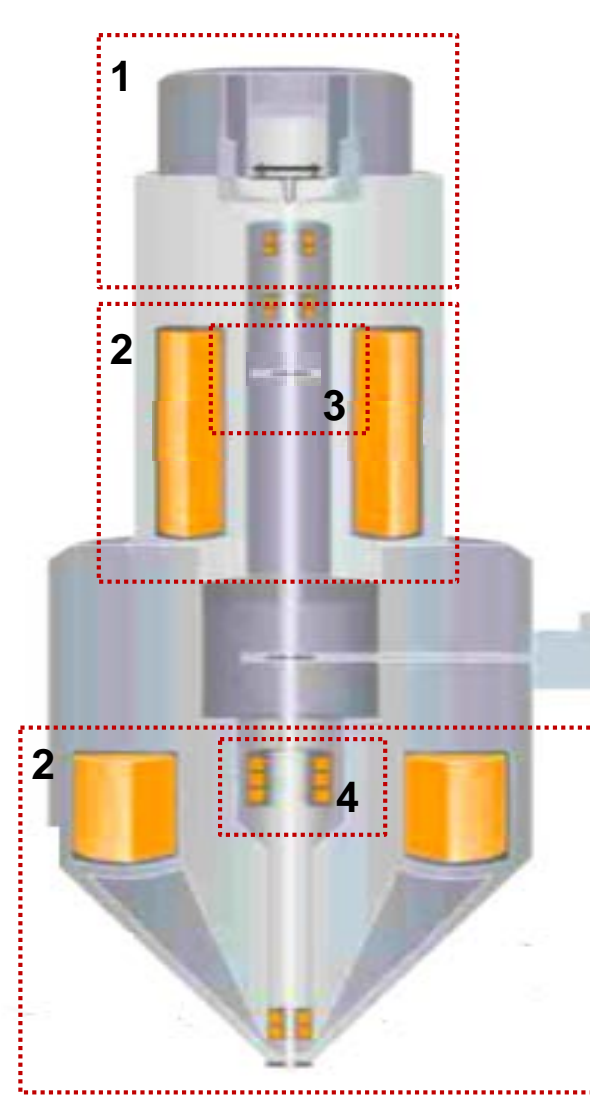


扫描电子显微镜(SEM)的基本结构

—镜筒部分



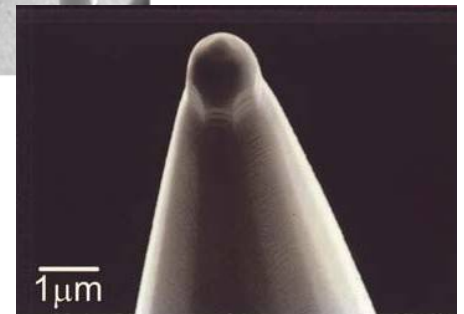
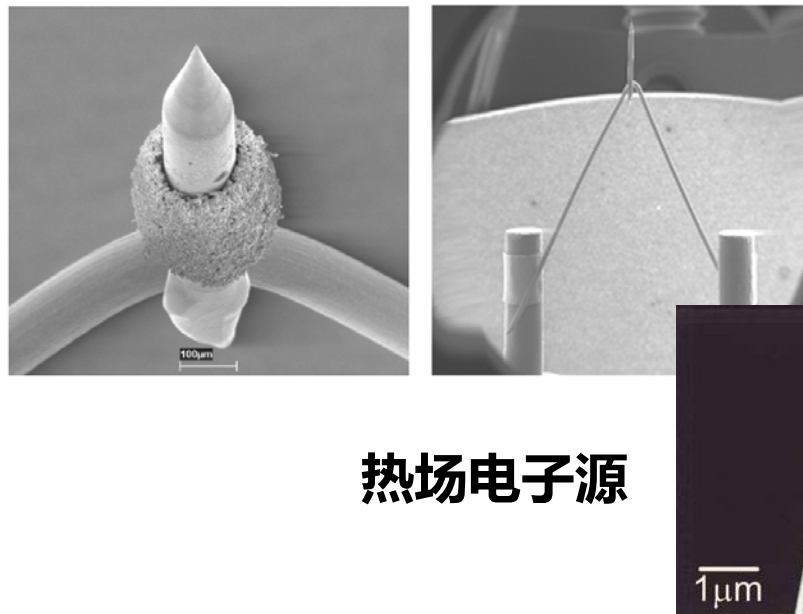
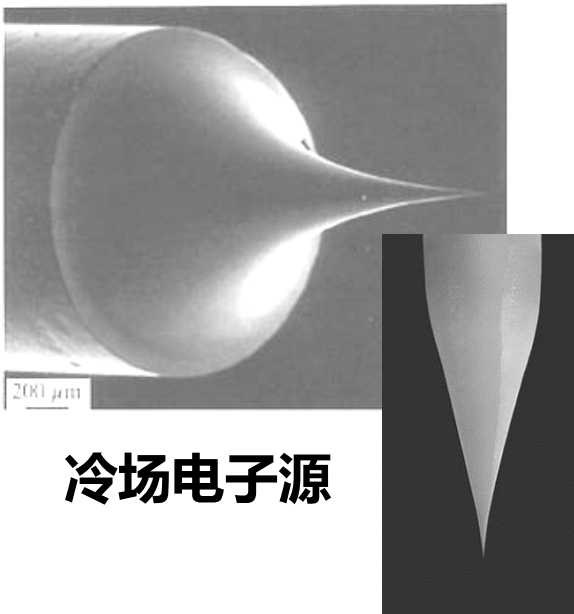
1. 电子枪 (Electron gun)
2. 电磁透镜 (Electro-magnetic lens)
3. 物镜光阑 (Objective lens aperture)
4. 扫描线圈 (Scanning coil)



电子枪

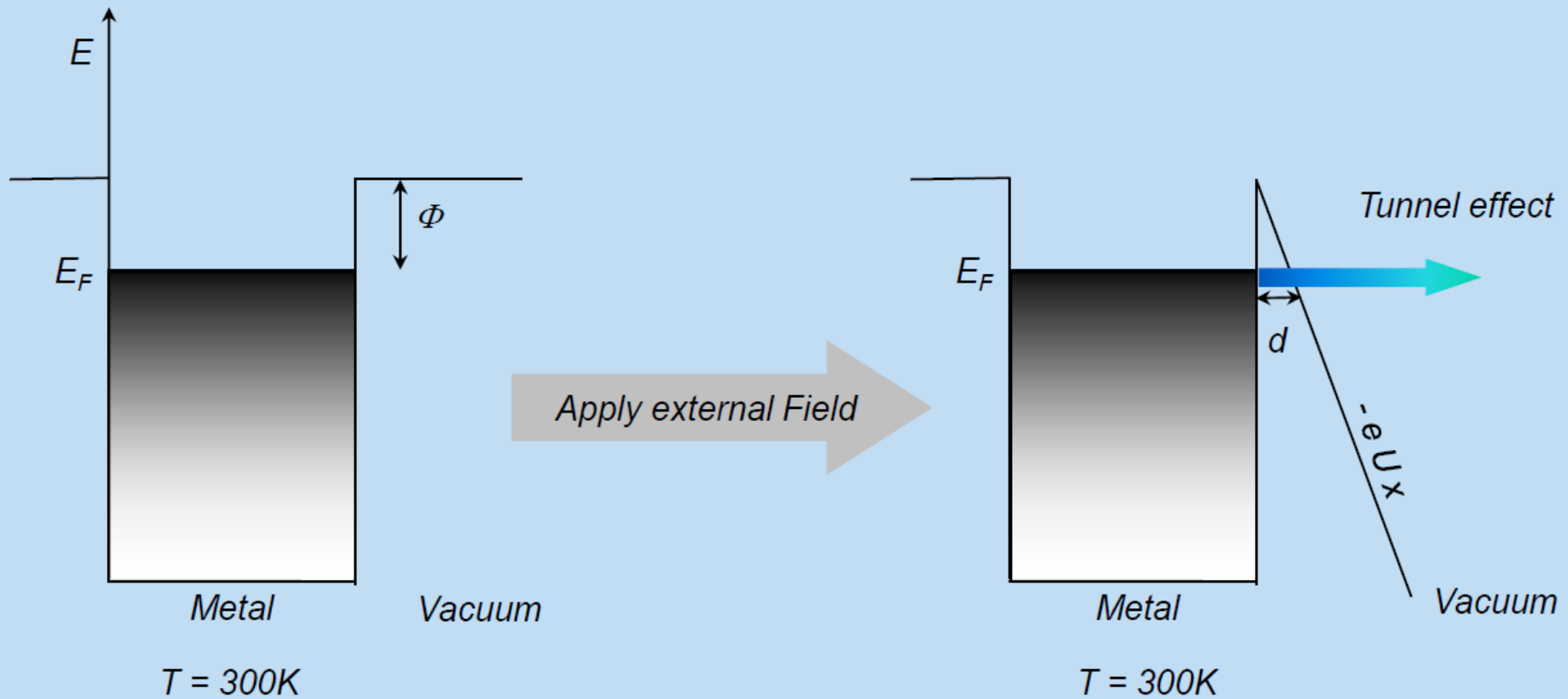
Field Emission Electron Gun (场发射式电子枪):

1. Cold Field Emission (CFE) - 冷场发射
2. Thermal Field Emission (TFE) – 热场发射（肖特基Schottky式）



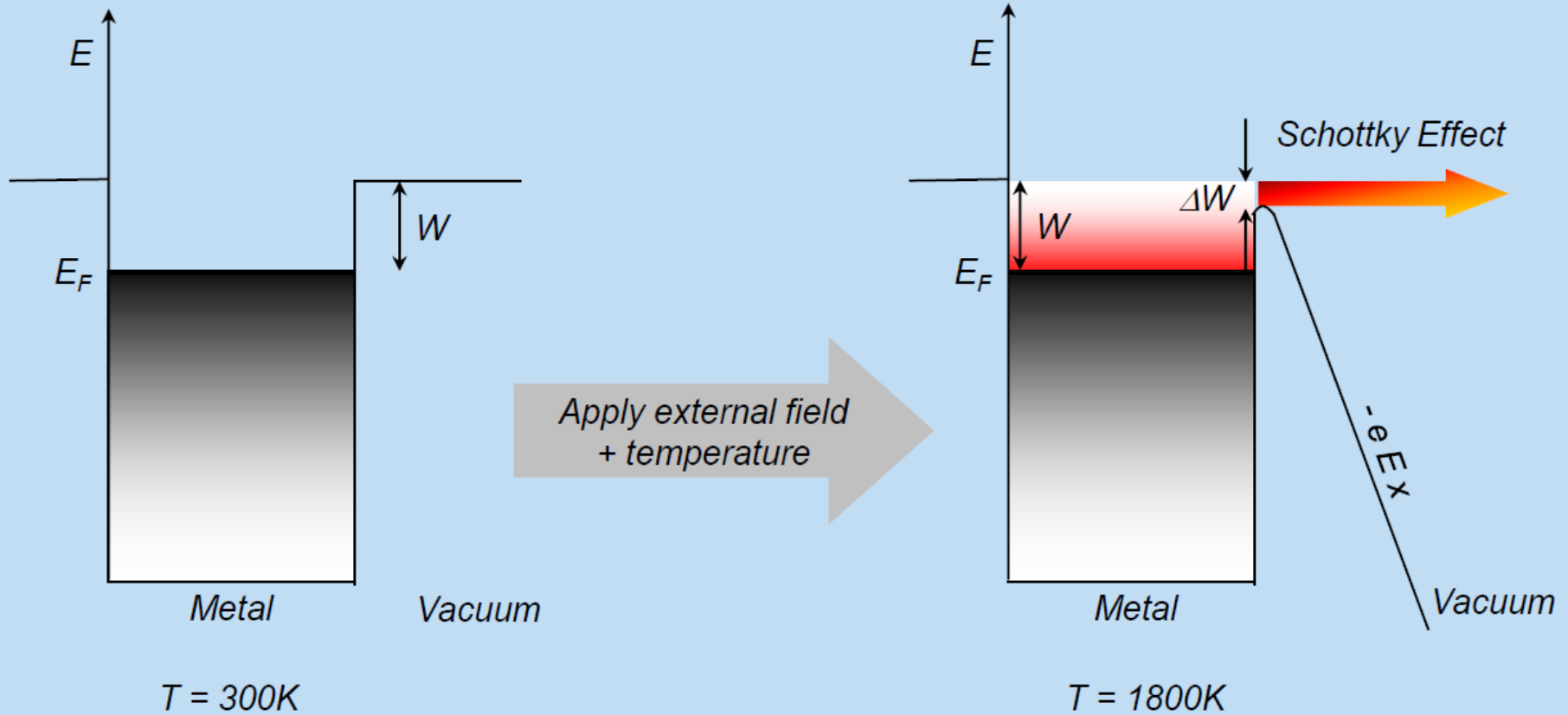
冷场发射

Material: W (310)



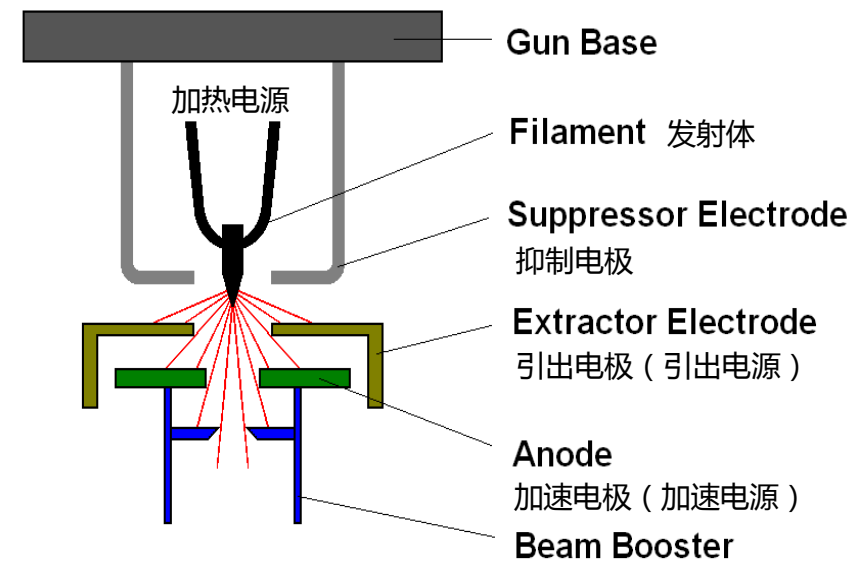
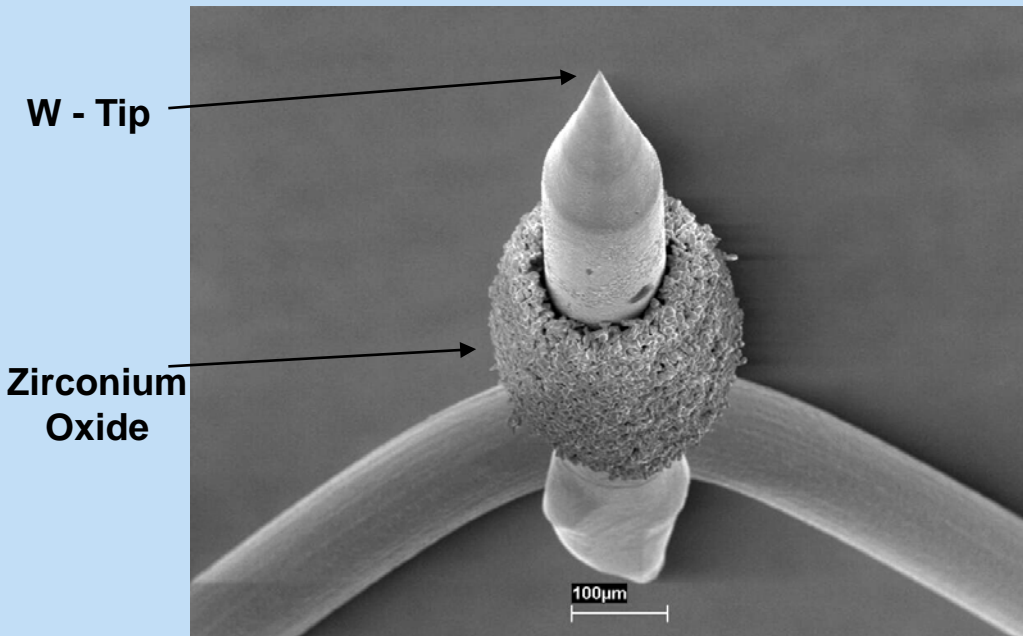
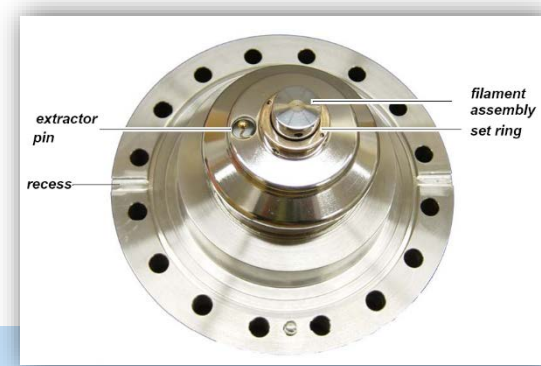
热场发射

Material: ZrO / W (100)



肖特基场发射电子枪

Thermal Field Emission (TFE)



- highly stable thermal FEG, < 0.5 % /h variation
- low beam noise , < 1 %
- *Emission occurs from the crystalline facet (horizontal at the top) that is about 0.3 µm across.*

加热电路和发射电路

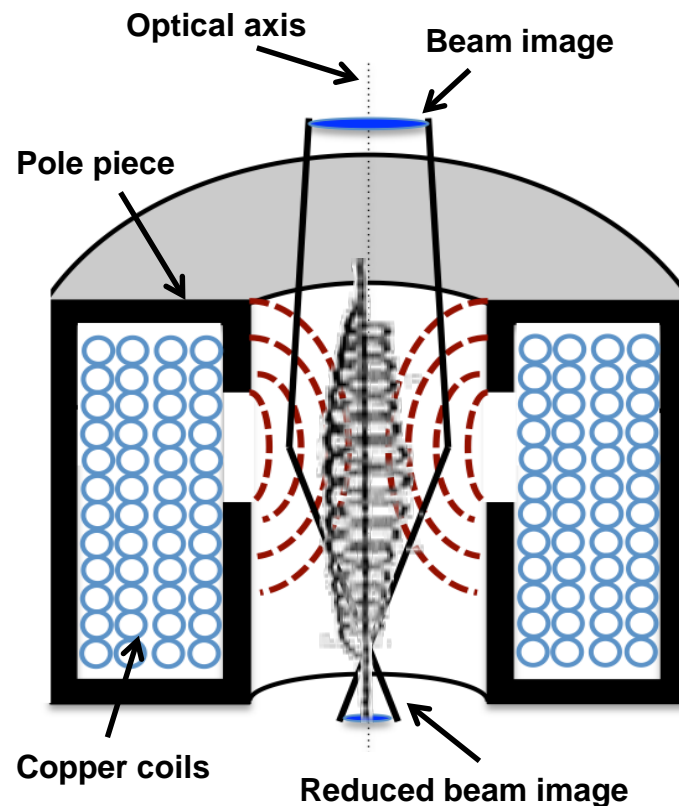
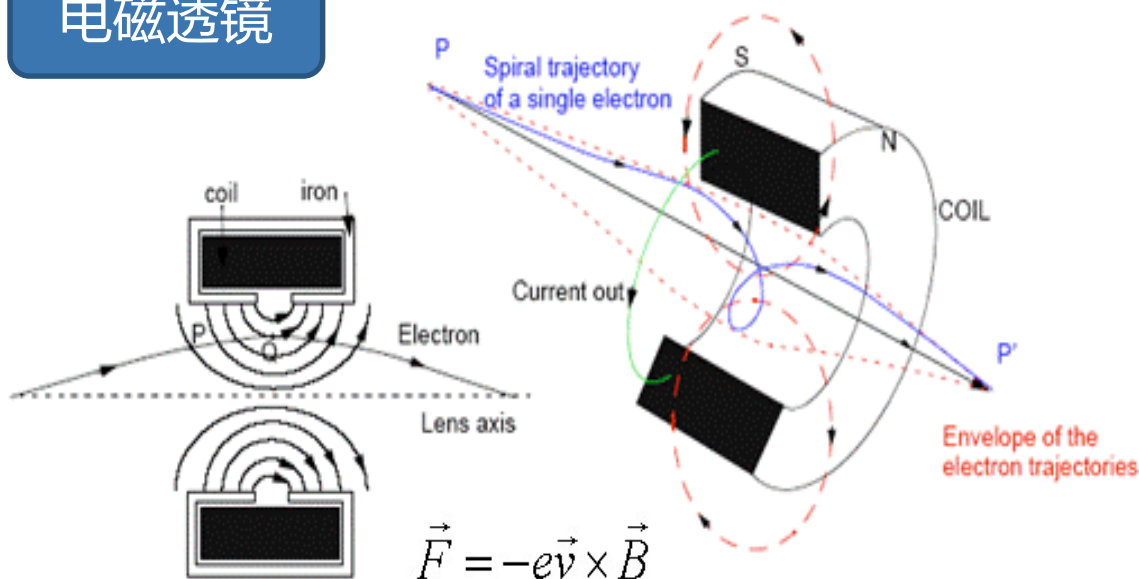
三级结构

电子源性能比较 (Electron Source Performance Comparison)

发射器类型	热灯丝	热灯丝	冷场发射	肖特基场发射
阴极材料	钨	六硼化镧	钨(310)	氧化钨/钨(100)
工作温度[K]	2800	1900	300	1800
阴极寿命 [h]	200	>500	>2000	>2000
阴极半径[nm]	60000	10000	≤100	≤1000
有效半径[nm]	15000	5000	2.5	15
发射电流密度[A/cm ²]	3	30	17000	5300
总发射电流 [μA]	200	80	5	200
正常亮度[A/cm ² .sr.kV]	1.10 ⁴	1.10 ⁵	2.10 ⁷	1.10 ⁷
最大探针电流[nA]	1000	1000	5	200
枪口能量扩展度[eV]	1.5-2.5	1.3-2.5	0.3-0.7	0.35-0.7
束流噪音[%]	1	1	5-10	1
发射电流漂移 [%/h]	0.1	0.2	5	<0.5
工作真空[hPa]	≤1.10 ⁻⁵	≤1.10 ⁻⁶	≤1.10 ⁻¹⁰	≤1.10 ⁻⁸
对外界影响敏感度	最小	最小	高	低
阴极除气	无要求	无要求	每6-8个小时	无要求

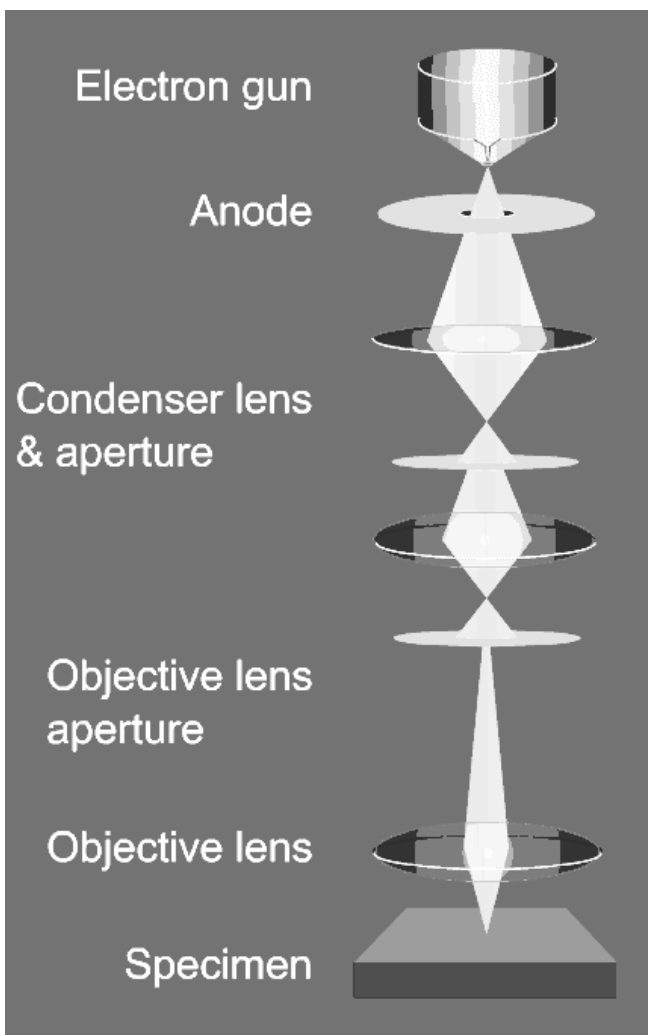
电磁透镜 Electro Magnetic Lens

电磁透镜



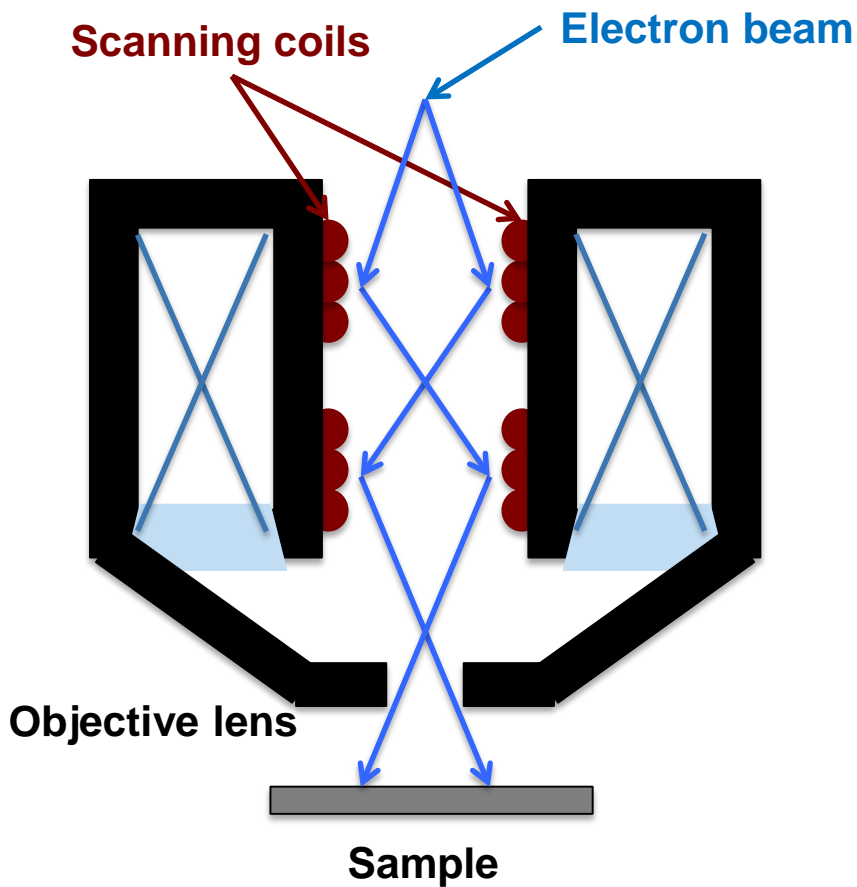
- 磁场只改变电子运动方向，不改变电子运动的速度（能量）。
- 电子束在旋转对称的磁场中可起到聚焦的作用。
- 电磁透镜由极靴（pole piece）和铜线圈（copper coil）两部分组成。

电磁透镜 Electro Magnetic Lens

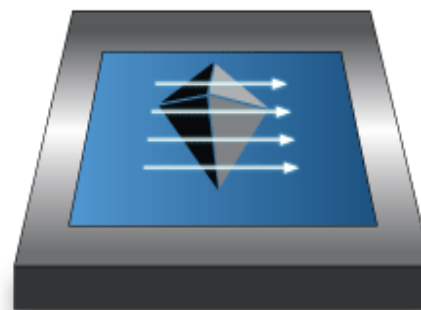


- 聚光镜位于电子枪下方。
- 两个聚光镜为强透镜，用于缩小电子束斑，使原来直径约为 $50\mu\text{m}$ 的束斑缩小成一个只有 1nm 左右的细小束斑。
- 物镜位于镜筒最下方，用来将电子束汇聚在样品上。
- 物镜为弱透镜，具有较长的焦距，以适应工作距离的变化，同时避免磁场对二次电子轨迹的干扰。
- 聚焦旋钮就是用来调节物镜电流的。

扫描线圈 Scanning Coil



- 产生偏转磁场，控制电子束扫描范围。
- 决定图像的放大倍数。



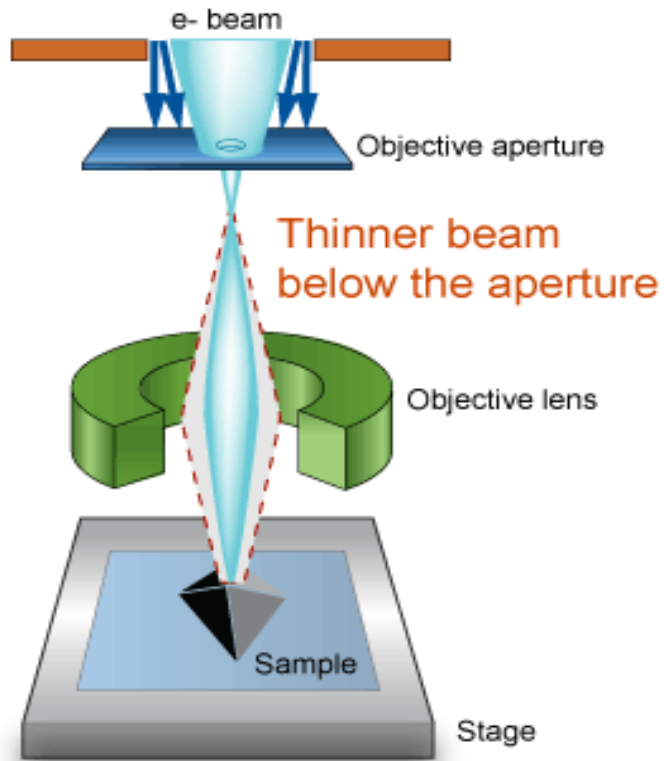
Low magnification



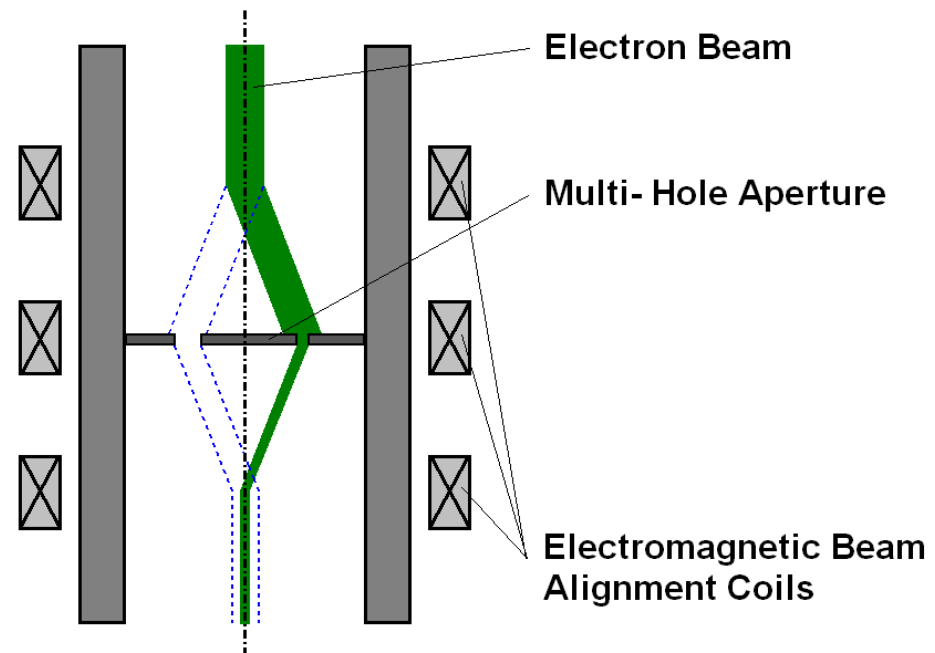
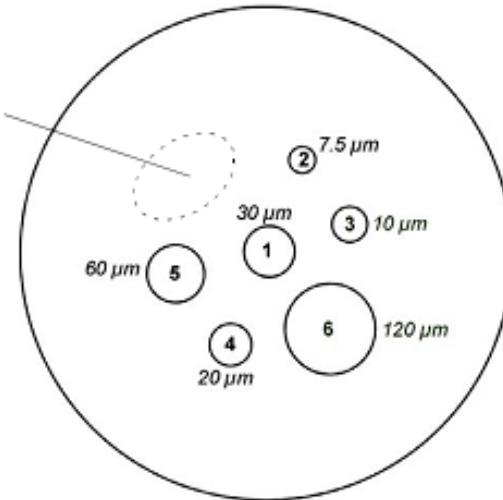
High magnification

物镜光阑

Objective Lens Aperture



blanking position



- 选择电子束的孔径角
- 控制束流的大小及束斑
- 调节景深

扫描电子显微镜(SEM)的基本结构



—镜筒部分

聚光镜和物镜

- 聚光镜采用整体极靴结构，一般含有2个透镜，汇聚电子束。
- 物镜物镜一般采用长焦距，使电子束在样品表面聚焦。

扫描线圈

- 决定电子束在样品表面的扫描速率和扫描范围。

物镜光阑

- 控制束流和束斑
- 控制电子束孔径角
- 调节景深

合轴线圈

- 改变因电子枪（灯丝）安装而引起的电子束的偏离，使电子束处于电子光学中轴线。

消象散器

- 消象散

电镜分辨率 Resolution



$$R = \frac{0.61 \lambda}{n \sin \alpha}$$

	$\lambda = h / (2m_0 eV)^{1/2}$	实际分辨率
LM	~400nm	200nm
SEM	0.007nm(30kV)	1.0nm
TEM	0.0027nm(200kV)	0.2nm

电子波波长很短，在100kV的加速电压下，电子波波长为0.0037nm，用这样短波长的电子波做显微镜的照明源，根据 $R = 0.61\lambda / n \sin \alpha$ 计算，显微镜的最小分辨率可达0.002nm左右，然而到目前为止，电镜的最佳分辨率仍停留在0.1-0.2nm的水平，这是因为电磁透镜存在球差、像散及色差等各种缺陷----像差。

