

扫描电子显微镜图像荷电现象的研究

黎爽 邓平晔 蔡锴

(北京市理化分析测试中心 北京 100089)

摘要: 扫描电子显微镜在观察材料样品表面形貌领域应用广泛。在日常的实验过程中经常会遇到导电性能不佳的样品,这会产生不同程度的荷电现象,对图像质量以及样品的形貌表征都产生了极大的影响,时刻困扰着操作人员。为了克服这一问题,通过调整仪器参数设置、选择探测器以及辅助导电等手段,经过实验比对、理论验证,提出了7种方法,这些方法可以减轻或消除荷电效应对图像质量的影响,适用于当今主流的场发射扫描电子显微镜,应用广泛、适用性强。

关键词: 扫描电子显微镜;荷电效应;导电性能;基尔霍夫定律

中图分类号: TN16 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 140.4599

Research of image charged phenomenon on scanning electron microscope

Li Shuang Deng Pingye Cai Kai

(Beijing Center for Physical and Chemical Analysis, Beijing 100089, China)

Abstract: Scanning electron microscope is widely used in the field of observation of the material surface morphology. However poor conductivity of the sample often found during the routine experiments, which results in some degrees of charge phenomenon. This largely impacts the quality of the image and the characterization of the sample morphology, which often confused operators. In order to solve this problem, this paper presents seven methods by adjusting the instrument parameter settings, selecting the detectors and the auxiliary conductive. Through experimental comparison and theory testing, those methods are confirmed to reduce or eliminate the impacts of charge effect on image quality, which are applicable to today's mainstream field emission scanning electron microscope, widely used and applicable.

Keywords: scanning electron microscopy; charge effect; conductivity; Kirchhoff laws

1 引言

应用扫描电镜观察非金属材料 and 有机材料等导电性能不佳的样品(例如:有机化合物、陶瓷、生物样品等)时,在电子束的作用下,由于入射电荷与出射电荷不守恒导致在样品表面产生了一定的负电荷积聚,从而在电镜的图像中产生了荷电效应。荷电效应会在样品表面产生静电场,它会影响二次电子的产生和出射的过程,导致图像衬度反差增大、图像扭曲、漂移晃动等非正常现象,通常表现为在图像中存在黑色条纹、局部发亮的情况^[1]。针对这一问题,近年来国内外相关文献都提出了一些应对方法,但是这些方法相对单一,未能形成一套较为系统的应对体系。依据基尔

霍夫电流定律,在总结了前人方法的基础之上,结合对比实验的验证,增加了新方法的同时,理论联系实际,较为系统地阐述了应对荷电效应的方法。采用几种方法联用的方式能够更好的提高图像的成像质量,可以充分发挥仪器的优良性能。

2 图像荷电效应的产生原因及影响

图1、2分别是氧化钙和碳酸铜样品的荷电图像,从图中我们可以明显看到成像清晰度效果很差,而且图像表面都出现了明暗相间的荷电条纹,这严重影响了对于样品表面微观形貌的观察,大大降低了图像质量,这种现象有时还会影响对材料微观表面结构的判断。

