



扫描电子显微镜

(Scanning Electron Microscope, SEM)



扫描电镜的发展历史

1935:

法国的卡诺尔提出扫描电镜的设计思想和工作原理。

1942:

剑桥大学的马伦首次制成世界第一台扫描电镜。

1965: 第一台商用扫描电镜

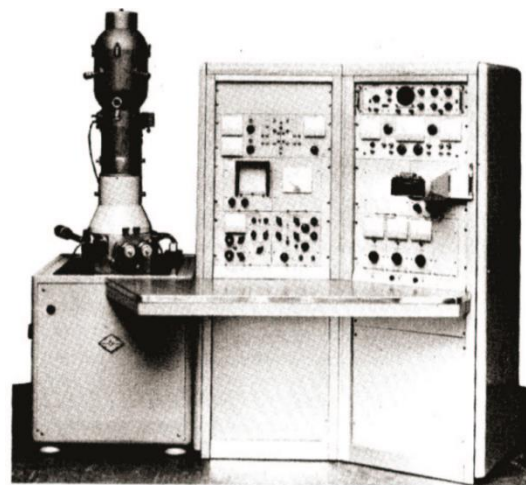


Figure 1-14 The first commercial scanning electron microscope, the Stereoscan MK1, made by Cambridge Instruments. (Photograph courtesy of Cambridge Instruments)



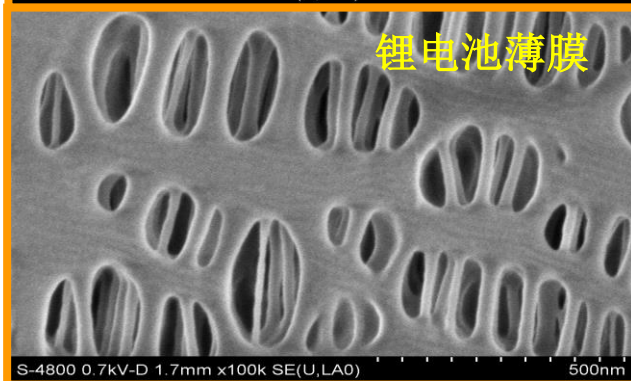
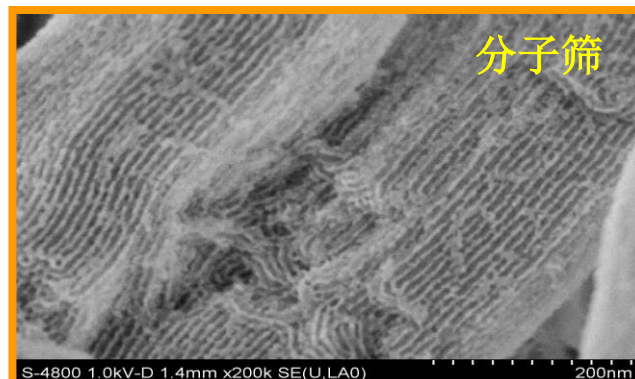
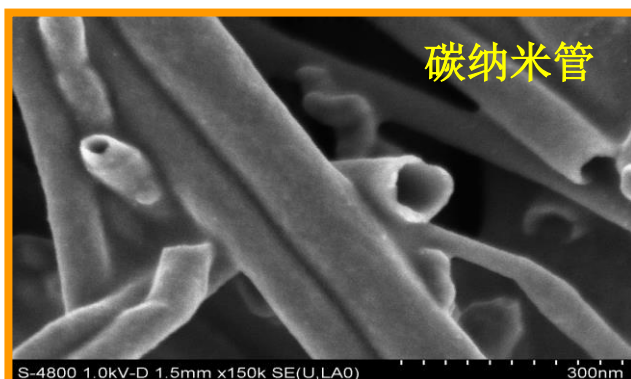
扫描电镜的概述

- ✓ SEM是利用聚焦电子束在试样表面**逐点扫描**成像。
- ✓ 试样为块状、薄膜或粉末颗粒。
- ✓ 成像信号可以是**二次电子**、**背散射电子**或**吸收电子**等，其中**二次电子**是最主要的成像信号。
- ✓ 现在SEM都与能谱（EDS）组合，可以进行成分分析。所以，SEM也是**显微结构分析**的主要仪器，已广泛用于材料、冶金、矿物、生物学等领域。