电磁透镜

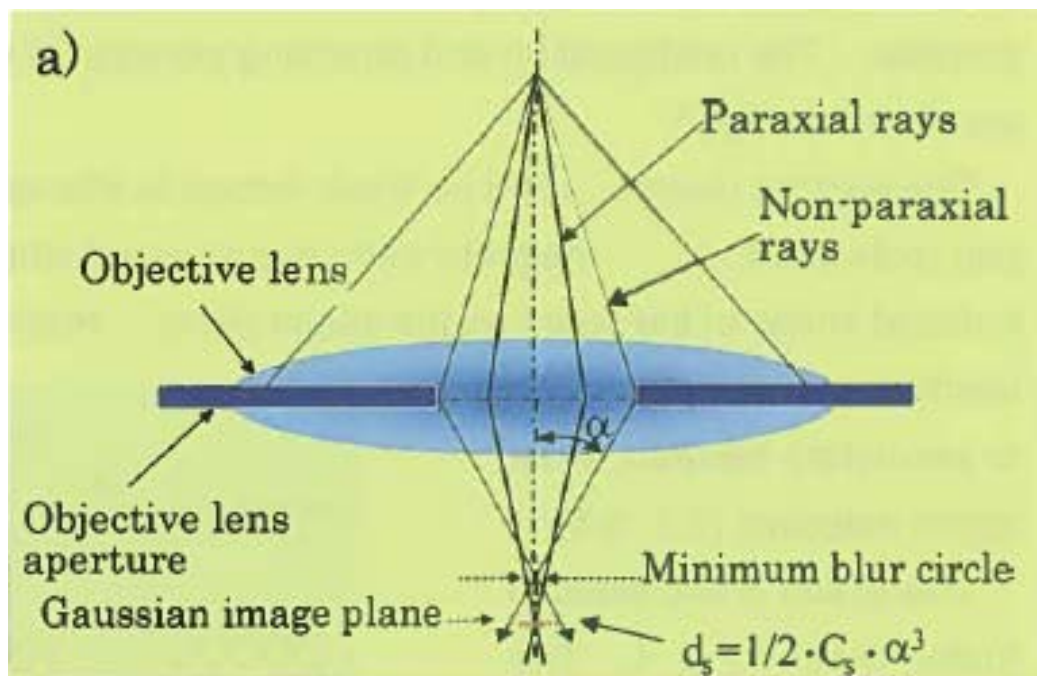
——像差 Aberration



a) 球差 (Spherical aberration) : 由于电磁透镜中心区域和边缘区域对电子会聚能力不同而造成的。

- 远轴电子通过透镜时被折射得比近轴电子厉害。
- 由磁场强度在极靴间不均匀造成。

$$d_s = 0.5 C_s \alpha^3$$



电磁透镜

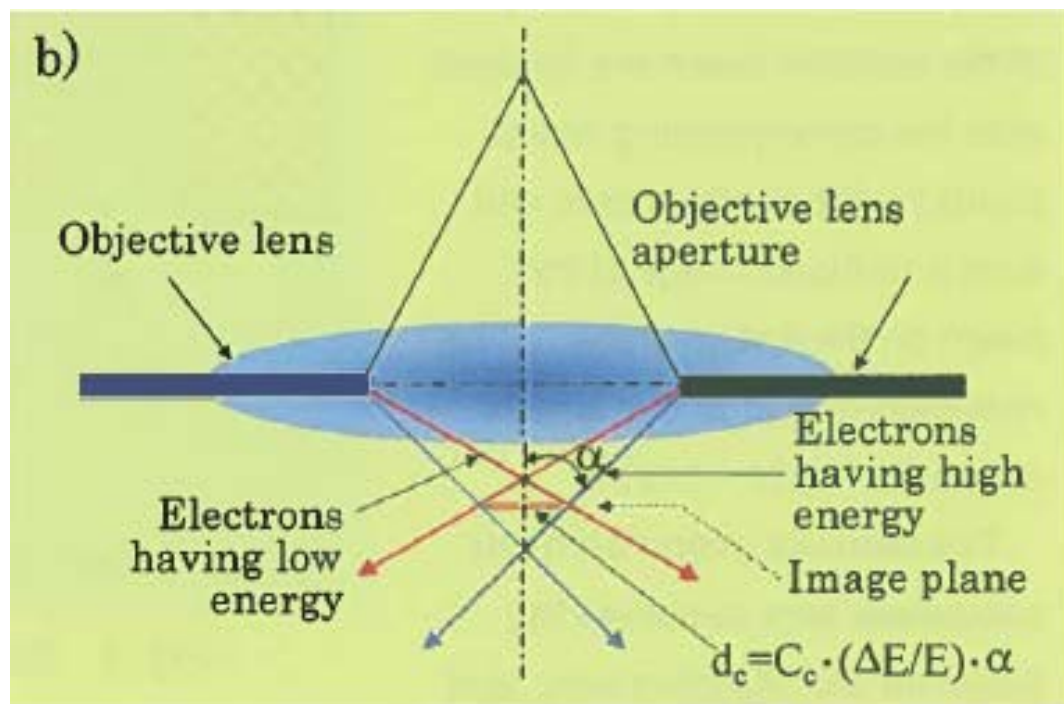
——像差 Aberration



b) 色差 (Chromatic aberration) : 由于成像电子的能量不同引起的一种像差。

- 能量大的电子聚焦在距透镜中心比较远的地点，而能量较低电子聚焦在距透镜中心比较近的地点。

$$d_c = C_c (\Delta E / E) \alpha$$



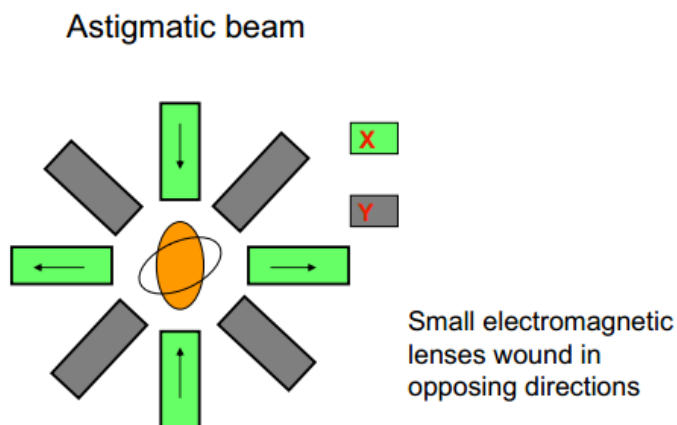
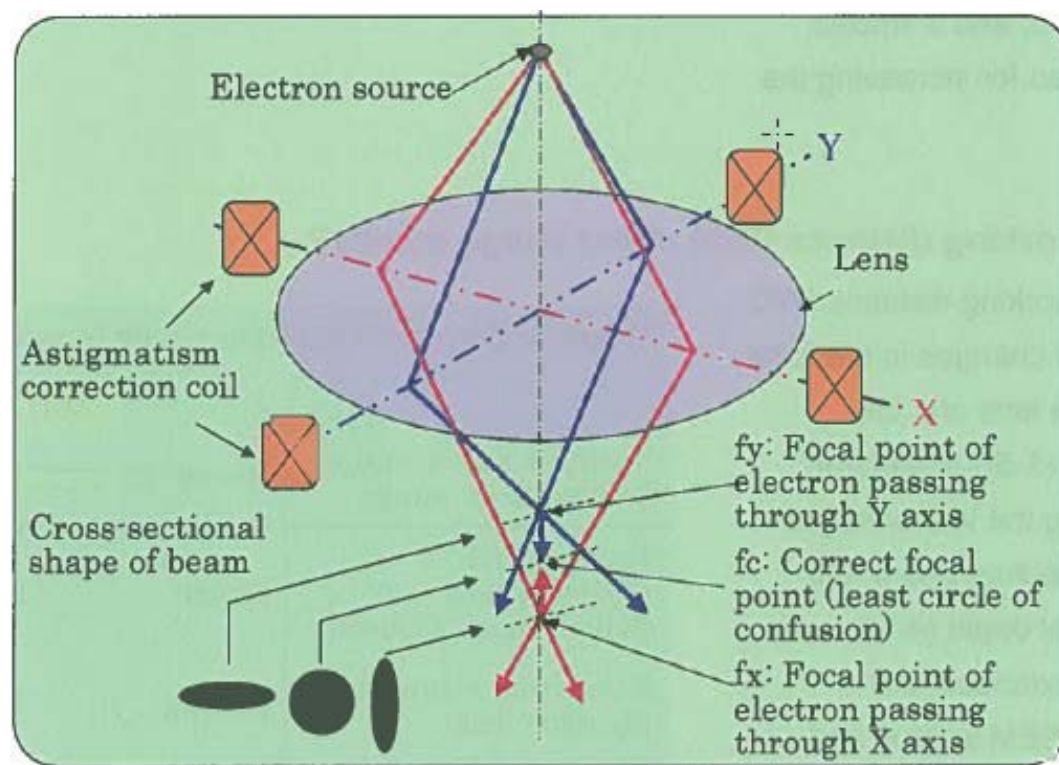
电磁透镜

——像差 Aberration



c) 像散 (Astigmatism) : 由于透镜的磁场轴向不对称所引起的一种像差。

- 圆形电子束经透镜后形成椭圆形光束。
- 可使用像散矫正装置 (Stigmator) 消除。



电磁透镜

——像差 Aberration

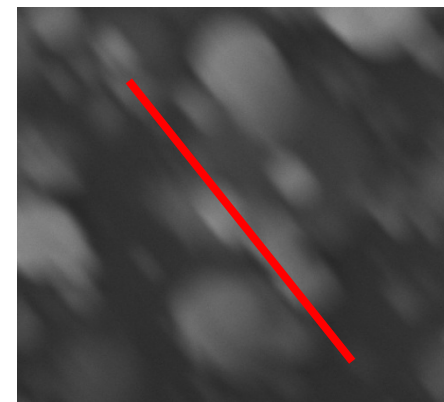
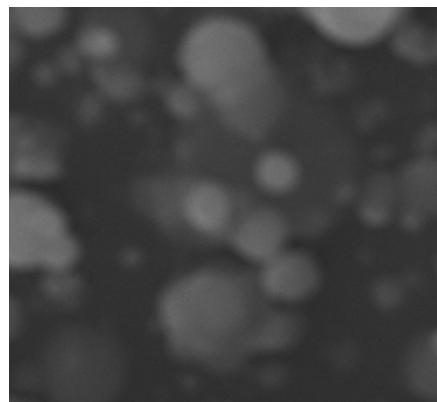
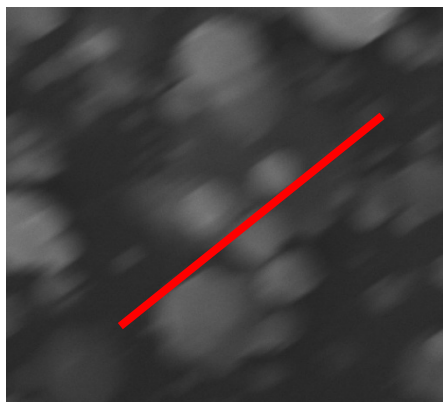


欠焦

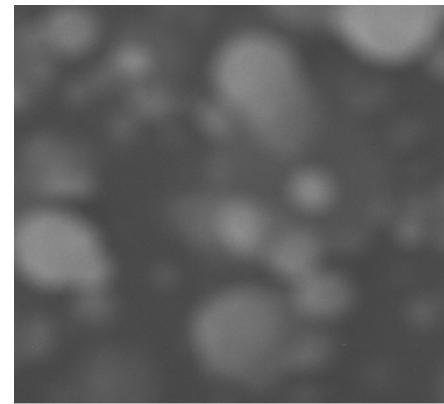
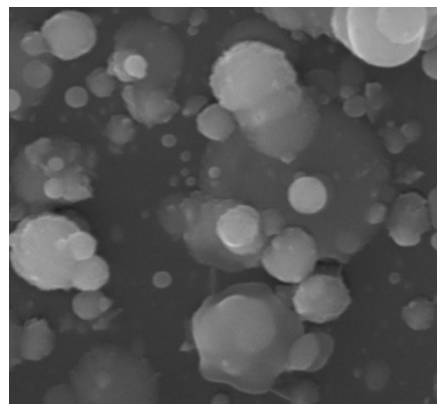
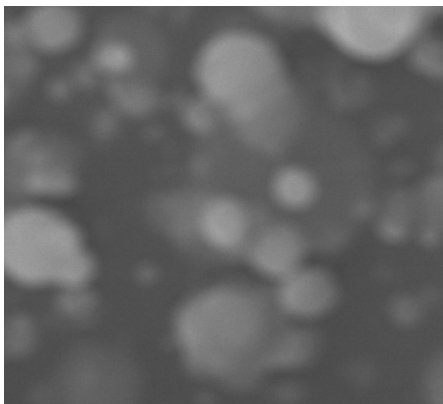
正焦

过焦

校准前



校准后



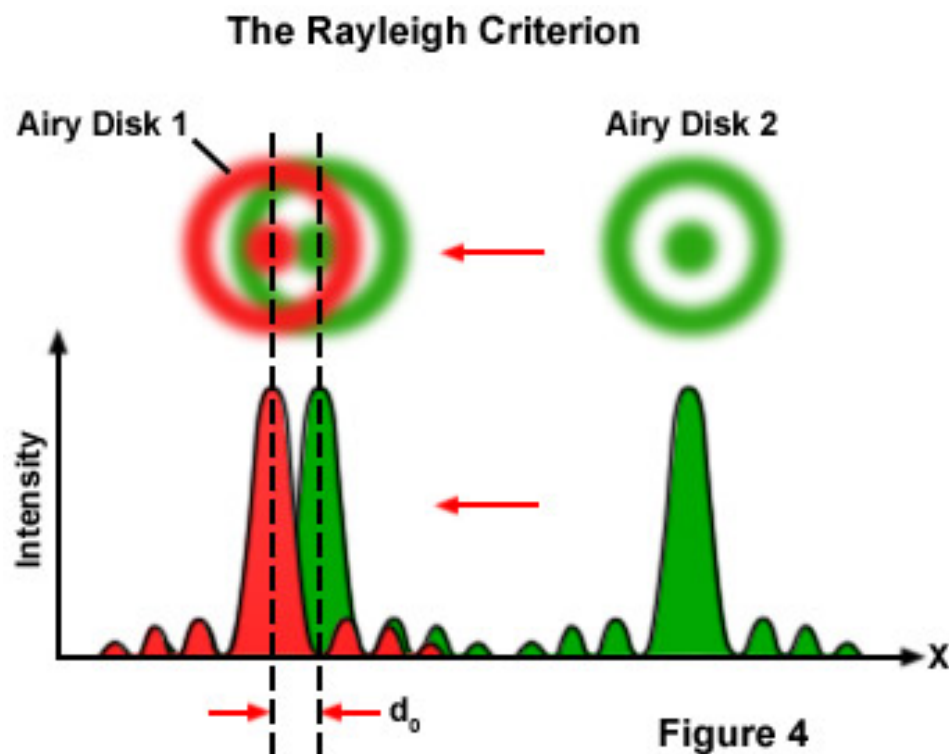
电磁透镜

——像差 Aberration



d) 衍射差 (Diffraction aberration) : 由于电子的波动性，当它通过小孔光阑时会发生衍射现象。

$$d_d = 0.6 \frac{\lambda}{\alpha_i}$$



像差对束斑尺寸的影响

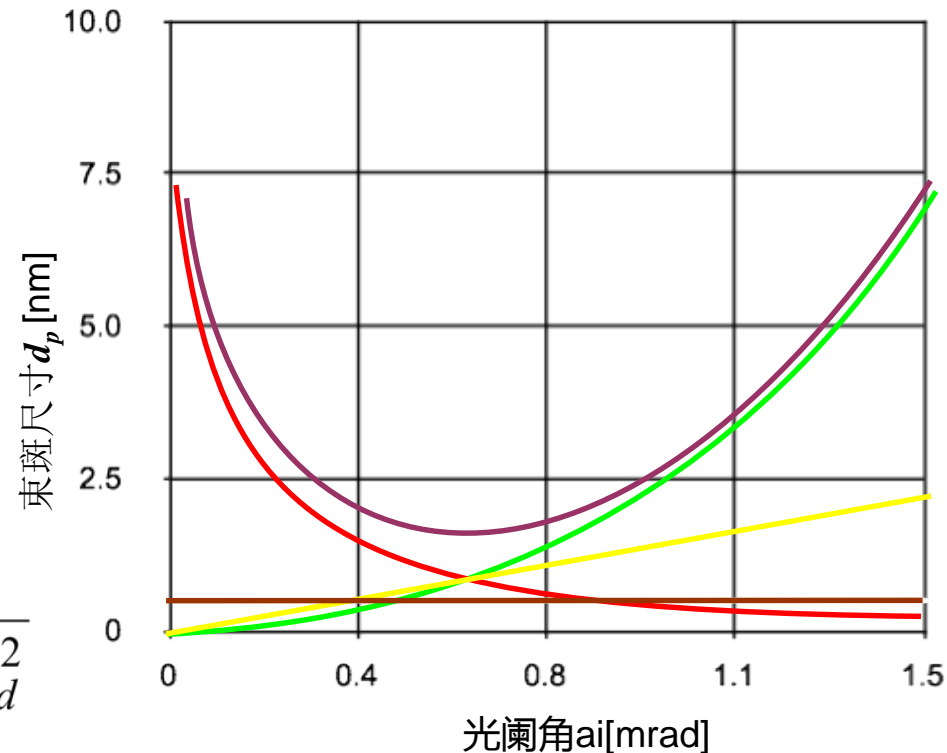
球差: $d_S = 0.5 C_S \alpha_i^3$

色差: $d_C = C_C \frac{\Delta U}{U} \alpha_i$

衍射差: $d_d = 0.6 \frac{\lambda}{\alpha_i}$

束斑尺寸:

$$d_P = \sqrt{(M \times d_g)^2 + d_S^2 + d_C^2 + d_d^2}$$



通过碳基体上Au颗粒（其自然衬度值C=100%），在EHT=20kV，Aperture=100um，WD=10mm，理想束斑尺寸 $d_k=2.3\text{nm}$ ，计算像差的影响，实际最终束斑尺寸 $d_p=5.2\text{nm}$ 。说明即使在检测衬度最大的样品和用高效探测器，能够获得的最小束斑尺寸或最佳分辨率也只为5nm左右。

影响分辨率的主要因素

• 加速电压

- 电压越高,分辨率越好
 - 电子波长更短
 - 更多的电子打入到样品表面以下, 电子溅射区域越小.

• 光源

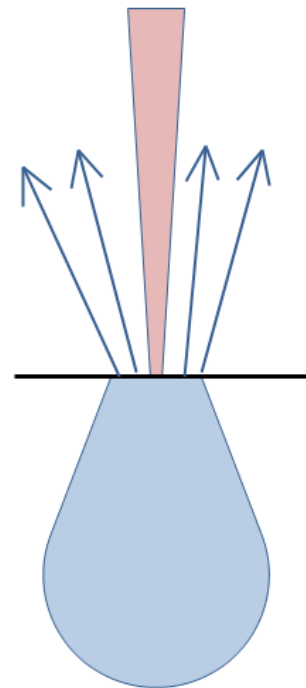
- 发射电子的能量一致性好(色散小)
- 越接近点光源, 越容易汇聚成小的束斑

• 束流的大小

- 束流越小越容易汇聚, (电子是带电粒子, 相会会互相排斥)

• 透镜

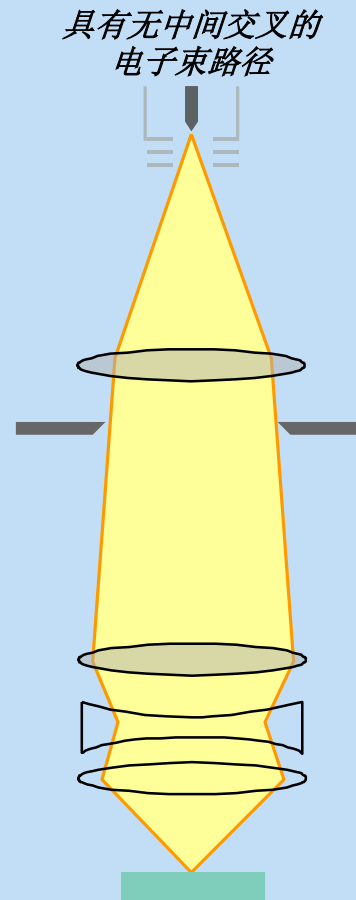
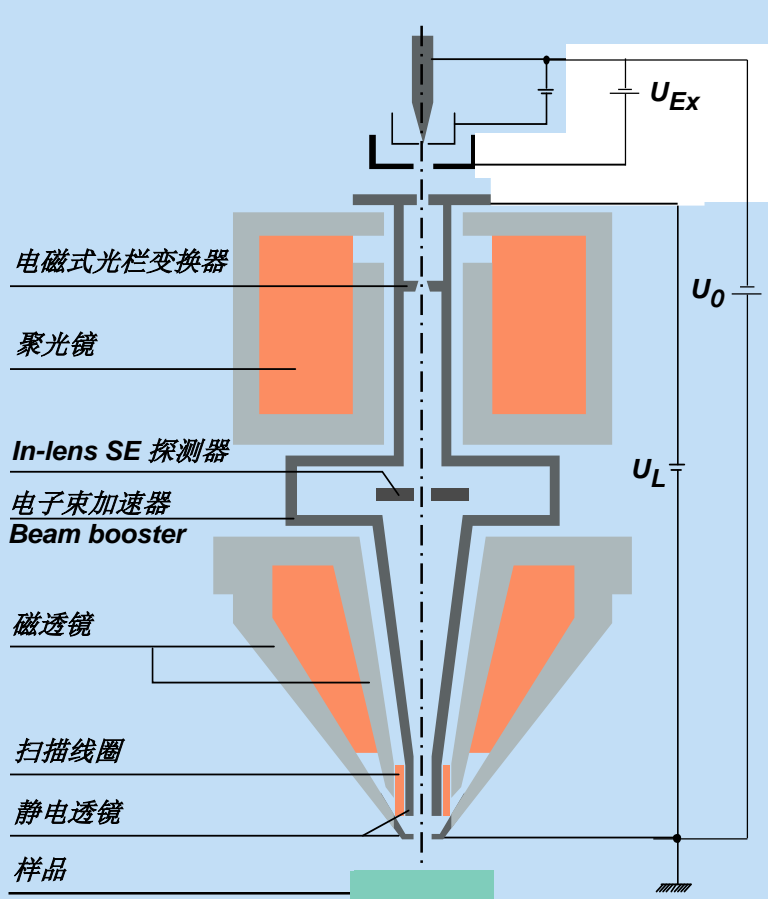
- 透镜的对称性越好, 汇聚越好。



影响电镜分辨率的主要因素不再是波长, 而是束斑的大小 (在理想情况下, 二次电子像的分辨率应等于束斑直径)。电子束斑大小是提高分辨率的关键, 为了减小束斑直径, 使用高亮度场发射电子枪、减小像差、提高检测效率, 均为行之有效的方法。

电子光学

Gemini 镜筒的工作原理



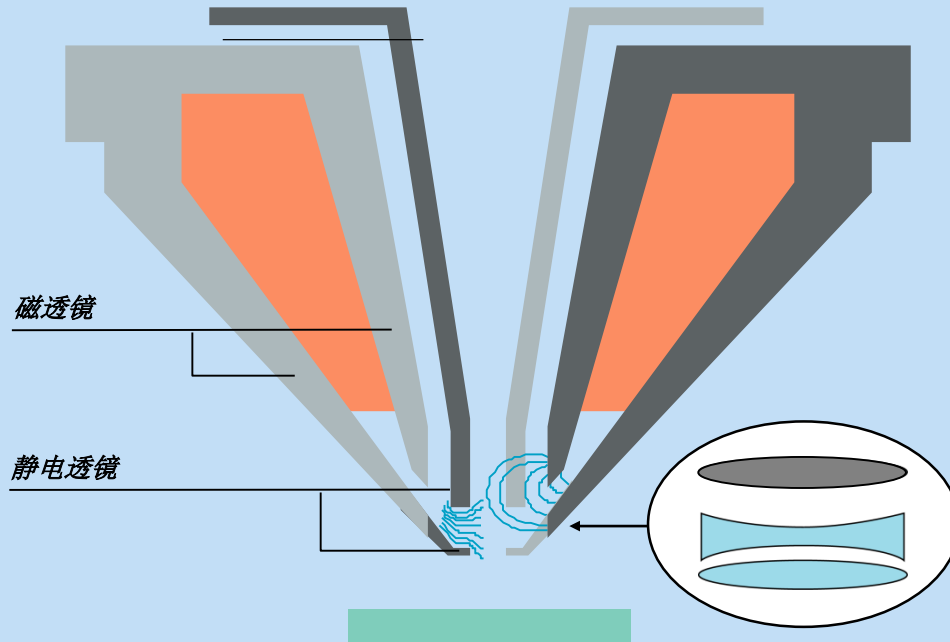
特点

- 高稳定热场发射电子枪 (FEG) 变化 $< 0.5 \% / h$
- 低电子束噪声 $< 1 \%$
- 无交叉电子束路径 无 Boersch 效应, 大景深
- 电子束加速器

覆盖整个电子束能量范围的极好的图像分辨率, 独特的低至 **100 eV**。对于环境杂散磁场具有高的抵御能力

电子光学

Gemini 镜筒的工作原理



复合磁/静电物镜的原理
和它的等效光学示意

在样品上无磁场!!
在所有 kV 保持不变!



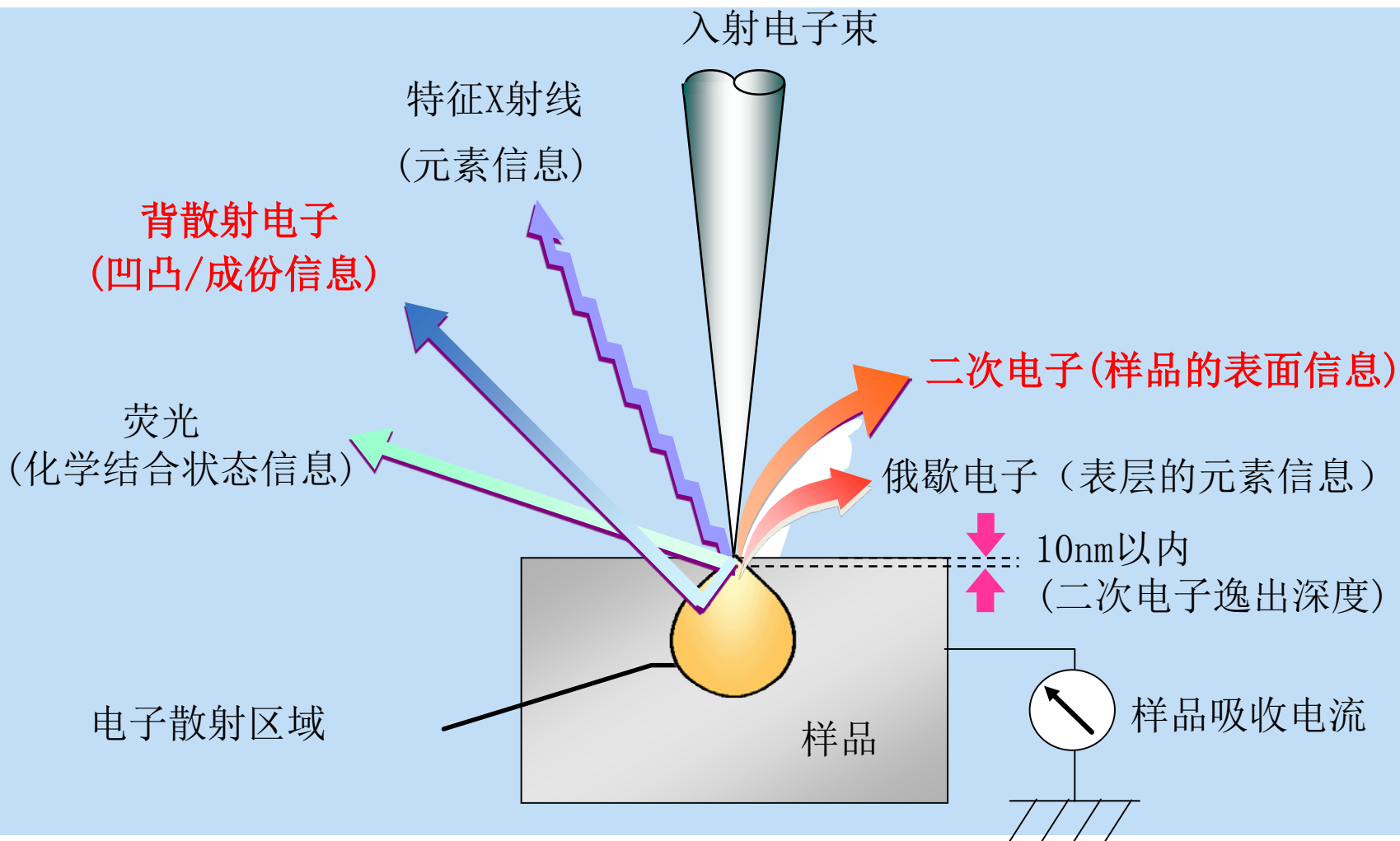
信号探测系统

Signal Detection System

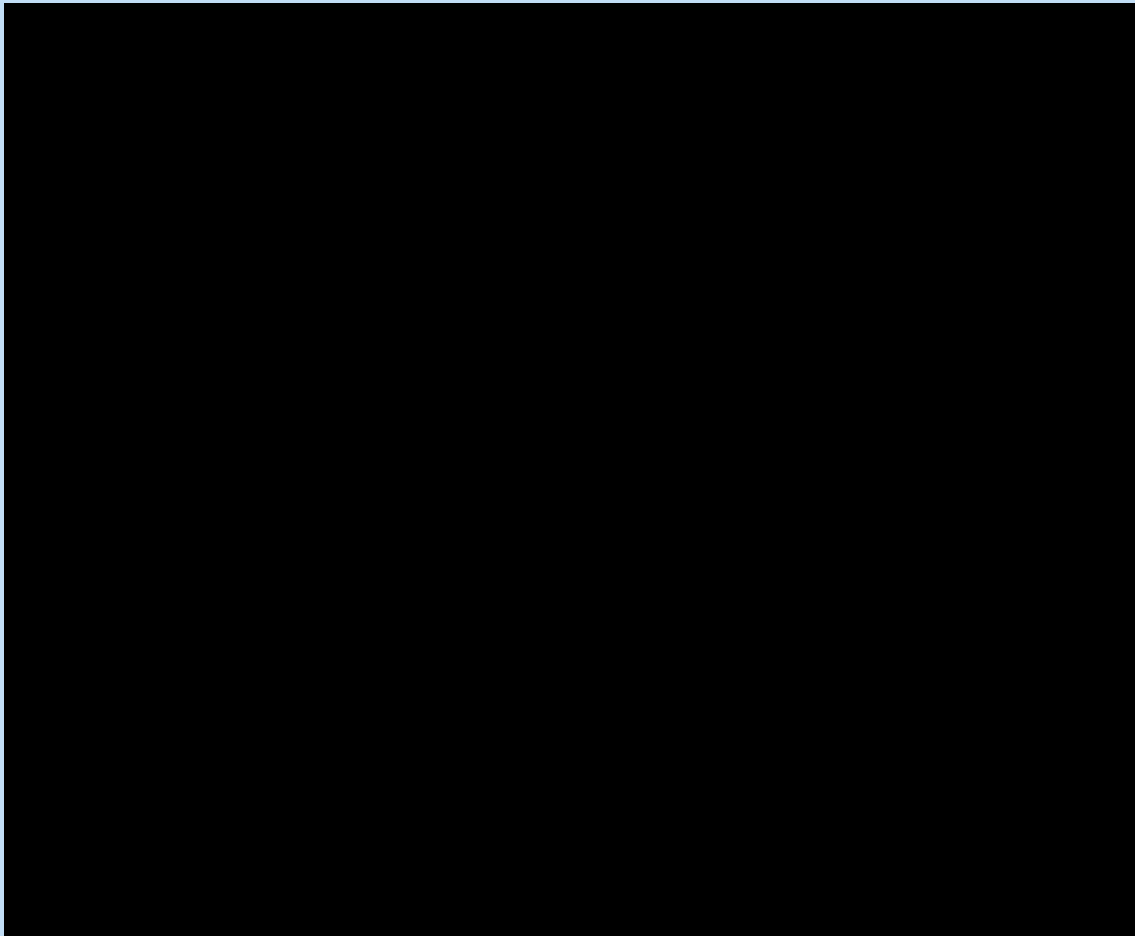


- ❑ 电子束与样品的相互作用
- ❑ 二次电子探测器
- ❑ 背散射电子探测器
- ❑ X射线能谱

入射电子束在样品中激发出的各种信号



入射电子束在样品中激发出的各种信号

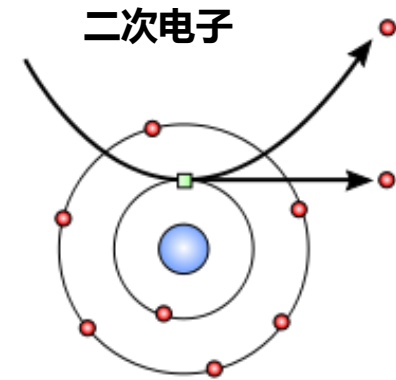


不同的信号电子携带不同的样品信息

SE (Secondary Electron) :

入射电子大量电离样品原子核外电子，使其变成自由电子从样品出射，称为二次电子。

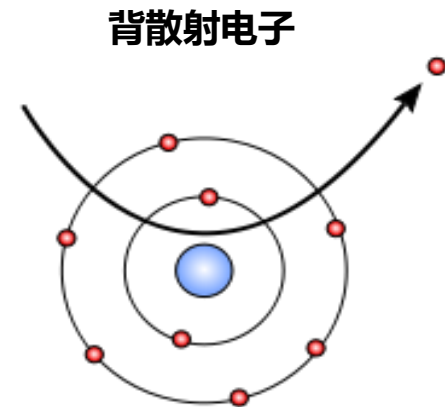
- 能量低于50eV；
- 出射深度10nm；
- 成像分辨率高，完全携带样品形貌信息



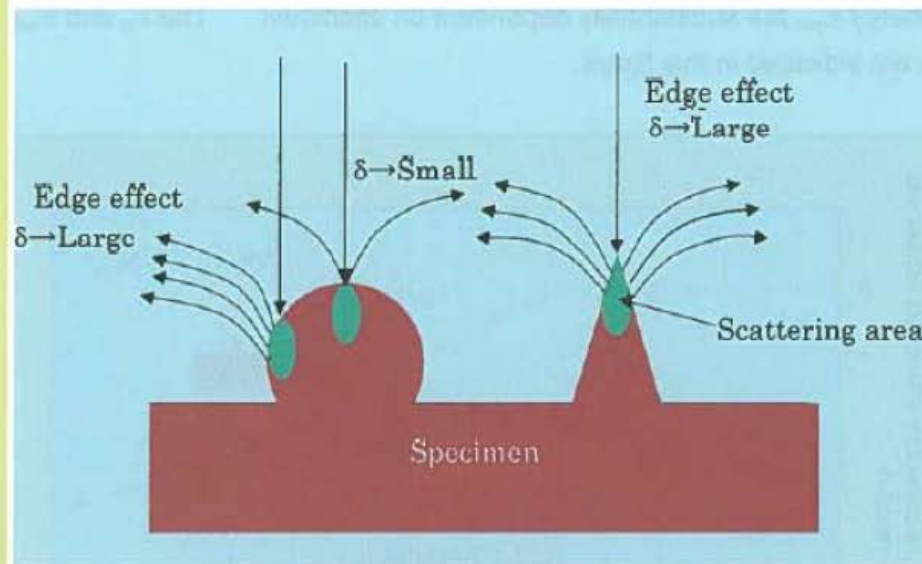
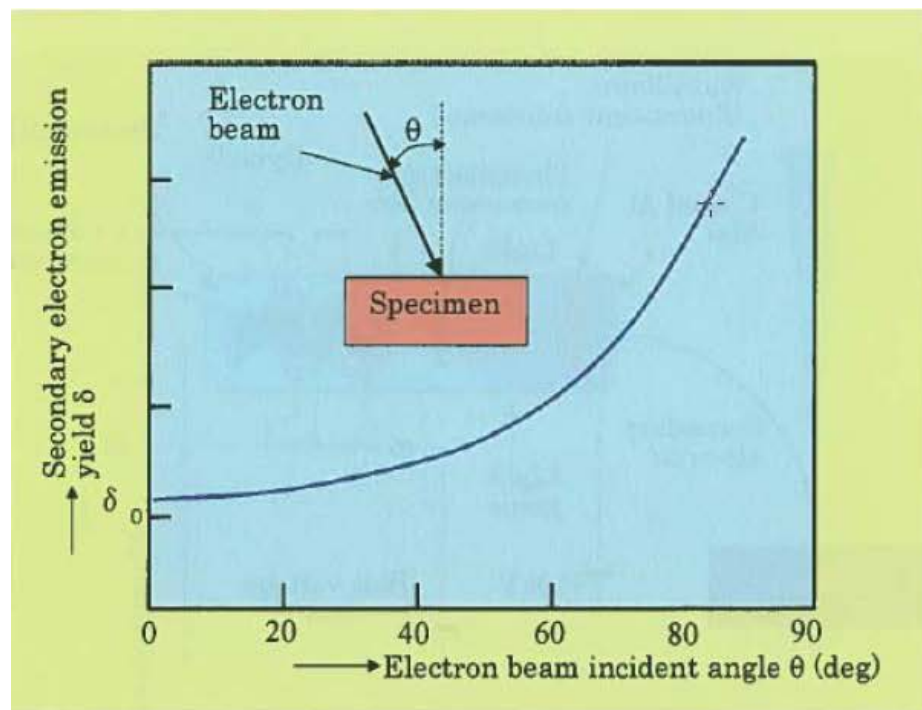
BSE (Backscattered Electron)