收稿日期:2015-06

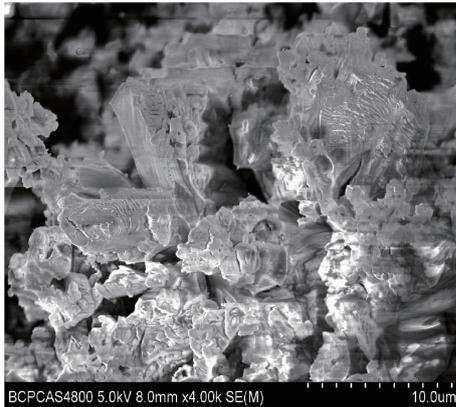


图1 氧化钙的荷电图像

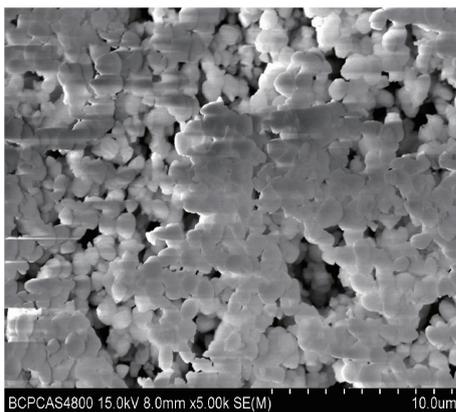


图2 碳酸钡的荷电图像

荷电现象一般可以采用基尔霍夫电流定律来解释^[1],即电路中任一节点上,在任一时刻,流入节点的电流之和等于流出节点的电流之和。如图3所示, I_p 为入射电流; η 为背散射电子产率; δ 为二次电子产率; I_{sc} 为接地电流; I_c 为电荷不守恒时的荷电电荷。那么荷电效应公式可以表述为 $I_p = \eta I_b + \delta I_b + I_{sc} + I_c$ 。

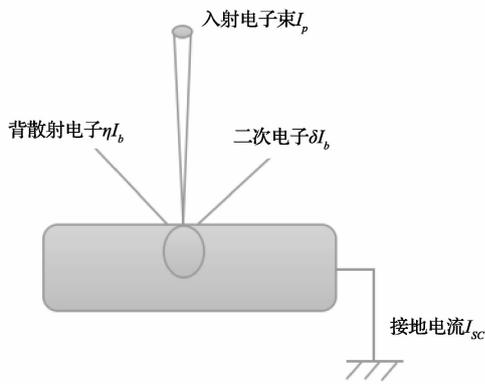


图3 荷电机理示意

对于非导体而言,接地电流 I_{sc} 为零。如图4所示,横坐

标为入射电子束的能量 E_0 ,纵坐标为材料的出射电子产额 $(\eta + \delta)$ 。因为 $\eta = n_{bse}/n_i, \delta = n_{se}/n_i$,其中 n_{bse} 为背散射电子数量, n_{se} 为二次电子数量, n_i 为入射电子数^[2]。当加速电压等于 V_1 或者 V_2 时,那么 $n_{bse}/n_i + n_{se}/n_i = n_i$,即 $\eta + \delta = 1$,也就是入射电子的数量等于产生的二次电子与背散射电子的总和,这时样品表面达到电荷平衡状态,不出现荷电现象。加速电压小于 V_1 或大于 V_2 时,即样品表面产生的二次电子和背散射电子的总和少于入射电子数 $(\eta + \delta < 1)$,这时样品表面呈负电位,出射电子在负电场的作用下加速,更多地被探测器接收到,造成二次电子图像发亮;如果加速电压介于 V_1 和 V_2 之间,即样品表面产生的二次电子和背散射电子的总和多于入射电子数 $(\eta + \delta > 1)$,那么在样品表面就会形成一个正电场,它会将电子吸引回样品内部,使探测器中接收到的电子数量减少,进而会造成图像局部发黑的现象^[3]。

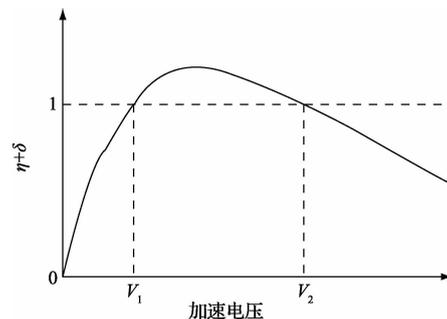


图4 出射电子与加速电压的关系示意

3 图像荷电的处理方法

提出7种处理荷电效应的方法,这些方法可以分为3类:第一类,导出样品表面电子;第二类,减少样品表面负电荷的积累增加出射电子数量;第三类,缩短采集图像的时间。其中方法3.1、3.2归为第一类,方法3.3至3.6归为第2类,方法3.7归为第3类。本实验使用 Hitachi S4800 冷场发射扫描电子显微镜采集图像。

3.1 喷镀导电层

喷镀导电层是处理样品荷电最常规的一种方法,一般包括在样品表层喷镀碳层、金层或者铂层^[4]。以在样品表面喷镀金膜这种喷镀效率最高的方法为例,它主要是提高样品表面的导电性,使观察区域能够导走积累的入射电子,减少负电荷的积累,从而提高成像质量^[5-6]。同时由于金元素的原子序数较高,在样品表面喷镀金膜还可以减小入射电子束与样品间的相互作用区,提高二次电子的空间分辨率,对于图像分辨率的改善也有很好的效果。图5和6分别是采用相同的实验条件获取的土壤及陶瓷样品喷金前后的对比图像,可以看到,两组数据的左图在样品没有喷金的情况下,荷电条纹非常明显,而且样品的微观细节很不清晰;相反,右图在样品表面喷镀金膜处理后,荷电效应已经完全消除,可以清楚地观察到样品的微观细节,

