

## 实验五、 扫描电镜及其观察

### 一、实验目的

1. 了解扫描电镜的构造及工作原理;
2. 扫描电镜的样品制备;
3. 通过实际样品观察与分析,明确扫描电镜的用途。

### 二、实验仪器

扫描电子显微镜(热发射扫描型号 HITACHI-TM3000)、真空镀金装置。



### 三、基本结构与工作原理简介

扫描电镜利用细聚电子束在样品表面逐点扫描,与样品相互作用产生各种物理信号,这些信号经检测器接收、放大并转换成调制信号,最后在荧光屏上显示反映样品表面各种特征的图像。扫描电镜具有景深大、图像立体感强、放大倍数范围大且连续可调、分辨率高、样品室空间大且样品制备简单等特点,是进行样品表面研究的有效工具。

扫描电镜所需的加速电压比透射电镜要低得多,一般约在 1~30kV,实验时可根据被分析样品的性质适当地选择,最常用的加速电压约在 20kV 左右。扫描电镜的图像放大倍数在一定范围内(几十倍到几十万倍)可以实现连续调整。放大倍数等于荧光屏上显示的图像横向长度与电子束在样品上横向扫描的实际长度之比。扫描电镜的电子光学系统与透射电镜有所不同,其作用仅仅是为了提供扫描电子束,作为使样品产生各种物理信号的激发源。扫描电镜最常使用的是二次电子信号和背散射电子信号,前者用于显示表面形貌衬度,后者用于显示原子序数衬度。

扫描电镜原理是由电子枪发射并经过聚焦的电子束在样品表面扫描,激发样品产生各种物理信号,经过检测、视频放大和信号处理,在荧光屏上获得能反映样品表面各种特征的扫描图像。扫描电镜由下列五部分组成,主要作用简介如下:

1. 电子光学系统。其由电子枪、电磁透镜、光阑、样品室等部件组成。为了获得较高的信号强度和扫描像,由电子枪发射的扫描电子束应具有较高的亮度和尽可能小的束斑直径。常用的电子枪有三种形式:普通热阴极三极电子枪、六硼化镧阴极电子枪和场发射电子枪。前两种属于热发射电子枪;后一种则属于冷发射电子枪,也叫场发射电子枪,其亮度最高、电子源直径最小,是高分辨本领扫描电镜的理想电子源。电磁透镜的功能是把电子枪的束斑逐级聚焦缩小,因照射到样品上的电子束斑越小,其分辨率就越高。扫描电镜通常有三个磁透镜,前两个是强透镜,缩小束斑,第三个透镜是弱透镜,焦距长,便于在样品室和聚光镜之间装入各种信号探测器。为了降低电子束的发散程度,每级磁透镜都装有光阑;为了消除像散,装有消像散器。样品室中有样品台和信号探测器,样品台还能使样品做平移、倾斜、转动等运动。

2. 扫描系统。扫描系统的作用是提供入射电子束在样品表面上以及阴极射线管电子束在荧光屏上的同步扫描信号。

3. 信号检测、放大系统。样品在入射电子作用下会产生各种物理信号、有二次电子、背散射电子、特征X射线、阴极荧光和透射电子。不同的物理信号要用不同类型的检测系统。它大致可分为三大类,即电子检测器、阴极荧光检测器和X射线检测器。

4. 真空系统。镜筒和样品室处于高真空下,它由机械泵和分子涡轮泵来实现。开机后先由机械泵抽低真空,约20分钟后由分子涡轮泵抽真空,约几分钟后就能达到高真空度。此时才能放试样进行测试,在放试样或更换灯丝时,阀门会将镜筒部分、电子枪室和样品室分别分隔开,这样保持镜筒部分真空不被破坏。

5. 电源系统。其由稳压、稳流及相应的安全保护电路所组成,提供扫描电镜各部分所需要的电源。

#### 四、实验步骤

##### 1. 开机准备

- (1) 开启电子交流稳压器,电压指示应为220V,开启冷却循环水装置电源开关。
- (2) 开启试样室真空开关,开启试样室准备状态开关。
- (3) 开启控制柜电源开关。