入射电子在样品中某个深度区域受到散射，反向射出样品表面，称为背散射电子。

- 出射范围大约10~1000nm；
- 携带区域内的形貌和成分信息；



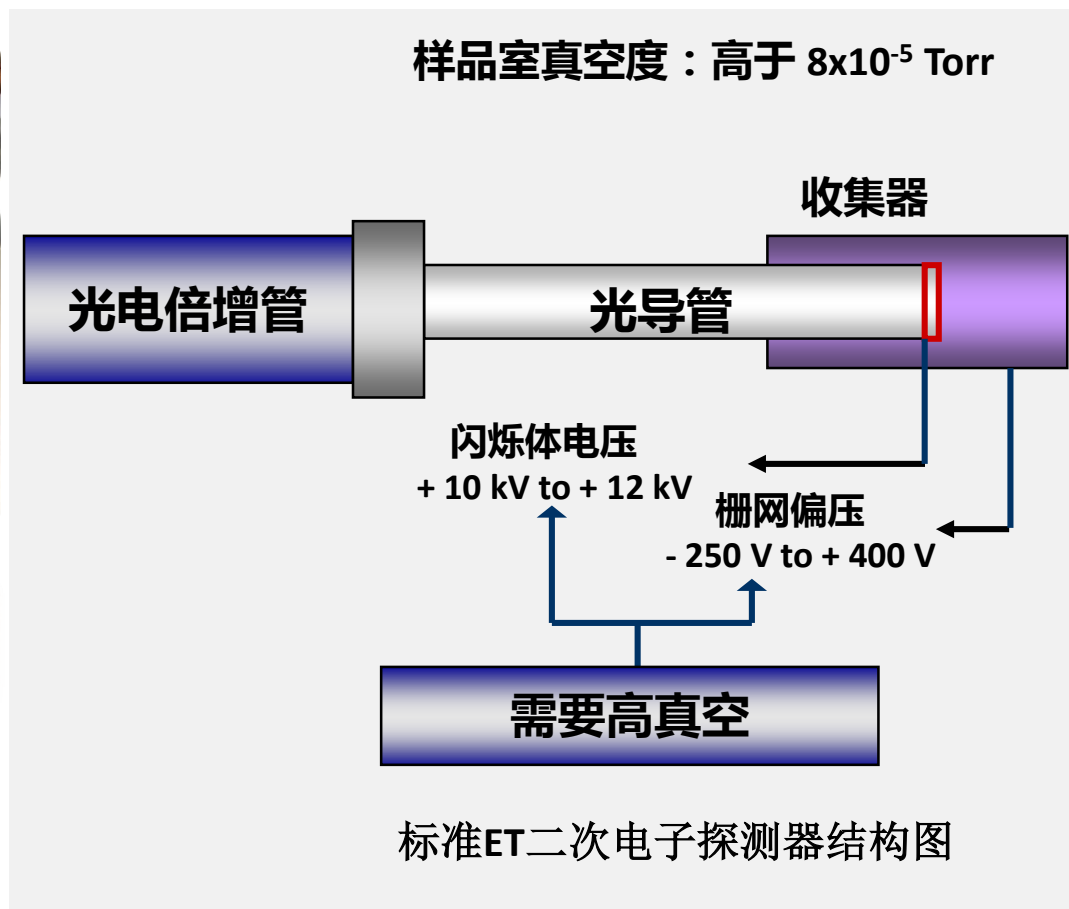
二次电子 Secondary Electron (SE) 表征形貌衬度



$$\delta \propto \frac{1}{\sin \theta}$$

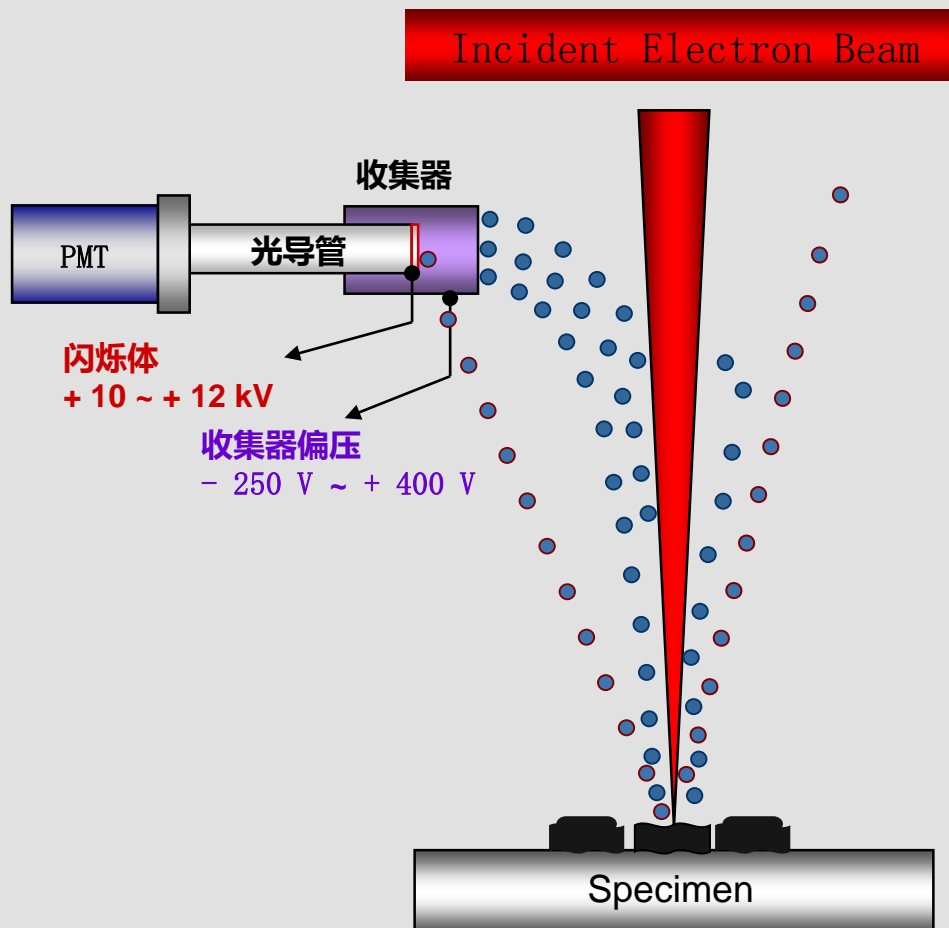
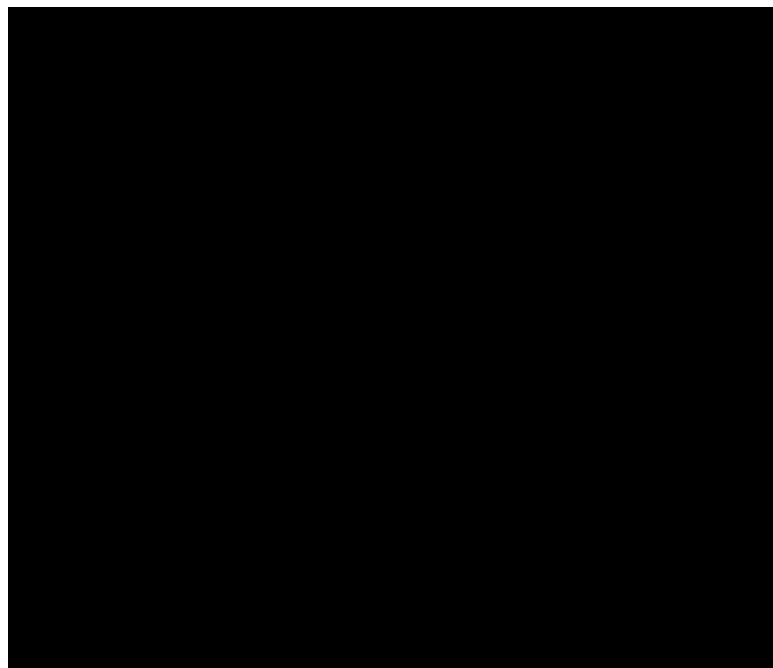
- 二次电子的产量 δ 与样品表面及入射电子束角度 θ 的角度有关
- 入射角度越大，二次电子产额越大，使用二次电子探头得到的图片叫形貌像

二次电子探测器

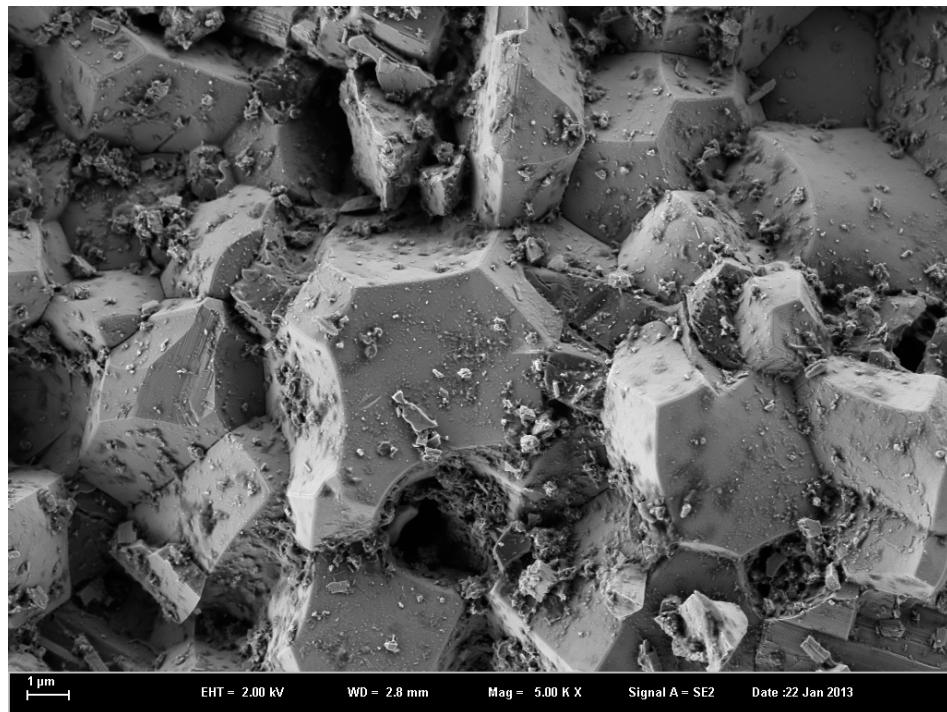


二次电子探测器

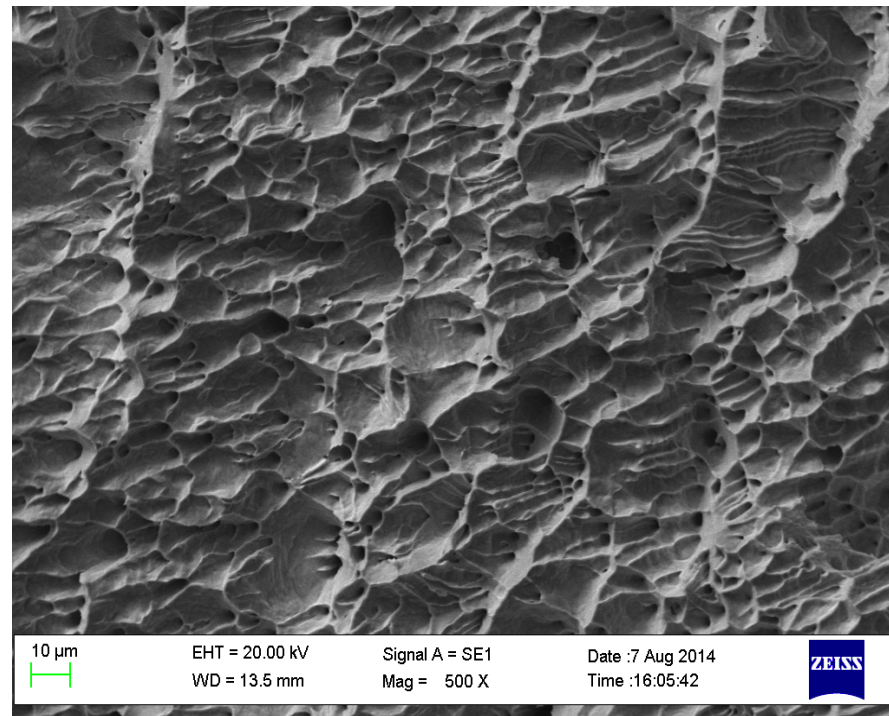
- 二次电子像分辨率高，景深好，立体感强
- 图像无阴影区
- 反映样品表面形貌



样品：陶瓷

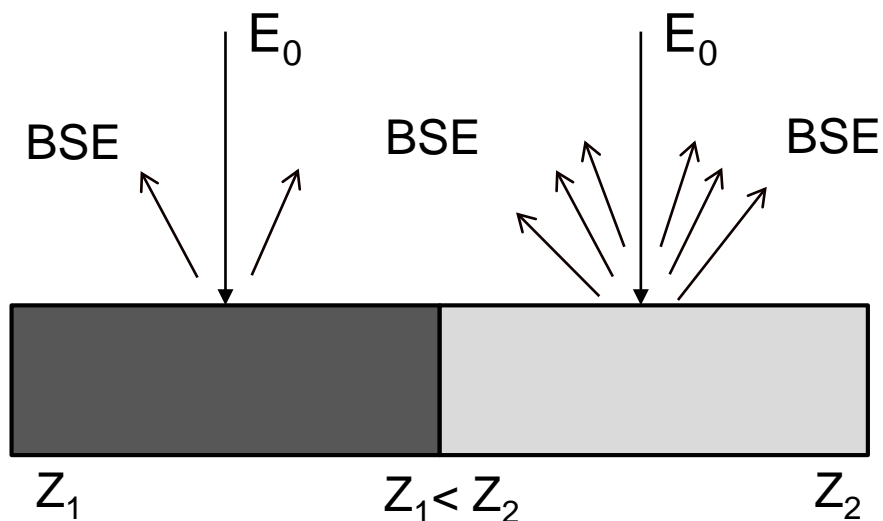


EHT: 2KV
Detector: SE2
Magnification: 5k

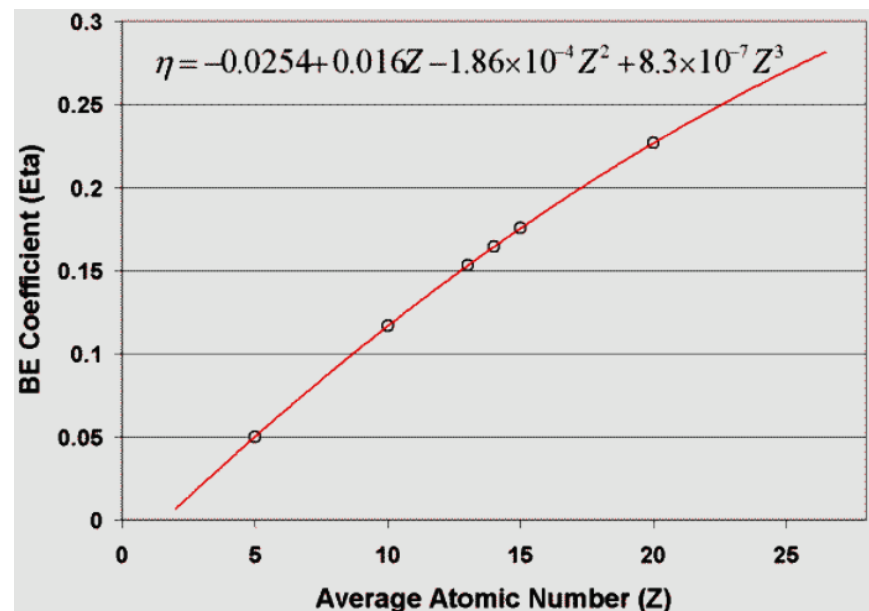


EHT: 20KV
Detector: SE2
Magnification: 500x

背散射电子 Backscattered Electrons (BSE) 表征成分衬度

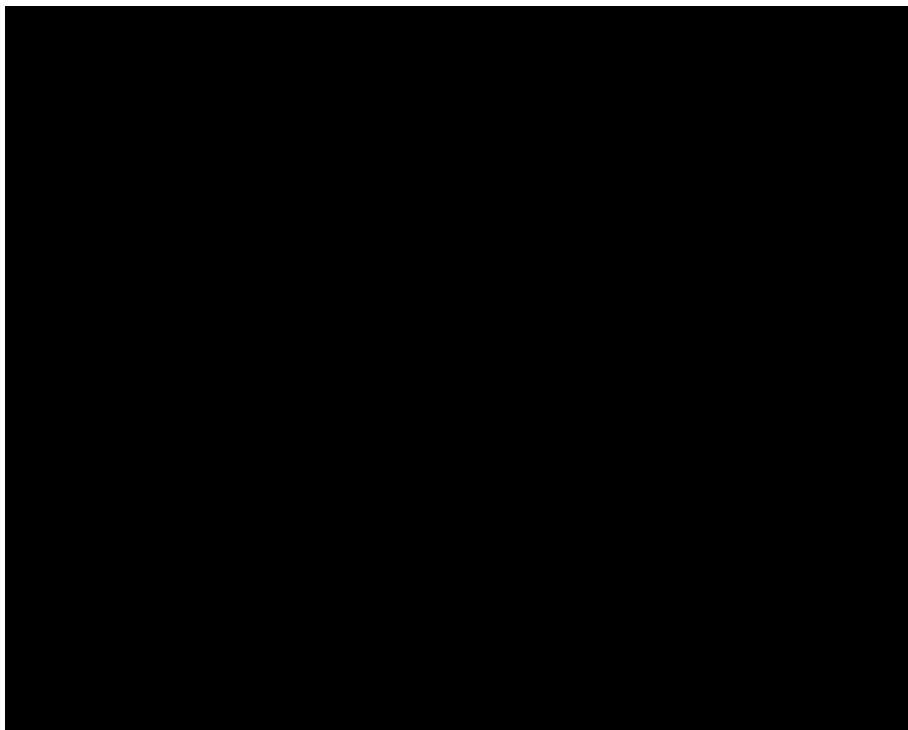


背散射电子产率示意图



- 背散射电子的数量与样品中原子核的大小有关，原子序数越高，背散射电子产率越高。
- 背散射电子图像反映样品中成分的不同。

背散射电子探测器 BSE Detector

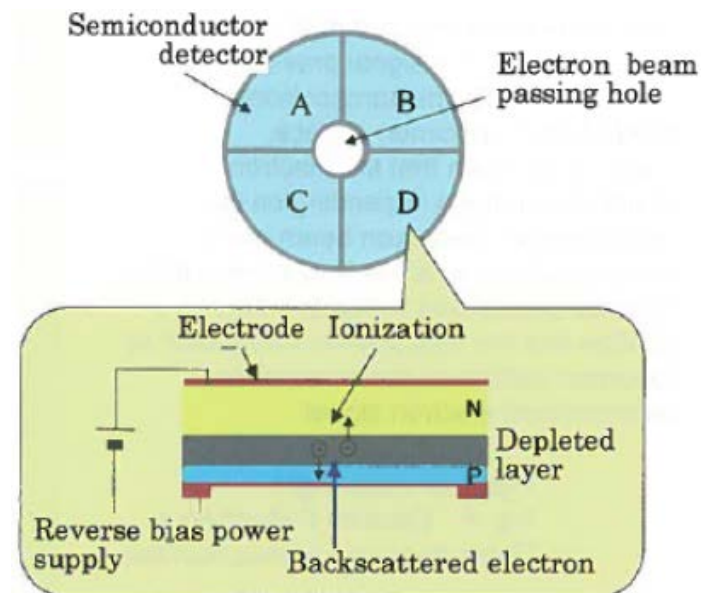
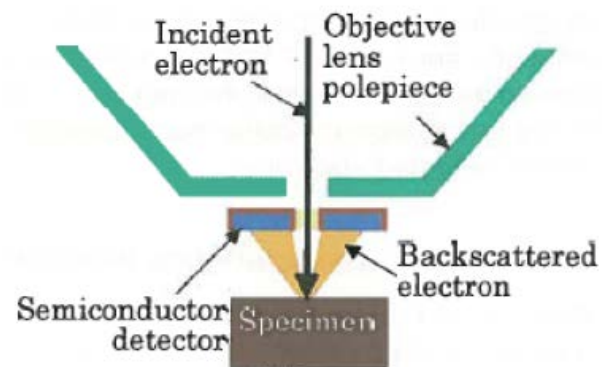


- 安装在物镜最下端
- 显示材料的衬度和晶体取向衬度
- 衬度随原子序数的增加而增加
- 只有大于某一阈值才会产生信号



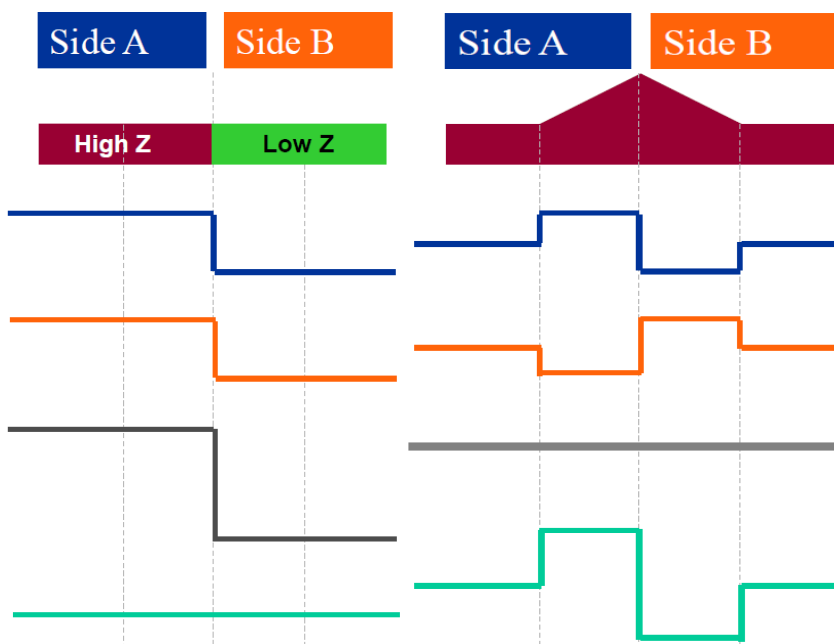
背散射电子探测器 BSE Detector

- 背散射电子的能量较大，背散射电子的发射深度为 $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ ，可用于低真空状态
- 反应样品的原子序数衬度、形貌衬度
- 一般情况下，分辨率不及二次电子图像

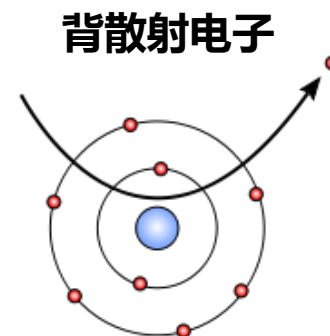
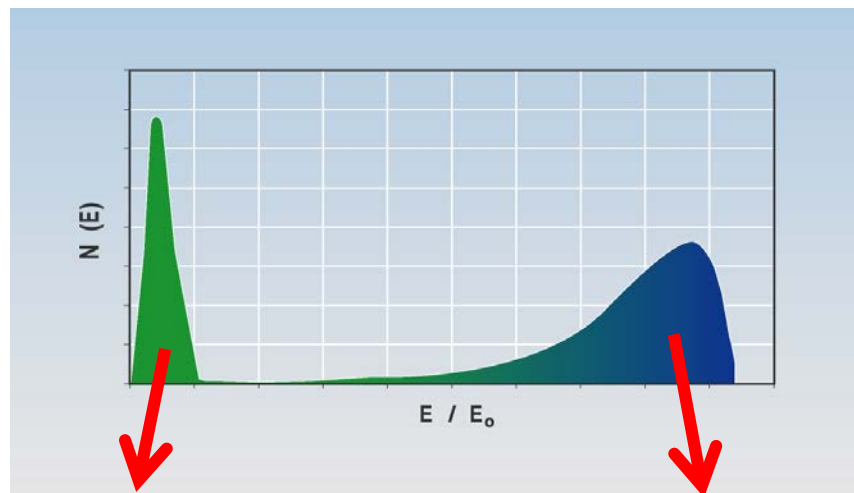
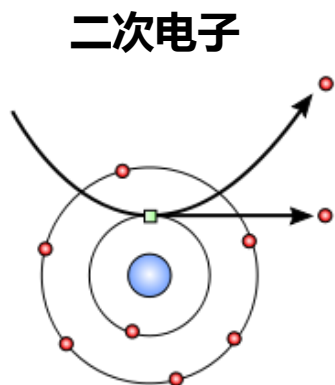


成分像成像原理

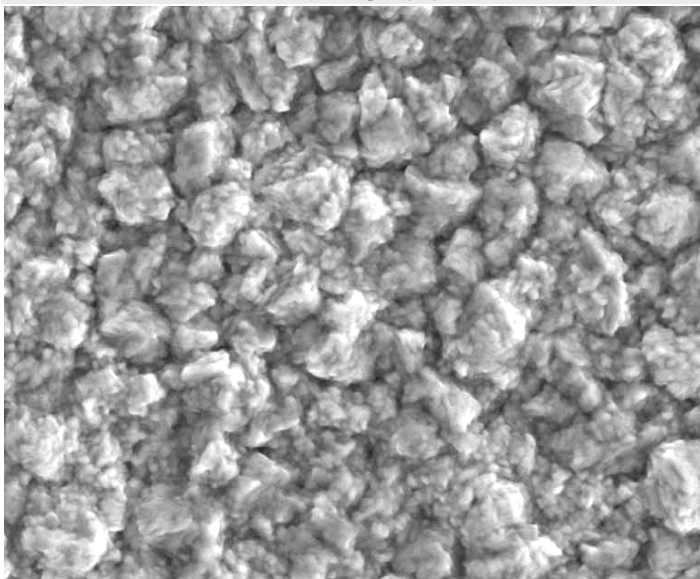
形貌像成像原理



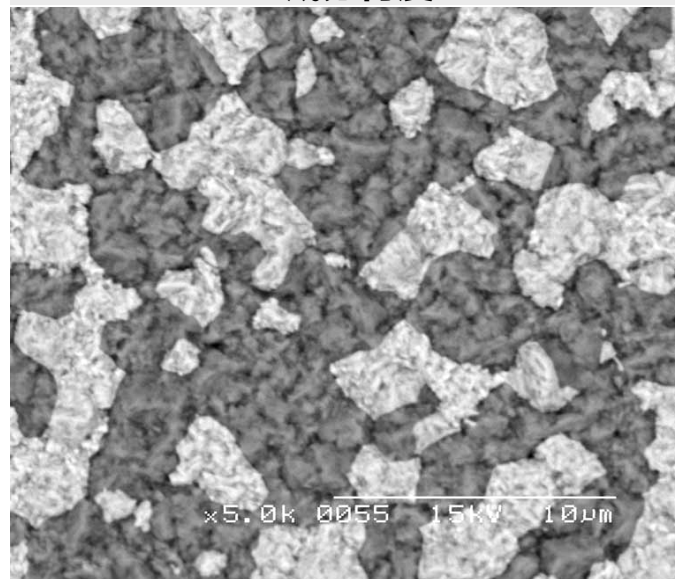
背散射电子 Backscattered Electrons (BSE) 表征成分衬度



形貌衬度



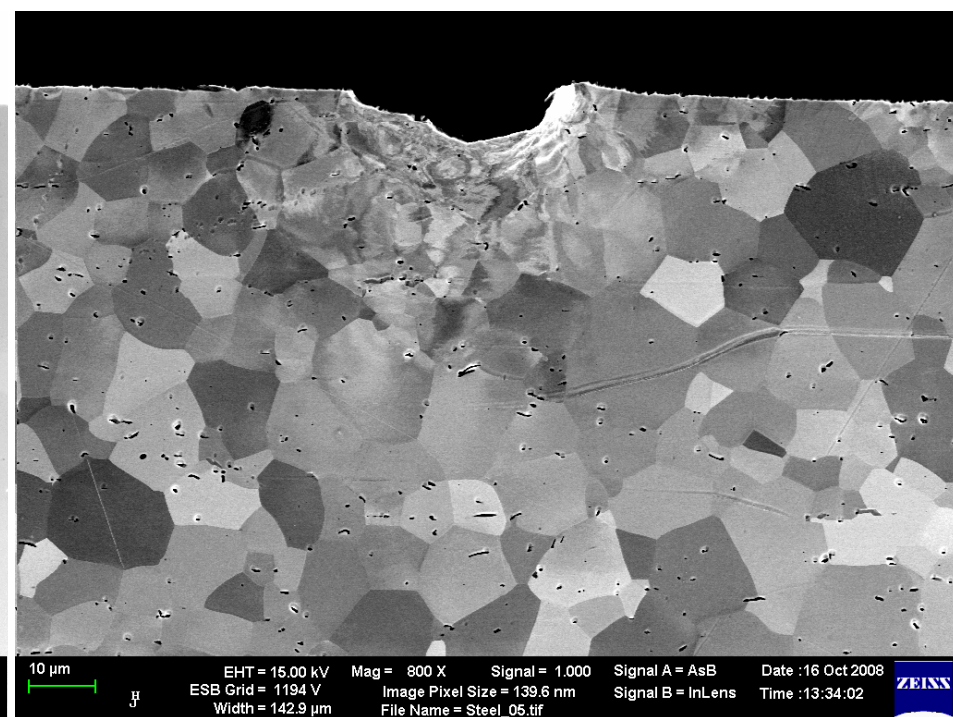
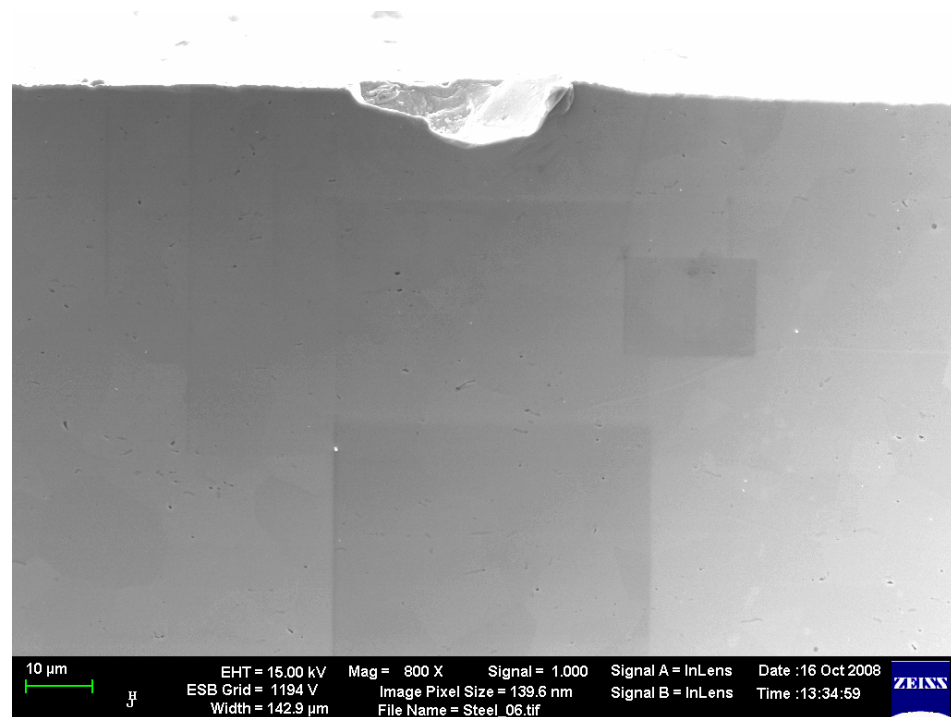
成分衬度



背散射电子 Backscattered Electrons (BSE) 表征通道衬度 Channeling Contrast



in-lens detector and AsB detector



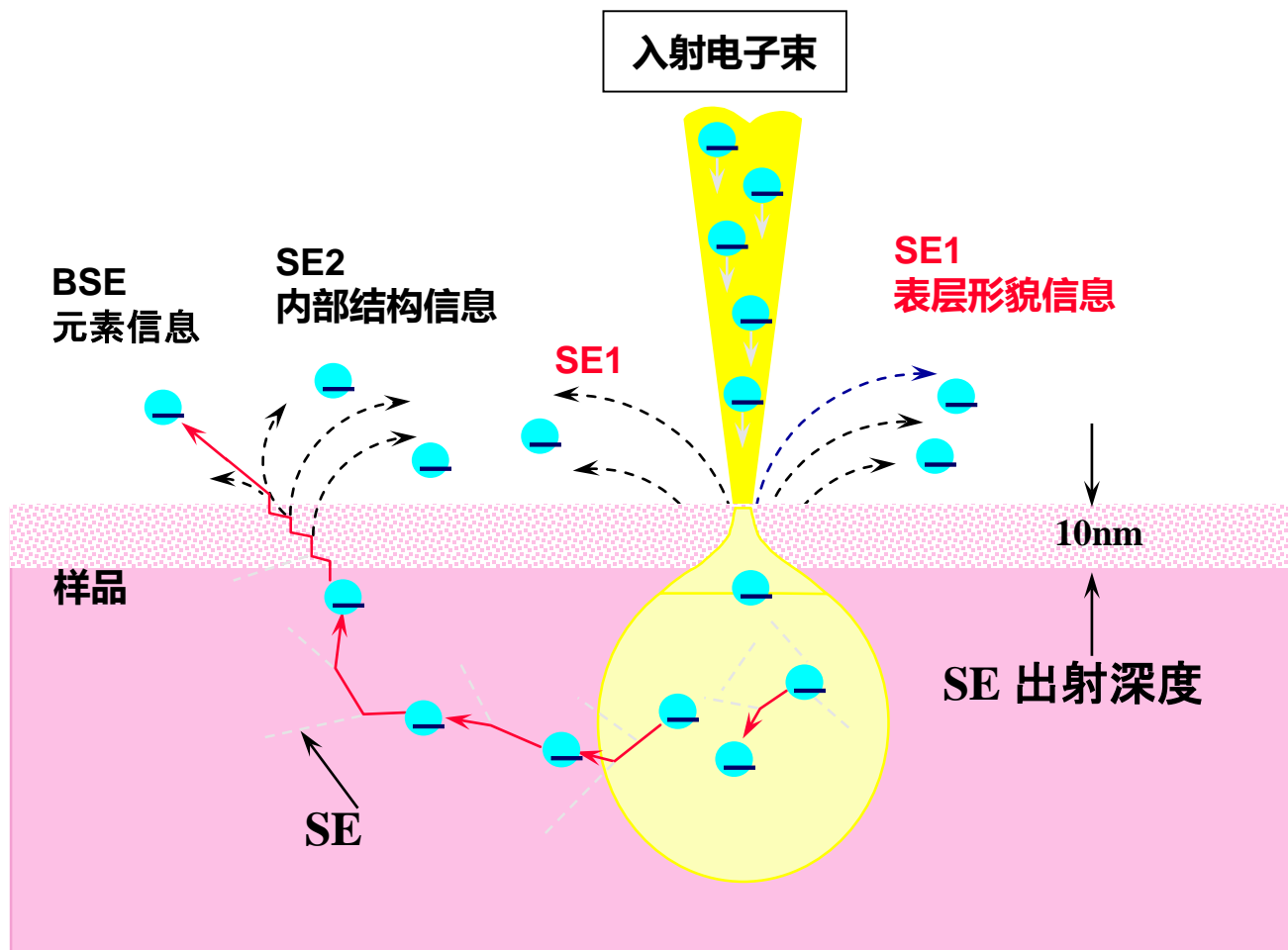
不锈钢表面

BSD Detector Enables Channeling Contrast Imaging

200 nm

Au/C sample, BSD, 30 kV

三种二次电子



SE1:来源于非弹性散射，
产生于极表面区域

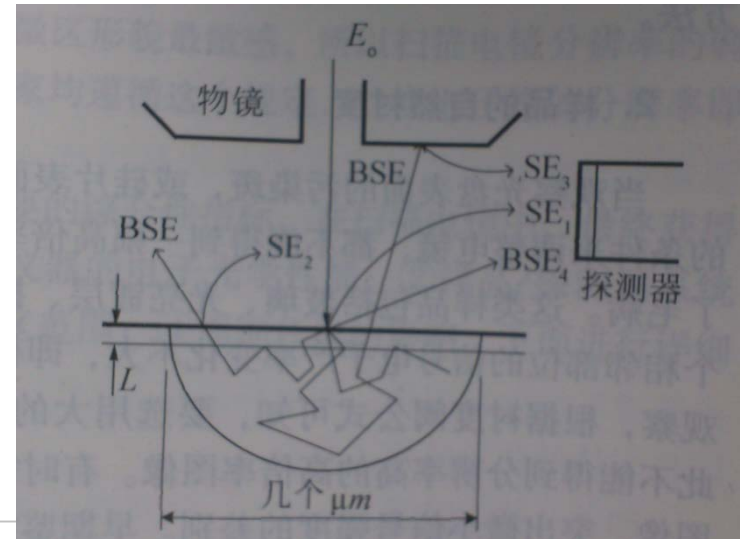
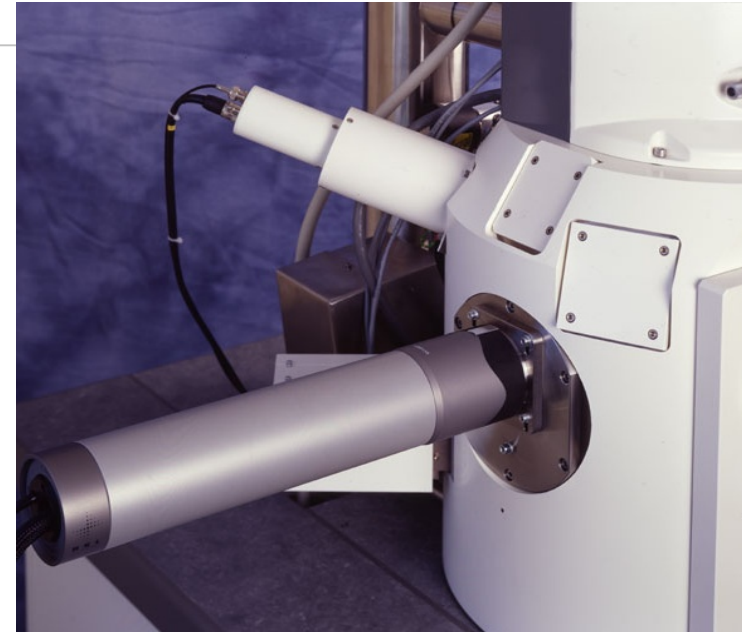
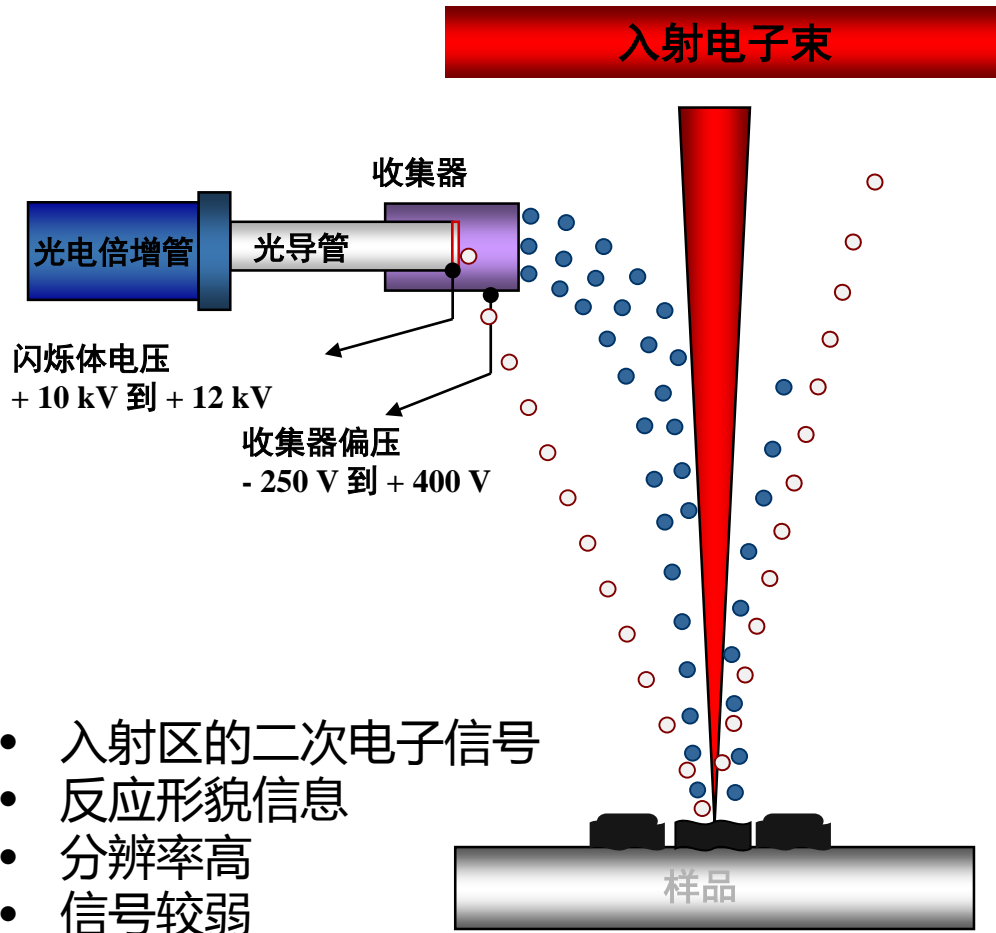
SE2:由背散射电子等高能
量电子在逸出样品表面时，
激发出的二次电子。

