

扫描电镜科学技术和应用的进展

廖乾初

(冶金工业部钢铁研究总院,北京 100081)

评述了扫描电镜科学技术和应用的发展。有关仪器的最大改进可以总结如下:(1)采用了数字图像记录系统,扫描电子像的质量可以通过计算机的图像增强技术而大为改善;(2)整个扫描电镜完全由计算机来控制,其观察条件和分析条件可以储存和再现;(3)场发射电子枪扫描电镜的分辨率已经达到 1.5nm (对于大试样)和 0.6nm(对于小试样)的水平。最后还讨论了在扫描电镜中的新成像技术及其多功能的发展趋向。

自 1965 年英国剑桥科学仪器公司生产第一台商品扫描电镜以来,日本、原联邦德国、荷兰、美国和我国都相继制造出商品的扫描电镜。经过 27 年来不断的完善和改进,扫描电镜已成为一种全电子计算机控制和全自动图像分析的扫描型显微镜,并兼备有电子探针的全部 X 射线显微分析的功能。本文仅就商品扫描电镜仪器本身的科学技术和应用的发展作一个概要的叙述。

一、普遍采用数字图像记录系统

传统扫描电镜图像的记录方法都是采用“视频监控+光学照相机”的记录系统来记录图像。这种记录系统称为模拟图像记录系统,而相应由此所得的图像称为模拟图像。

随着近代扫描电镜的发展,普遍采用数字化信息的帧储存技术应用到扫描电镜的图像记录系统中,相应发展了一种新的数字图像记录系统,而由这种系统所记录的图像称为数字图像。

在扫描电镜成像技术的发展史中,数字图像记录系统的采用可以说是一个划时代的进步。它具有如下优点:(1)在扫描电镜中,入射电子与物质相互作用所产生的成像信息本身是电子信息,故直接记录电子信息是最合理的;(2)把来自物质的电子信息直接进行测量和储存,可以最大限度地保存更多的物质结构的信息;(3)在许多有关图像学的定量分析工作中,往往

要求知道所记录图像中每一像素的灰度值,因此采用数字量来获得和储存记录图像数据更为直接方便;(4)把每帧图像储存在磁盘中,只用几秒钟就完成,这样就可以大大地减轻扫描电子束对试样表面的热损伤和污染;(5)所记录的数字图像可以直接用电子计算机进行各种图像处理以改善图像的质量;(6)所记录的数字图像可以直接用电子计算机进行图像分析。由于上述优点,故近代扫描电镜都采用数字图像记录系统,并发展了一系列适合于扫描电镜特点的数字图像处理技术(如灰度变换,图像增强,帧平均降噪音,过滤增强边缘或轮廓,伪彩色显示,快速傅里叶变换等),图像分析技术(从图像中提取有价值的定量分析数据如:几何参数,化学分类,相分析,直方图,分布曲线等),各种形态学处理功能(如缩小,扩大,打开,关闭等)和各种图像编辑功能(如开窗,删除,修补,以及叠加文字,符号,和标记等),应用起来十分方便。

目前,商品扫描电镜的数字图像记录系统有两种类型:一种是仍沿用模拟扫描系统,另一种是采用数字扫描系统¹⁾。因为数字扫描系统是属于一种强迫扫描方式,显然它优于模拟扫描系统,并且将是今后扫描电镜所要采取的技术路线。此外,数字图像的分辨率取决于像素的数目,现在一帧数字扫描图像的像素数目已从原来的 512 像素 × 512 像素扩大为 1024

1) 根据原联邦德国欧波同公司 960 型数字扫描电镜所提供资料。

像素 × 1024 像素,或 2048 像素 × 2048 像素,相应其分辨率已等于或优于传统的模拟图像(它通常采取 1000 像素 × 1000 像素)。

近年来,国外发明了一种光电子激发荧光板,采用这种成像板来记录数字扫描图像,其精度高,可以输出 2048 像素 × 1356 像素,有 4096 级灰度。但由于这种成像板的价格昂贵,目前尚难推广应用。