##### 2. 工作程序

(1) 开启试样室进气阀控制开关放真空，将试样放入试样室后将试样室进气阀控制开关关闭抽真空。

(2) 打开工作软件，加高压至 5KV (不导电试样)。

(3) 将图象选区开关拨至全屏 (FULL)。

(4) 调节显示器对比度 (CONTRAST)、亮度 (BRIGHTNESS) 至适当位置。

(5) 调节聚焦旋钮至图象清晰。

(6) 放大图像选区至高倍状态。

(7) 消去 X 方向和 Y 方向的象散。

(8) 选择适当的扫描速率 (SCAN RATE) 观察图象。

(9) 根据所要求进行观察和拍照。

(10) 作好实验记录及仪器使用记录。

### 3. 关机程序

(1) 关高压，逆时针调节显示器对比度、亮度到底。

(2) 关闭软件和主机。

(3) 关闭镜筒真空隔阀。

(4) 关主机电源开关。

(5) 关真空开关。

(6) 20 分钟后，关循环水和电子交流稳压器开关。

## 五、扫描电镜图像衬度观察

1. 样品制备 扫描电镜的优点之一是样品制备简单，对于新鲜的金属断口样品不需要做任何处理，可直接进行观察。但在有些情况下需对样品进行必要的处理。

(1) 样品表面附着有灰尘和油污，可用有机溶剂(乙醇或丙酮)在超声波清洗器中清洗。

(2) 样品表面锈蚀或严重氧化，采用化学清洗或电解的方法处理。清洗时可能会失去一些表面形貌特征的细节，操作过程中应该注意。

(3) 对于不导电的样品，观察前需在表面喷镀一层导电金属或碳，镀膜厚度控制在 5~10nm 为宜。

2. 表面形貌衬度观察 二次电子信号来自于样品表面层 5~10nm，信号的强度对样品微区表面相对于入射束的取向非常敏感。随着样品表面相对于入射束的倾角增大，二次电子的产额增多。因此，二次电子像适合于显示表面形貌衬度。

二次电子像的分辨率较高，一般约在 3~6nm。其分辨率的高低主要取决于束斑直径，而实际上真正达到的分辨率与样品本身的性质、制备方法，以及电镜的操作条件如高压、扫描速度、光强度、工作距离、样品的倾斜角等因素有关。在最理想的状态下，目前可达到的最佳分辨率为 1nm。

扫描电镜图像表面形貌衬度几乎可以用于显示任何样品表面的超微信息，其应用已渗透到许多科学研究领域，在失效分析、刑事案件侦破、病理诊断等技术部门也得到广泛应用。材料科学研究领域，表面形貌衬度在断口分析等方面显示有突出的优越性。下面就以断口分析等方面的研究为例说明表面形貌衬度的应用。

利用试样或构件断口的二次电子像所显示的表面形貌特征，可以获得有关裂纹的起源、裂纹扩展的途径以及断裂方式等信息，根据断口的微观形貌特征可以分析裂纹萌生的原因，裂纹的扩展途径以及断裂机制。图 5-2 是比较常见的金属断口形貌二次电子像。较典型的解理断口形貌如图 5-2a 所示，在解理断口上存在有许多台阶。在解理裂纹扩展过程中，台阶相互汇合形成河流花样，这是解理断裂的重要特征。准解理断口的形貌特征见图 5-2b，准解理断口与解理断口有所不同，其断口中有许多弯曲的撕裂棱，河流花样由点状裂纹源向四周放射。沿晶断口特征是晶粒表面形貌组成的冰糖状花样，见图 5-2c。图 5-2d 显示的是韧窝断口的形貌，在断口上分布着许多微坑，在一些微坑的底部可以观察到夹杂物或第二相粒子。由图 5-2e 可以看出，疲劳裂纹扩展区断口存在一系列大致相互平行、略有弯曲的条纹，称为疲劳条纹，这是疲劳断口在扩展区的主要形貌特征。图 5-2 示出的具有不同形貌特征的断口，若按裂纹扩展途径分类，其中解理、准解理和韧窝型属于穿晶断裂。显然沿晶断口的裂纹扩展是沿晶表面进行的。