扫描电镜的特点

分辨本领高

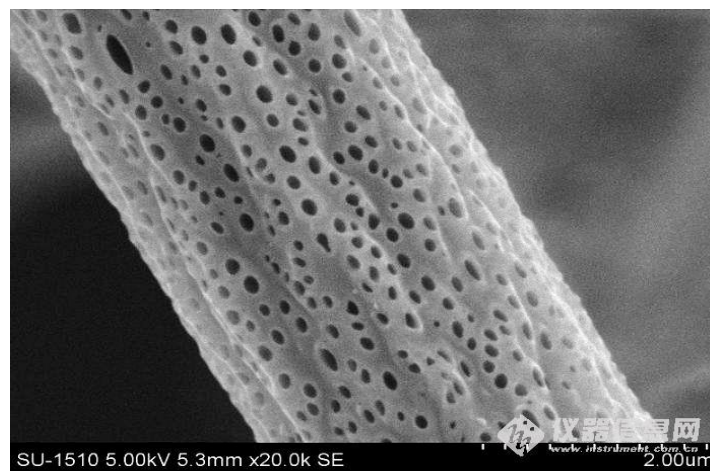
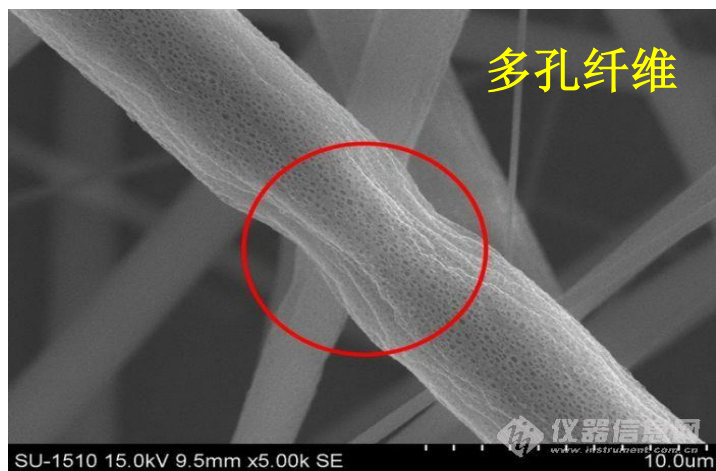
一般为3-6nm，由于超高真空技术的发展，场发射电子枪的应用得到普及，扫描电镜的分辨率已经达到1nm左右。



扫描电镜的特点

放大倍数变化范围大

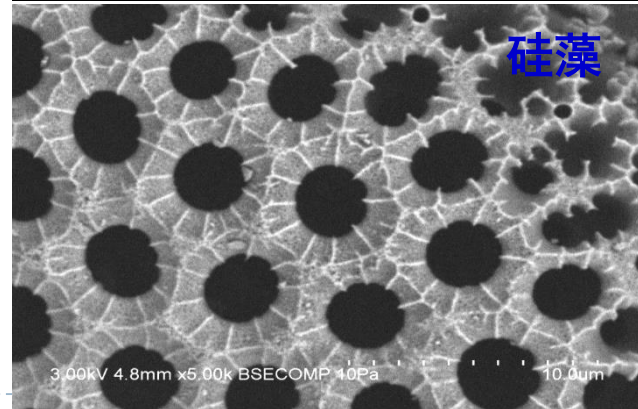
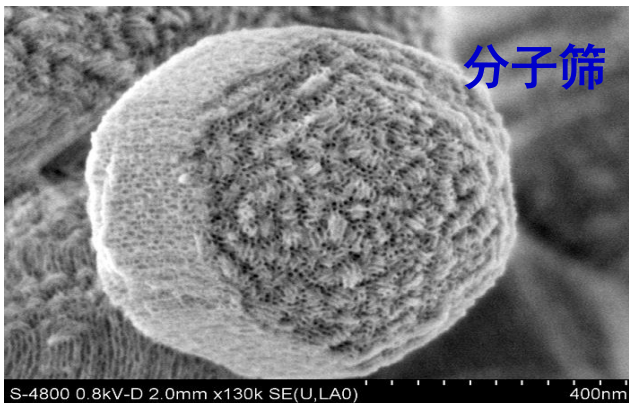
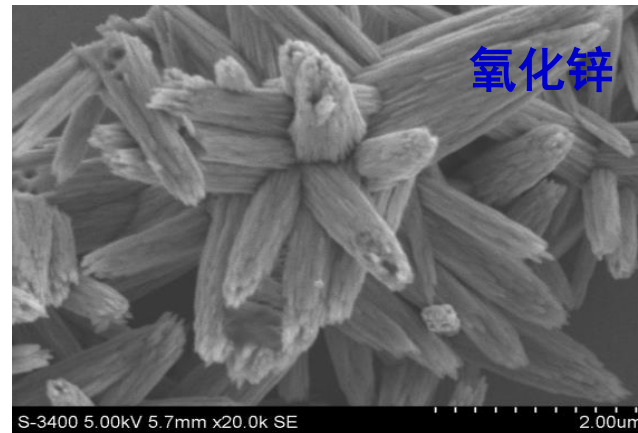
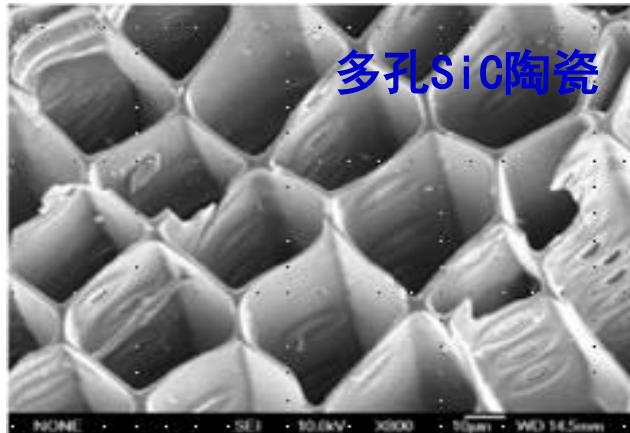
20-20万倍之间连续可调，最大可达30万倍，对于多相、多组成的非均质体材料，便于低倍下的普查和高倍观察分析。



