环境扫描电子显微镜中真空系统特点 及成像信号分析

陈长琦 朱 武 干蜀毅 (合肥工业大学 精密仪器系 安徽 合肥 230009)

摘 要:环境扫描电子显微镜 (ESEM)是针对常规扫描电子显微镜 (SEM)在使用过程中暴露出来的一些重 大缺陷而设计的。它淘汰了 SEM 中繁琐、复杂的样品准备工作,扩大了仪器的使用范围,并使图像更清晰。着重介 绍了 ESEM 的工作原理、与此有关的真空系统构成及成像信号分析。

关键词 环境扫描电子显微镜;扫描电子显微镜;成像信号 中图分类号:TN16 文献标识码:A

文章编号:1006-7086(2001)02-0122-03

VACUUM SYSTEM AND IMAGING SIGNAL IN ENVIRONMENTAL SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

CHEN Chang-qi ,ZHU Wu , GAN Shu-yi ,

(Dept. of Precision Instruments, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) is designed to improve the capability of conventional Scanning Electron Microscope (SEM). It eliminates the most trivial and complex sample preparation needed in SEM and extends the range of the application of the instrument. It can also provide the clear and natural image of the sample. The principle of ESEM, the vacuum system used in ESEM and its imaging signal are introduced.

Key words environmental scanning electron microscope scanning electron microscope; imaging signal

1 引 言

扫描电子显微镜 (SEM)始于 20 世纪 60 年代中期,因性能优异而迅速成为一种不可或缺的工具被广 泛应用于科学研究和工程实践中¹¹¹。此后 20 多年,尽管 SEM 技术不断改进,性能稳步提高,但本质上说 SEM 并没有变化。作为一种基本的成像和分析技术手段,SEM 的主要局限在于样品必须放在一个高真空 环境中,且必须干净、干燥、具导电性。这些限制使得 SEM 样品准备工作变得十分繁琐、复杂,极大地限制 了 SEM 的使用性能和适用范围。环境扫描电子显微镜 (ESEM) 的开发使这一状况发生了根本性的改 变。ESEM 最基本的优点在于允许改变样品室的压力、温度及气体成分。它保留了常规 SEM 的全部优点, 而去除了样品环境必须是高真空的限制。潮湿、油腻、肮脏、无导电性的样品在自然状态下即可检视,从而 省略了大部分样品准备工作。在气体压力高达 5 000 Pa、温度高达 1 500 ℃、气体种类不限的多气环境里, ESEM 都可提供高分辨率的二次电子成像。可以说 ESEM 开拓了一个全新的应用领域,它能完成常规 SEM 不可能完成的工作。

2 工作原理

与常规 SEM 类似, ESEM 主要由下列几部分组成 图 1 所示):产生初始束电子的电子枪, 镜筒, 样品

收稿日期 2000-03-20

作者简介 陈长琦 (1947 –) 男 ;安徽省安庆市人 副教授 ;主要从事真空技术的教学和 '三束 '原理及其应用研究工作。

室 信号探头以及由信号构造图像的观察系统等。

位于镜筒顶部的电子枪产生的电子经一系列电磁透镜 和狭缝加速、集聚后在样品表面聚成一点。靠近镜筒底部的 一组扫描线圈使电子束在样品表面扫描形成光栅。电子束打 入样品时,会释放多种成像信号[2]。传感器收集这些信号并加 以处理 即可获得样品表面图像[3]。

ESEM 与 SEM 的本质区别在于其取消了对样品室的高 真空要求。要做到这点,必须将镜筒的真空环境与样品室环 境隔离。开发 ESEM 的关键技术之一就在干此。

3 真空系统及其特点

图 1 中 G 表示测量规管, V 代表阀门, 泵 1、泵 2、泵 3 为 低真空泵 作用是对系统进行预抽空或作维持泵。从图中可见 ESEM 的真空系统可分为 3 个基本部分:

(1)电子枪室及镜筒。一般来说,无论何种形式的 SEM 其电子枪内都必须保持高真空,电子束在此由 高压产生并加速 :镜筒内各处同样必须保持高真空 ,这里存在的气体分子会散射电子 ,降低电子束成像性 能。这部分真空主要由泵 1、扩散泵 1 和离子泵抽取 其真空度可达 10⁻⁵ Pa。

(2)多重限压狭缝。相对而言 "ESEM 中最具特色的结构 是将两个相距很近的限压狭缝放入镜筒内最后一组透镜中 并与其合为一体 图 2 所示)。流体流经小孔时,会在孔的两 侧产生压降。ESEM 正是利用这一原理,采用多重狭缝,在其 上、其下、其间分别抽气,从而获得一个压力逐渐变化的真 空:样品室可高至 5 000 Pa, 而镜筒的电子枪中则可达 10-5 $Pa^{[4]}$ 。这部分真空的获得主要由泵 2 和扩散泵 2 完成。

(3)样品室。样品室内真空由泵 3 获得 其压力由流入和

流出气流的平衡状态决定 实际应用时常在 10³Pa 以下。流出样品室的气体 经各限压狭缝流向镜筒 其速 率由各狭缝大小及其两侧的压差决定。选定气源流入样品室的气体则受计量阀门控制。改变气体流入速 率即可改变室内真空度。允许进入样品室的气体可以是惰性气体,也可以是实验生成的某种反应物气 体。但有毒、易燃以及能与显微镜零部件起化学反应的气体不允许进入。