SE3:由背散射电子等高
能量粒子轰击在样品室，
极靴等区域产生的二次
电子，构成背底噪声。

二次电子和背散射电子产生过程

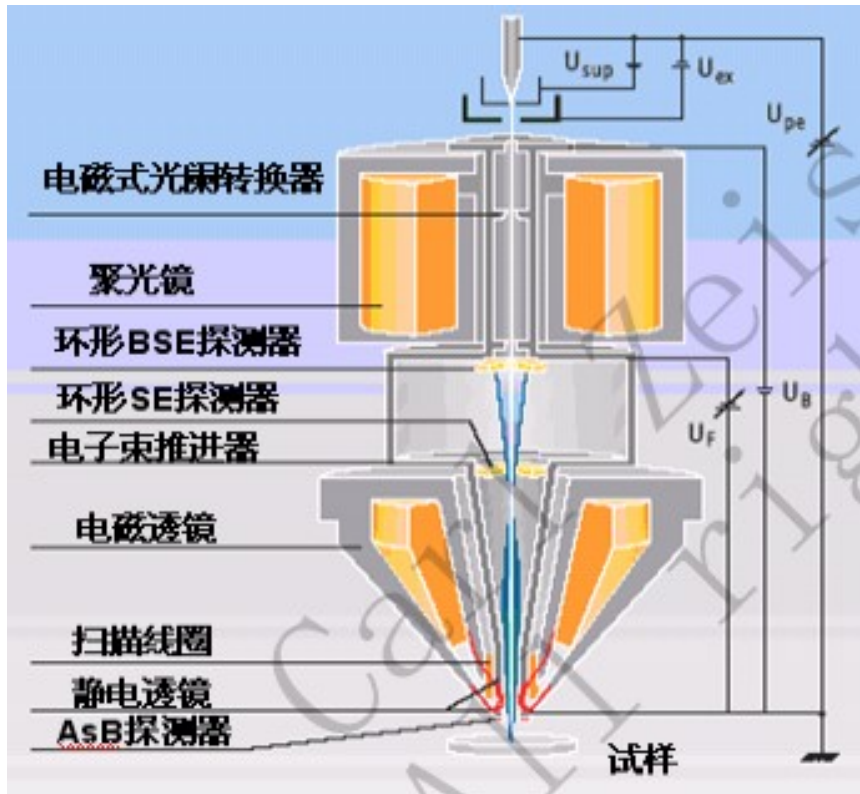
GEMINI Technology

SE2 detector

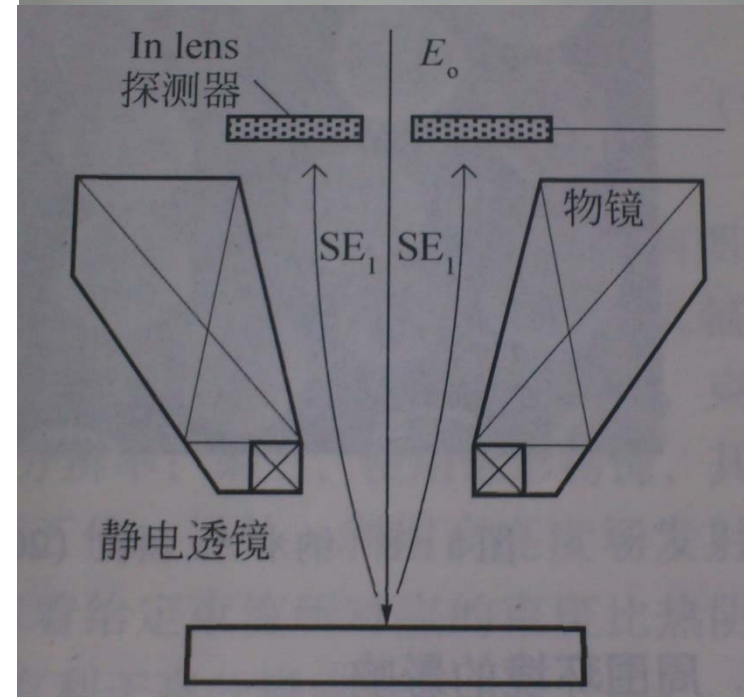


GEMINI Technology

Inlens detector

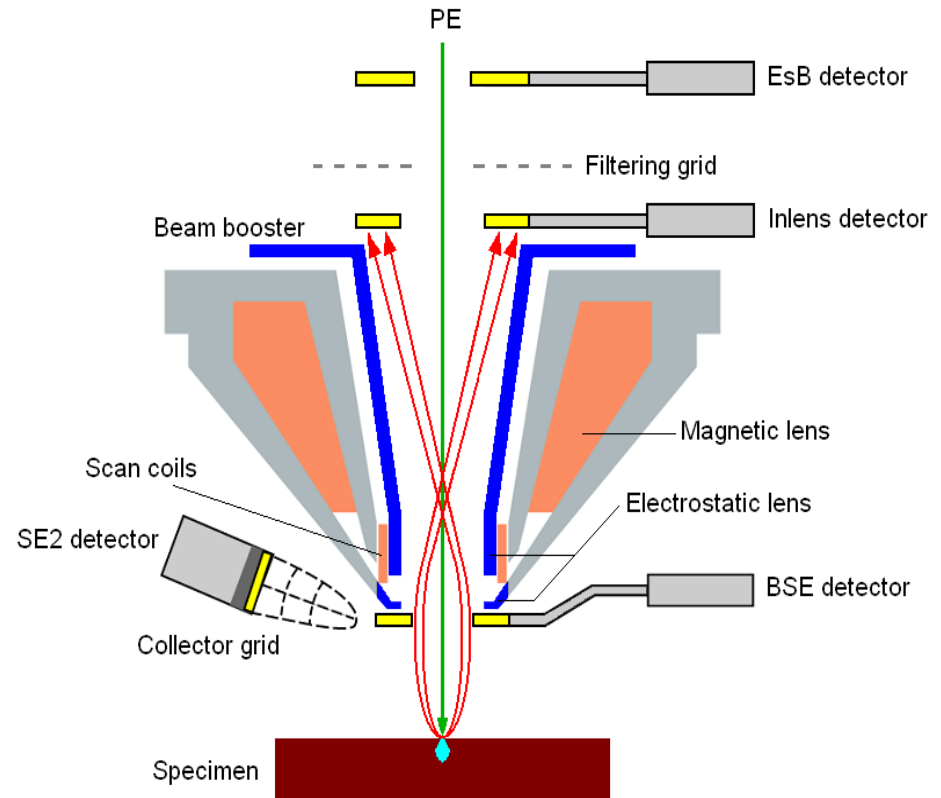
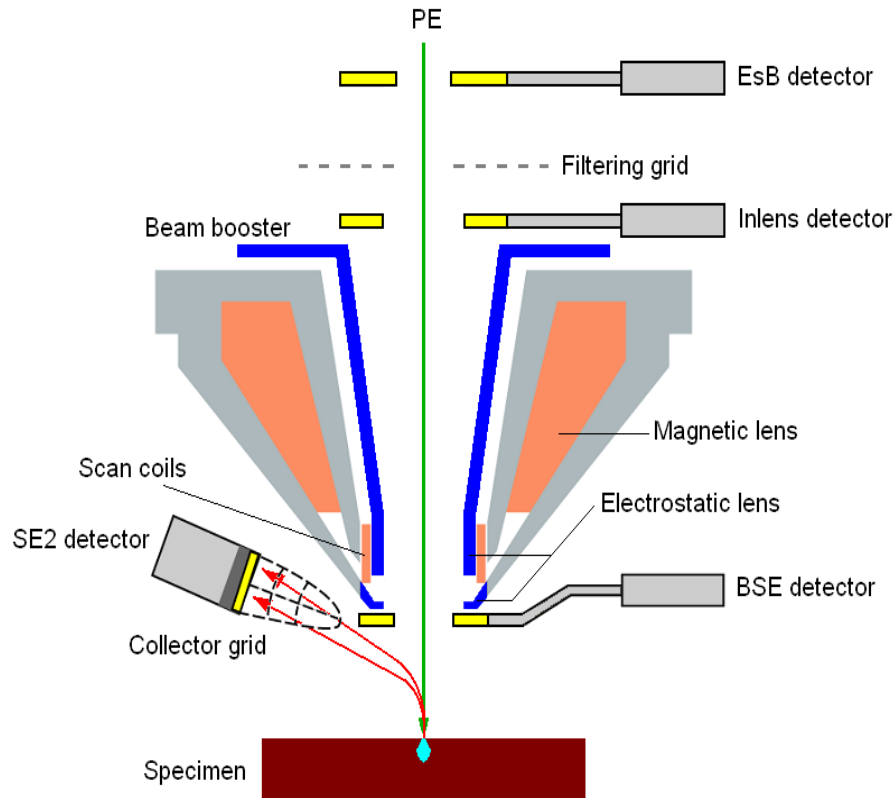


- 正对样品
- 静电透镜加速
- YAG代替闪烁体，提高灵敏度
- 小工作距离

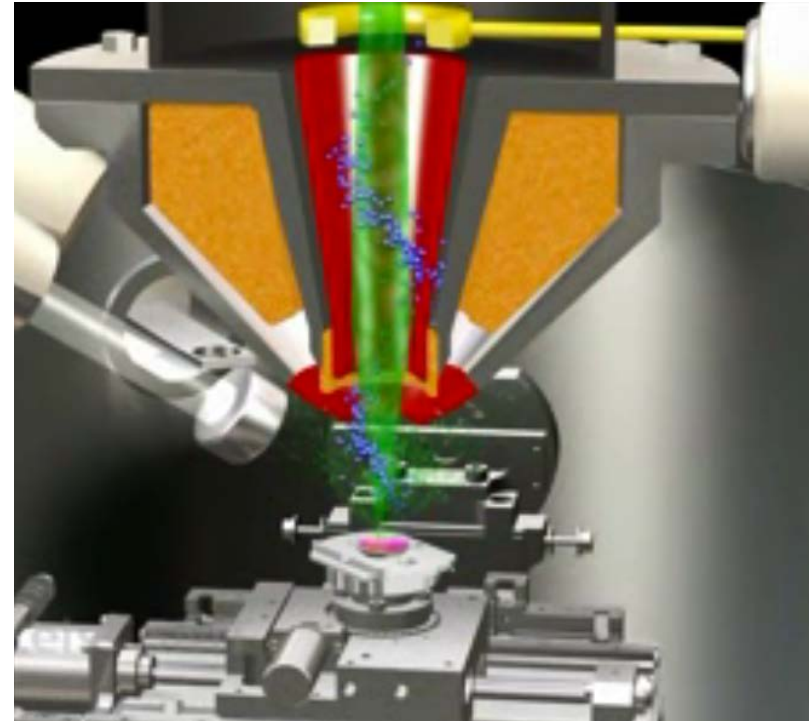
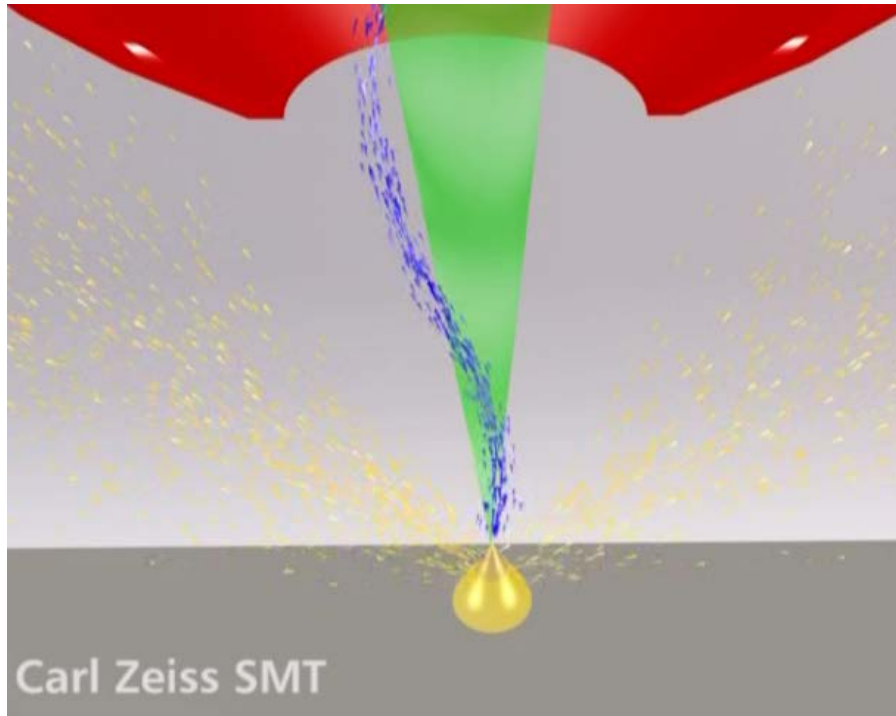


GEMINI Technology

SE2 vs Inlens detector



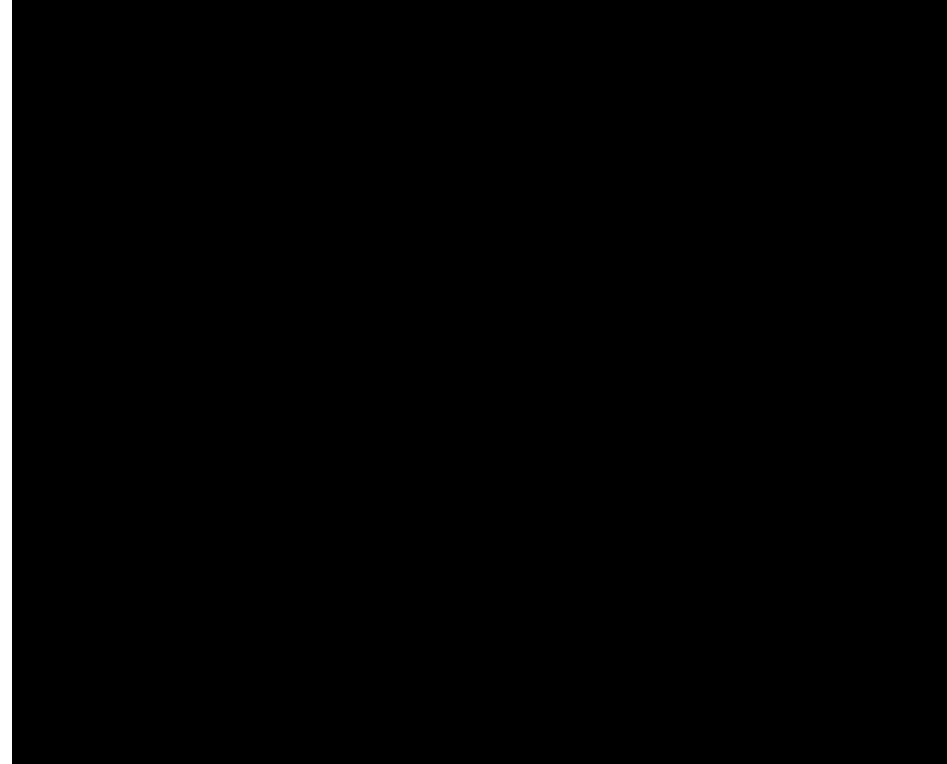
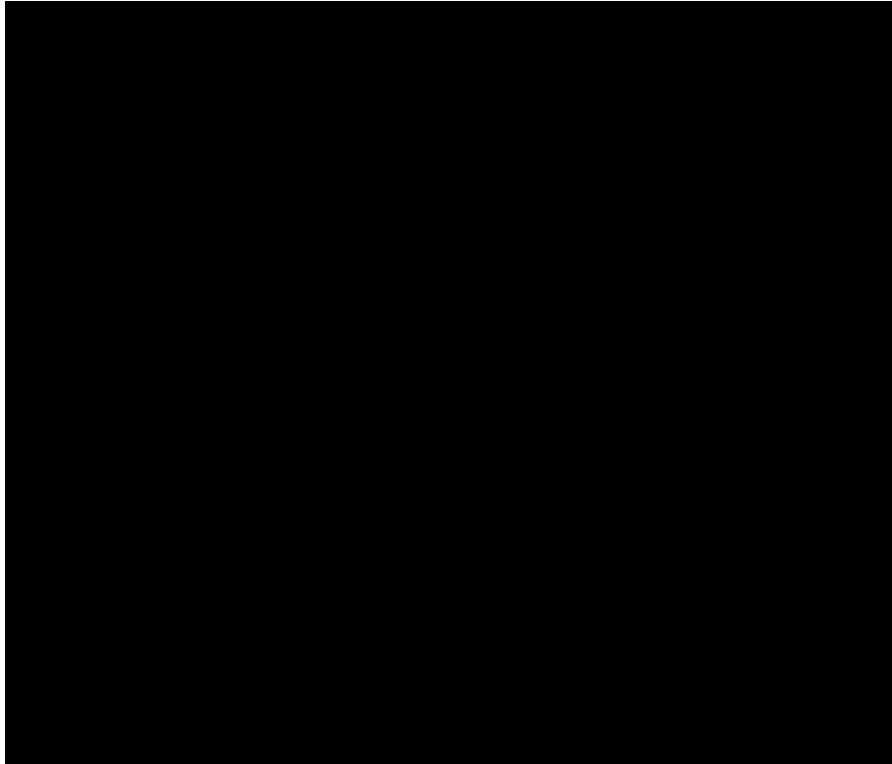
No mix of SE1 and SE2



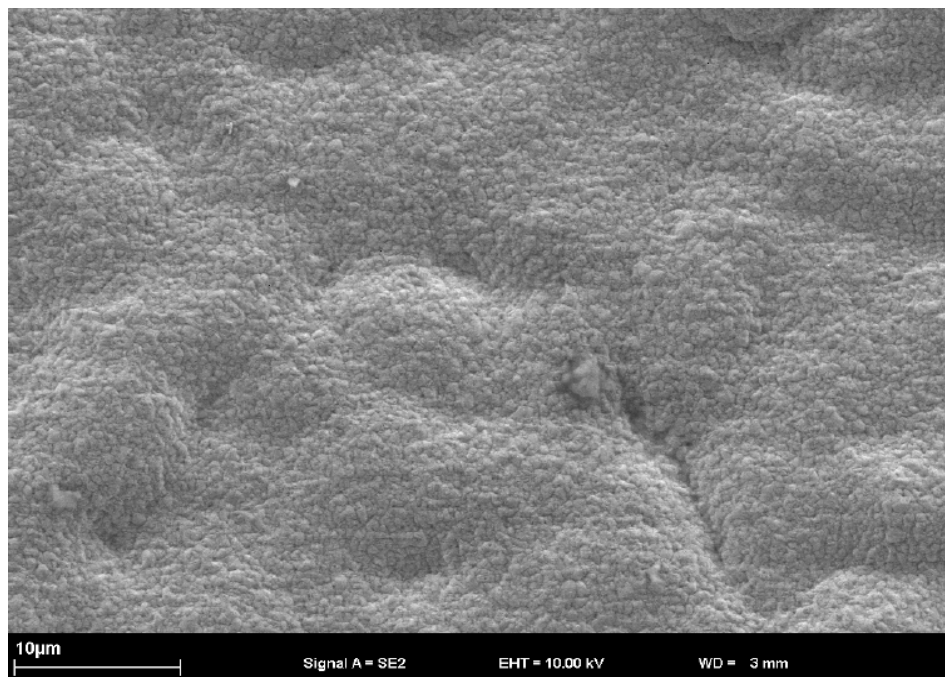
- SE1 and SE2 will not be mixed
- Inlens detector collects pure SE1, get ultra high resolution and very superficial information
- Electrostatic Len accelerates SE1, improve S/N efficiently
- 360° In-lens SE detector, no signal deflection

GEMINI Technology

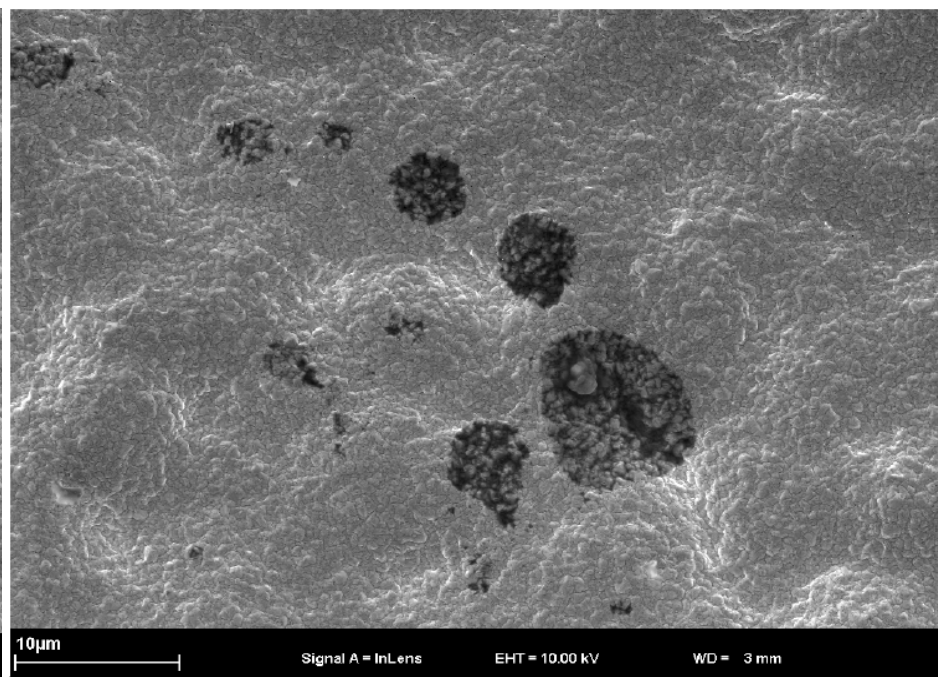
SE2 vs Inlens detector



金属表面上的沾污



加速电压10kV , SE2 detector

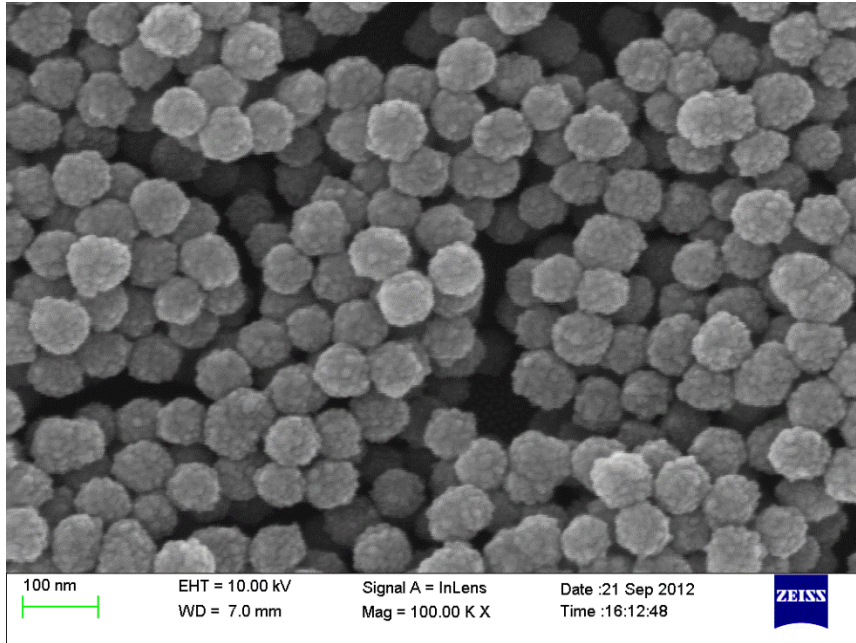


加速电压10kV , InLens detector

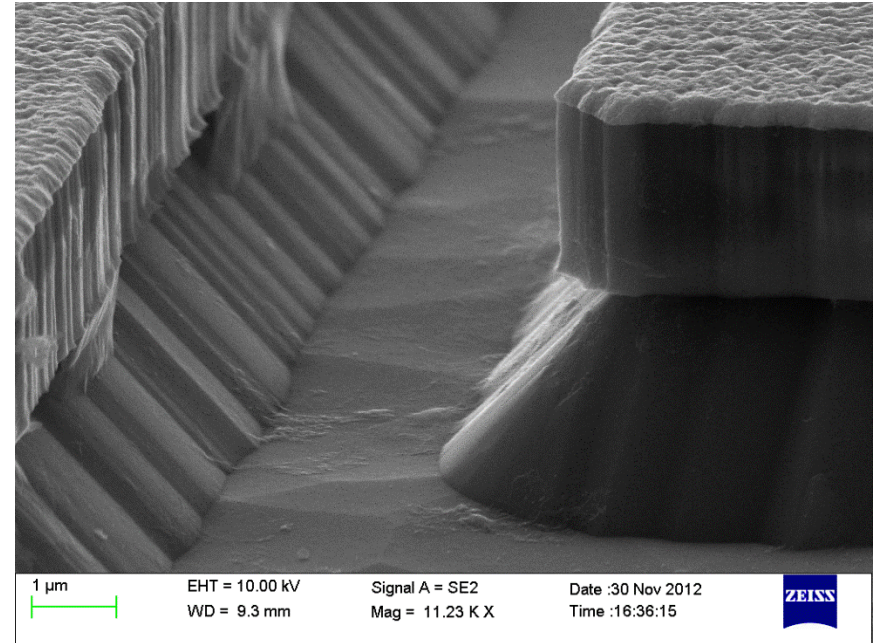
InLens探测器即使在加速电压10KV下也能够观测到样品极表面的形貌信息。

GEMINI Technology

SE2 vs Inlens detector

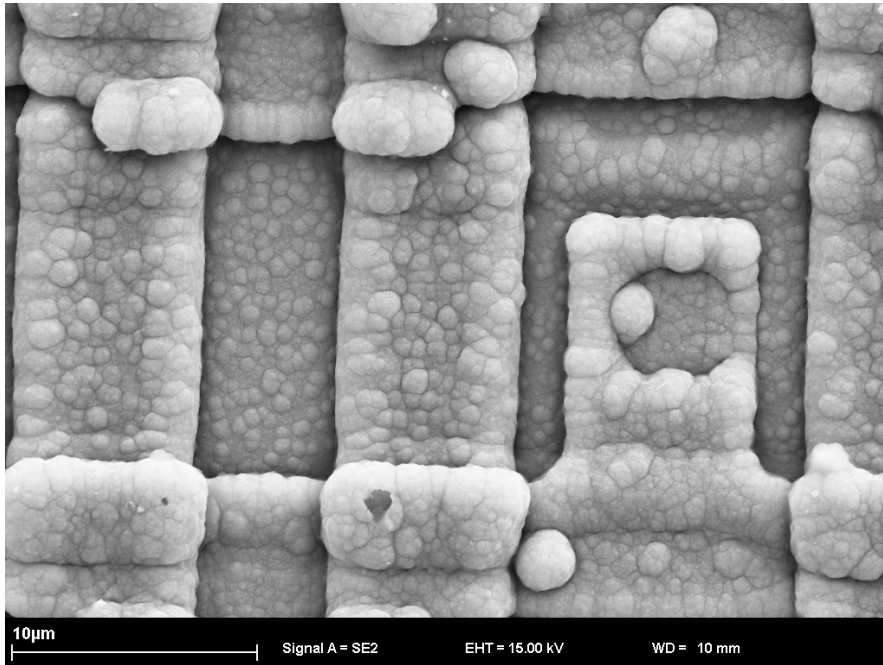


俯视图
导电良好
高放大倍数

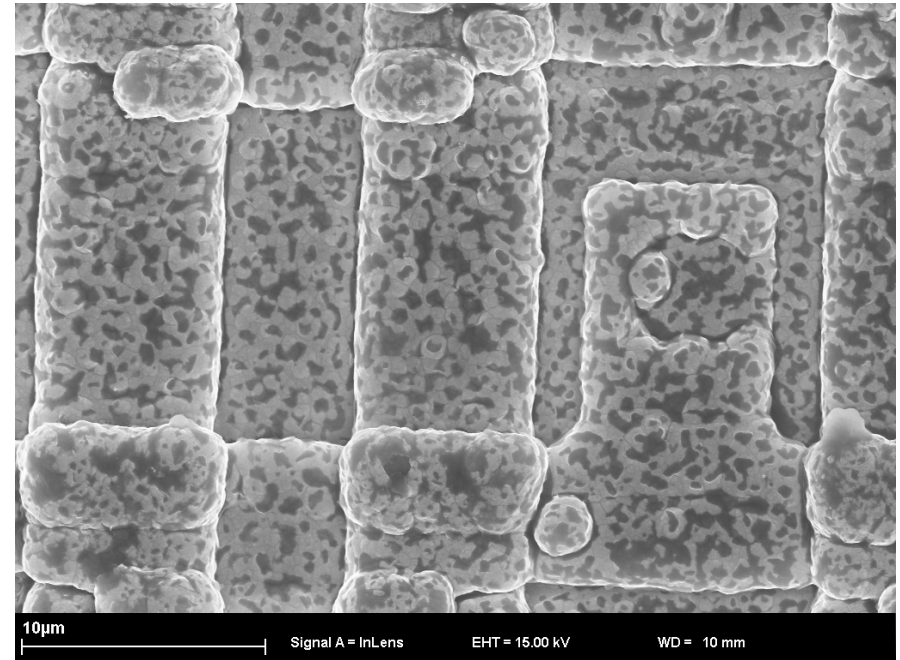


* 斜面
* 分层结构
* 较低倍

InLens VS SE2



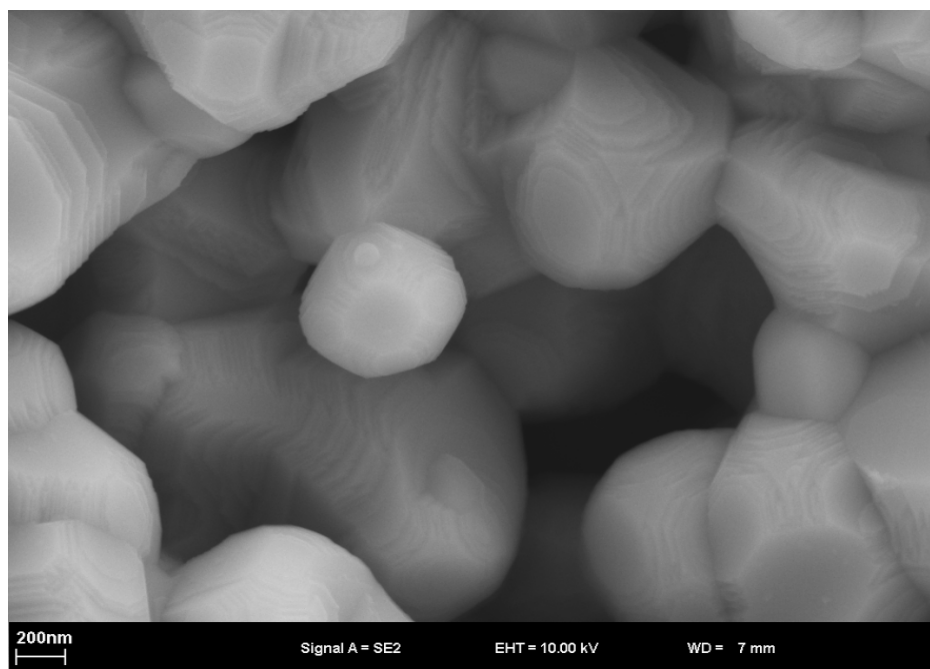
EHT: 15kV
SE2 detector



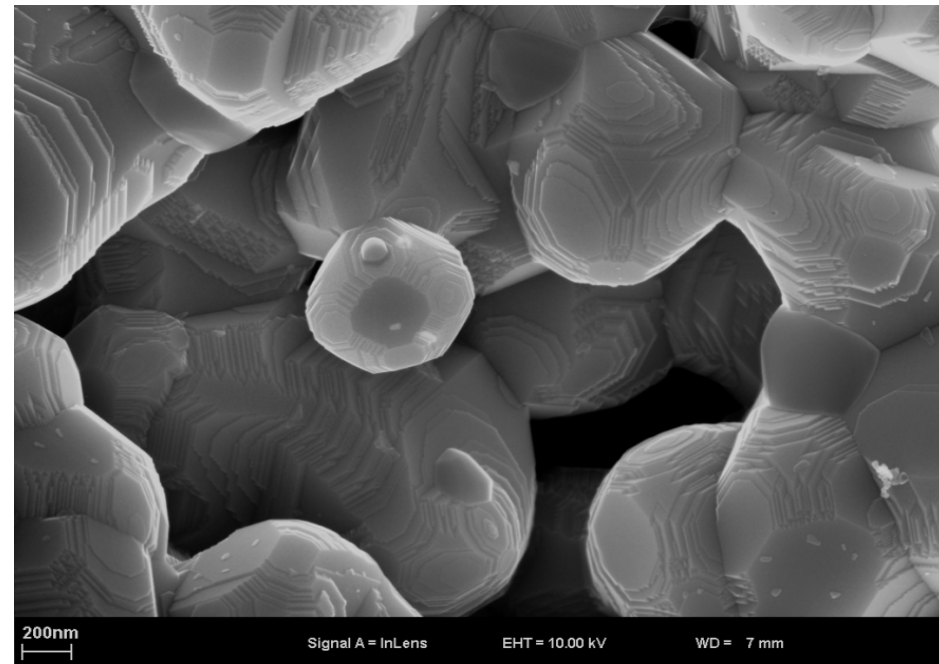
EHT: 15kV
InLens detector

SE图像的立体感更强，景深更好；Inlens图像分辨率更高，表面细节更丰富

InLens VS SE2



加速电压10kV , SE2 detector



加速电压10kV , InLens detector

InLens探测器即使在加速电压10KV下也能够观测到样品极表面的形貌信息



Agenda



- 1 蔡司公司简介
- 2 扫描电镜基础知识
- 3 扫描电镜操作技巧
- 4 操作注意事项

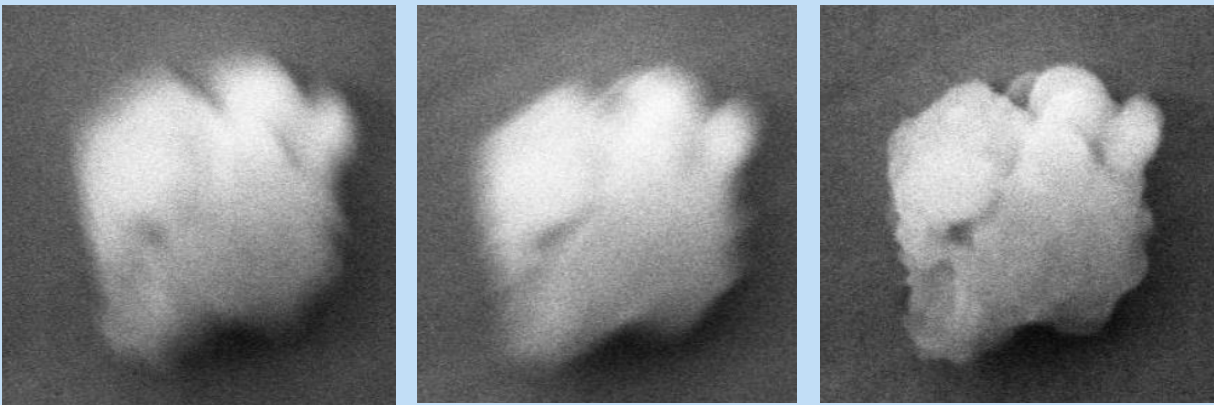
Optimal operation parameter

扫描电镜操作技巧

扫描电镜拍照步骤



1. 调节亮度对比度
2. 聚焦
3. 消像散



4. 电子束对中: **wobble** 调整, 使样品呈心跳似在原地跳动
5. 重复1-3的过程, 直至图像满意
6. 降低扫描速度, 使用合适的降噪模式进行扫描, 冻结图像, 保存图像