扫描电镜的特点

景深大

视野大，可直接观察粗糙表面和断口形貌的细微结构，成像富有立体感，真实感、易于识别。



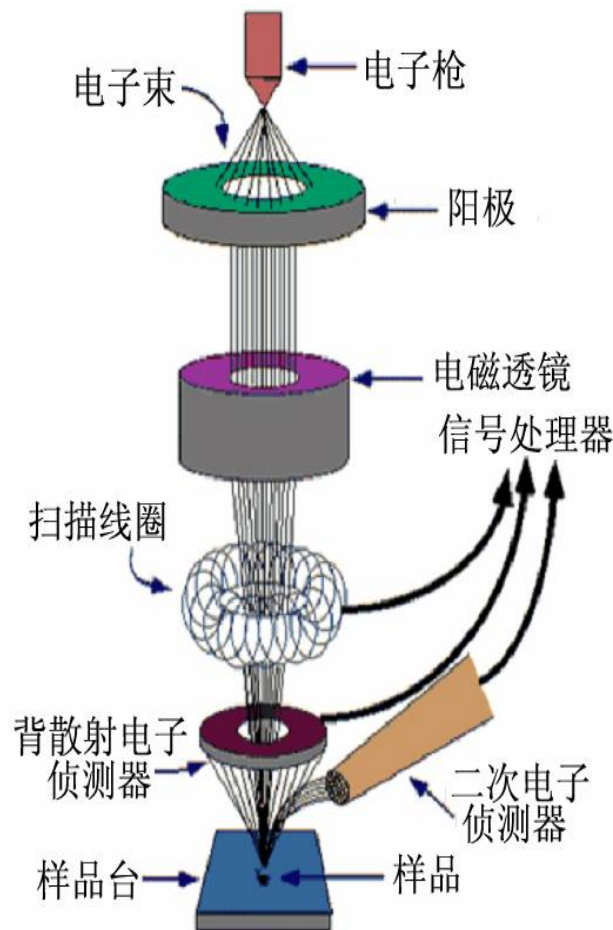
扫描电镜的特点

- ✓ **配有X射线能谱仪装置**，这样可以同时进行显微组织性貌的观察和微区成分分析；配光学显微镜和单色仪进行阴极发光研究等。
- ✓ **试样制备简单**，可直接观察大块试样。
- ✓ **可使用加热、冷却和拉伸等对样品进行动态试验**，观察样品各种环境条件的相变和形态变化。

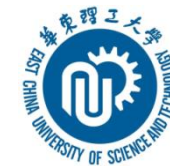
扫描电镜的工作原理

✓ 扫描电镜的工作原理与闭路电视系统相似**逐点逐行扫描**。可以简单地归纳为“**光栅扫描，逐点成像**”。

✓ 由电子枪发射出的电子束，在加速电压作用下，经过 2~3 个电磁透镜聚焦后，在样品表面按顺序逐行扫描，激发样品产生各种物理信号，并分别被相应的收集器接受，经放大器按顺序、成比例放大后，送到显像管的栅极上，用来同步调制显像管的电子束强度，即显像管荧光屏上的亮度。样品上电子束的位置与显像管荧光屏上电子束的位置一一对应。在荧光屏上就形成一幅与样品表面特征相对应的画面。