二、向全面电子计算机控制的人工智能化发展

近代分析仪器的发展都力图使用安全可靠,摆脱对实验人员技术熟练程度的依赖性,减轻工作强度,并提高其分析结果的精确性和可重复性。解决途径之一是采用电子计算机进行全面控制。近代商品的扫描电镜也是沿着这个方向发展,它主要包括以下几个方面:

1. 安全保护

这方面主要包括冷却水断水保护,真空低落保护,高压束流过载保护和电源断相保护等一系列的安全保护连锁电路。

2. 自动控制操作

这方面主要包括抽真空程序的自动控制,电子枪对中的自动控制,最佳电子光学成像条件的自动控制,例如自动聚焦(AFC),自动消像散(ASC),自动亮度和衬度控制(ABCC),动态聚焦等。从目前来看,自动聚焦和自动消像散控制仍存在质量问题,有时效果还不如人工调节的质量好。

近年来,还实现了电子枪灯丝加热电流的自动调节¹⁾。以获得最佳的电子照明束条件,并可防止电子枪灯丝的过载和电冲击,从而大大地延长了灯丝的工作寿命。

3. 试验条件参数的预置和记忆

为了保证观察和分析结果的可重复性,以及提供在定量分析中必不可少的数据,对各种试验条件参数如:放大倍数,加速电压,物镜的聚焦电流,工作距离,电子探针束流,试样的观察点位置,以及视频放大器的输出信号电压等都可以预置和记忆,这样在任何时间下进行观

察和分析时,都可以保证重复原来的试验条件。此外,在日常操作中常用的几种基本电子光路如:最大焦深模式的光路,高分辨模式的光路和选区电子通道模式的光路均可以预置控制。

4. 自动图像分析

所谓图像分析,它是指在数字图像中所包含的大量原始数据中提取有价值的信息。例如,对于二次电子象,其衬度效应主要是反映几何形态,相应经过图像分析后,它可以给出有关几何形态的原始测量数据(如面积,周长,平均直径等)和运算后的统计数据(如直方图,选区的统计分布等)等;对于背反射电子像,其衬度效应主要是反映物质的原子序数差异,相应经过图像分析后,它可以给出有关相分析的数据如:化学分类,各相所占的百分数,伪彩色显示不同相的分布等。

为了提高处理速度,近代的图像处理系统都是采用一个小型计算机带一个图像阵列处理器为核心。目前扫描电镜所采用的图像分析系统正从全自动图像分析系统向高级智能化的图像分析系统过渡,在分析系统中配备有一个流水线结构的图像阵列处理器,以大大提高对图像的处理和测量速度,并拥有一个庞大的视频储存器(可达 128 兆字节)。此外,它还备有各种专用的软件包(知识库),运用已建立的图像识别和图像关系的知识基础上,对被分析图像自动进行各种带智能性质的分析。例如,专供材料科学研究的软件包有:三维重构,晶界重构,钢中夹杂分析,固体的表面分析,断裂分析,颗粒分析等。

三、向高分辨电子显微学的目标迈进

近年来商品扫描电镜最大进展之一是其图像分辨率已从 1986 年的 0.8nm 提高到目前(即 1992 年)的 0.6nm²⁾,又进一步靠近原子分辨率水平,因此各国学者已开始采用扫描电镜开展高分辨的表面电子显微学工作,称为高分辨扫

1) 根据英国剑桥公司 360 型扫描电镜所提供资料。

2) 根据日本日立公司 S-5000 型场发射扫描电镜所提供资料。

描电子显微学。据说应用分辨率为 0.8nm 的扫描电镜^[1],可以观察到在钨表面上两个原子层(0.45nm)的原子台阶,证明这种晶面台阶同理论的原子模型有很好的对应关系。可以预期,高分辨的扫描电镜对近代新型材料(如精密陶瓷材料和氧化物材料等)研究将起很大的作用。因为扫描电镜的特点是可以对原始厚块试样表面进行直接观察,比透射电镜更能反映试样原表面的真实状态,因此高分辨扫描电子显微学是值得重视的研究方向。