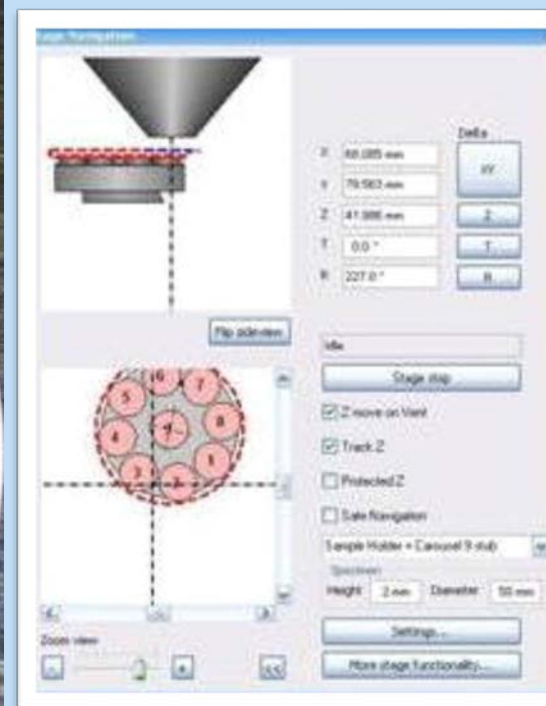
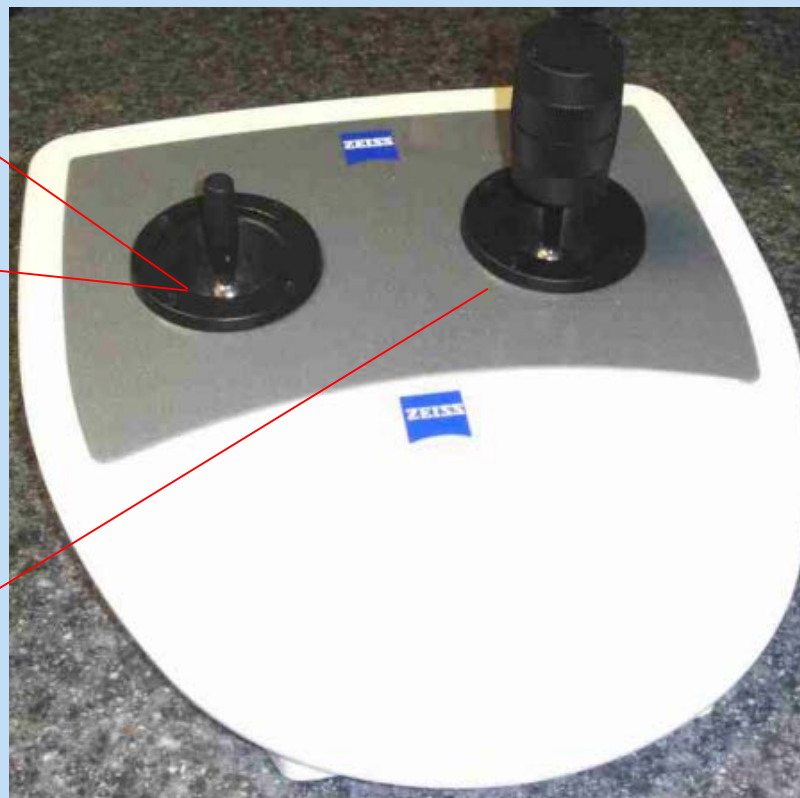
全电动样品台的操作

→ Tilt 倾斜方向

↑ Z轴 载物台上升或下降

→ ↑ ○

X方向 Y方向 旋转方向



操作面板



软件界面 SmartSEM

工具栏

成像区

数据区

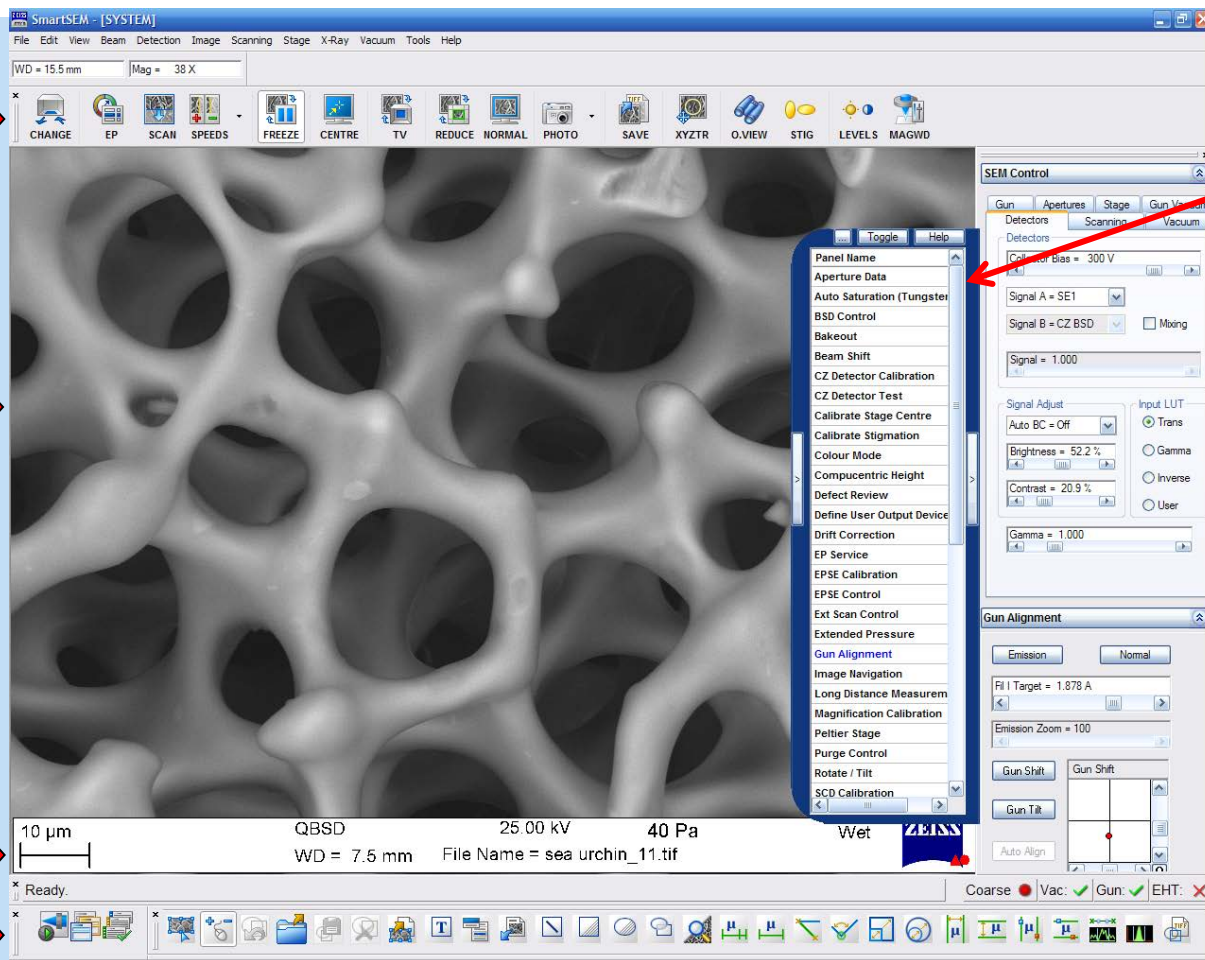
食谱

主菜单

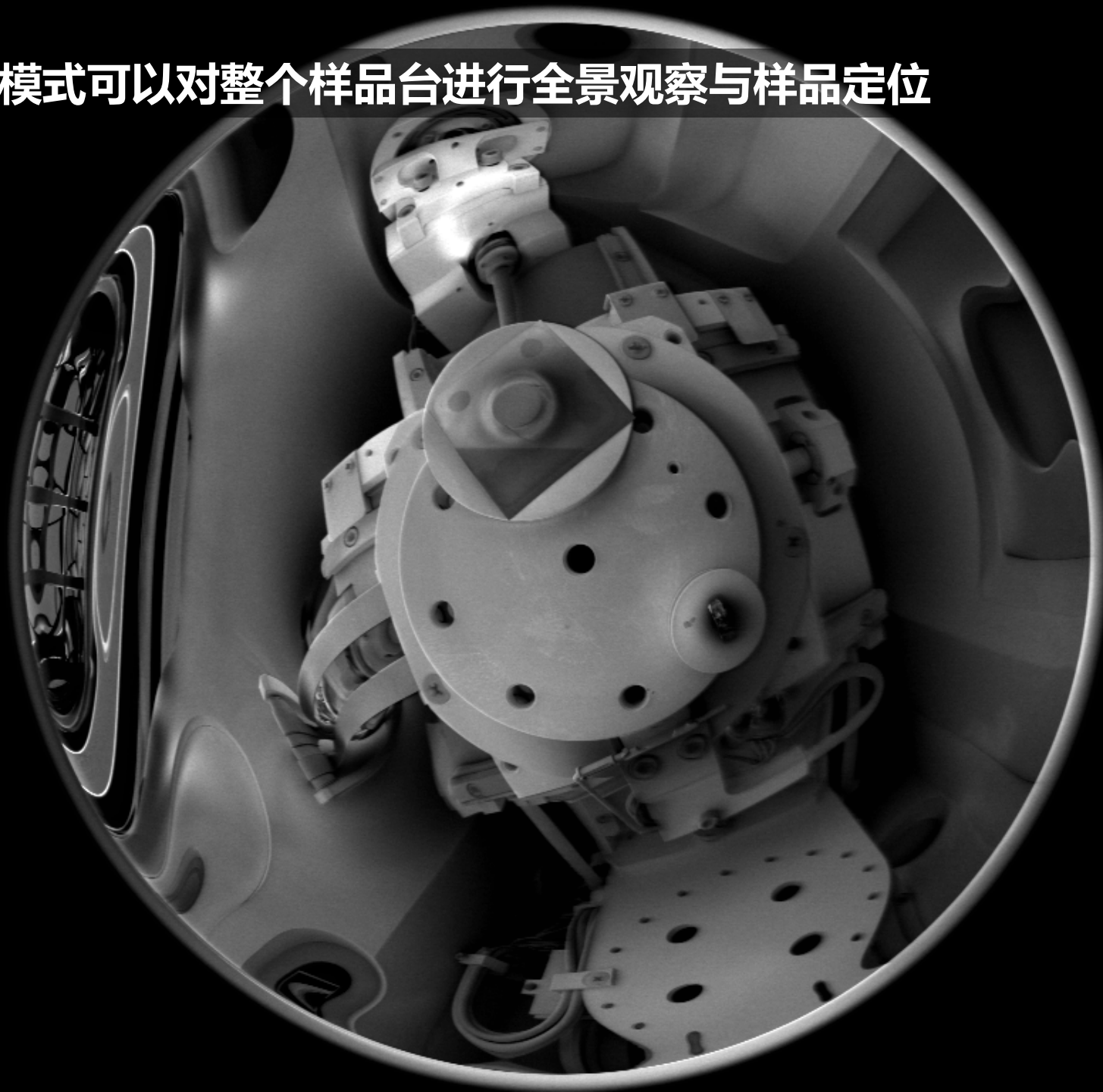
控制面板

状态栏

注释板



鱼眼模式可以对整个样品台进行全景观察与样品定位



SEM图像质量的影响因数

Variables involved in Image Formation

- 样品Specimen
- 加速电压Acceleration Voltage (kV)
- 探针电流Probe Current (I probe)
- 工作距离Working Distance (WD)
- 光阑Final Aperture
- 灯丝对中Gun Set-Up
- 模式选择Optibeam
- 探头Detector
- 样品形貌Specimen geometry
- 扫描速度Scanning speed
- 信号处理Signal processing
- 降噪方式Noise reduction
- 衬度Contrast brightness
- 气压Chamber pressure
- 样品洁净度System cleanliness

加速电压

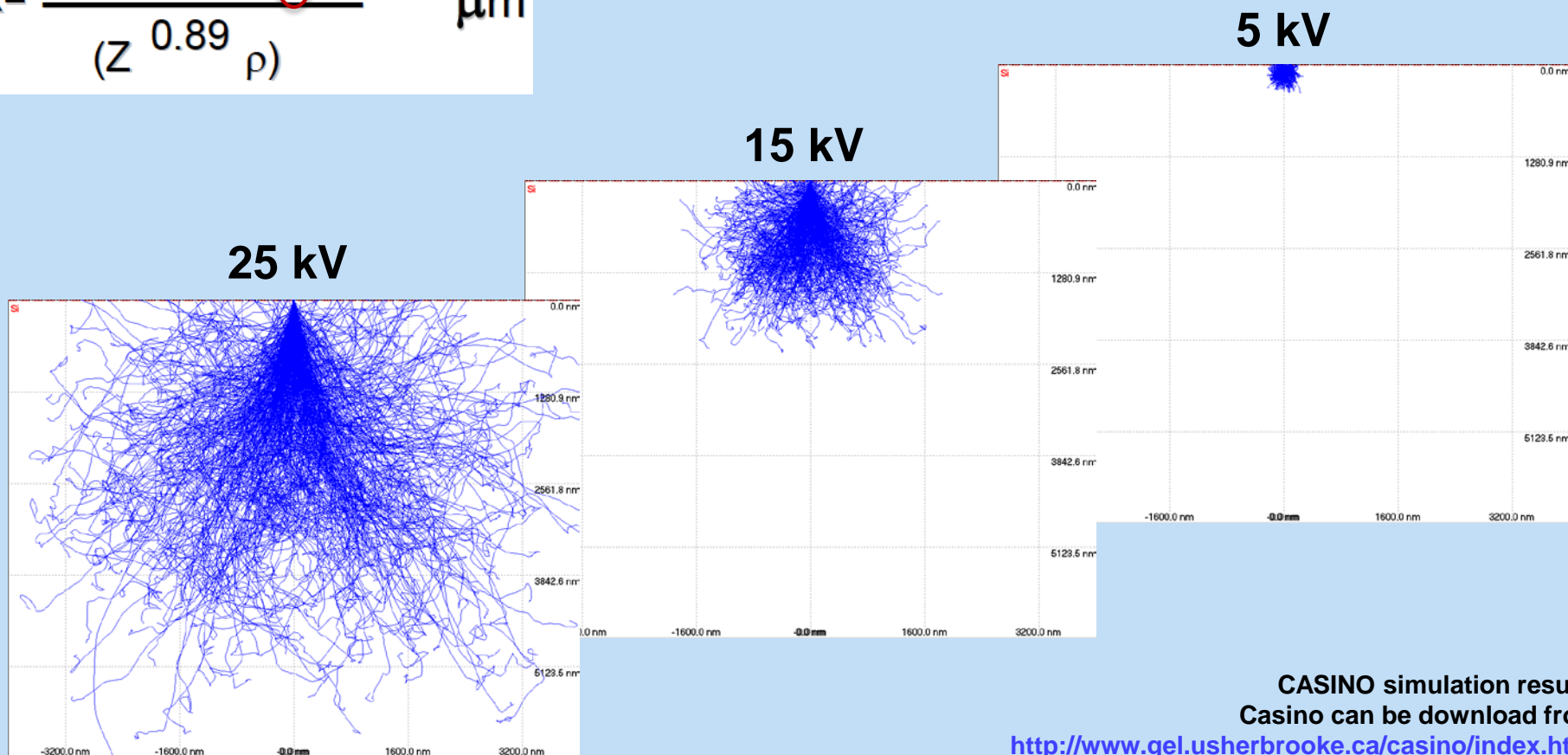
入射深度 VS 加速电压

Penetration Depth VS Accelerating Voltage



$$R = \frac{0.0276 \text{ A } E^{1.67}}{(Z^{0.89} \rho)} \mu\text{m}$$

电压不同 作用深度不同

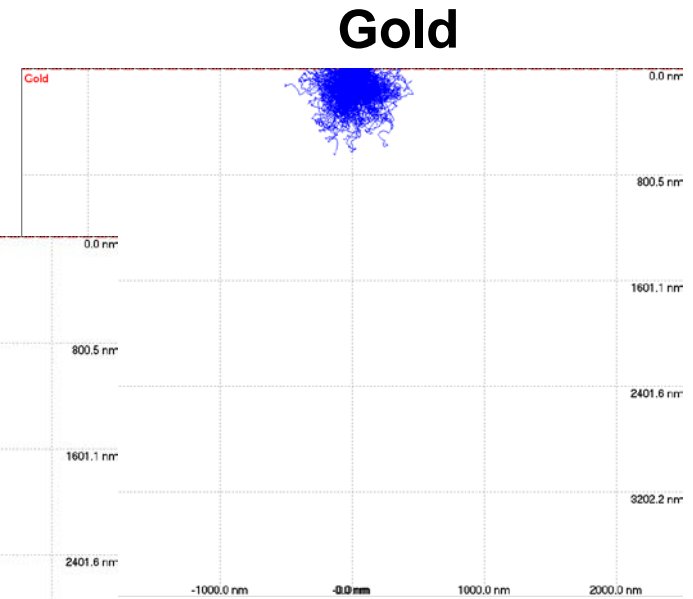
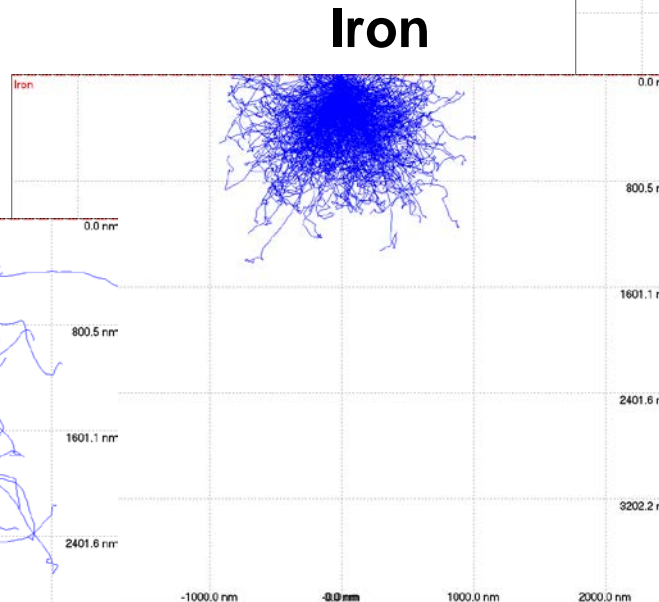
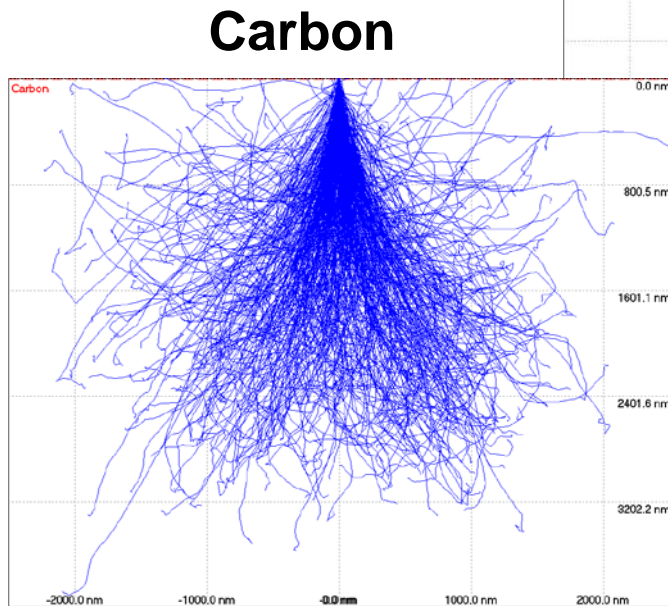


CASINO simulation results
Casino can be download from

<http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/index.html>

入射深度 VS 试样成分 Penetration Depth VS Specimen Composition

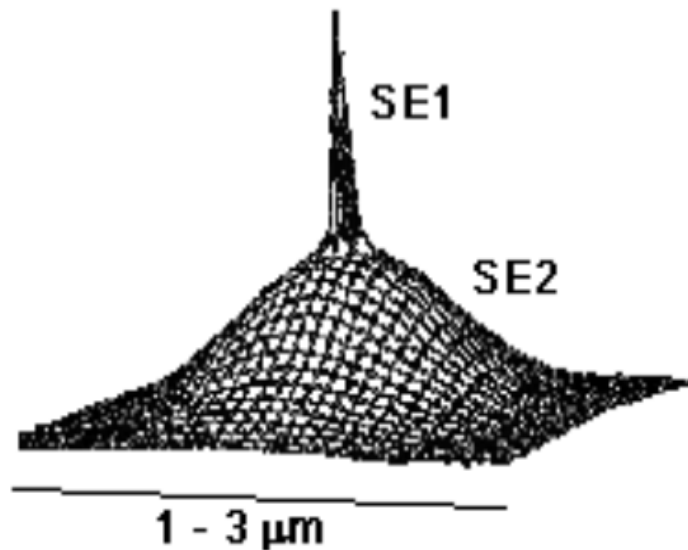
$$R = \frac{0.0276 A E^{1.67}}{(Z)^{0.89} (\rho)} \quad \mu\text{m}$$



CASINO simulation results
Casino can be download from

<http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/index.html>

Spatial resolution.....

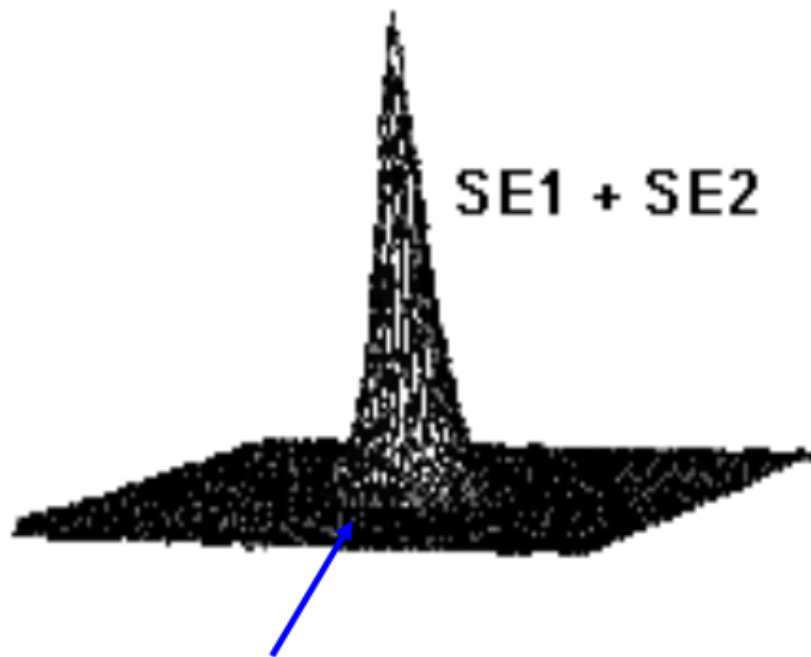


SE2 come from the full
width of interaction
volume

- » At high energy the SE1 signal typically comes from a volume 3-5nm in diameter, but the SE2 signal from a volume of 1-3μm in diameter
- » High resolution contrast information is therefore diluted by the low spatial resolution SE2 background

Low Voltage

But at low energies.....



the interaction volume
shrinks

- » ..the SE1 and SE2 electrons emerge from the same volume because of the reduction in the size of the interaction volume
- » So SE1, SE2 and BSE images will all exhibit high resolution....

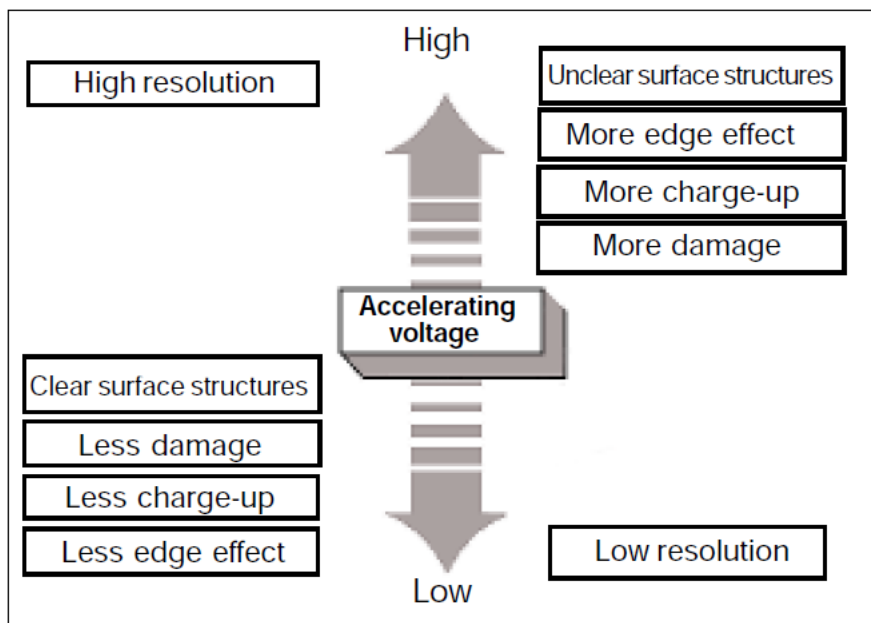
加速电压（EHT）的选择

高加速电压

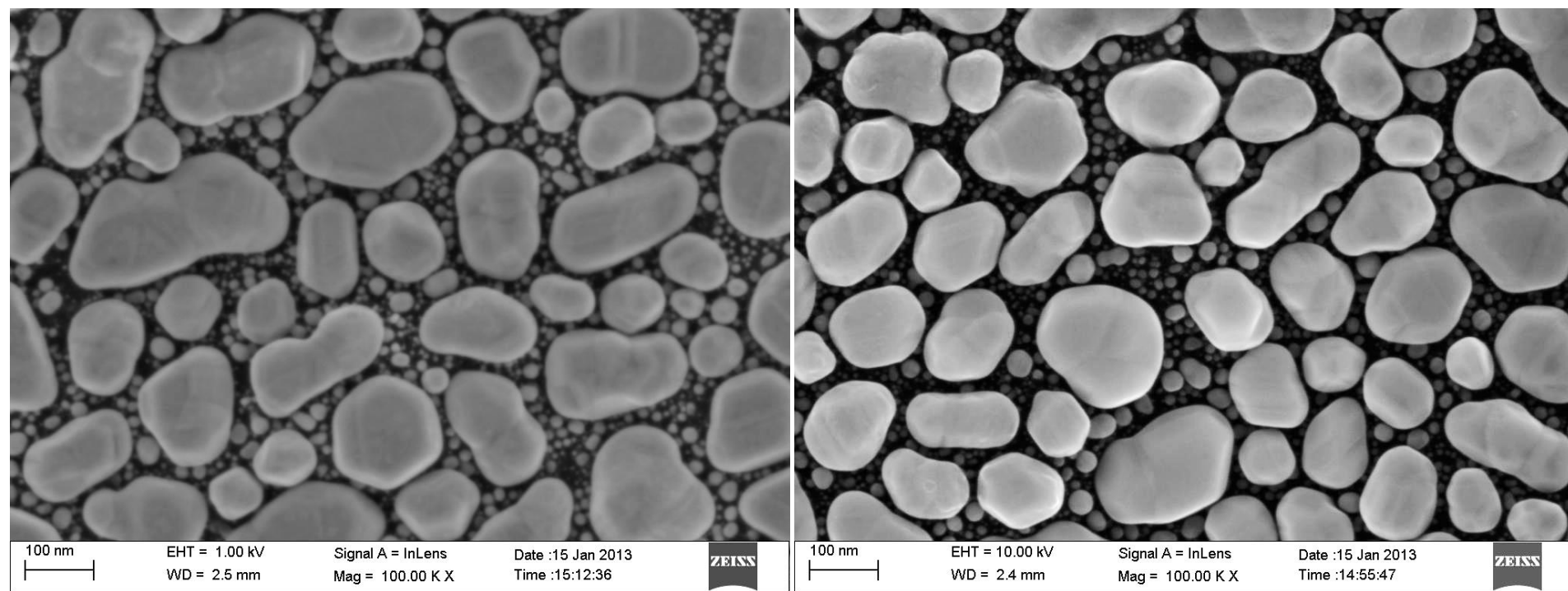
- 高分辨率
- 大的穿透厚度
- 更易荷电

低加速电压

- 低分辨率
- 小的穿透厚度
- 减少荷电



不同电压下分辨率对比

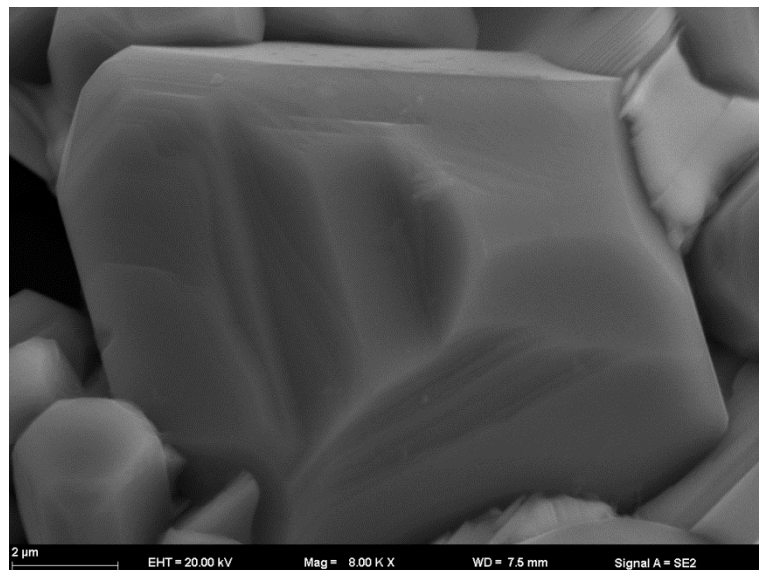
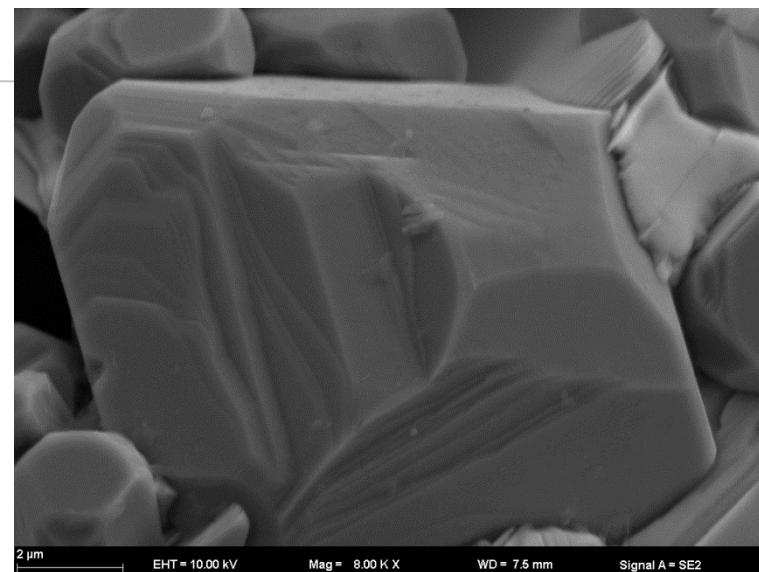
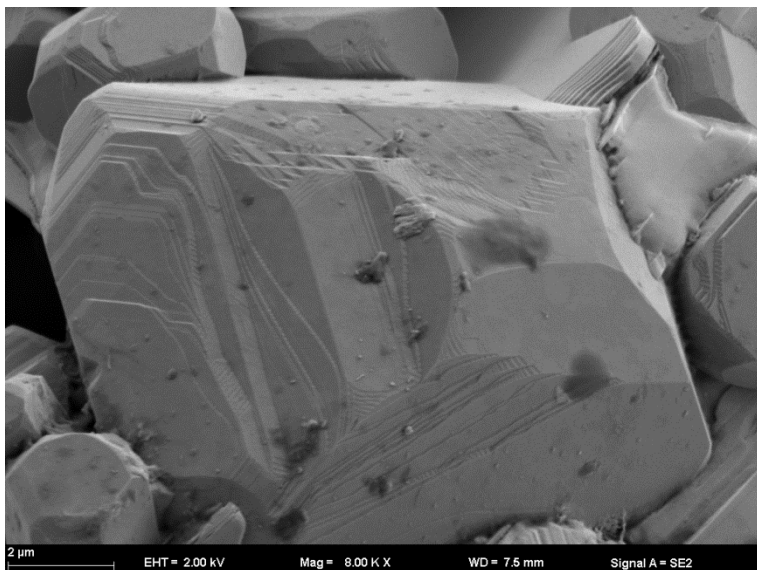


1KV 100K

10KV 100K

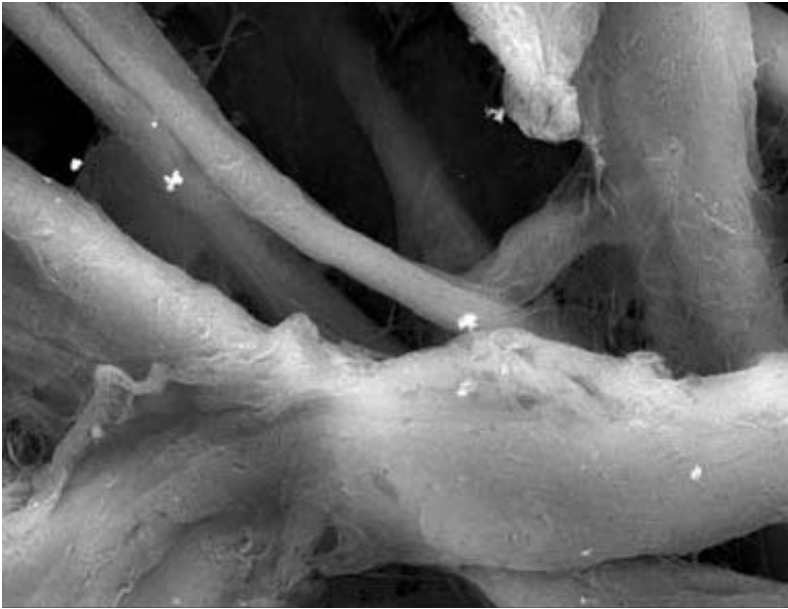
不同电压下的表面形貌像对比

- 低电压条件下表面细节清晰
- 高电压下电子束穿透深度大，表面细节被掩盖



样品损伤小，真实形貌像

不同电压下的表面形貌像对比



30KV 900x



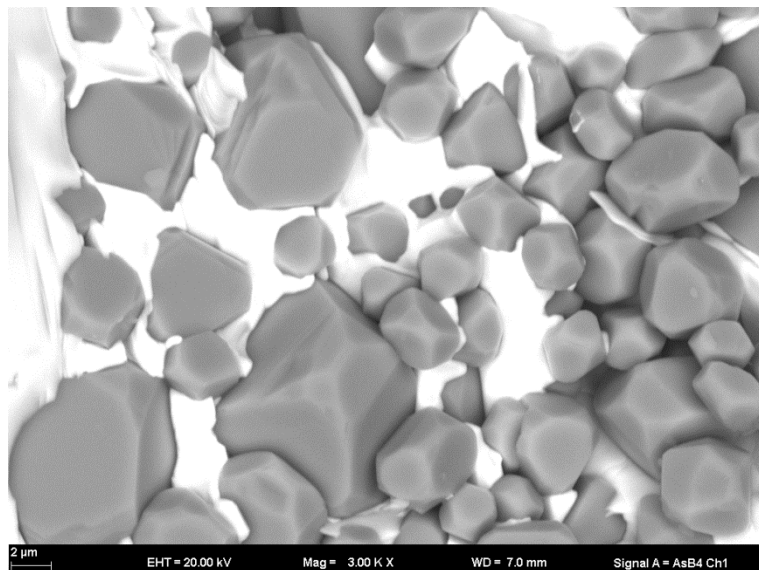
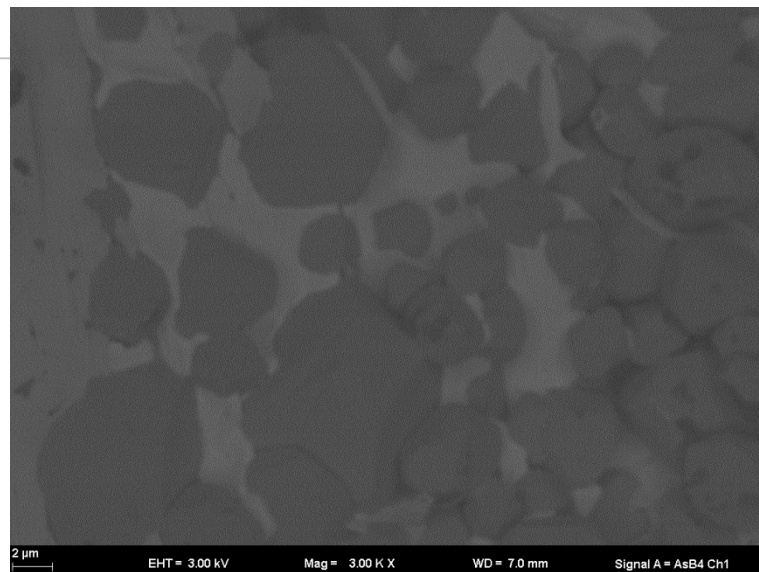
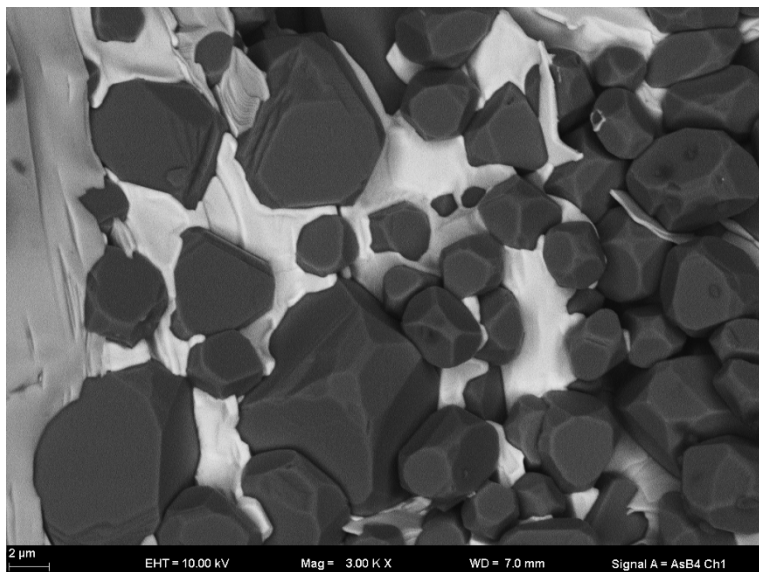
5KV 900x