图像质量得到了很大的改善。

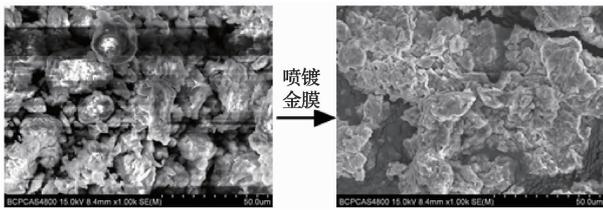


图5 土壤样品喷金前后的成像效果

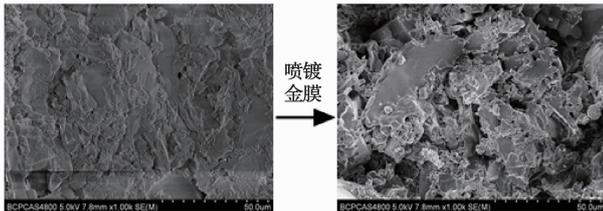


图6 陶瓷样品喷金前后的成像效果

3.2 粘贴导电胶

在样品表面粘贴导电胶,这种方法适合于非导电的固体块状样品的微观形貌观察。具体操作步骤可以使用导电胶的一端粘贴在样品的边缘;另一端粘贴在样品台上,这样可以形成有效的导电通路,从而可以将样品表面积累的电子导出,这时样品的放电电荷为零($I_e=0$),消除了荷电现象的产生。如图7和8所示两组对比图像可以看出,左图中未粘贴导电胶的陶瓷以及研磨片样品图像都出现了黑色条纹和发亮的区域,而在粘贴了导电胶之后,右图在清晰度以及成像质量上都要优于左图。

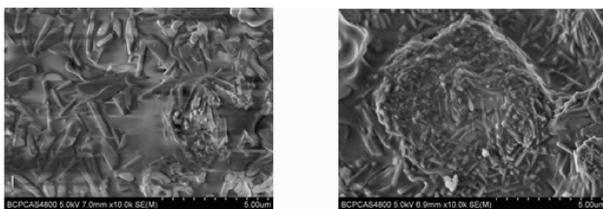


图7 未粘贴导电胶和粘贴导电胶的陶瓷样品显微图像

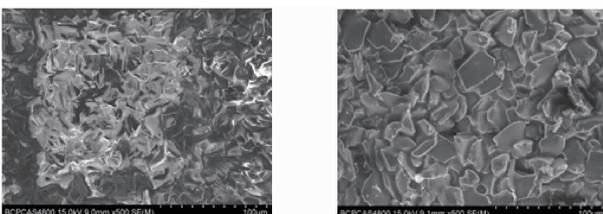


图8 未粘贴导电胶和粘贴导电胶的研磨片样品显微图像

3.3 选择探测器

这里主要分为两种方法。

方法A:通过下图可以发现二次电子下探测器距离样

品的垂直位置较上探测器更近,因而更易受到荷电现象的影响^[7],如图9所示;而上探测器距离样品的垂直位置较远,这样促使出射的二次电子到达探测器的路径更长,更容易与气体分子碰撞造成能量损失,因而上探测器对于荷电现象的敏感度比较低。

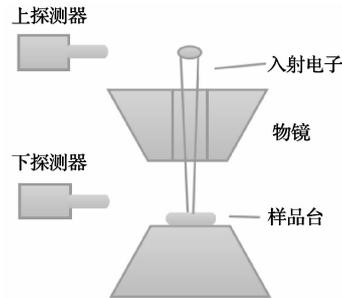


图9 二次电子上、下探测器位置示意

图10是采用相同的实验条件在相同的位置分别使用混合探测器、上探测器和下探测器采集氧化钙的显微图像。从图中可以看出,左图和右图也就是混合探测器和下探测器采集的图像中都出现了荷电条纹,成像效果很差;而上探测器采集的图像没有产生荷电条纹,而且成像清晰,因而可知图像荷电的贡献完全来自于下探测器。所以为了避免荷电现象的影响可以采用上探测器采集图像。