4 成像信号分析

(1)束 – 气相互作用。SEM 的分辨率取决于电子束在样品表面聚焦所形成的光斑大小。 ESEM 中, 样 品室是一个多气环境 ,气体分子会散射电子束中电子使光斑增大 ,但却不一定影响分辨率。 这是因为尽管 电子束在行进路径上任何一点都可能发生散射,但镜筒中各狭缝可以将大部分散射电子阻挡在样品室之 外。对分辨率有影响的散射主要发生在镜筒底部最后一个限压狭缝与样品表面之间,因此只要在结构上 将此段距离减至最小 就能有效地减小散射对成像分辨率的影响。

(2)成像分辨率。可以想象把电子束分成两部分、散射部分和未散射部分。未散射部分在样品表面预 定位置聚焦 ;散射部分 ,称其为电子束 '裙边 " ,则落入一个较宽的分布范围。裙边强度相对于束斑强度的 大小决定了裙边对成像的干涉程度。

有限的实验数据表明,包含 1/2 散射电子的裙边半径可以用下式表示[5]

$$r_{1/2} = 0.\ 0\ 039\ d + 0.\ 0\ 015\ d(\ pd)^{1.38} \tag{1}$$

式中 p 为样品室内压力 ,d 为镜筒底部最后一个限压狭缝与样品表面间距离 ,r 则表示散射电子的裙边半





图 2 限压狭缝结构示意图

径。ESEM 典型应用条件下,*d*=0.002 m, *p*=10³ Pa,代入上式可得裙边半径约为16 μm,大大超过仅有几 个纳米的束斑半径。进一步实验表明,即使电子束中95%的电子被散射,剩下5%的未散射电子所集中 的区域也比裙边所占区域小许多数量级。信号散布区域越大,强度就越弱,结果是裙边电子只能形成一个 非常低的背景信号,很容易被剔除。因此,只要束斑中含足够的成像电流,成像分辨率就不会受到影响。

(3) 成像电流。如上所述,多气环境中的成像只取决于维持在未散射束斑中的电流,而与电子束的散 布状态无关。由泊松分布可推出一个电子完全不散射的概率 *P*(0)为

$$P(0) = \exp(-m) \tag{2}$$

显然,电子与气体分子平均碰撞次数 m 与单位体积内气体分子数 n、气体分子的散射横截面 s 及电子在气体中通过的距离 d 有关。在已知温度 T (K)和压力 p (×133 Pa)条件下 理想气体定律给出 n 如下 $n = 9.665 \times 10^{24} p / T$ (3)

而单位电子平均碰撞次数则由下式给出

$$m = snd$$

将 n, m 代入并把与散射横截面有关的各常数组合成一个与气体种类有关的常数 k ,可推出一个未发生散 射电子的比例方程。 $I_{(0)}/_{T_{vol}} = \exp(\frac{kpd}{TV})$ (4)

表1 各种压力下 I(0) ITa

压力	I (0) I Tot
/Pa	%
5 320.0	5
2 660.0	23
1 330.0	48
931.0	60
665.0	69
266.0	86
133.0	93
66.5	96

式中 V 为电子能量。在典型 ESEM 中,镜筒底部最后一个限压狭缝与样 品表面间距离为 d = 2 mm,电子枪电压为 20 kV。当样品室气体为水蒸 汽、室温下操作时,可计算出各种压力下 $I_{(0)} / I_{\text{Tot}}$ 的百分数,其值如表 1 所列^[4]。由表 1 可见,当样品室压力 p = 665 Pa 时,常规 SEM 早已无法 成像,但 ESEM 中的成像电流比例仍高达 69 %,从而能够保证在不脱水 的自然状态下获得样品表面的清晰图像——这恰恰是开发 ESEM 的初 衷。压力进一步升高,成像电流比例虽下降,但仍然比常规 SEM 高很多。 其适用的最大压力可达 6 650 Pa。

5 小 结

ESEM 区别于 SEM 的关键性技术之一,是其多重限压狭缝和由此而来的压力逐渐变化的真空系统。 这一系统将镜筒维持为高真空,同时允许样品室有相当高的压力。样品室内的气体确实要从电子束中散 射一些电子,但对应于一定的操作条件 (温度、压力、加速电压、气体类型及镜筒底部最后一个限压狭缝与 样品表面间距离等),散射并没有降低图像分辨率,对成像电流影响也不显著。由于允许样品室有相当高 的压力,使得样品准备工作大大简化,并使样品能够在其自然状态下成像而没有任何失真,这无疑极大地 扩展了扫描电子显微镜的应用范围。

参考文献:

- [1] 陆家和.表面分析技术[M].北京:电子工业出版社,1987.
- [2] 王广厚. 粒子同固体相互作用物理学[M]. 北京:科学出版社, 1988.
- [3] WANG G H, Ultramicroscopy[M]. Von Nostrand Reinhold, New York, 1992.
- [4] JOHNSON R. Environmental scanning electron microscopy[M]. Electroscan Corporation, 1997.
- [5] JOHNSON J E. Microscopy research and technique[M]. Plenum Press, New York, 1993.