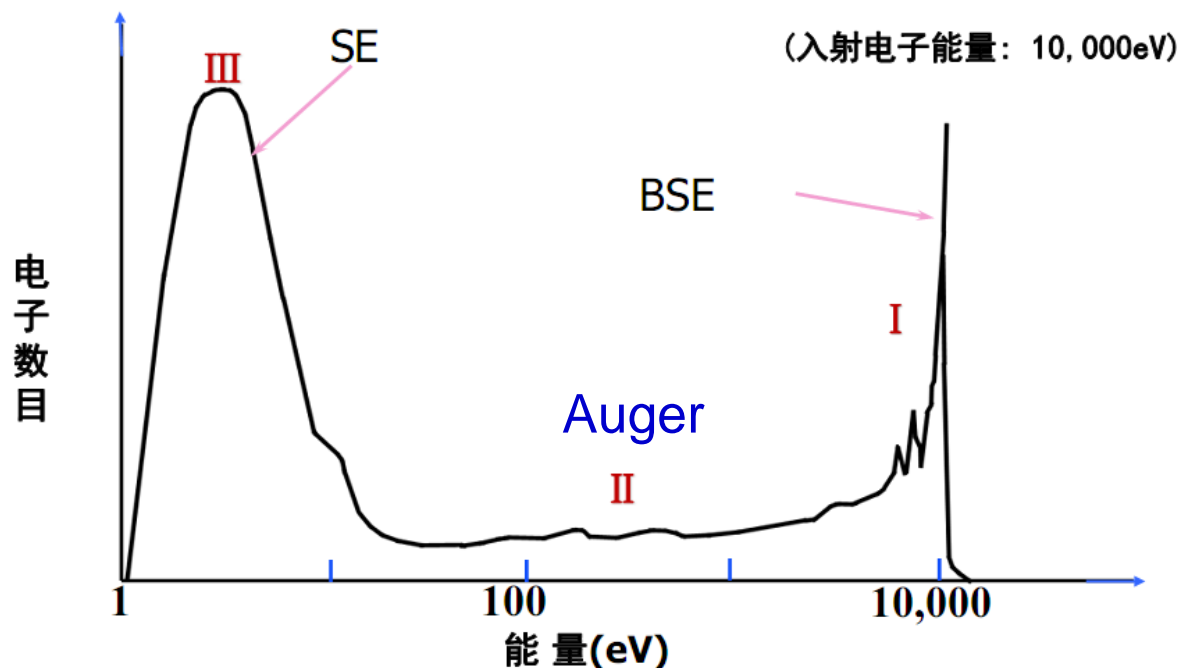


扫描电镜的工作原理



SEM的主要成像信号

- 二次电子
- 背散射电子
- 吸收电子



扫描电镜的结构

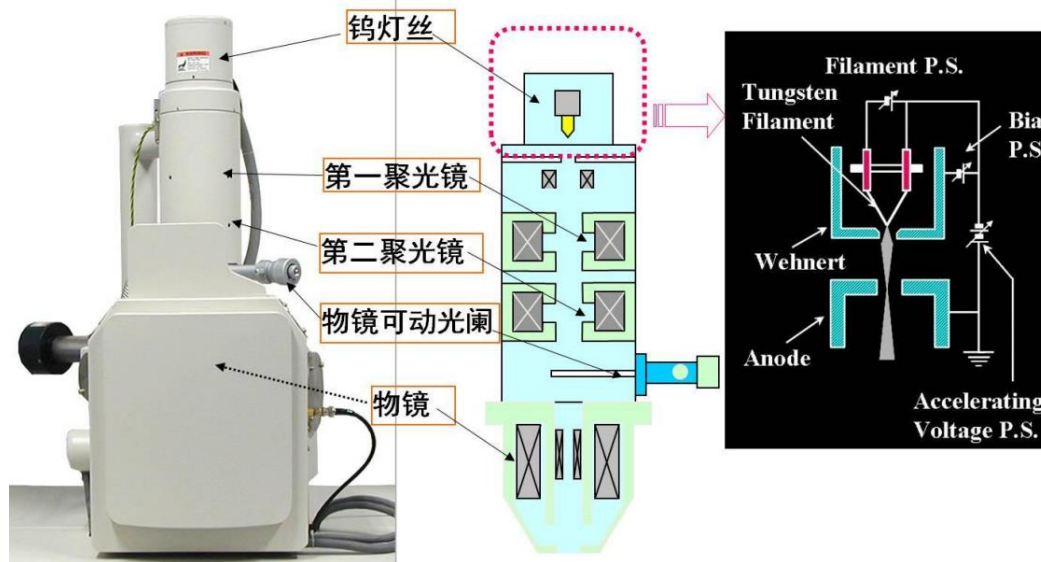
- 电子光学系统（镜筒）
- 扫描系统
- 信号收集系统
- 图像显示记录系统
- 真空系统
- 电源系统等

扫描电镜的结构

1. 电子光学系统（镜筒）

由**电子枪**、**聚光镜**、**物镜**和**样品室**等部件组成。

作用：获得扫描电子束，作为使样品产生各种物理信号的激发源。为了获得较高的信号强度和图像分辨率，扫描电子束应具有**较高的亮度**和**尽可能小的束斑直径**。



扫描电镜的结构

2. 扫描系统

扫描电镜的**特殊部件**，由**扫描发生器**和**扫描线圈**组成。

作用：

- a. 使入射电子束在样品表面扫描，并使阴极射线显像管电子束在荧光屏上作同步扫描；
- b. 改变入射束在样品表面的**扫描振幅**，从而改变扫描像的**放大倍数**。