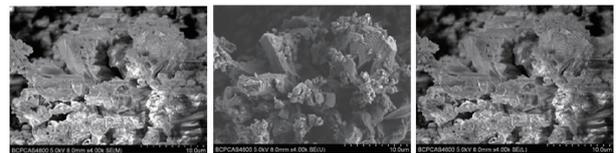


图10 从左至右分别为使用混合探测器、上探测器和下探测器采集的氧化钙显微图像

方法B:知道背散射电子的能量要远高于二次电子能量,如果样品表面存在轻微荷电,由于荷电导致的样品表面电场强度比较弱,加之背散射电子有较高的能量,其受到荷电电场的影响较小。因此,可以采用二次电子混合探测器混入一定比例的背散射电子像来避免荷电效应。图11是使用混合探测器混入低角度背散射30%、50%和80%的模式分别采集碳酸镧的显微图像。可以看到,随着背散射电子的依次增大,发亮的区域逐渐消失,图像的荷电现象逐渐减弱,这样更好的印证了该方法的可行性。

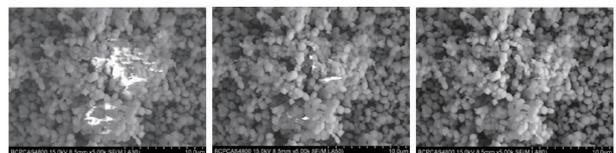


图11 从左至右分别为使用混合探测器混入低角度背散射电子30%、50%、80%的模式采集碳酸镧的显微图像

3.4 调整工作距离

提高工作距离,可以增加入射电子到达样品表面的路径,同时二次电子下探测器随着工作距离的提高,增加了二次电子到达探测器的距离,在这一过程中多余的入射与出射电子与样品室内残余的气体分子碰撞而导致能量损失,因此降低了荷电效应的影响。图12是碳酸镧分别在8 mm和15 mm工作距离下成像效果的对比,可以看到右图在工作距离提高到15 mm之后,图像中原有的荷电条纹已经基本消除,成像清晰,图像质量得到了明显改善。

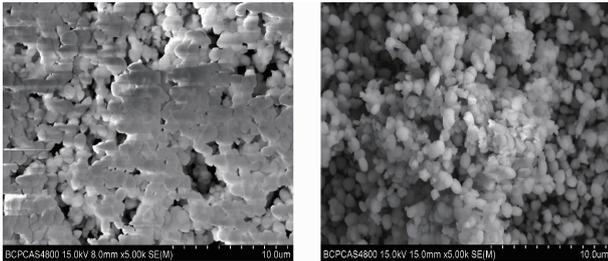


图12 碳酸镧分别在8 mm、15 mm工作距离下的成像效果

从图13中可以看到,随着工作距离的提高,样品与探测器的垂直距离逐渐加大^[8],也就是图中b的垂直距离要大于a,那么入射电子到达样品表面的路径和二次电子到达探测器的路径都相应提高,因此它们与气体分子碰撞的机率会加大。

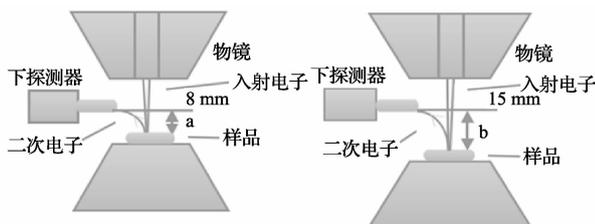


图13 工作距离增加后入射与出射电子经历路径示意

图14和15所示两组图片是工作距离在8 mm和15 mm使用混合探测器和下探测器分别采集氧化锆的图像,通过纵向对比可以发现,在工作距离提高之后,图像的荷电效应得到了减轻,这时如果再配合上探测器混合采集,那么图像的成像效果就会像图15左侧的图像一样清晰。