扫描电镜分辨率的提高是同其仪器本身的科学技术进步有关,现分别叙述如下:

1. 采用清洁的真空系统

因为电子束只能在真空下产生和操纵,故真空系统的质量在电子光学仪器中十分重要。任何真空度的下降都会导致电子束的散射加大,电子枪灯丝寿命的缩短,产生虚假的二次电子效应,从而严重影响成像质量。此外,如果采用油扩散泵真空系统,还会产生碳氢化物沉积,使透镜光阑和试样表面污染,将会降低成像质量。因此,为了获得高分辨的图像,要求采用清洁的高真空系统。

目前,扫描电镜广泛采用的涡轮分子泵是属于一种无油的清洁真空系统,它可以获得 10^{-4} Pa的高真空度,并具有如下优点:(1)抽气速度快,在1.5—2min内就可以达到工作真空度;(2)长寿命和工作可靠,即使泵失效也不会造成镜筒的污染;(3)安装简单,运转费用低。目前涡轮分子泵有水冷和气冷式两种,其中气冷式更为方便。

2. 采用场发射电子枪

在电子显微镜中,电子枪的作用是形成电子照明源,并且其所形成电子照明束的亮度(或束流密度),高斯斑尺寸,相干性和能量分散性等均直接影响图像的分辨率和显微分析(包括晶体学分析和成分分析)的选区尺寸,电镜的灵敏度和精确度。在目前已知的各类电子枪中,场发射电子枪所产生的电子照明束具有高的亮度,高的高斯斑尺寸,高的相干性和小的能量分散性,这更能满足近代高分辨电子显微学和分

析电子显微学的技术发展要求,故近代先进的电子显微镜均采用场发射电子枪。

在扫描电镜电子枪的发展史上,场发射电子枪曾存在着图像容易失焦和闪变噪音等问题,且要求在超高真空(10^{-8} Pa)的条件下工作,故在过去商品生产的扫描电镜中没有普遍采用,但是现在对上述这些技术难题均已能够克服^[2]。例如,采用一种完全由微机控制的自动变焦的会聚透镜系统,就基本上解决了场发射电子枪因工作不稳定而导致图像容易失焦的问题。近年来又研制成功一种新型的热场发射电子枪(TFEG),它采用ZrO-W复合材料作为电子发射源^[3],不但亮度更高,闪变噪音很少,而且可允许在较低真空度(例如 10^{-6} Pa)下工作,再加以对电子枪系统的设计改进,故现在对场发射电子枪的安全工作和稳定可靠性完全可以保证。

对于目前商品生产的场发射扫描电镜,在观察大样品(例如尺寸为 $100\text{mm} \times 110\text{mm}$)时,其二次电子像和背反射电子像的分辨率依次可以达到1.5nm和3nm的水平^[4](加速电压为30kV)。

3. 采用浸没型物镜

物镜的像差是影响扫描电镜分辨率的重要因素。近年来研制成功一种浸没型物镜,试样是放置在物镜磁场内的焦平面上,相应可以减少物镜的像差而提高其分辨率。对于采用这种物镜结构的场发射扫描电镜,其二次电子像和背反射电子像的分辨率依次可以达到0.6nm和1.5nm的最高水平。但由于这种类型的扫描电镜只允许观察小尺寸的样品,且价格昂贵,因此在推广应用上受到限制。