试样：滤纸

低加速电压表面细节清晰

不同电压下背散射电子成像衬度对比

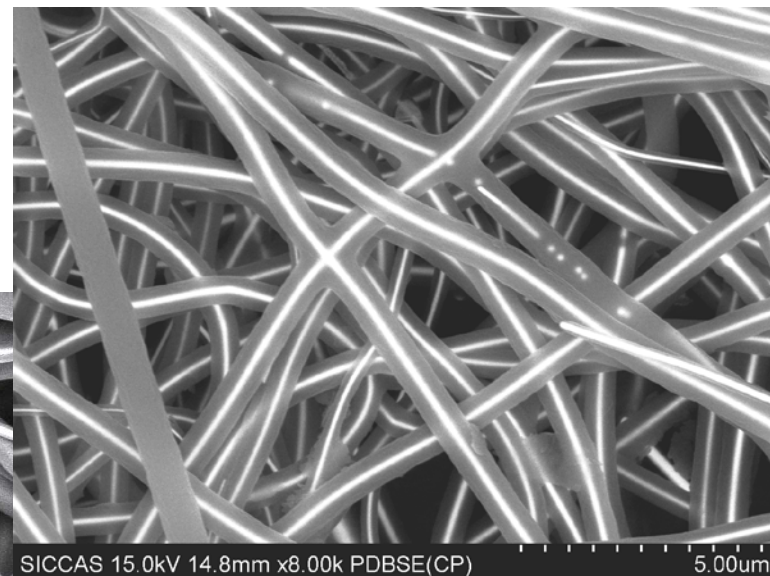
电压越大，信号越丰富，成分衬度越明显



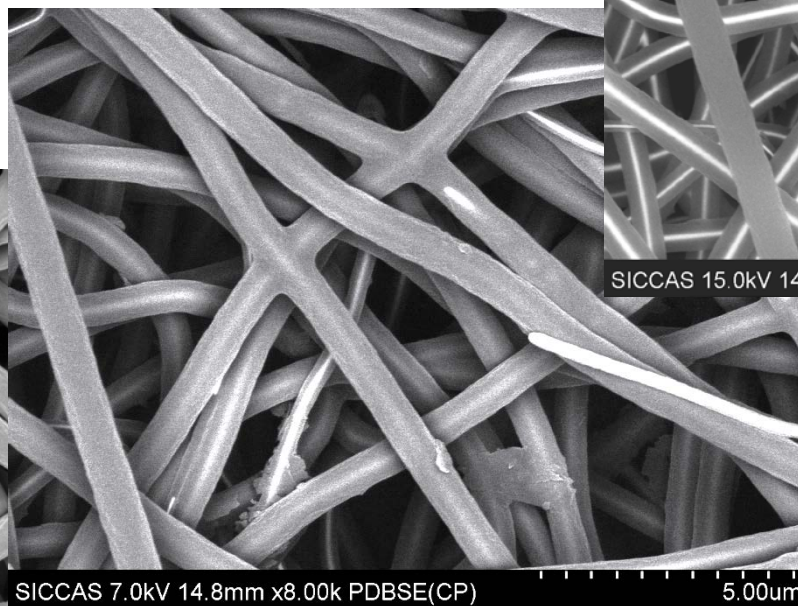
不同加速电压的背散射电子像

PVA包裹Ag纤维不同深度的BSE信息
PVA壁厚约300nm

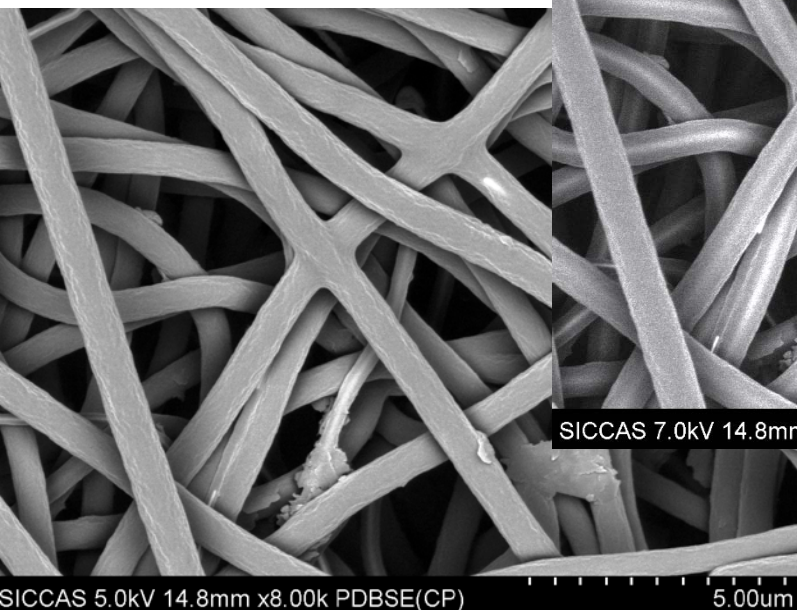
15kV



7kV



5kV



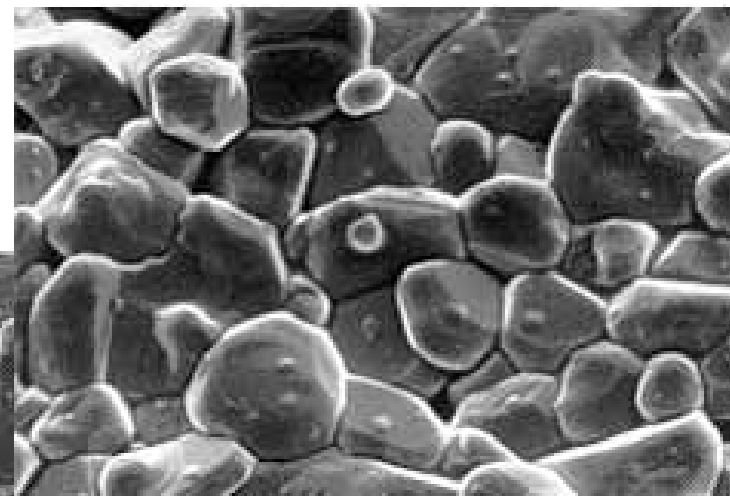
上海硅酸盐所吴伟拍摄

电子束流（光阑）

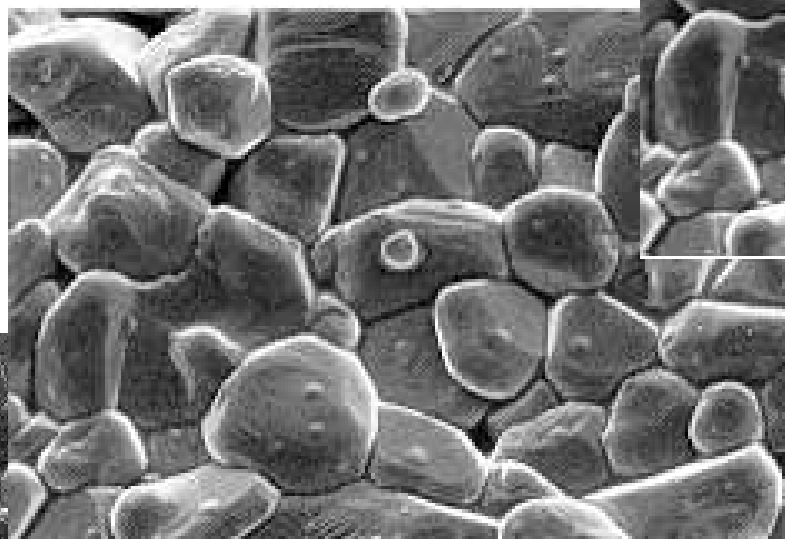
电子束流



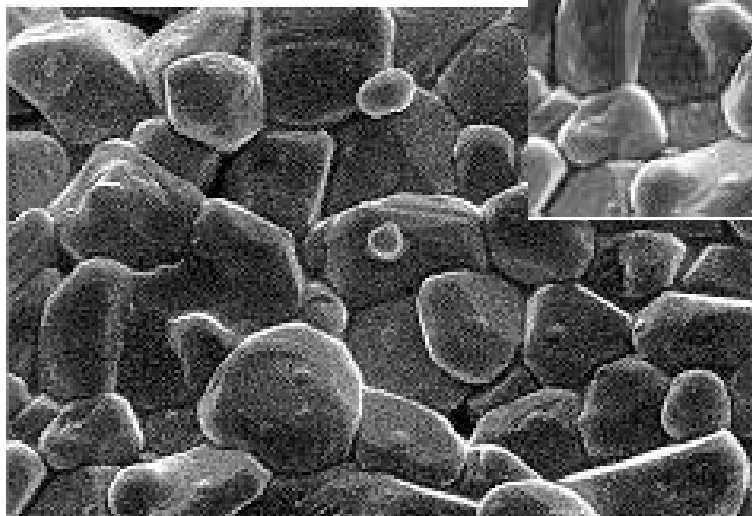
电子束流减小



$I_{\text{probe}} = 1 \text{ nA}$



$I_{\text{probe}} = 0.1 \text{ nA}$

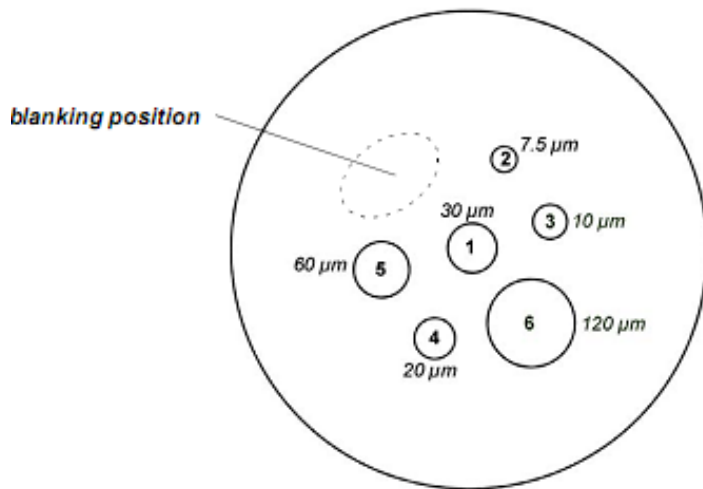


$I_{\text{probe}} = 10 \text{ pA}$

束流（Aperture）的选择

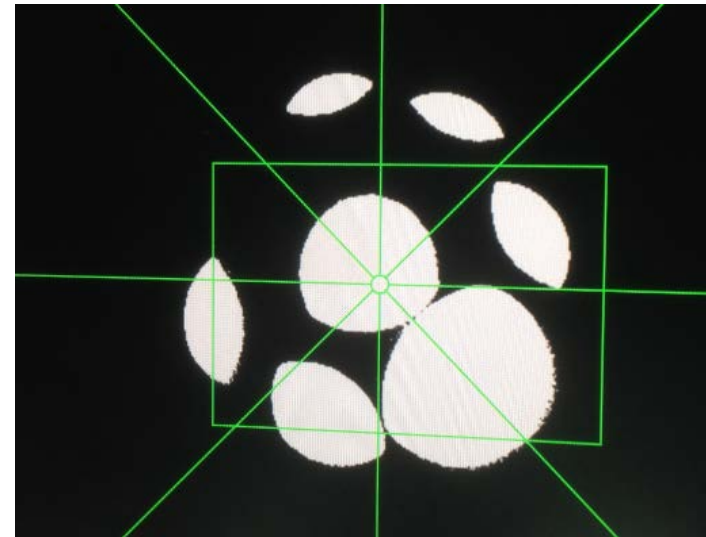
大光阑

- 低分辨率
- 信噪比好
- 激发X-Ray多



小光阑

- 高分辨率
- 信噪比差
- 激发X-Ray少



**BUT, 30 μm aperture gives the best resolution!!!
Because it's in the center, beam no need to be deflected!**

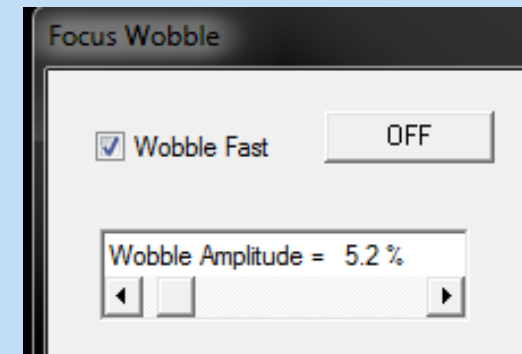
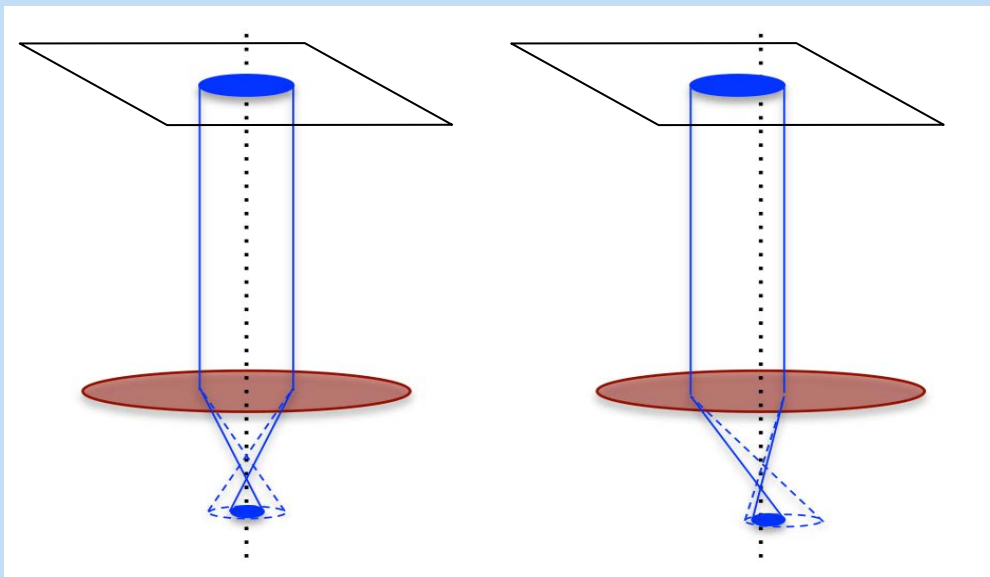
光阑对中 Aperture Alignment



Focus wobble: A function that sweeps the focus of the objective lens back and forth through the specimen focus plane。在聚焦面左右不断变换聚焦点

A slightly misaligned aperture results in a lateral shift in the image.

电子束稍微不对中就会导致图像的大幅晃动



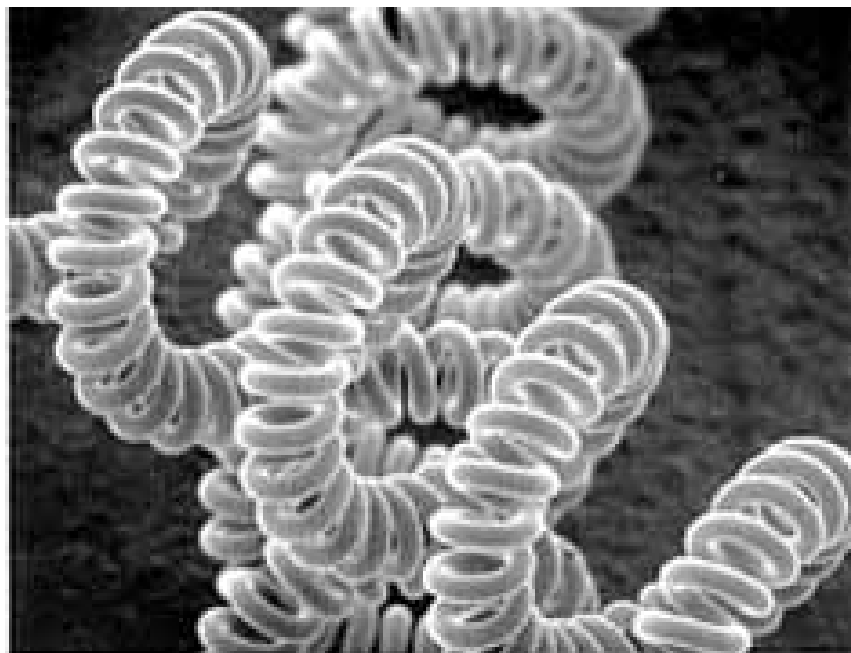
工作距离

工作距离(WD)的选择



短工作距离

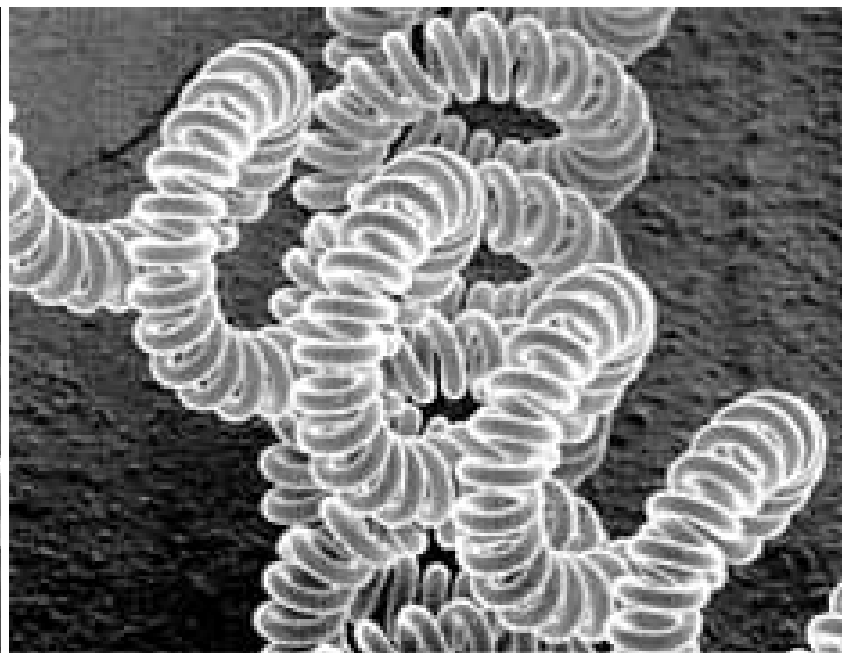
- 高分辨率
- 景深小



WD=10mm

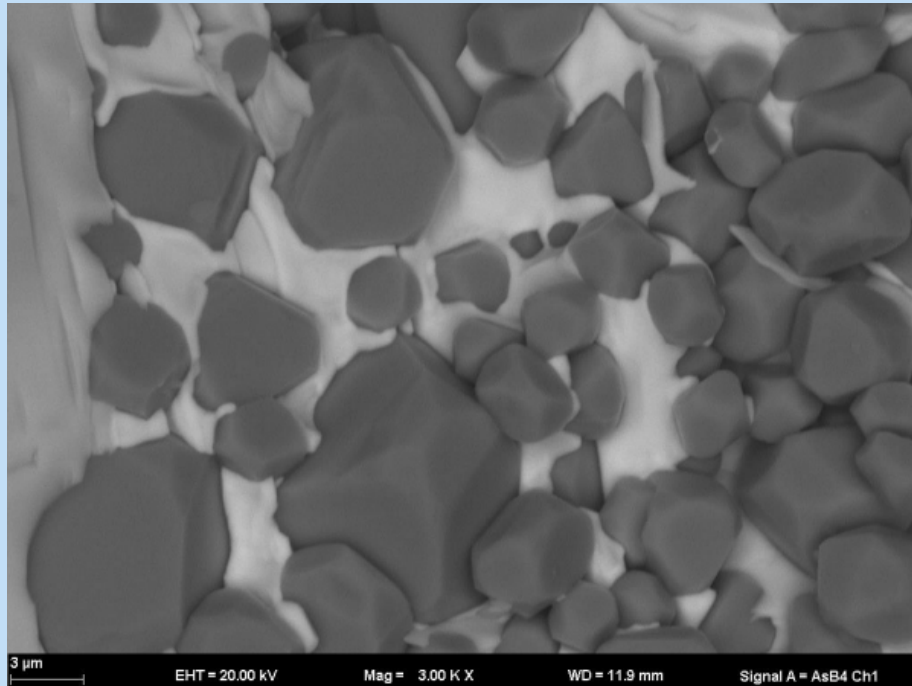
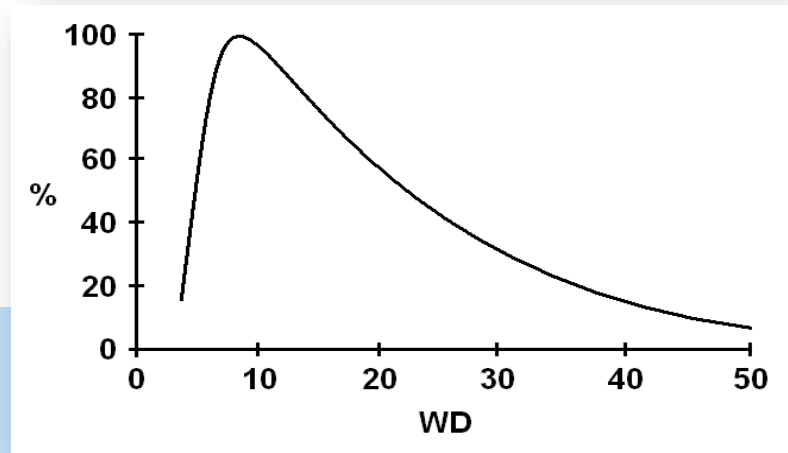
长工作距离

- 低分辨率
- 景深大

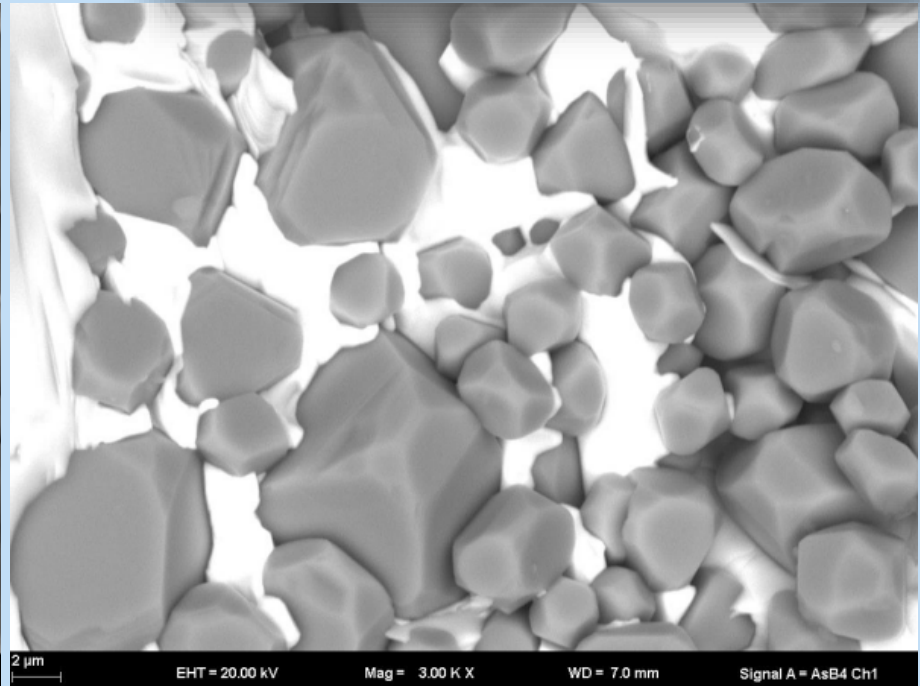


WD=30mm

不同工作距离下背散射电子成像衬度对比



EHT: 20KV
WD: 11.9mm



EHT: 20KV
WD: 7.0mm

如何更改工作距离

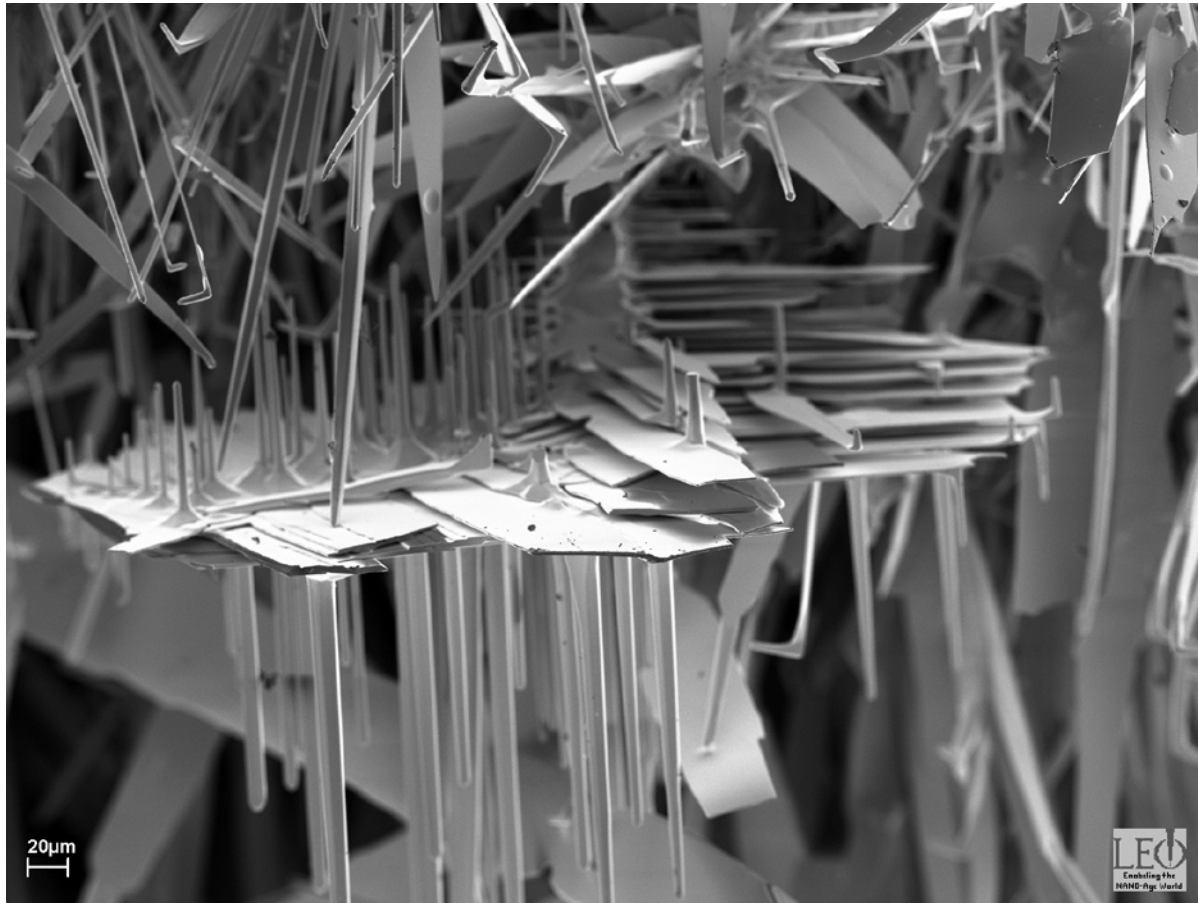


更改工作距离时的注意事项！！

1. **在移动、升降和倾斜载物台时，一定要先切换到TV模式**（通过红外CCD可以看到样品的情况），防止意外装坏探测器；
2. 当工作距离小于5mm时，如果再继续减小工作距离要倍加小心！
3. 平时使用时，**设置工作距离不要**小于1mm！

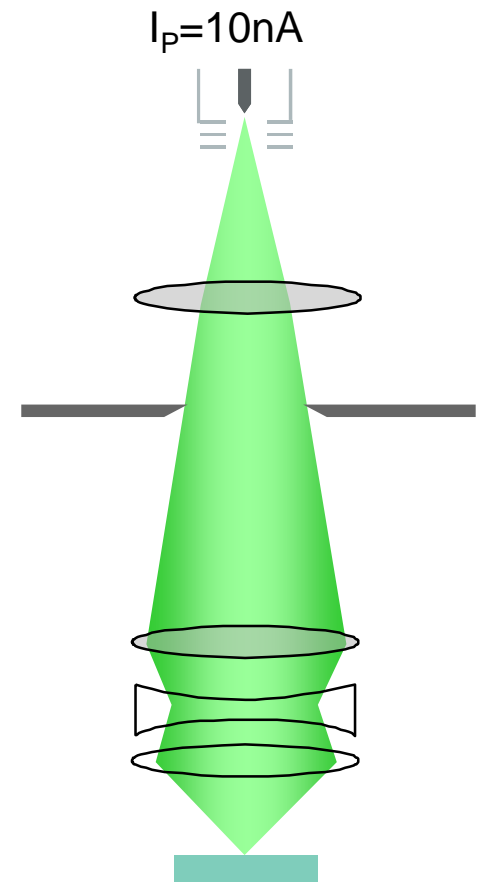
模式选择Optibeam

Electron Optics – Normal imaging mode



Normal imaging mode

Normal imaging mode



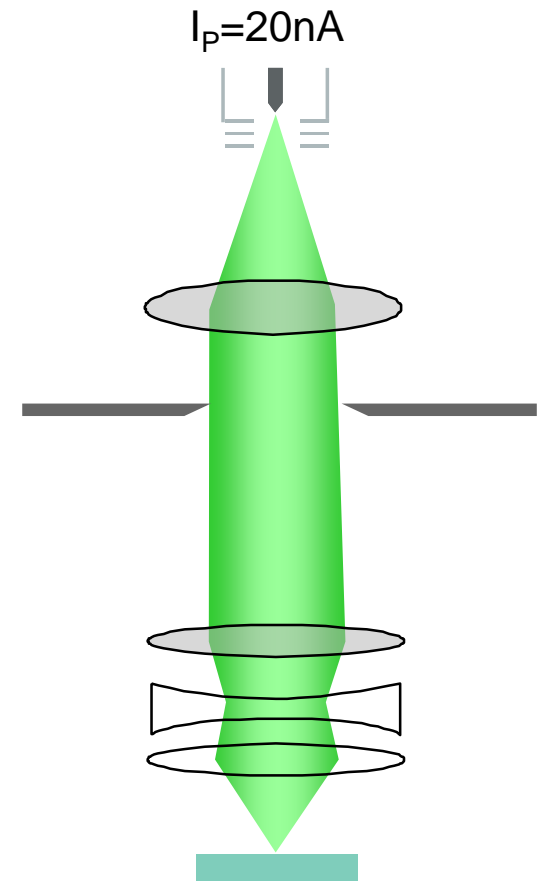
Electron Optics – High current mode

高电流/景深模式



High current / depth of focus imaging mode

High current mode



探头的选择

探头的选择

—如何得到我们想要的信号才是关键

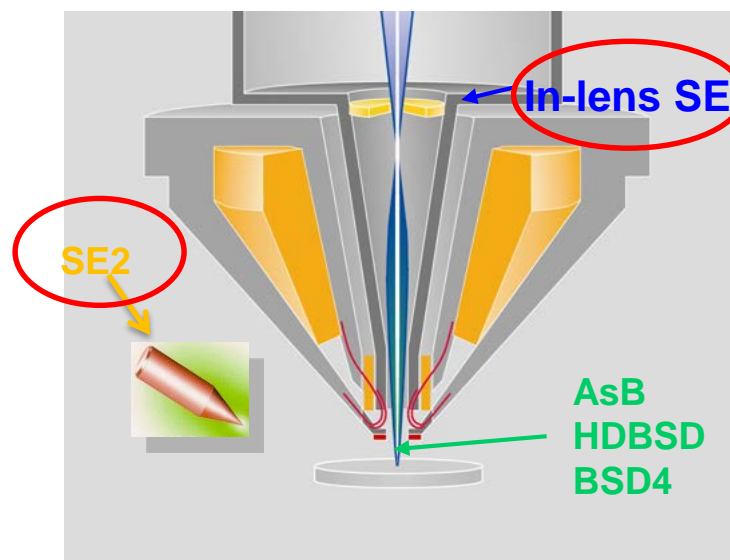


GEMINI I

形貌衬度
用样品室内SE2探测器

高分辨率信息
用同轴的 In-lens SE 探测器

成分衬度、晶体衬度
用极靴帽安装的
HDBSD\AsB 探测器



完整的探测系统：

- 独一无二的 In-lens 探测
- 纯二次电子和背散射电子信号的采集
- 组分、高分辨率和晶体表面信息的分离



GEMINI® 设计
► 完整的探测系统

各探头的适用条件



Detector	Information	Resolution	Opt.Working Distance	Energy	I probe	Scan Speed
Everhart-Thornley	Topographic surface information	~3 nm	5-12mm	0.02-30kV	>1 pA	
InLens	Surface details, High Resolution Imaging	0.6~1nm	<5mm	0.02-20kV	>1 pA	
HDBSD/ AsB/BSD4	Z-Contrast Channeling contrast (crystallographic information, strain, deformation)	~4nm	5-10mm 2-5mm (material dependent)	>5kV	>100 pA	>3
EsB	Z-Contrast (sharp due to energy filter) Low Loss BSE: Compositions, Bondings		<5mm	<3 kV		
EDS	Cchemical Composition	~1 μ m	8.5mm	>10kV	>200pA	-

高分辨率成像时参数设定



1. EHT

高电压，电子束波长短，分辨率高，但同时电子束样品作用体积大，空间分辨率降低。

2. Probe current

小束流，小光阑，束斑小，对样品损伤小，荷电现象减弱

3. 探测器选择

高倍成像及观察样品表面细节选**Inlens**，放电严重或者需要大景深、强立体感样品使用**SE2**，看成分衬度选择**BSD**

4. 工作距离 (WD)

SE2: 5-10mm

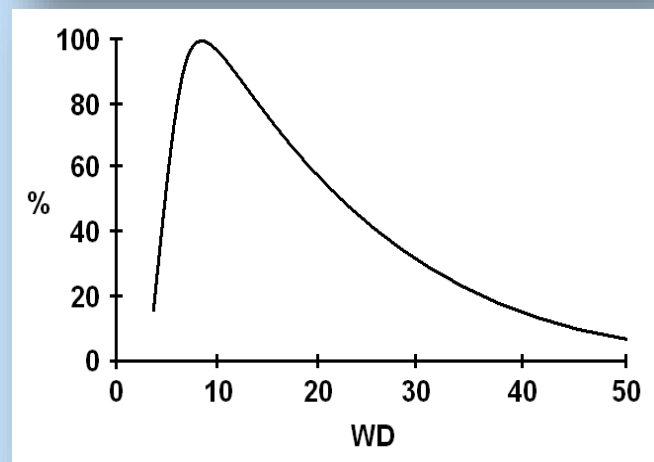
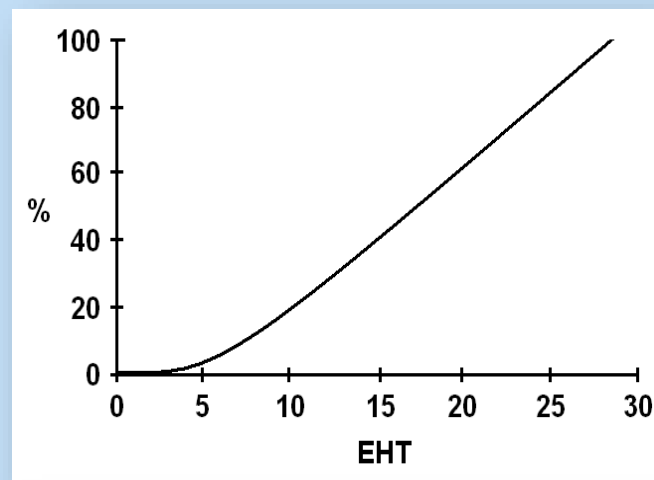
Inlens: ~5mm