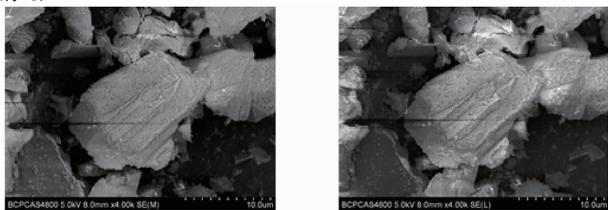


图14 工作距离为8 mm时混合探测器和下探测器分别采集氧化锆的图像

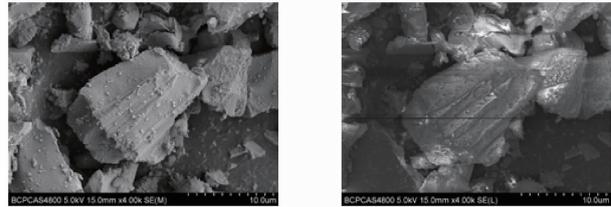


图15 工作距离为15 mm时混合探测器和下探测器分别采集氧化锆的图像

3.5 调节加速电压

知道荷电现象是由于入射电子与出射电子不守恒而产生的,所以通过降低加速电压,可以使样品表面的电荷趋于平衡,静电场的强度降低,从而消除荷电效应的影响^[9-10]。另外,低电压下电子束与样品的相互作用范围小,空间分辨率较高,因此可以提升图像的分辨率,表征出更多的样品表面细节。图16是氧化硼分别在加速电压为15 kV、5 kV和2 kV时的成像效果,可以看出随着加速电压的降低,在右边2 kV的图像中已经没有了发亮的区域,荷电条纹已不明显,图像的细节表征更加清晰。

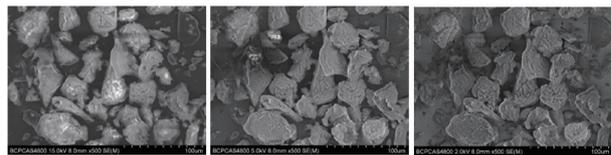


图16 加速电压分别为15 kV、5 kV、2 kV时氧化硼的成像效果

图17是氧化硅分别在加速电压为15 kV、5 kV和1 kV时的成像效果,随着加速电压的降低,样品表面静电场强度减弱,荷电条纹逐渐减少,而且颗粒的表面细节逐渐呈现,图像质量得到了显著提升。

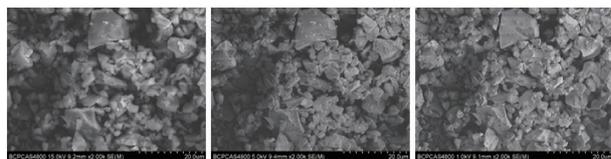


图17 加速电压分别为15 kV、5 kV、1 kV时氧化硅的成像效果

3.6 调节引出电流

对于非导电样品而言,减小入射到样品表面的电子数量,那么积累在样品上的电子数量会相应减少,从而抑制荷电效应的影响^[11]。另外,通过降低引出电流也减小了电子束的束斑尺寸,从而提高了图像的分辨效果。图18是碳酸镧分别在引出电流为10 μA、7 μA和5 μA时的成像效果,图19是富马酸沃尼妙林分别在引出电流为10 μA、5 μA和2 μA时的成像效果,两组图像从左至右可以看出,随着引出电流的降低,图像的异常区域也就是发亮位置逐渐减少,荷电现象得到了减轻,样品颗粒表面细节呈现的更为清晰,图像分辨率相应得到提高。但是要注意到采用这种方法会