四、扫描电镜的成像技术有新的发展

同其他类型的显微镜比较,扫描电镜最大的特点之一是,对试样的表面形态可以用多种

1) 根据美国安瑞公司 1860 型场发射扫描电镜所提供资料。

2) 根据日本电子公司 6400 F 型场发射扫描电镜所提供资料。

不同性质和类型的图像来显示。关于近代扫描电镜所能获得各种图像的类型如表 1 所示。

表 1 近代扫描电镜所能获得各种图像的类型

分类方法	图像名称
按成像信息对显像管的调制方法来分	1. 亮度调制像 2. 振幅调制像(y 调制像) 3. yx 调制像
按成像信息的性质来分	1. 二次电子像 2. 背反射电子像 3. 试样电流像 4. 阴极发光像 5. 感生电流像 6. 透射电子像 7. 声学像 8. 特征 X 射线元素面分布图
按扫描方式分	1. 全扫描图像 2. 分割扫描图像 3. 高低倍扫描图像
按图像显示的方法来分	1. 灰度变换图像 2. 二值图像 3. 伪彩色像 4. 信号混合像 5. 加强轮廓像(包括滤波像和微分像)
按双关图像的合成处理方法来分	1. 数学运算像 2. 逻辑运算像 3. 立体对复合像

此外,通过特殊的电子光学条件和检测几何条件的设计,还发展了如下几种专门成像技术^[5]:

1. 电子通道显微术(ECM)

应用这种成像技术可以获得一种位向衬度像。在材料科学的研究工作中,这种位向衬度像可以用来显示晶粒的位向,孪晶界和亚晶界,并通过异常的位向衬度效应去分析材料的塑性变形的性质和行为等。

2. 扫描电子声学显微术(SEAM)

通过这种成像技术可以获得一种反映试样表面力学性质的声学像。在材料科学的研究工作中,主要应用它来对半导体材料所制成器件的内部质量进行检查,分析其振动模式,并利用声波在晶粒和晶界处所产生各种衬度效应,研

究马氏体相变和其他相变,显现晶粒中变形区域,以及分析在晶界处的力学性质和热学性质等。

3. 扫描电子洛仑兹显微术(SELM)

通过这种成像技术可以获得三种磁衬度像。在材料科学研究工作中,它主要用来研究磁性材料的磁畴结构及有关磁畴的微观细节资料。

4. 扫描电子的镜反射显微术(SEMM)

通过这种成像技术可以揭露试样的表面状态。在材料科学研究工作中,它主要用来观察表面台阶, P-N 结,表面漏磁场等。

5. X 射线投影显微术(XPM)

通过这种成像技术可以透视物质内部的结构。在材料科学研究工作中,特别适宜于用来研究材料的内部缺陷和单晶试样的晶格畸变等。

近年来,还把体视效应原理应用到扫描电镜的成像技术中,采用了左右摇摆的扫描电子束技术和计算机控制成像技术等措施,实现了实时立体图像的直接观察,并可以直接测量在立体图像中任两点间的高度差异。

五、仪器多功能方向的发展

扫描电镜分析技术所依据的物理基础是人射电子同物质的相互作用。为了扩大扫描电镜的功能,那么如何充分利用人射电子与物质相互作用所产生各种分析信息,并同其他近代分析谱仪相结合,将是扫描电镜的努力方向,目前已取得一定的成功,现分别概述如下:

1. 扫描电镜同其他分析谱仪相结合

在扫描电镜中,目前主要是利用人射电子与物质相互作用所产生元素的特征 X 射线谱和阴极发光谱来进行成分分析,相应地有 X 射线能谱分析法(EDS), X 射线波谱分析法(WDS), X 射线荧光谱分析法(XFS)和阴极发光谱分析法(CLS)。关于上述分析方法所采用谱仪的特点如表 2 所示。

其中能谱分析法是根据扫描电镜的特点而提出来的一种微观成分分析方法。近年来 X 射

表 2 扫描电镜分析谱仪的特点

谱 仪	分析信息	特 长	分析深度	分析尺寸	探测极限 ppm
X 射线能谱(EDS)	X 射线	表面深层元素分析,从 B—U	1 μ m	1 μ m	750
X 射线波谱(WDS)	X 射线	表面深层元素分析从 B—U	1 μ m	1 μ m	100
X 射线荧光谱(XFS)	二次 X 射线	表面深层元素分析从 Na—U	1 μ m	1—10 mm	10
阴极发光谱(CLS)	阴极发光	共价键材料,半导体材料的掺杂元素分析	1 μ m	—	1