背散射成分衬度像



1. 大光阑，保证足够多的背散射电子发射
一般使用30 μ m或者更大的光阑
2. EHT：设定在较高值, 如10KV
3. 探测器信号收集程度设定：BSD Gain level选择为high
4. 工作距离：5-10mm

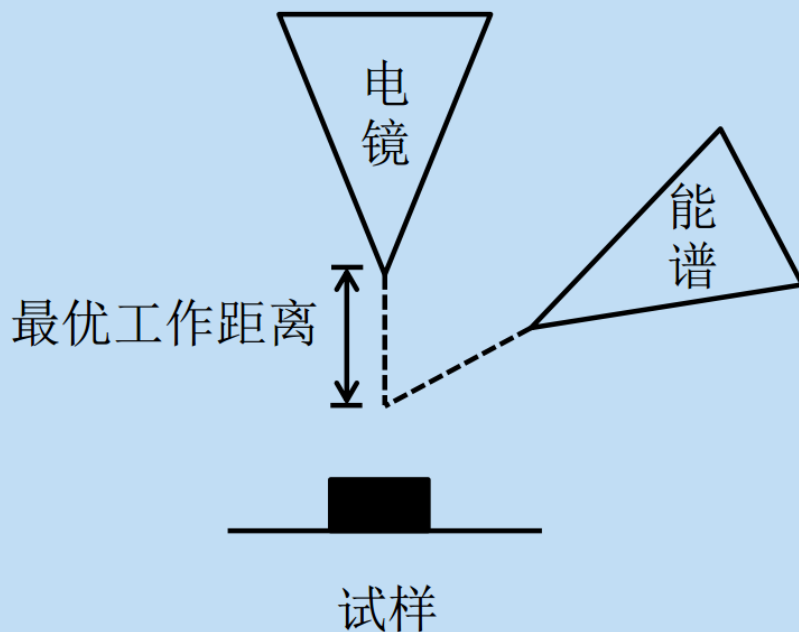
EHT	Typical WD	Information
>5kV	5-10mm	Z-Contrast
	2-5mm (material dependent)	Channeling contrast (crystallographic information, strain, deformation)



元素分析



- 1.大光阑，保证足够多的计数率，以提高精度与节约时间
- 2.选择最佳工作距离
- 3.对于需要元素面分布的样品，需要样品尽量平整



不导电样品



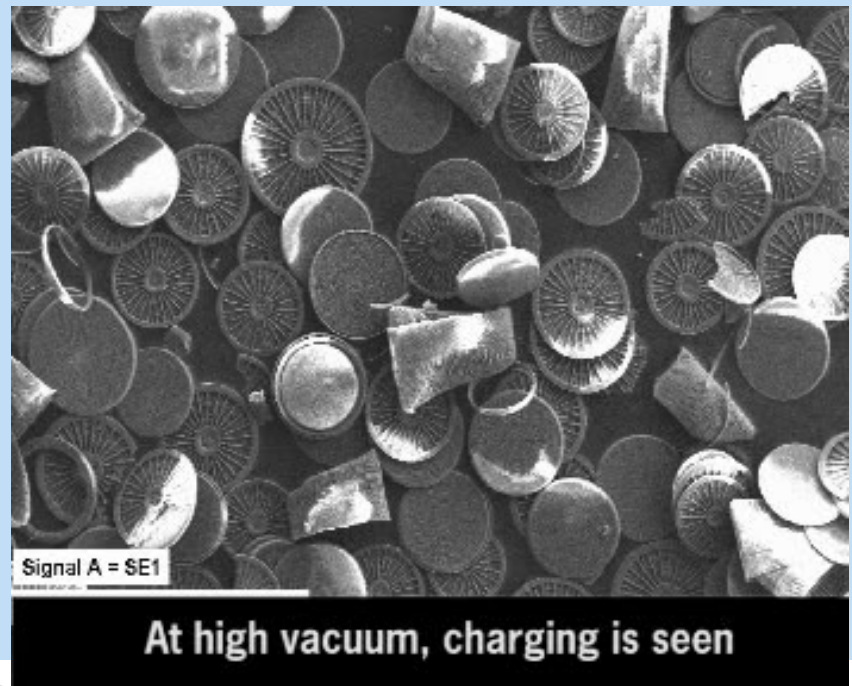
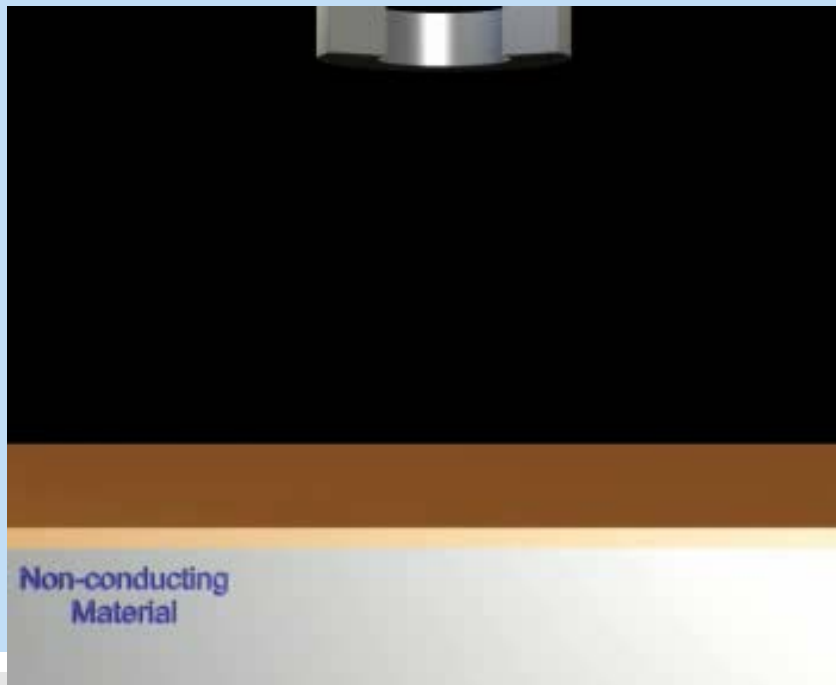
低电压成像

荷电效应

Charging up Effect



- ✓ 拍摄不导电样品时，由于入射电荷与出射电荷不守恒导致电荷积累，产生荷电效应，使图像出现异常反差、畸变、像散等现象，严重影响图像质量。
- ✓ 电子束入射 → 表面积累负电荷 → 负电场排斥入射电子 → 二次电子偏转、图像亮度不稳、图像发生畸变或不规则移动；

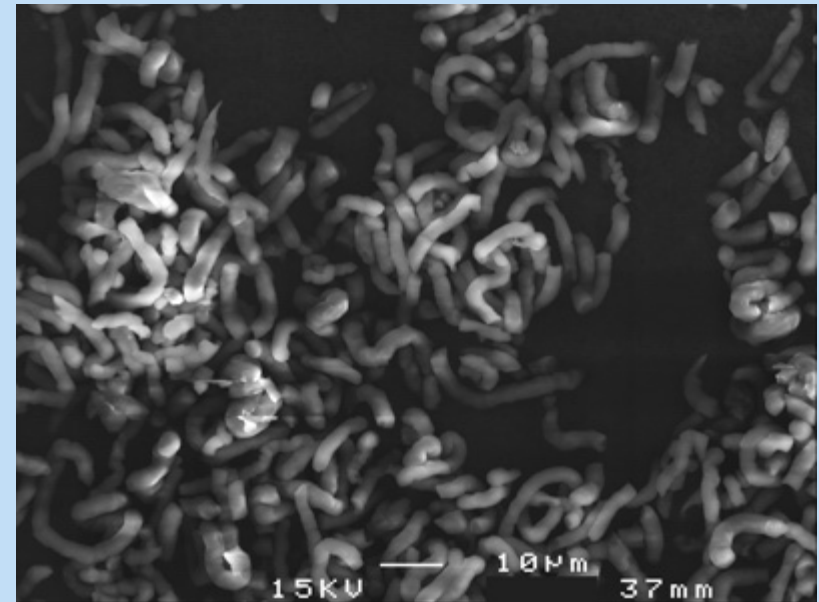


荷电效应

Charging up Effect



- 由于二次电子的能量低于50eV，因此二次电子像容易受到自身电场的影响。
- Inlens对表面荷电比较敏感，SE2和BSD对荷电不太敏感，当样品放电严重时可以用SE2或BSD或者混合部分SE2或BSE信号以减弱荷电效应。



荷电效应

Charging up Effect



镀导电膜!

减小EHT!

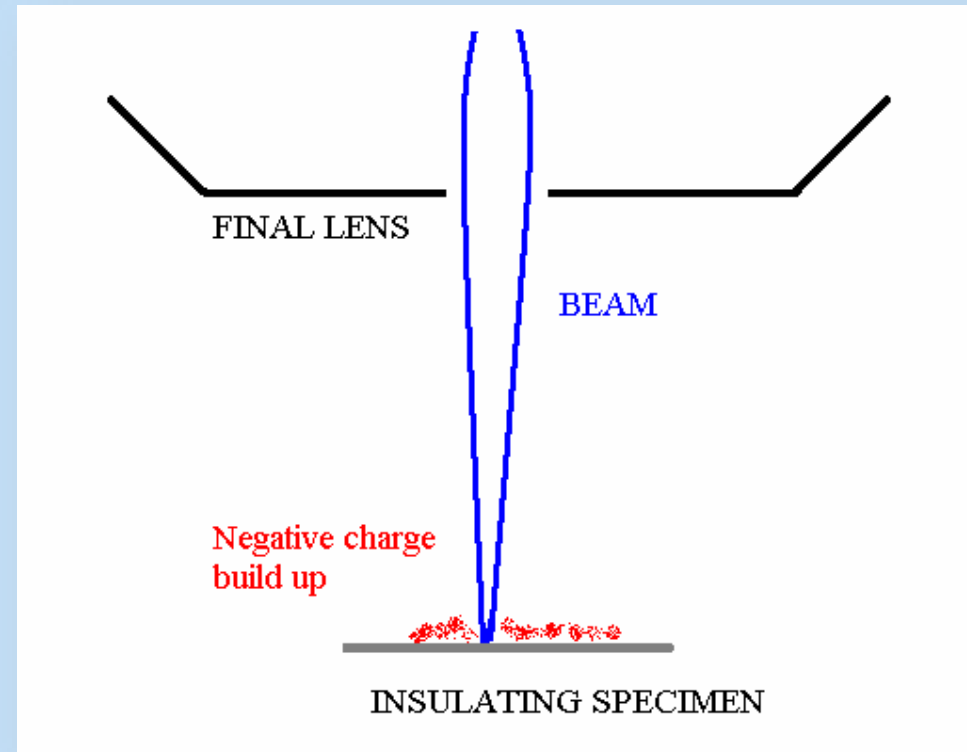
减小探针电流(I_{probe})!

喷金观察!

低真空模式下观察!

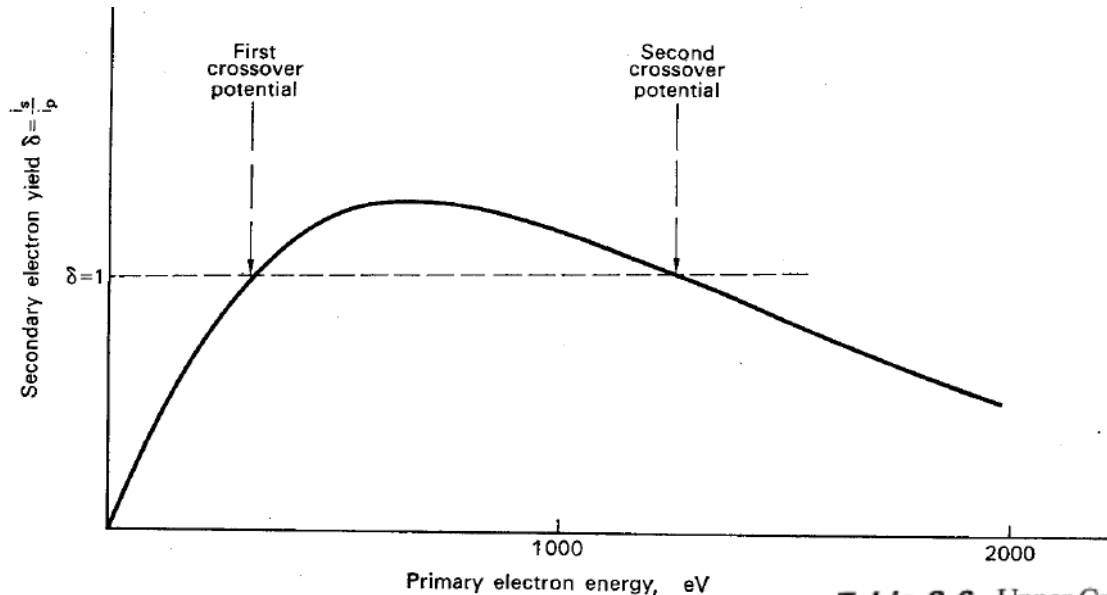


- Insulating specimen.
- Negative charge builds up on specimen.
- Charging artefacts present.
- May be able to reduce charge
- Reduce kV.
- Reduce probe current.
- Use SE2 or BSD detector.
- If can't
- Variable pressure or
- Coating your sample



跨越电压

Crossover Potential



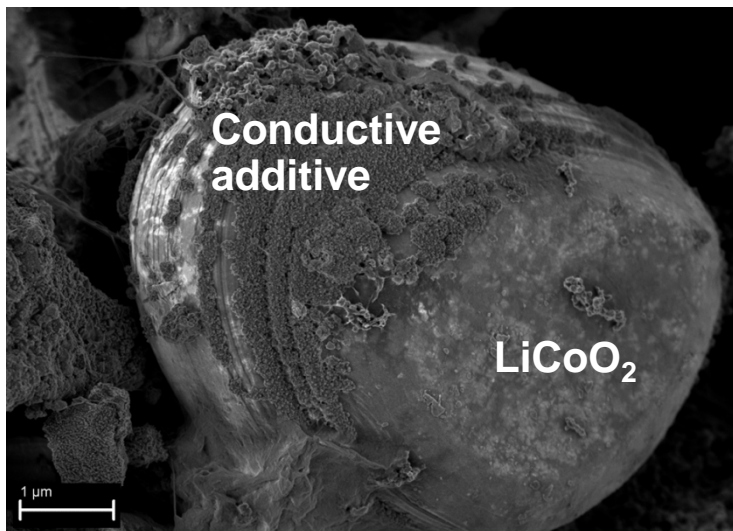
V1和V2的大小与试样中元素组成及电子束入射角有关，V1约为0.4kV - 0.8 kV，V2约为1 kV - 4 kV

Table 3.6. Upper Crossover Energy for Various Materials (Normal Beam Incidence)

Material	E_2 (keV)	Reference
Kapton	0.4	Joy (unpublished)
Electron resist	0.55–0.70	Joy(1987)
Nylon	1.18	Joy (unpublished)
5% PB7/nylon	1.40	Krause <i>et al.</i> (1987)
Acetal	1.65	Vaz (1986)
Polyvinyl chloride	1.65	Vaz (1986)
Teflon	1.82	Vaz and Krause (1986)
Glass passivation	2.0	Joy (1987)
GaAs	2.6	Joy (1987)
Quartz	3.0	Joy (1987)
Alumina	4.2	Joy (unpublished)

- 上图为固体材料的电子发射特性曲线，
- σ 为二次电子产率， η 为背散射电子产率，
- 当总发射电子产率 $\sigma + \eta = 1$ 时，样品出射电子数与入射电子数相等，样品不带荷电；
- 当总发射电子产率 $\sigma + \eta < 1$ 时，出射电子数少，表面呈负电位，二次电子图像发亮；
- 当总发射电子产率 $\sigma + \eta > 1$ 时，出射电子数多，表面形成正电场，探测器接收的电子数量减少，呈现局部发黑。
- 通过发黑发亮可判断样品带负电还是正电。

为何需要低电压成像 更多表面细节

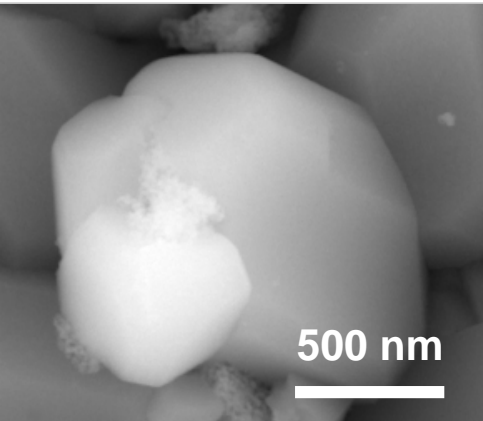


锂离子电池阴极
电子束能量600 V，inlens SE图像

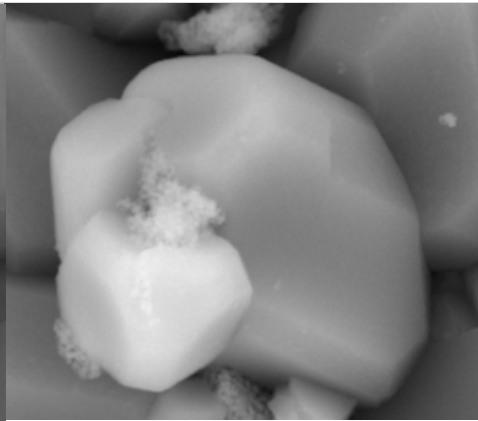
- 低压下的小束斑尺寸
- 极表面SE信号探测
- 避免放电效应
- 降低损伤



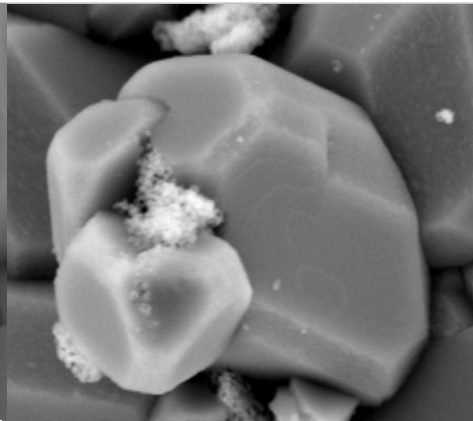
为何需要低电压成像 更多表面细节



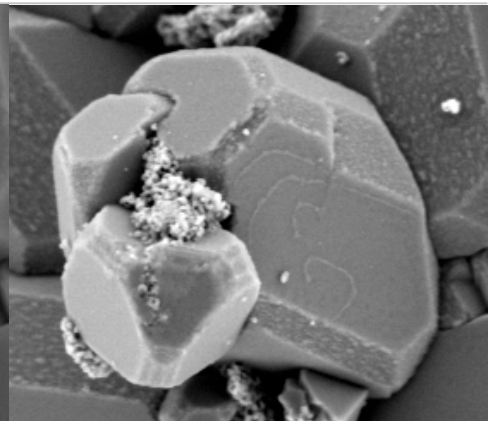
15 kV



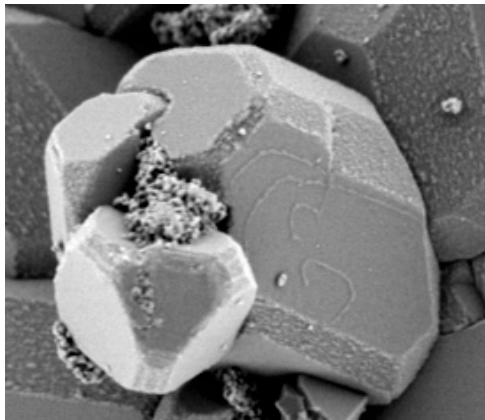
10 kV



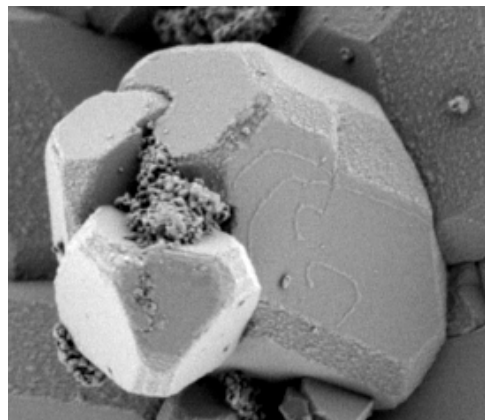
5 kV



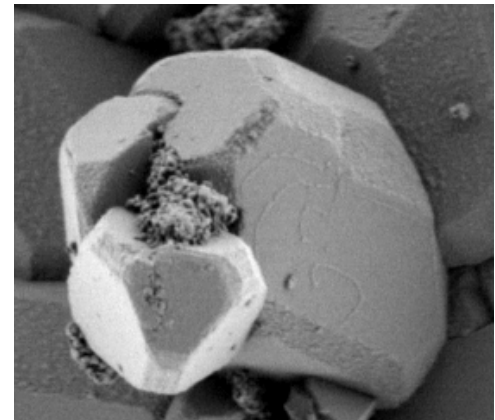
2 kV



1 kV



500 V



200 V

氧化铁/二氧化锆复合材料

为何需要低电压成像

Low Voltage imaging

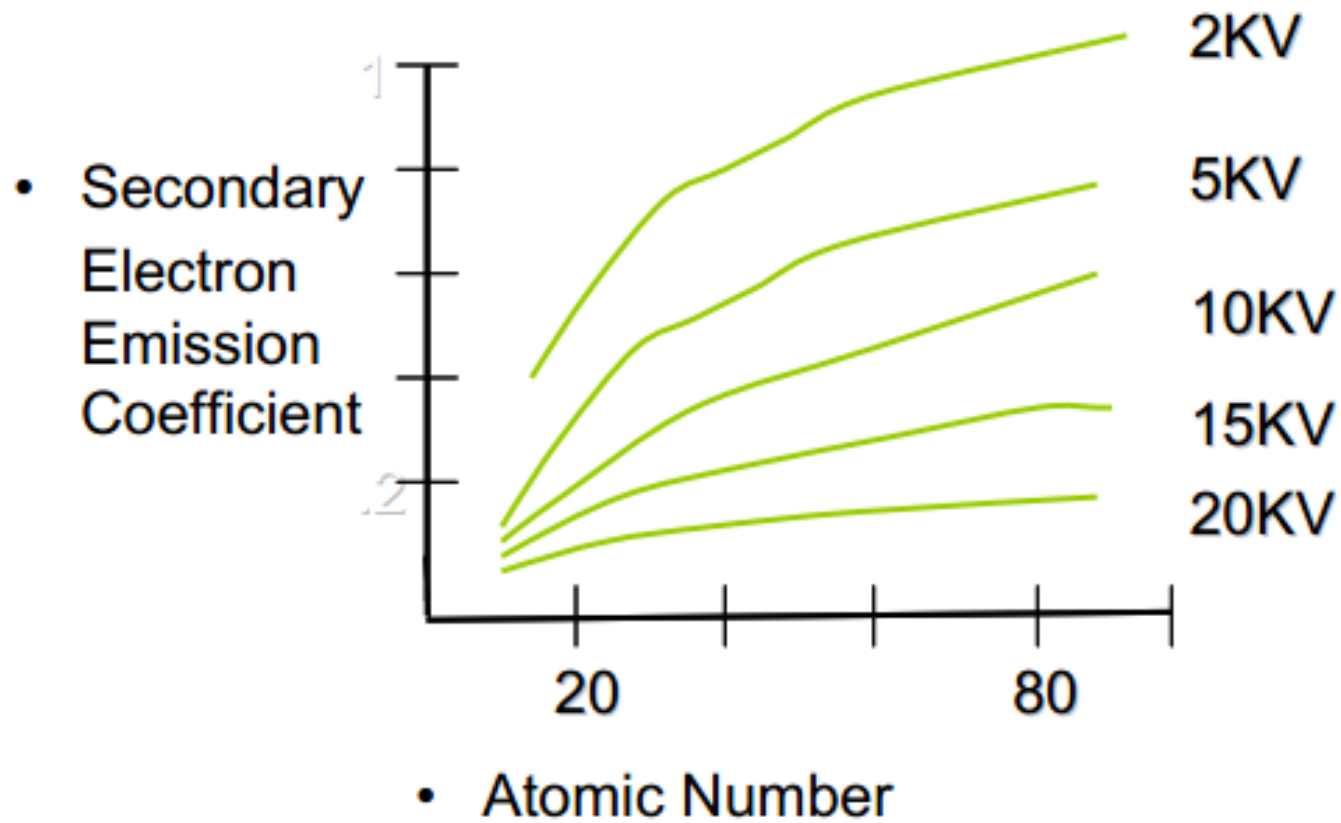


低电压成像的优势

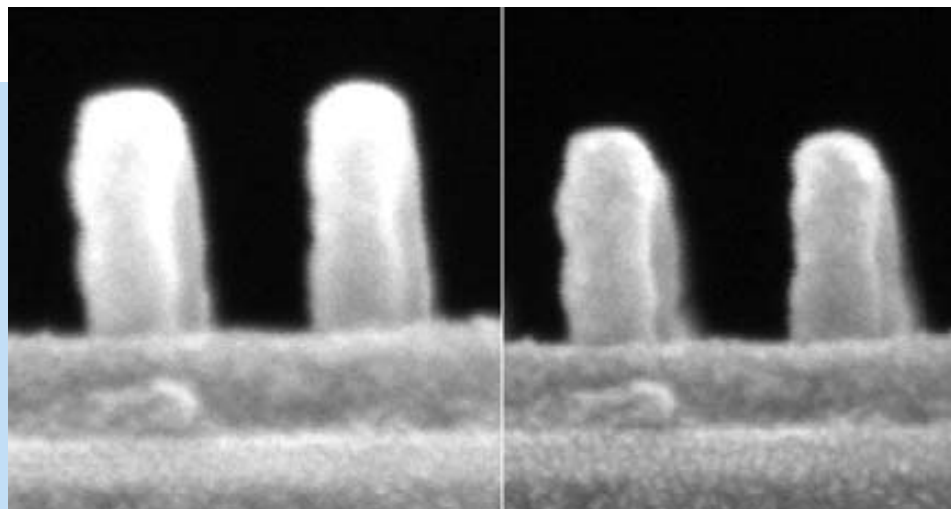
- 二次电子产额高
- 极表面SE信号探测，表面细节突出
- 避免放电效应，直接对非导电样品观察（高分子，陶瓷），无需导电处理
- 降低损伤，对样品的损伤小，尤其是对电子束敏感材料，如光刻胶

二次电子产额

secondary electron yield

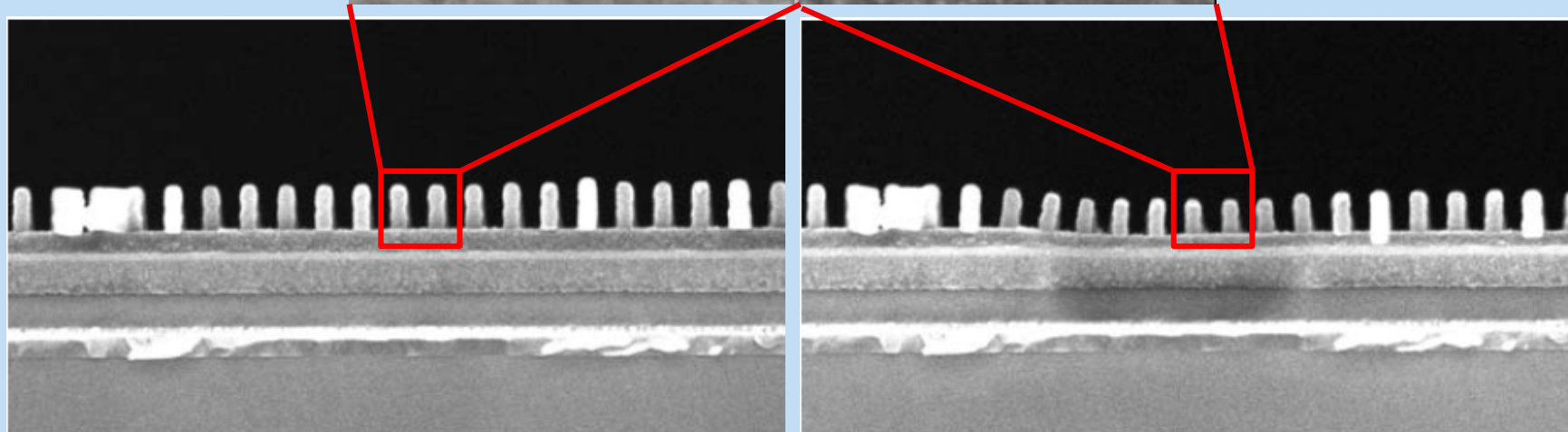


光刻胶/ Photoresist (Au coated)



193nm
60-70nm

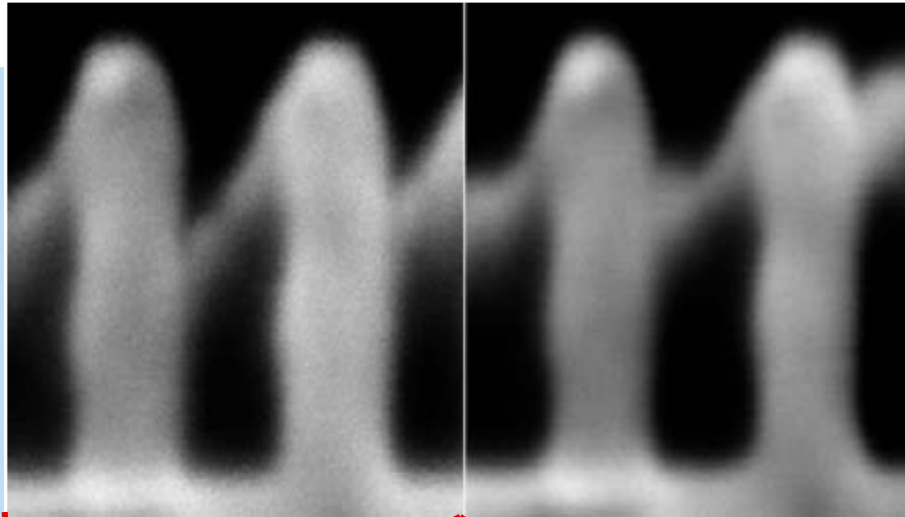
200KX



In-lens, 3kV, 3mm (before scanning)

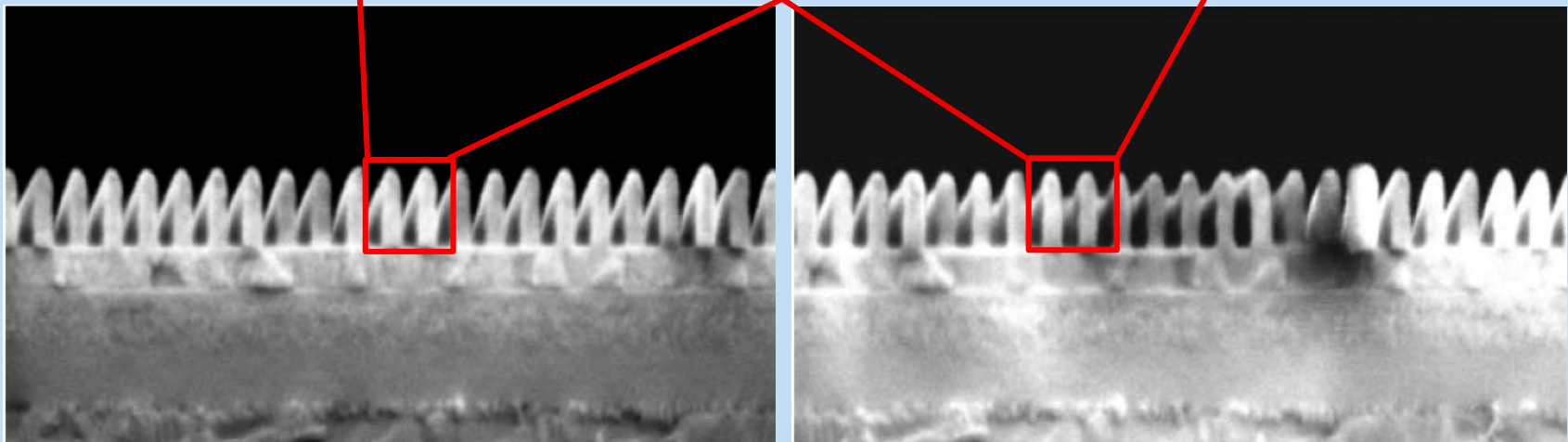
In-lens, 3kV, 3mm (1min scanning after)

光刻胶/ Photoresist (Au coated)



193nm
60-70nm

200KX



In-lens, 160V, 1.75mm (before scanning) In-lens, 160V, 1.75mm (1min scanning after)

500V



200V

50V

300 nm

EHT

1 μ m

EHT

300 nm

EHT = 0.050 kV

WD = 0.7 mm

Mag = 20.00 K X

Signal A = InLens

锂电池隔膜

High detection efficiency allows to reduce current and voltage to the extend that non conducting samples can be imaged without vp

1 μm

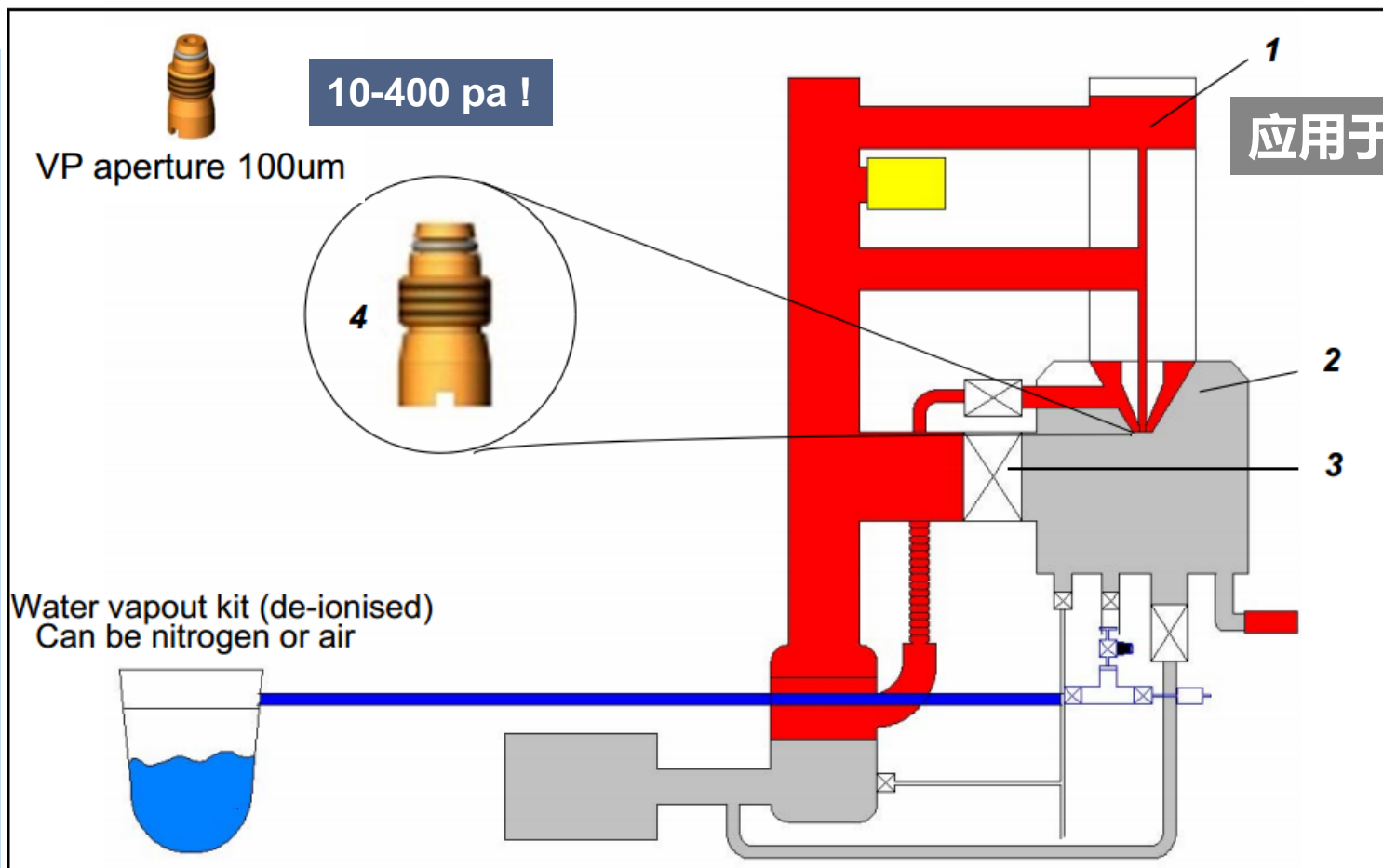
Butterfly wing image in high vacuum,
50V beam energy

不导电样品



低真空成像

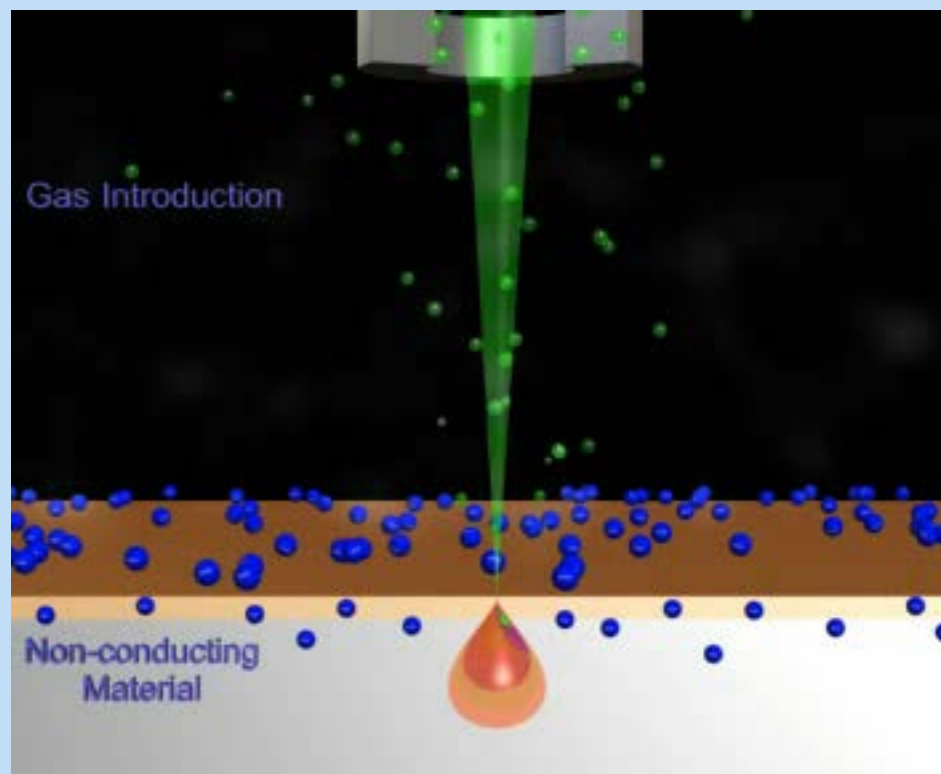
低真空模式



Gun at high vacuum (1). Chamber at variable pressure (2). Isolation valve closed (3). Single DPA (differential pumping aperture) fitted in bottom of objective lens (4).