扫描电镜的结构

3. 信号收集及显示系统

作用：收集(探测)样品在入射电子束作用下产生的各种物理信号，并进行放大。

- ✓ 不同的物理信号，要用不同类型的收集系统。
- ✓ **电子收集器**由闪烁体、光导管、光电倍增管组成，用来检测**二次电子、背散射电子**等信号。

扫描电镜的结构

4. 图像显示与记录系统

作用：将信号检测放大系统输出的调制信号转换为能显示在阴极射线管荧光屏上的图像，供观察或记录。

5. 电源系统

作用：为扫描电子显微镜各部分提供所需的电源。由稳压、稳流及相应的安全保护电路组成。

6. 真空系统

作用：确保电子光学系统正常工作、防止样品污染、保证灯丝的工作寿命等。

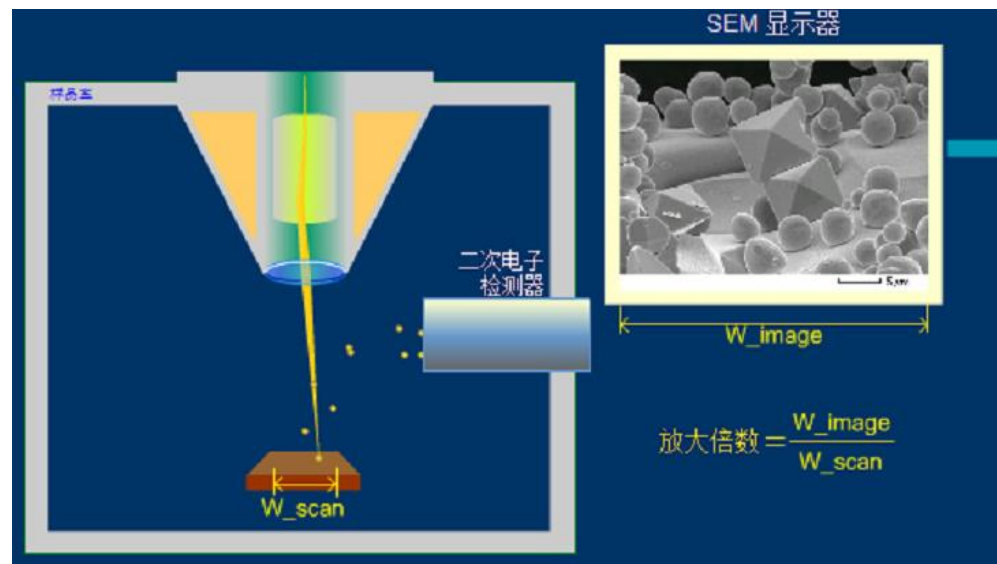
扫描电镜的主要性能

1. 放大倍数:

- ✓ 20-20万倍连续调节，一般在800倍以上。
- ✓ 改变入射束在样品表面的扫描振幅，从而改变扫描像的放大倍数。

$$M = A_C / A_S$$

A_C 是荧光屏上图像的边长，
 A_S 是电子束在样品上的扫描振幅



扫描电镜的主要性能

2. 分辨本领

相邻亮区中心之间的距离，最小值为分辨率。目前优于
2nm。

SEM的分辨本领与以下因素有关：

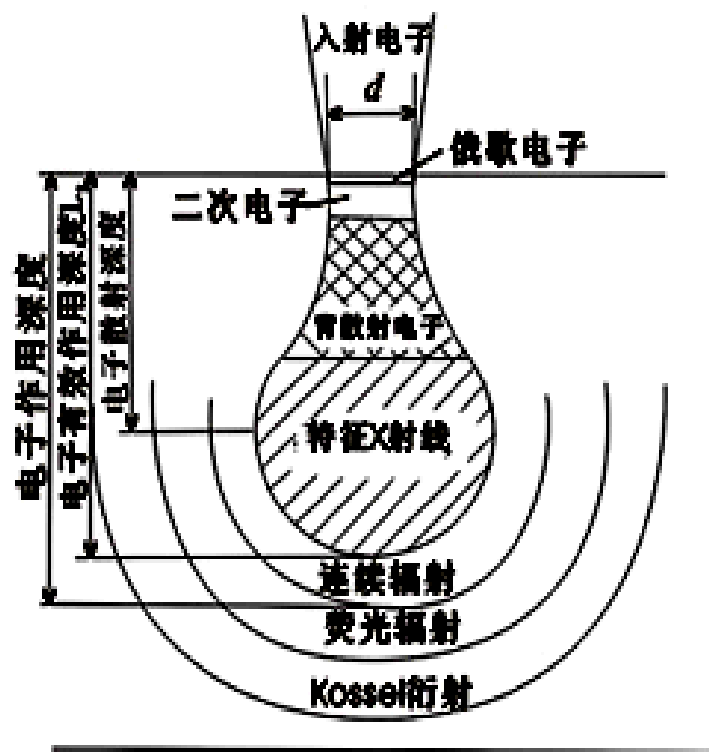
(1) 入射电子束束斑直径

入射电子束束斑直径是扫描电镜分辨本领的极限。束斑直径越小，分辨率越高。目前利用场发射电子枪可使束斑直径达1nm，因此相应的最高分辨本领分辨率达到1nm左右。

扫描电镜的主要性能

(2) 入射束在样品中的扩展效应

- 电子束打到样品上会发生散射，扩散范围如同梨状或半球状。
- 入射束能量越大，样品原子序数越小，则电子束作用体积越大。
- **二次电子扫描像的分辨本领最高**，约等于入射电子束直径，一般为6-10nm。
- 背散射电子为50-200nm，吸收电子和X射线为100-1000nm。



影响分辨本领的因素还有信噪比、杂散电磁场和机械震动等。

扫描电镜的主要性能

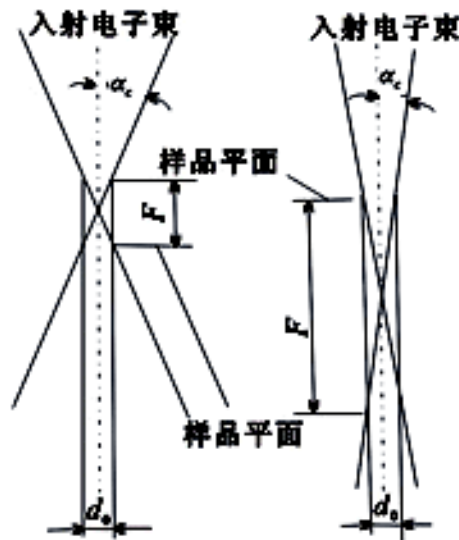
3. 景深

- ✓ 电子束在试样上扫描时可获得清晰图像的深度范围
- ✓ 取决于分辨本领和电子束入射半角 α_c 。则景深 F 为

$$F = \frac{d_0}{\tan \alpha_c}$$

因 α_c 很小, 则景深为

$$F = \frac{d_0}{\alpha_c}$$



放大倍数 M	分辨率 $d_0/\mu\text{m}$	景 深 $F/\mu\text{m}$	
		扫描电镜	光学显微镜
20	5	5000	5
100	1	1000	2
1000	0.1	100	0.7
5000	0.02	20	-
10000	0.01	10	-

扫描电镜图像衬度

SEM图像衬度的形成主要基于样品微区如**表面形貌**、**原子序数**、**表面电场和磁场**等方面存在着差异。入射电子与样品相互作用，产生各种特征信号，其强度就存在着差异，最后反映到显像管荧光屏上的图像就有一定的衬度。

SEM图像衬度包括：**形貌衬度**、**原子序数（成分）衬度**和**电位衬度**。

扫描电镜图像衬度

形貌衬度：

由于试样表面相貌差而形成的衬度。利用对试样表面形貌变化敏感的物理信号如二次电子、背散射电子等作为显像管的调制信号，可以得到形貌衬度像。二次电子像的衬度是最典型的形貌衬度。

扫描电镜图像衬度

原子序数衬度：

由于试样表面物质原子序数（化学成分）差别而形成的衬度。利用对试样表面原子序数（化学成分）变化敏感的物理信号作为显像管的调制信号，可以得到原子序数衬度图像。背散射电子像、二次电子像、吸收电子像的衬度都包含原子序数的衬度。