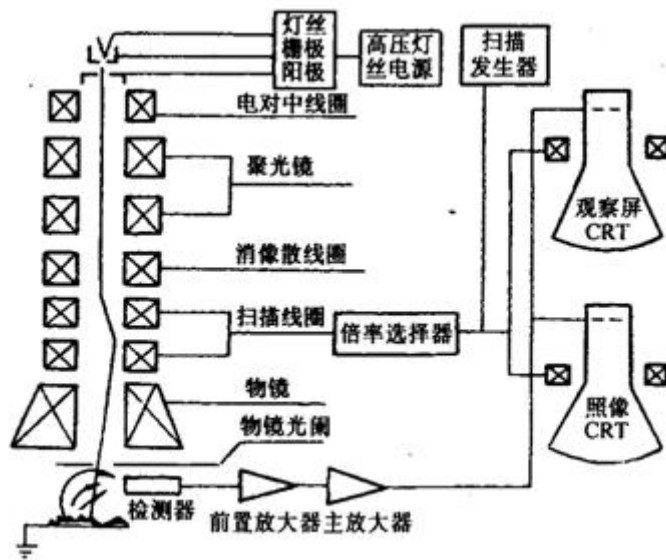


图 5-1 扫描电镜主机构造示意图

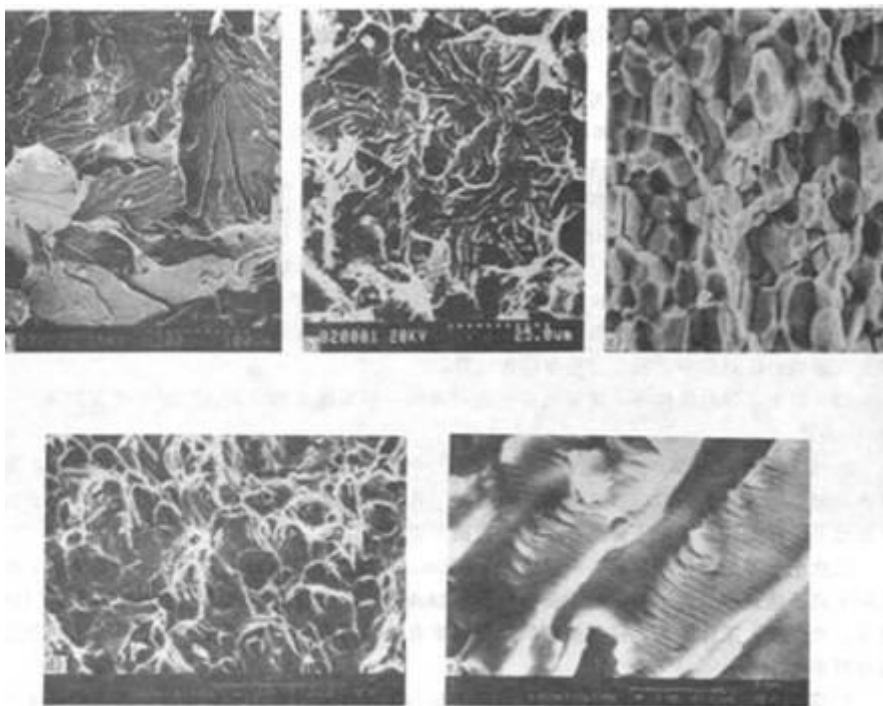


图 5-2 几种具有典型形貌特征的断口二次电子像

- a) 解理断口 b) 准解理断口 c) 沿晶断口 d) 韧窝断口 e) 疲劳断口

图 5-3 是显示灰铸铁显微组织的二次电子像，基体为珠光体加少量铁素体，在基体上分布着较粗大的片状石墨，与光学显微镜相比，利用扫描电镜表面形貌衬度显示材料的微观组织，具有分辨率高和放大倍数大的优点，适合于观察光学显微镜无法分辨的显微组织。为了提高表面形貌衬度，在腐蚀试样时，腐蚀程度要比光学显微镜使用的金相试样适当的深一些。

表面形貌衬度还可用于显示表面外延生长层(如氧化膜、镀膜、磷化膜等)的结晶形态。这类样品一般不需进行任何处理,可直接观察。图 5-4 是低碳钢板表面磷化膜的二次电子像,它清晰地显示了磷化膜的结晶形态。

3. 原子序数衬度观察 原子序数衬度是利用对样品表层微区原子序数或化学成分变化敏感的物理信号,如背散射电子、吸收电子等作为调制信号而形成的一种能反映微区化学成分差别的像衬度。实验证明,在实验条件相同的情况下,背散射电子信号的强度随原子序数增大而增大。在样品表层平均原子序数较大的区域,产生的背散射信号强度较高,背散射电子像中相应的区域显示较亮的衬度;而样品表层平均原子序数较小的区域则显示较暗的衬度。由此可见,背散射电子像中不同区域衬度的差别,实际上反映了样品相应不同区域平均原子序数的差异,据此可定性分析样品微区的化学成分分布。吸收电子像显示的原子序数衬度与背散射电子像相反,平均原子序数较大的区域图像衬度较暗,平均原子序数较小的区域显示较亮的图像衬度。原子序数衬度适合于研究钢与合金的共晶组织,以及各种界面附近的元素扩散。