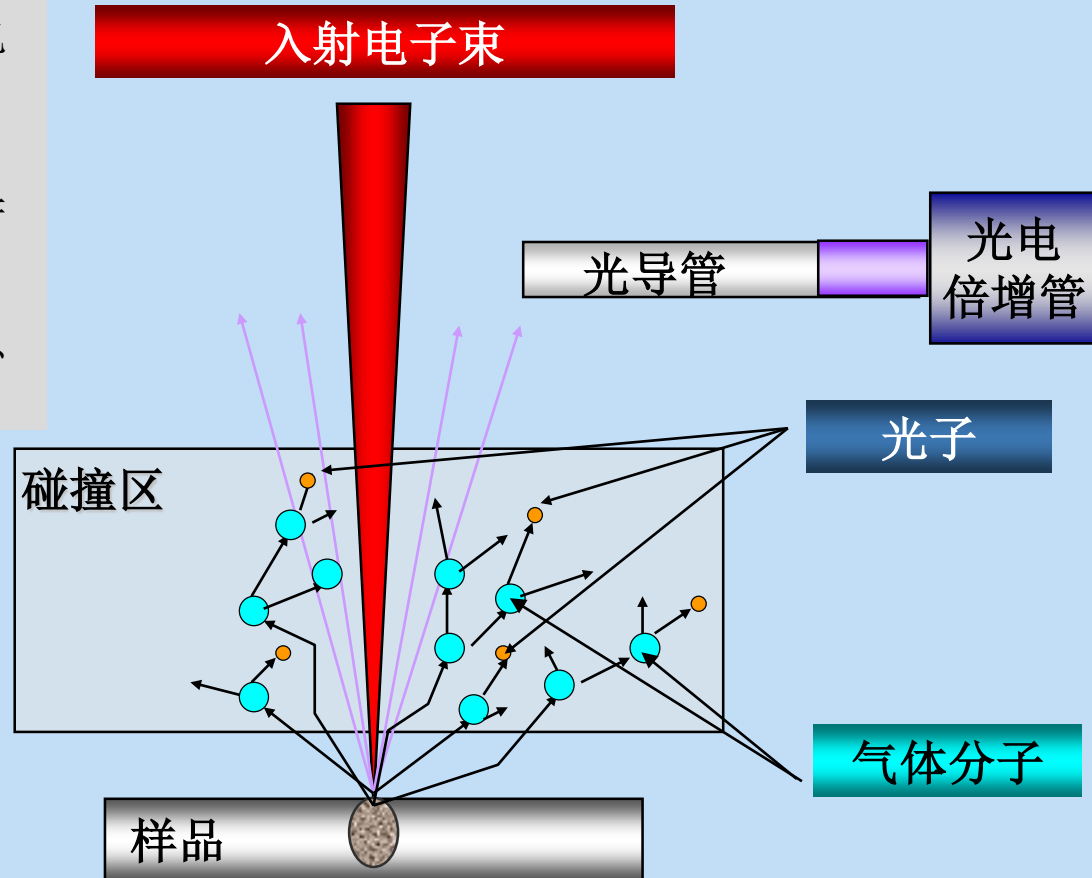
Enabling the Nano-Age World®

低真空二次电子探头 (VPSE)



低真空二次电子探头 (VPSE)

- 绝缘体一直是SEM成像的挑战，特殊设计的VPSE可在高压力下接收二次电子信息，压强范围为10-400Pa
- 引入定量气体到样品室，气体分子在被样品表面出射的二次电子电离时产生光子，VPSE用以接收光子信息
- 用以获得VP模式下的样品真实信息以及优良的二次电子像



VPSE的使用

VP 模式成像条件的设定

高真空模式

高压 EHT=1kV

束流 $I_{\text{probe}}=10\text{pA}$

工作距离 WD=5mm

灯丝电流 I 设在第 2 峰值

SE 探测器的收集器偏压 400V

物镜光阑 $30\text{ }\mu\text{m}$

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

可变压力 (VP) 模式

高压 EHT=25kV

束流 $I_{\text{probe}}=250\text{pA}$

工作距离 WD=8.5mm

灯丝电流 I 设在第 2 峰值

物镜光阑 $750\text{ }\mu\text{m}$, PLA= $100\text{ }\mu\text{m}$

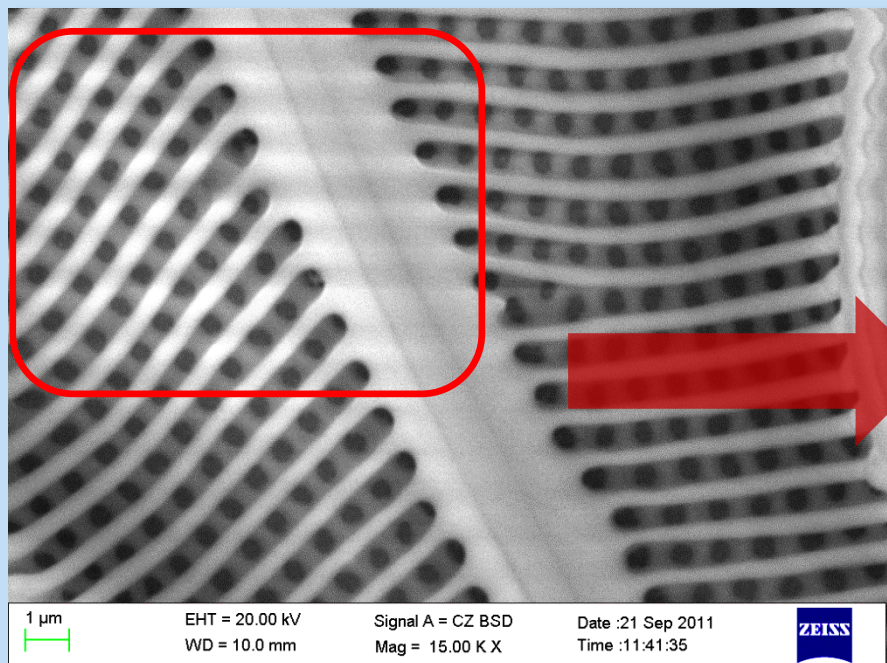
探测器 BED 或 VPSE D

成像扫描时间 20s 或更长

样品室压力: 10Pa 用 BSD, 40Pa 用

VPSED 或更高, 以消除荷电为准

低真空模式

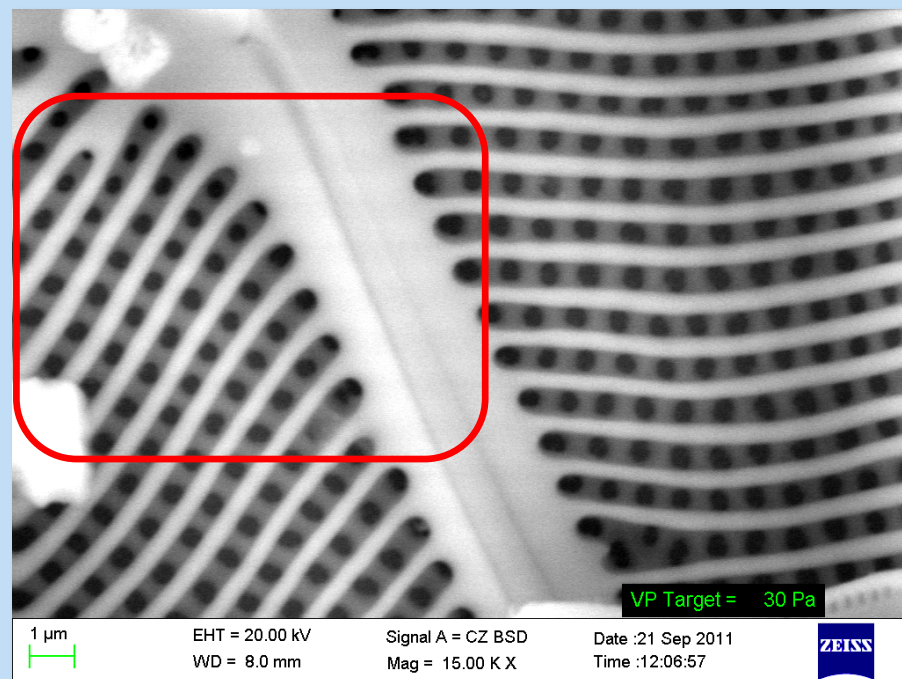


EVO18 HV Mode
EHT 20kV
BSD detector
左上角有明显放电现象

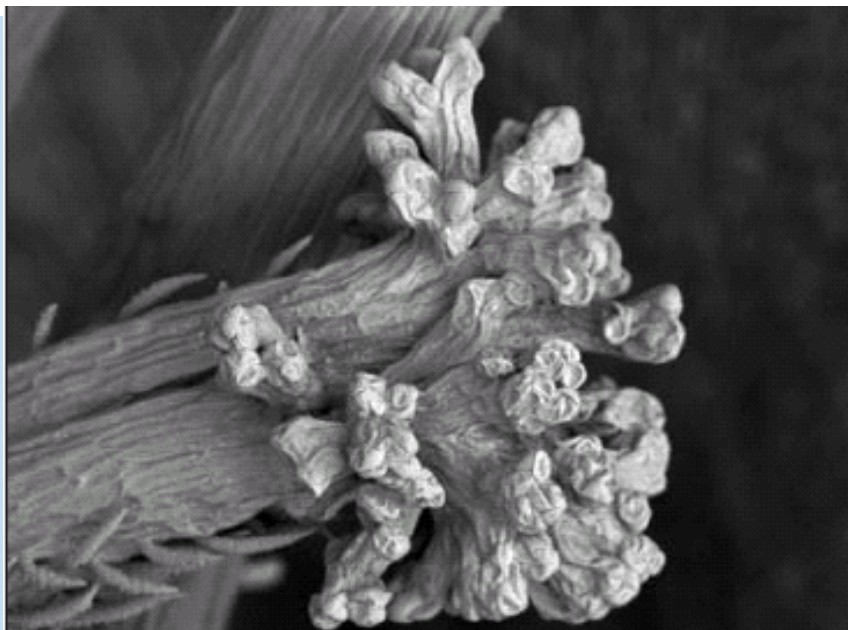
硅藻

EVO18 VP Mode
EHT 20kV
BSD detector
VP = 30 Pa

放电现象消失, 图像衬度均匀



低真空模式



高真空模式

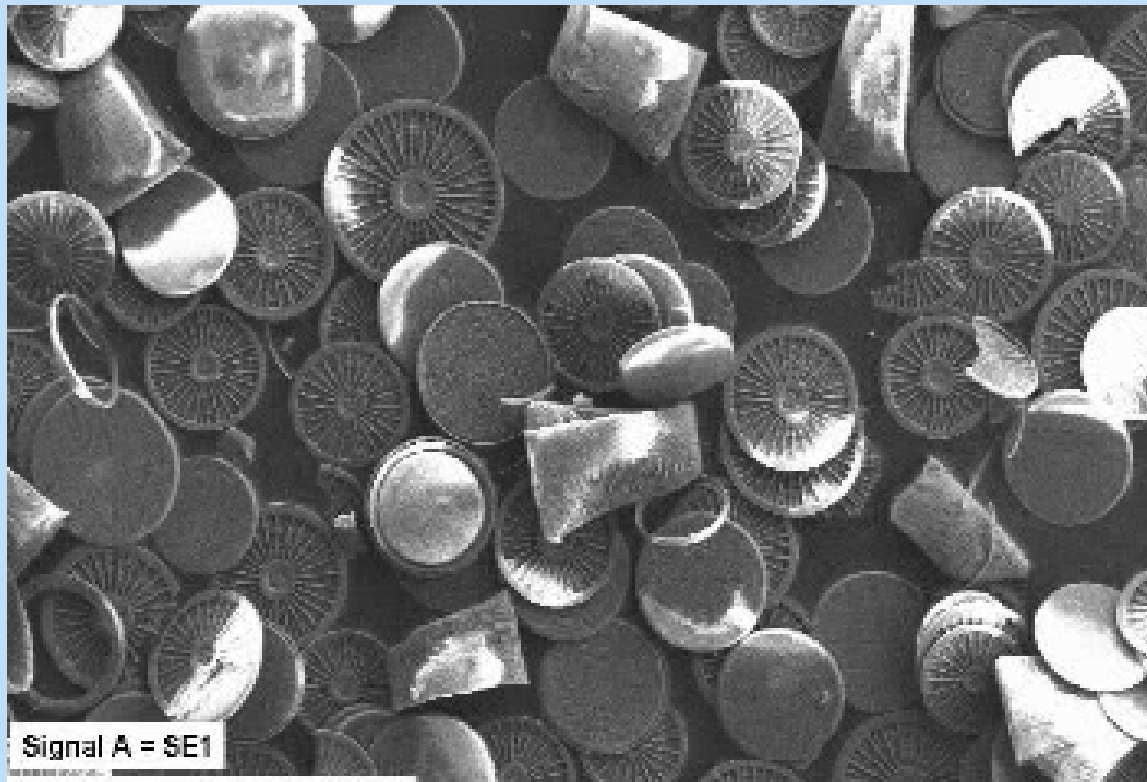


低真空模式

不同真空模式图像不同
试样：花蕾 140X

Charge compensation in VP mode

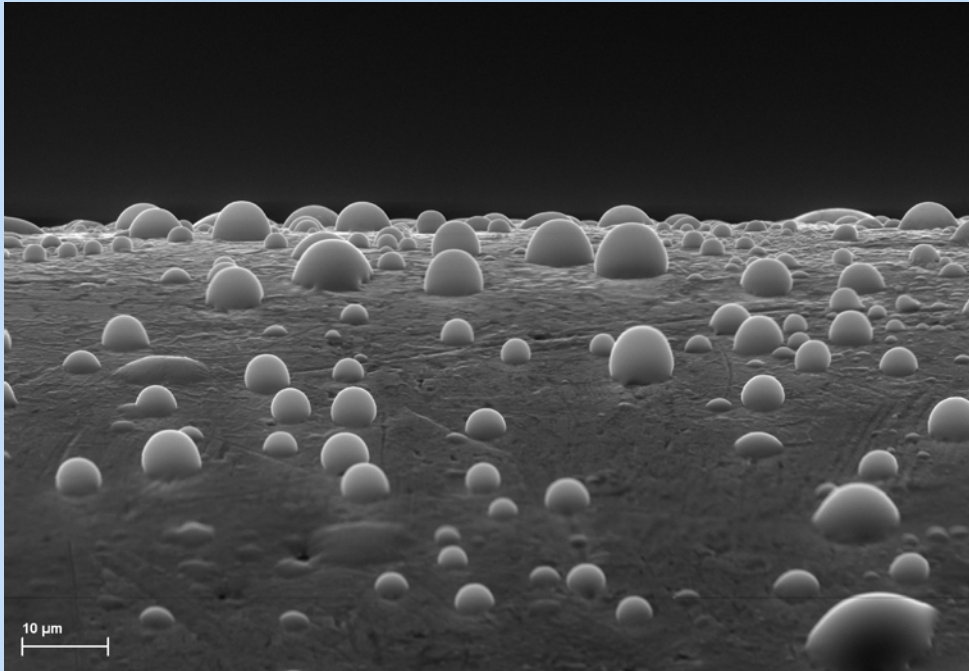
低真空模式的电荷中和—观察非导电样品的良好解决方案



At high vacuum, charging is seen

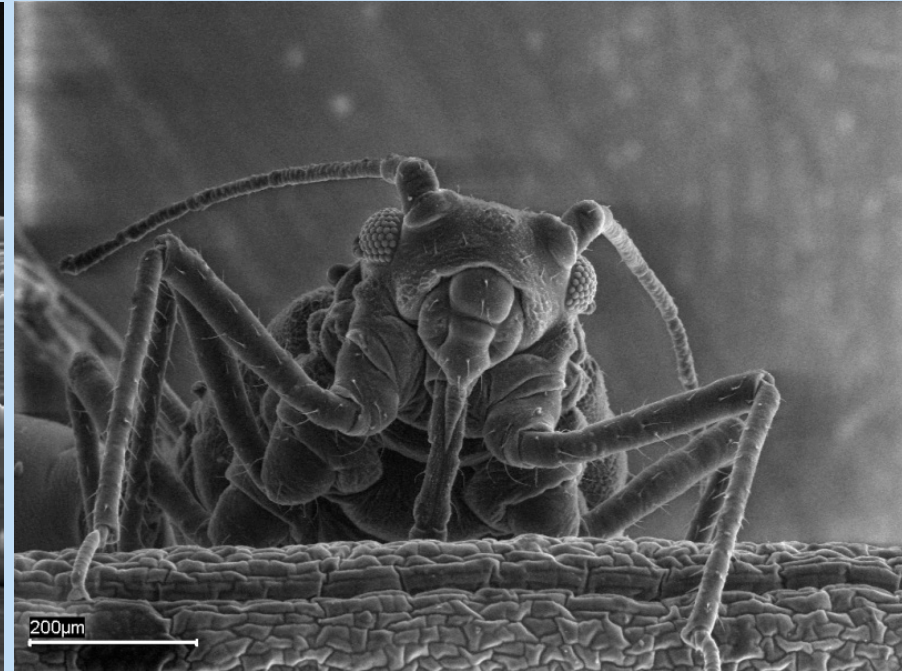
Charge compensation in VP mode

低真空模式的电荷中和—观察非导电样品的良好解决方案



金属线上的水珠

EPSE探头, 690Pa, 20keV, 0.1 °C, 水蒸汽环境



昆虫Insect;

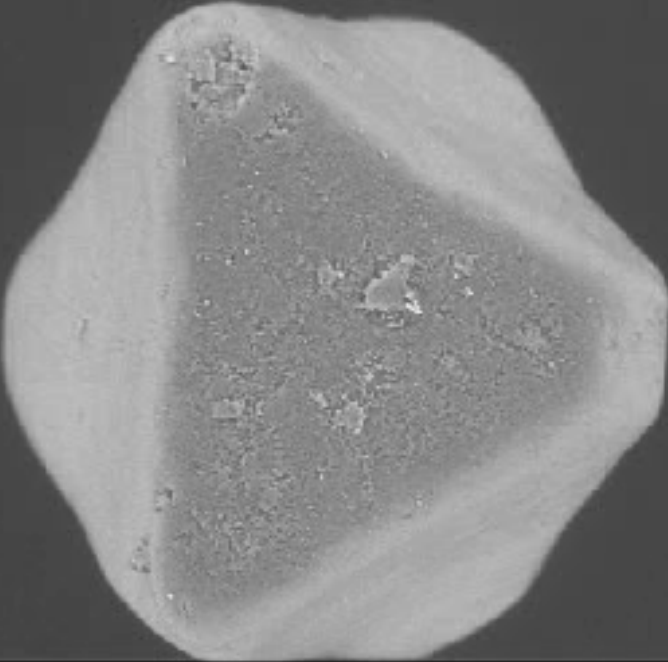
VPSE-detector, 20 keV

Charge compensation in VP mode

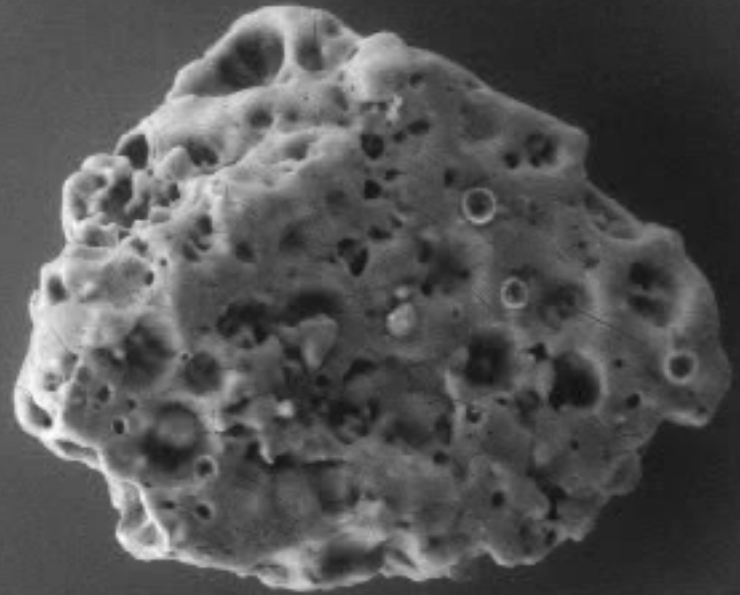
低真空模式的电荷中和—观察非导电样品的好解决方案



Water and Salt



Water and Coffee



- 影像展示的是盐颗粒加水蒸汽前后的效果
- 当增大水蒸汽压力时大量水融入了盐颗粒中，盐溶解了。
- 当减小水蒸汽压力时导致了盐中水的流失，盐又恢复成晶体结构。这个过程是可逆的。

- 这个影像展示的是加水后冷冻的干咖啡颗粒的效果
- 由于水累积的作用，咖啡溶解了

Agenda



- 1 蔡司公司简介
- 2 扫描电镜基础知识
- 3 扫描电镜操作技巧
- 4 操作注意事项

开关机操作



开机：打开水机、空压机和电镜电源，**红灯**(OFF)自动亮起 → 1min后按**黄灯**（ Standby ）亮起，此时真空泵开始抽真空 → 1min后按**绿灯**（ ON ），电镜整体通电，电脑自动开启，打开软件 → 待Vacuum指示真空抽好后，点击Gun on给灯丝加电流 → EHT on →待ALL指示打钩后，开始拍图操作。

注意： 1. 灯丝保护：尽量在真空度较高时才开EHT，比如正常 $5\text{e-}5\text{mbar}$ 就能开EHT了，等到 $2\text{e-}5\text{mbar}$ 才开EHT比较好，防止Outgas掉高压和Gun off。。

关机：点击EHT off → Gun off关闭灯丝电流 → 待进度条完成后，关闭软件，关闭电脑 → 切换至黄灯（ Standby ） → 根据情况再选择切换至红灯；

注意：

1. 此步骤没有卸真空，因为不需要开腔室；
2. 注意必须先关电脑后才能按黄灯，否则电脑会强制切断电源关机；
3. 注意必须在灯丝Gun off的情况下才能关红灯，否则会损坏灯丝。

日常关机：仪器经常用，晚上的时候只需要**关掉EHT，不需要Gun off，不卸真空，关闭软件，关闭电脑，按到黄灯Standby。**

长时间不使用仪器关机：点击Gun off关闭灯丝电流，不卸真空，关闭软件，关闭电脑，按到黄灯Standby，1min后再按红灯OFF，再关水机和空压机。

开关机操作



关于卸真空：只有在 **更换样品** 或者 **更换灯丝** 的时候才需要卸真空，日常关机或长时间关机都不需要卸真空。

电镜室的环境要求



1. 杂散磁场，噪音，震动要求

高倍图像时看不到明显干扰，如图像细条纹，抖动等。

注意减震气垫是否够气，定期打气。

2. 温湿度控制

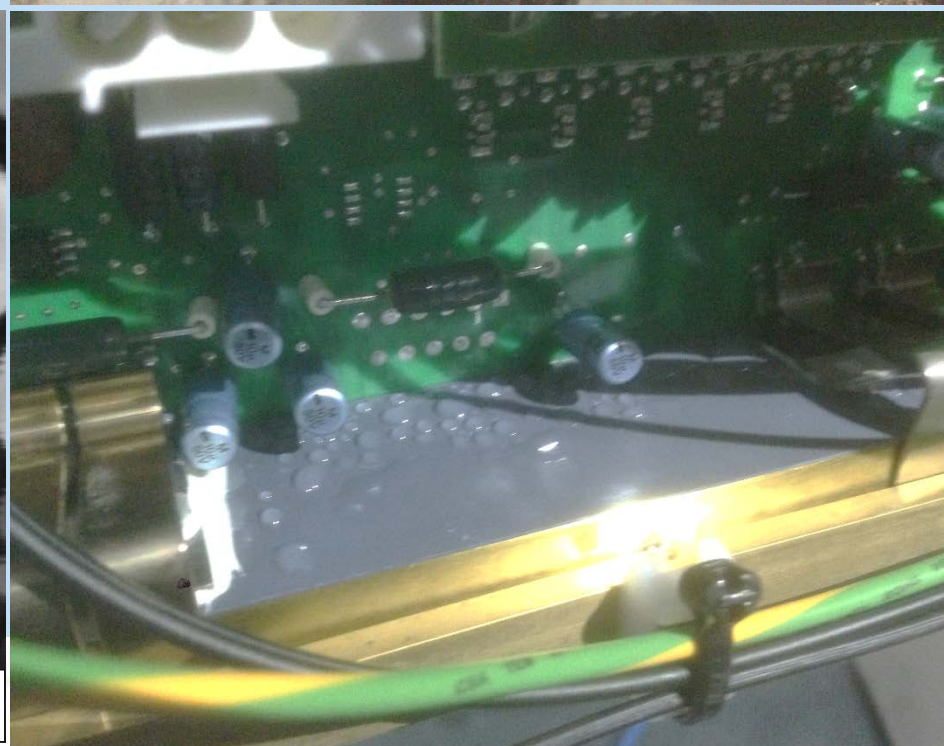
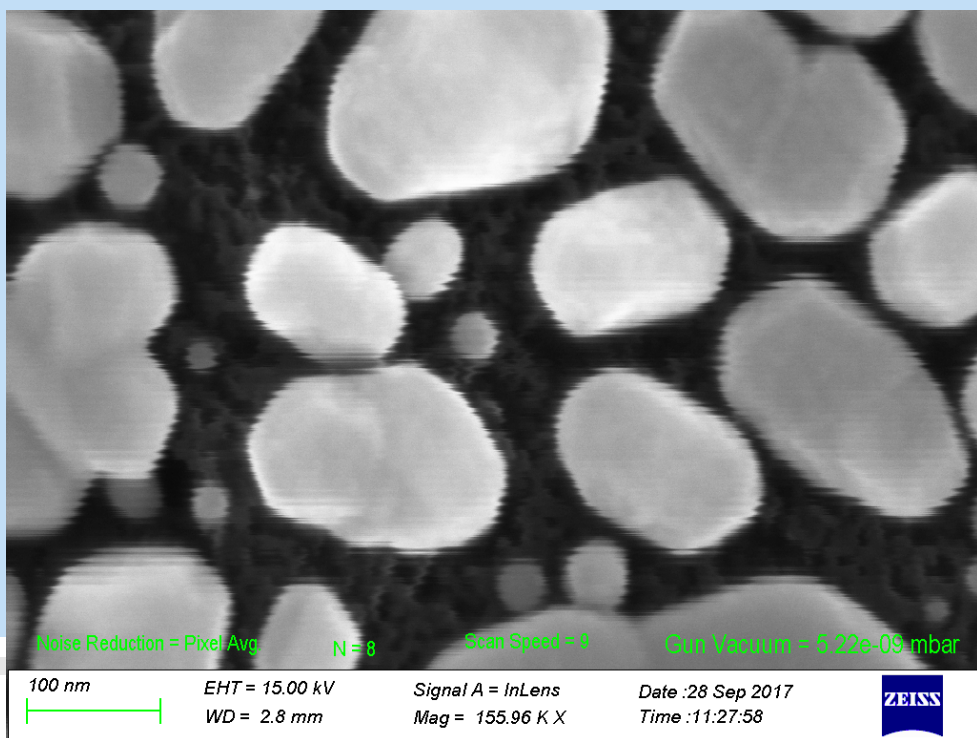
温度：22~24℃，湿度≤65%。

注意抽湿机水满后自动停止工作，要定时倒水。

电镜室的环境要求

凝水

震动

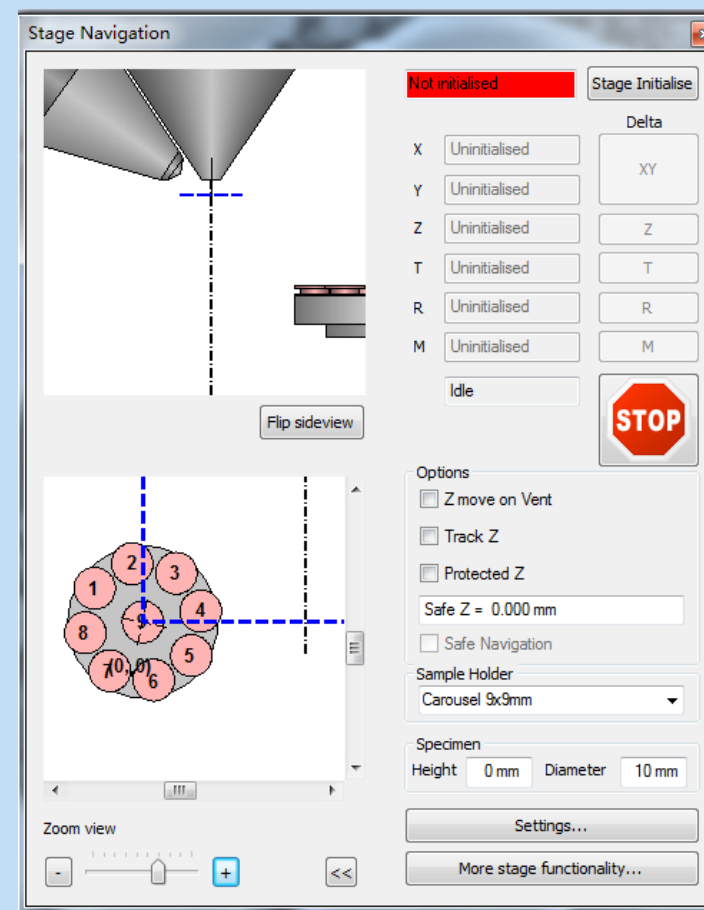


样品舱进样



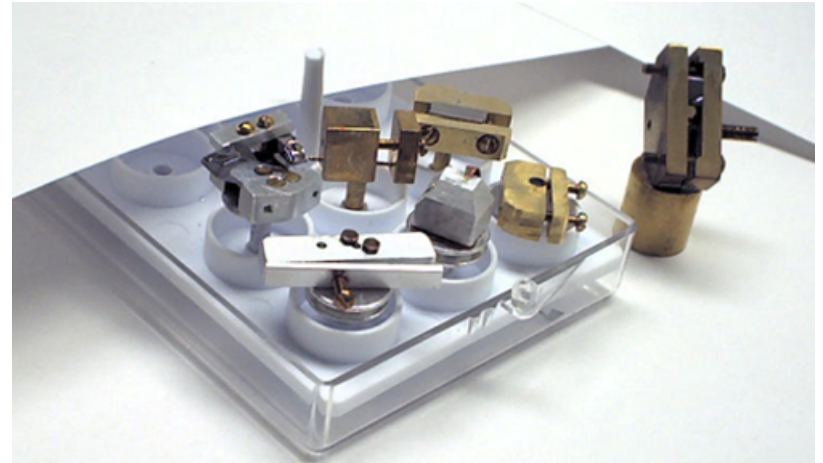
制样以及放样品过程中带手套，防止样品台污染。

放置样品台时，方向一定要准确，一定要卡到位，
否则载物台此时将会报警，严重时载物台会卡住舱门。



块状样品，表面形貌观测 Non-biological Bulk Specimens

1. 固定
2. 导电处理



粉末状样品 Powder Specimens

1. 尺寸小于100纳米

- 少量粉末置于分散液中（酒精）
- 超声分散
- 取液滴滴在光滑平面上（铝箔/硅片）



2. 尺寸大于1微米

- 将样品散在导电胶带或导电浆上
- 用压缩气体或洗耳球将未固定牢的粉末吹走



截面抛光样品

1. 切割
2. 镶嵌
3. 打磨抛光
4. 清洗
5. 固定



镀导电膜

对膜材料的要求：导电性好，二次电子产额高，晶粒小，分布均匀

常用的膜材料：Au, Au/Pd, Pt, Cr, C, etc.

厚度：通常 2-20 nm



注意事项

电镜喜欢的样品：导电的、平整的、牢固的、

电镜不喜欢的样品：不导电样品、粉末样品、易挥发性样品、
磁性样品

一定要注意的：

- 1、样品要清洁、固定
- 2、电镜内注意安全距离

最危险的也是最需要谨记的:



样品台撞到极靴或探测器

1. 控制样品最高点与物镜极靴距离，如过小:

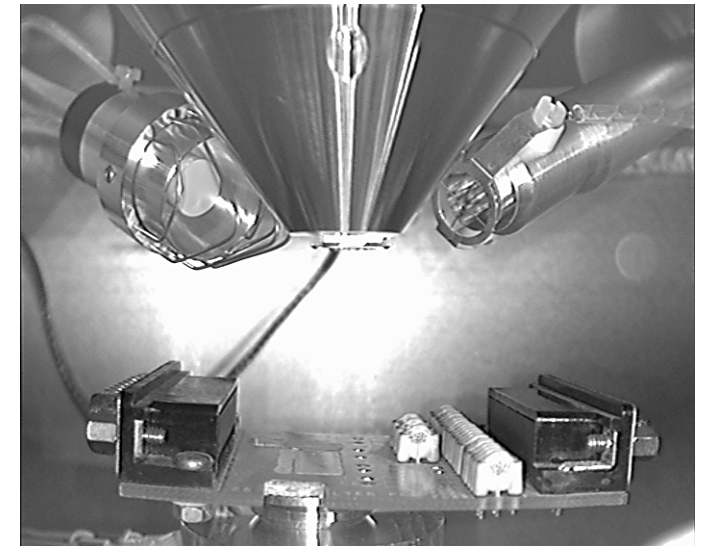
潜在危险: 撞极靴或探测器

2. 控制样品台倾斜角度，如过大:

潜在危险: 撞极靴或探测器

3. 样品高低起伏过大

潜在危险: 小工作距离观测样品凹陷处时，样品突出部分可能撞到极靴



尽量在**CCD**观察模式下移动样品台高度或倾斜样品，实时观察样品与极靴或探测器的距离

安全注意事项



- ✓ 使用电镜时要注意用电安全；
- ✓ 实验室温度22~24℃，湿度低于65%；
- ✓ 严格按照开关机顺序进行开关机操作；
- ✓ **在移动、升降和倾斜载物台时，一定要在TV模式下进行，切记不要让碰撞到物镜和探测器；**
- ✓ 在样品高低不一的情况下，应先降低载物台，再切换样品，严禁直接移动；
- ✓ 换取样品的过程中要使用无尘橡胶手套操作，切不可用手直接接触载物台和样品；
- ✓ **放置样品台时，方向一定要准确，一定要卡到位，否则载物台此时将会报警，严重时载物台会卡住舱门；**
- ✓ 在拷贝数据时，建议使用光盘来拷贝数据，严禁使用U盘，移动硬盘等；
- ✓ 不要在电镜专用的电脑上私自安装其他软件，以防电脑系统崩溃；
- ✓ 不要在电镜主机台面上放置尖锐小物件（如螺丝，螺丝刀等小工具），以防物件破坏气垫；
- ✓ 中途不使用电镜时，在Stage Navigation里的Joystick Disable 前面打上√，防止误操作而撞物镜和探测器。



Enabling the Nano-Age World®
Enabling the Nano-Age World®



We make it visible.