扫描电镜图像衬度

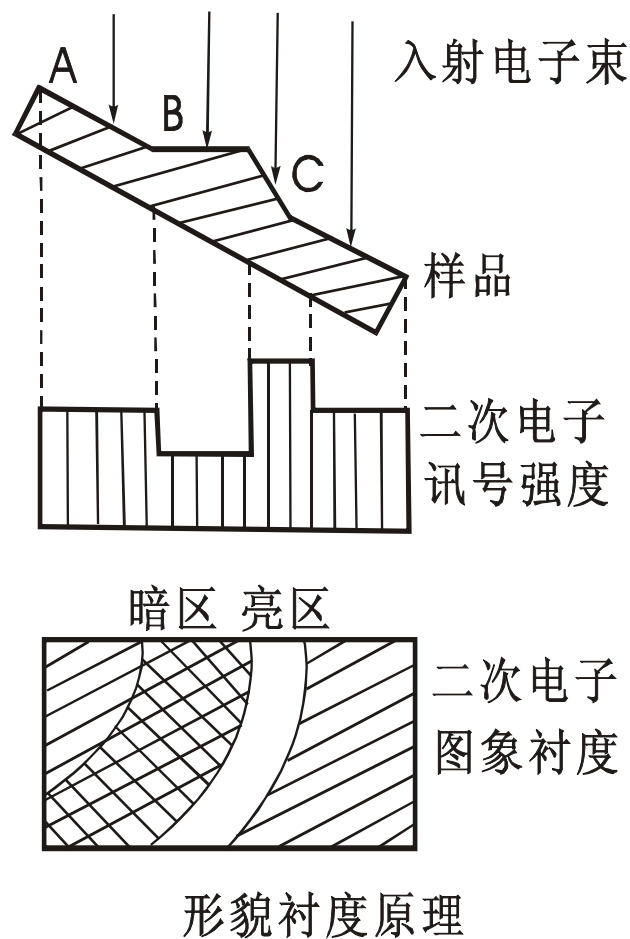
电位衬度：

由于试样表面电位差而形成的衬度。利用对试样表面电位状态的敏感信号，如二次电子作为显像管的调制信号，可以得到电位衬度像。

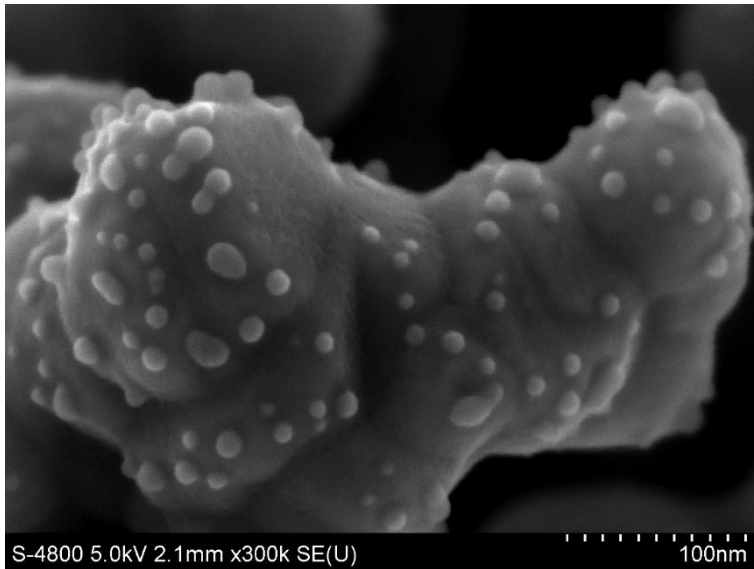
扫描电镜图像衬度

(1) 二次电子扫描图像

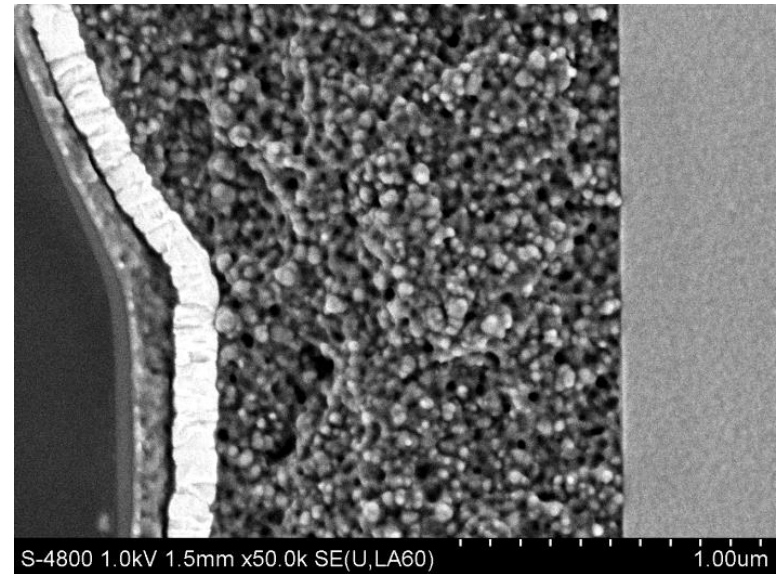
- ✓ 图像衬度主要是**形貌衬度**，衬度形成主要取决于试样表面对入射电子束的倾角，凸尖或台阶边缘处的二次电子发射最多，在图像中亮度最高。
- ✓ 主要反映试样表面形貌特点，分辨率高，无明显阴影效应，景深大，立体感强，适用于粗糙表面及断口的形貌观察。
- ✓ 另有**原子序数衬度（成分衬度）**和**电位衬度**，原子序数大，亮度高；电位高的地方亮。