造成二次电子的激发数量降低导致图像变暗,这样就需要增加图像的亮度和对比度来改善成像质量。

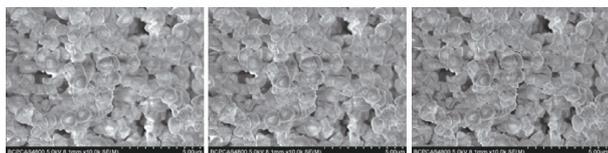


图 18 引出电流分别为 10 μA 、7 μA 、5 μA 时碳酸钡的成像效果

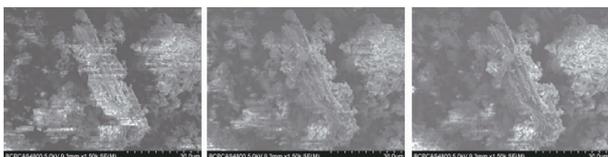


图 19 引出电流分别为 10 μA 、5 μA 、2 μA 时富马酸沃尼妙林的成像效果

3.7 图像采集模式的选择

在采集非导电样品图像的过程中,如果扫描时间越长,由于电荷不平衡在样品表面形成的电场电位会呈现周期性的变化,导致样品表面电位的稳定性也越差,相应荷电现象也越明显^[12]。应用扫描电镜采集图像时,若每点停留时间足够短,小于荷电电场稳定的时间,则电子束在样品上逐点扫描时就能获得较为稳定的电位,从而有效避免由于荷电电位的不稳定而导致的放电现象。Hitachi S4800 扫描电镜配备了快扫描、抓拍以及单张保存的快速拍照模式,图 20 从左上到右下分别是采用慢扫描、快扫描、抓拍和单张保存的拍照模式采集氧化锆的图像,通过与左上方的慢扫描模式进行比较可以看到,其他 3 张采用快速拍照模式采集氧化锆的图像中都没有出现荷电条纹,图像比较清晰,成像质量得到了很好的保证。

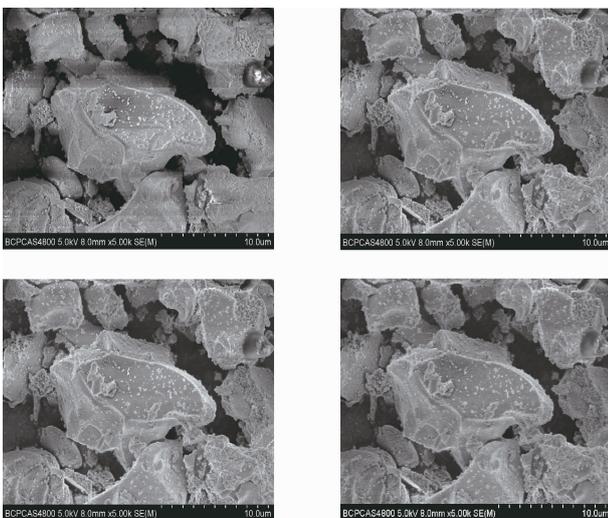


图 20 左上、右上、左下、右下分别为氧化锆慢扫描、快扫描、抓拍以及单张保存的图像成像效果

4 结论

采用基尔霍夫电流定律作为理论依据,对于第 1 类方法,通过样品表面喷镀导电层将积累的电子导出,从而形成有效的导电通路,此时放电电荷为零($I_c = 0$),入射电子的数量等于产生的二次电子与背散射电子的总和,即 $\eta + \delta = 1$,因此样品喷镀金膜后消除了表面荷电现象。这类方法适用于导电性能较差或者不导电的样品。对于第 2 类方法,由于非导电样品接地电流 I_c 为 0,那么方程式可写为 $I_c = I_p - (\eta I_b + \delta I_b)$,通过降低到达样品表面的电子数量,即 I_p 减小,表面电场强度降低,增加了出射电子的产额,即 $\eta I_b + \delta I_b$ 增大,此时样品表面电位趋于平衡,即 $\eta + \delta \approx 1$,因此荷电现象得到了减轻或是消除。这类方法适用于具备一定导电性的样品,同时可以避免喷镀金膜后对于样品表面微观形貌的掩盖。对于第 3 类方法,通过缩短图像采集的时间,使图像中每点的电荷趋于平衡,也就是 $\eta + \delta \approx 1$,因此可以抑制荷电效应对图像的影响。这类方法适用于处理荷电现象较弱的样品,也可以与其他方法并用,方便快捷。

通过对比实验可以发现,只要保证入射电子与出射电子的数量守恒,就能够降低或是避免荷电效应的影响,提出的 7 种方法均可以改善电子数量不守恒的现象,使之趋于守恒,从而提高图像质量。对于某些文献提到下探测器可以避免荷电效应,通过日常的实验以及对比研究发现,上探测器可以更有效地避免荷电效应,而下探测器更易受到荷电效应的影响。其他方法经过对比验证与先前的报道结论相一致。

对于图像荷电现象的处理,原则上首先需要了解样品本身的导电性,同时结合实验中荷电程度的情况,熟练掌握电镜操作中各种不同的技术方法,采用单独使用或者几种方法联用的方式,进而消除荷电效应的影响,最终提高样品的成像质量。