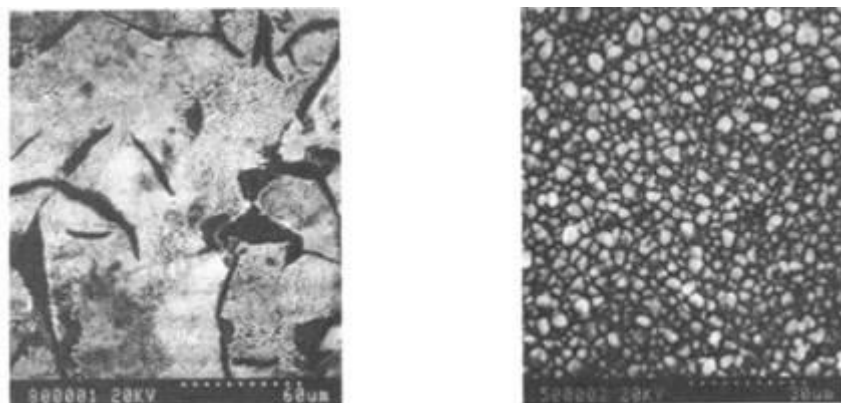


图 5-3 灰铸铁显微组织二次电子像 图 5-4 低碳钢板磷化膜结晶形态二次电子像

图 5-5 是 Al-Li 合金铸态共晶组织的背散射电子像。由图可见,基体 $\alpha$ -Al 固溶体由于其平均原子序数较大,产生背散射电子信号较强,显示较亮的图像衬度。在基体种平行分布的针状相为铝锂化合物,因其平均原子序数小于基体而显示较暗的衬度。

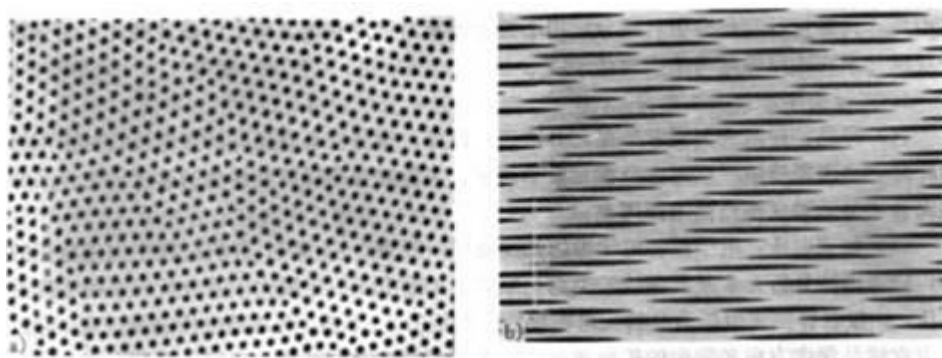


图 5-5 Al-Li 合金铸态共晶组织的背散射电子像

a) 横截面 b) 纵截面

在此顺便指出，由于背散射电子是被样品原子反射回来的入射电子，其能量较高，离开样品表面后沿直线轨迹运动，因此，信号探测器只能检测到直接射向探头的背散射电子，有效收集立体角小，信号强度较低。尤其是样品中背向探测器的那些区域产生的背散射电子，因无法到达探测器而不能被接收。所以利用闪烁体计数器接收背散射电子信号时，只适合于表面平整的样品，实验前样品表面必须抛光而不需腐蚀。

## 六、思考题

(1) 通过实验你体会扫描电镜有哪些特点？

能直接观察样品的表面结构；制样方法简单，取样后可不做任何改变来观察表面形貌；样品可在样品室中作三维空间的平移和旋转；放大倍数可在大范围内连续可调；富有立体感，景深长，视野范围很大；分辨能力高，可达 10nm；可对样品进行综合分析和动态观察；可通过调节图像衬度观察到清晰图像。

(2) 根据实验叙述样品制备的步骤？

在样品台上粘上少量的导电胶；用棉签粘取少量干燥的固体样品后涂在导电胶上；去除多余未粘在导电胶上的粉末；若样品导电性差必须喷金。

喷金一般在真空镀膜机上进行，表面喷镀不要太厚、否则会掩盖细节，也不能太薄，不均匀，一般控制在 5~10 nm 为宜。需要设置适当的电流大小和真空度。

(3) 说明二次电子像成像过程？

二次电子是进入样品表面的部分一次电子轰击样品原子激发的单电子。其由静电场引导，沿镜筒向下加速。在镜筒中，通过一系列电磁透镜将电子束聚焦并射向样品。靠近镜筒底部，在样品表面上方，扫描线圈使电子束以光栅扫描方式偏转。最后一级电磁透镜把电子束聚焦成一个尽可能小的斑点射入样品，从而激发出各种成像信号，其强弱随样品表面的形貌和组成元素不同而变化。

(4) 背散射电子像的应用？

原子序数衬度是利用对样品微区原子序数或化学成分变化敏感的物理信号作为调制信号得到的一种显示微区化学成分差别的像衬度。背散射电子信号对微区原子序数或化学成分的变化敏感，都可以作为原子序数衬度或化学成分衬度。

背散射电子是被样品原子反射回来的入射电子，样品背散射系数  $\eta$  随元素原子序数

Z 的增加而增加。即样品表面平均原子序数越高的区域，产生的背散射电子信号越强，在背散射电子像上显示的衬度越亮；反之越暗。因此可以根据背散射电子像（成分像）亮暗衬度来判断相应区域原子序数的相对高低。

通过背散射电子像检测器，就可以对样品进行 shadow 像、topo 像和 comp 像的观察。