线能谱仪取得了如下新的技术进展:

(1) 研制成功一种所谓量子窗口的 Si(Li) 探测器,解决了对超轻元素(即从硼开始)问题。所谓量子窗口是指其厚度只有 X 射线波长的数量级,但具有能耐一个大气压以上的强度。例如目前商品生产的 NORVAR 轻元素窗口分析系统¹⁾,其窗口能耐两个大气压以上的强度,测量元素 B 时的峰谷比为 10:1,在 2kV 能量处的峰背比为 1800:1,对超轻元素的特征 X 射线的透过率依次为: Be 10%, B 36%, C 60%, N 38%, O₂ 56%, Na 87%,基本上能满足对超轻元素的分析要求。

(2) 在电子线路上,采用“五脚场效应管”代替“常规光反馈恢复技术”,减小了电噪音,相应其能量分辨率达到了 133eV 的水平;

(3) 近年发展了一种超级干燥无液氮探测器系统,称为柏提尔冷却(Peltier-cooled)硅探测器,其性能已接近 Si(Li) 探测器的水平。

(4) 近年来发展了一种高纯锗探测器,因它不存在锂离子的反向漂移问题,故即使它回升到室温也不会损坏,并且在其本征区产生一组电子-空穴对所消耗的能量比 Li(Si) 探测器要小得多(前者为 2.9eV,后者为 3.8eV,在深冷条件下),相应其能量分辨率也较高,特别适宜于用来探测重元素的 K 系谱线。

近年来,由于试样台设计的改进,探针束流稳定性和样品室真空度的提高,以及采用电子计算机来控制分析条件, X 射线显微分析术的定量分析精度可以提高到 0.1%,其特征 X 射线元素分布图的空间分辨率可以达到 1—2 μ m 左右。此外,为了保证形貌观察和 EDS/WDS 成分分析系统均处于较佳的工作状态,通常采用

了如下规一化条件:工作距离 = 25mm,分析点到 EDS 和 WDS 的出射角均为 35°。

2. 环境扫描电镜的发展²⁾

普通的扫描电镜要求在优于 10⁻³Pa 的真空中进行工作,但为了适应活体生物样品的观察要求,希望在高的蒸气压下仍能正常工作。近年来研制成功一种环境扫描电镜(ESEM,或称为低真空扫描电镜 LVSEM),它允许在相当高的蒸气压(2—3kPa)下仍能正常工作,其工作原理如下:采用压差光阑方法,使电子枪和电子光学系统仍保持在 10⁻⁴—10⁻⁵Pa 的高真空,而只有在样品室中才是处在低真空(即 2—3kPa),以便尽可能减小入射电子束被残留气体散射所经过的路程,然后采用背反射电子信息成像。另外在低真空的样品室中还允许通入各种人工气氛,因此对于含水的样品(包括生物样品和含油食品等)不必经过任何特殊处理就可以在接近原始状态下进行观察。

对于上述低真空扫描电镜,如果采用了场发射电子枪,则其背反射电子像的分辨率仍可以达到 10nm 的水平。此外,这种扫描电镜还设有低真空/高真空变换键,它可以很方便地使样品室恢复回到高真空的工作条件。

此外,最近还研制成功一种高温环境扫描电镜,它可以在高达 1000℃ 温度下采用实时录象方法观察材料的固态相变,固液相变,以及有关结晶,腐蚀和催化等过程,从而扩大了扫描电镜的应用范围。

1) 根据美国罗兰仪器公司 X 射线微区分析系统所提供资料。

2) 根据日本日立公司 S-2250N 型扫描电镜所提供资料。

3. 扫描电镜同扫描隧道显微镜相结合¹⁾

近年来研制成功一种扫描电镜和扫描隧道显微镜(下面用 STM 符号来表示)组合的一种新型显微镜,它具有如下特点:

(1) 它可以几十倍到几千万倍的放大倍数范围内对试样表面进行形态观察、分析和测量。当扫描范围为 $9 \times 9 \mu\text{m}$ 时,扫描分辨率为 0.15nm ;当扫描范围为 $0.1 \times 0.1 \mu\text{m}$ 时,扫描分辨率为 0.01nm 。

(2) 它可以充分发挥两种显微镜的特长,即通过扫描电镜的二次电子像来显示 STM 探针在试样表面上进行观察和分析的精确位置以及在其附近的表面形态,另一方面,它可以同时通过 STM 图象来显示上述探针位置的高倍表面形态,并对该位置的断面轮廓,几何长度和高度进行测量。

(3) 所能显示图像的类型包括有:亮度调制像,立体图像,电流像,电压-电流分布特性像等。

这里顺便指出,虽然 STM 是一种能达到原子分辨率的显微镜(其实际分辨率已达到 0.01nm ,因此它曾在金、硅、镍、石墨等固体表面上观察到一个个原子的清楚图像),但确切地说,从 STM 所观察到的“原子”,并不是原子本身的像,而只是反映原子的空间几何轮廓图。因

为扫描电镜的二次电子像也是显示试样表面的几何形态,因此这两种显微镜各自所得的图像完全可以相互比较。可以预期,这种新型的组合显微镜将为表面领域的分析研究提供一个强有力的手段。

从扫描电镜科学技术的发展历史来看,虽然其主体基本设计没有重大改变,但其外围技术已发生了根本性的变革,特别是在成像技术和显微分析技术方面改进最大。但有关扫描电镜分辨率的提高方面,相对来说是进展缓慢的。为了进一步提高扫描电镜的分辨率,今后的努力方向是研制出一种没有像差的透镜系统,据说这方面在理论上已取得重大突破,估计不久的将来会有原型生产。此外,发展弱信息成像技术,并充分运用计算机图像处理技术,以便在低信噪比条件下仍能保证图像的质量,这可能是今后的努力方向。

[1] 黑田 胜広,金属,56-10(1986),32.

[2] P. M. Mul et al., Proceedings of the XII International Congress for Electron Microscopy, Vol. 2, San Francisco Press Inc., Box 6800, San Francisco, CA 94101-6800, USA, (1990), 100.

[3] 廖乾初,蓝芬兰,扫描电镜原理及应用技术,冶金工业出版社,(1990),252.

1) 根据日本日立公司 V-3000 型组合显微镜所提供资料。

全国近代物理研究会第二届年会在承德召开

全国第九次原子、原子核物理研讨会暨全国近代物理研究会第二届年会由全国近代物理研究会发起,承德师范专科学校承办,于 1992 年 8 月 12 日至 17 日在承德隆重召开。来自全国 80 多所高等院校的 110 位代表出席了会议。

这次会议的主题是“教材现代化”和“理科与师范院校如何加强应用人才的培养”。大会邀请了中国物理学会副理事长、北京大学赵凯华教授,北京师范大学喀兴林教授,清华大学郭奕玲教授分别作了《普通物理课程现代化》、《关于原子物理学的现代化问题》、《从科技史看基础研究和应用开发的关系》的专题报告。大庆石油学院的郭余峰副教授作了《关于核技术在石油勘探方面的应用》的大会报告。这些报告大大开阔了

大家的知识视野,受到与会代表的极大欢迎。

大会收到有关原子、原子核物理和其他近代物理的科研、教学论文 70 多篇,会议期间作了广泛交流。并以分组形式研讨了诸如课程教材教法、核物理在生产实践中的应用、原子物理课程科学化考试及微机题库的建立等问题。

会议期间还召开了近代物理研究会理事和中国核物理学会教学专业组成员联席会议,总结了前两年的工作,并对研究会今后的工作重点作了认真讨论。理事会初步商定,下一届年会将于 1994 年在湖北襄樊市举行。

(全国近代物理研究会秘书组)