参考文献

- [1] 华佳捷,刘紫薇,林初城,等. 场发射扫描电镜中荷电现象研究[J]. 电子显微学报,2014,33(3):226-232.
- [2] 张大同. 扫描电镜与能谱仪分析技术[M]. 广州:华南理工大学出版社,2009:63-64.
- [3] 刘紫薇,吴伟,华佳捷,等. 镀膜材料对场发射扫描电镜图像的影响[J]. 理化检验-物理分册,2015,51(2):92-96.
- [4] 卢慧粉,宋庆军,曹艳芬,等. 扫描电镜中荷电效应的分析[J]. 理化检验(物理分册),2014,50(1):46-48.
- [5] 周广荣. 扫描电镜图像最优条件的选择研究[J]. 电子显微学报,2011,30(2):171-174.
- [6] LI Y L. Scanning electron microscope observation on floral organs and leaf Epidermis of *F. suspensa* [J]. Medicinal Plant,2012,3(8): 1-3,8.

(下转第 78 页)

Sub-Nyquist sampling of sparse wideband analog signals [J]. IEEE Journal of Selected Topics in Signal Processing, 2010,4(2):375-391.

- [9] 孙英侠, 李亚利, 宁宇鹏. 频谱分析原理及频谱分析仪使用技巧[J]. 电子测量技术, 2014,37(7): 23.
- [10] 王树东, 何明. LabVIEW 在数据采集系统中的应用研究[J]. 国外电子测量技术, 2014,33(6): 103-106.
- [11] 田园, 周勛. 窗函数在数字滤波器设计中的应用[J]. 国外电子测量技术, 2013,32(4): 25-27.

作者简介

付宁, 1979 年出生, 副教授, 硕士生导师。主要研究方向为自动测试技术、压缩感知技术等。

E-mail: funinghit@163.com

施睿, 1988 年出生, 硕士研究生。主要研究方向为嵌入式系统、自动测试技术等研究。

(上接第 61 页)

- [8] SCOTT R L, WALLACE B, SALE M, et al. Toward microsatellite based space situational awareness[C]. Proceedings of the Advanced Maui Optical and Space Surveillance Technologies Conference, 2013:17
- [9] 雷鹏, 王俊. 天基系统 CMOS 图像传感器成像距离研究[J]. 电光与控制, 2009(1): 10-14.
- [10] 徐俊, 侯云飞, 郭海良. 天基空间目标监视系统发展现状及思考[J]. 科技研究, 2013,29(2):93-95.

作者简介

杨自兴, 1990 年出生, 硕士研究生。主要研究方向为空间目标观测、识别和定轨。

李智, 1973 年出生, 教授, 博士生导师, 博士学位。主要研究方向为武器系统应用和空间安全方向。

(上接第 66 页)

- [7] 周莹, 王虎, 吴伟, 等. 二次电子探测器选择对 FESEM 图像的影响[J]. 实验室研究与探索, 2012,31(7):246-248.
- [8] 柴智勇, 刘效磊, 冯计民. 几种车身油漆鉴定方法比较研究[J]. 电子测量技术, 2014,37(7):125-129.
- [9] 曹水良, 梁志红, 尹平河. 不同加速电压对不导电样品扫描电镜图像的影响[J]. 暨南大学学报: 自然科学与医学版, 2014,35(4):357-360.
- [10] MA Y H, ZHANG X H, CHEN X G. Observation on non-conductive powder samples by Scanning electron microscope[J]. Applied Mechanics and Materials, 2013(32):226-229.
- [11] 周广荣. 影响扫描电镜图像质量的因素分析[J]. 使

用与维修, 2010(6):57-59.

- [12] 夏江南, 高建辉, 姜宁, 等. 测试样品的扫描电镜图像缺陷原因及解决方法[J]. 信息记录材料, 2014, 15(2):29-34.

作者简介

黎爽, 1985 年出生, 硕士研究生, 助理研究员。主要研究方向为材料学。

E-mail: monster337@sina.com

邓平晔(通讯作者), 1974 年出生, 博士, 副研究员。主要研究方向为材料物理学。

E-mail: dengpy99@tsinghua.org.cn