扫描电镜图像衬度



形貌衬度图像

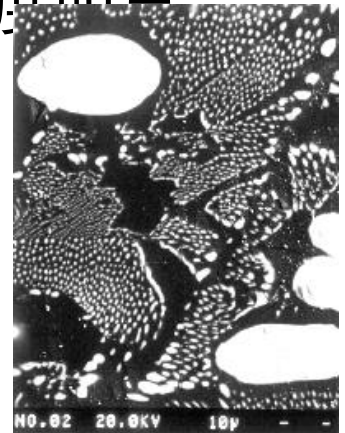
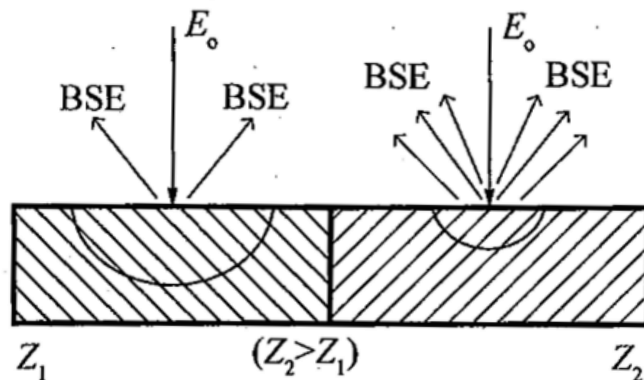


成分衬度图像

扫描电镜图像衬度

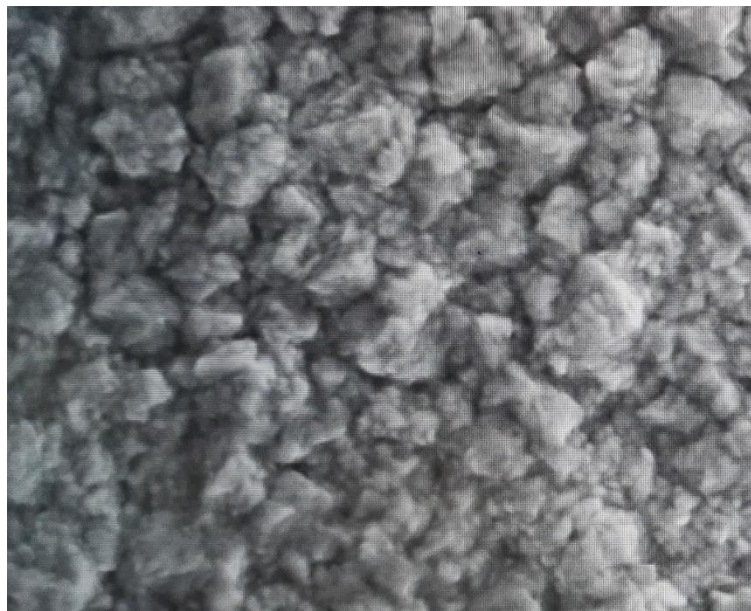
(2) 背散射电子图像

- 背散射电子信号中包含了试样表面形貌和原子序数的信息，图像衬度有**形貌衬度**和**原子序数（成分）衬度**，图像可用来研究样品表面形貌和成分分布。其中原子序数衬度明显。

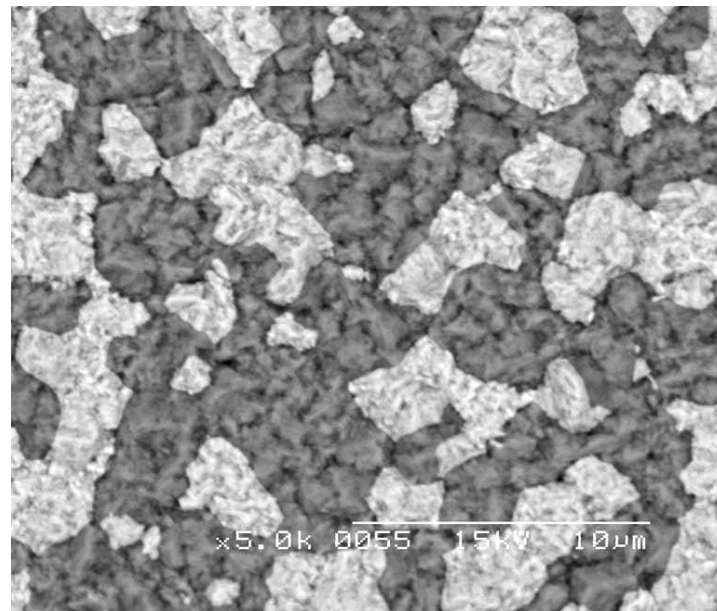


- ✓ **原子序数较高**的区域中由于收集到的背散射电子数量较多，固荧光屏上的**图像较亮**。
- ✓ 利用原子序数造成的衬度变化可以对各种**金属和合金**进行定性的成分分析。**重元素区域是亮区**，**轻元素区域则为暗区**。

扫描电镜图像衬度



二次电子图像



背散射电子图像

锡铅镀层的表面图像

扫描电镜图像衬度

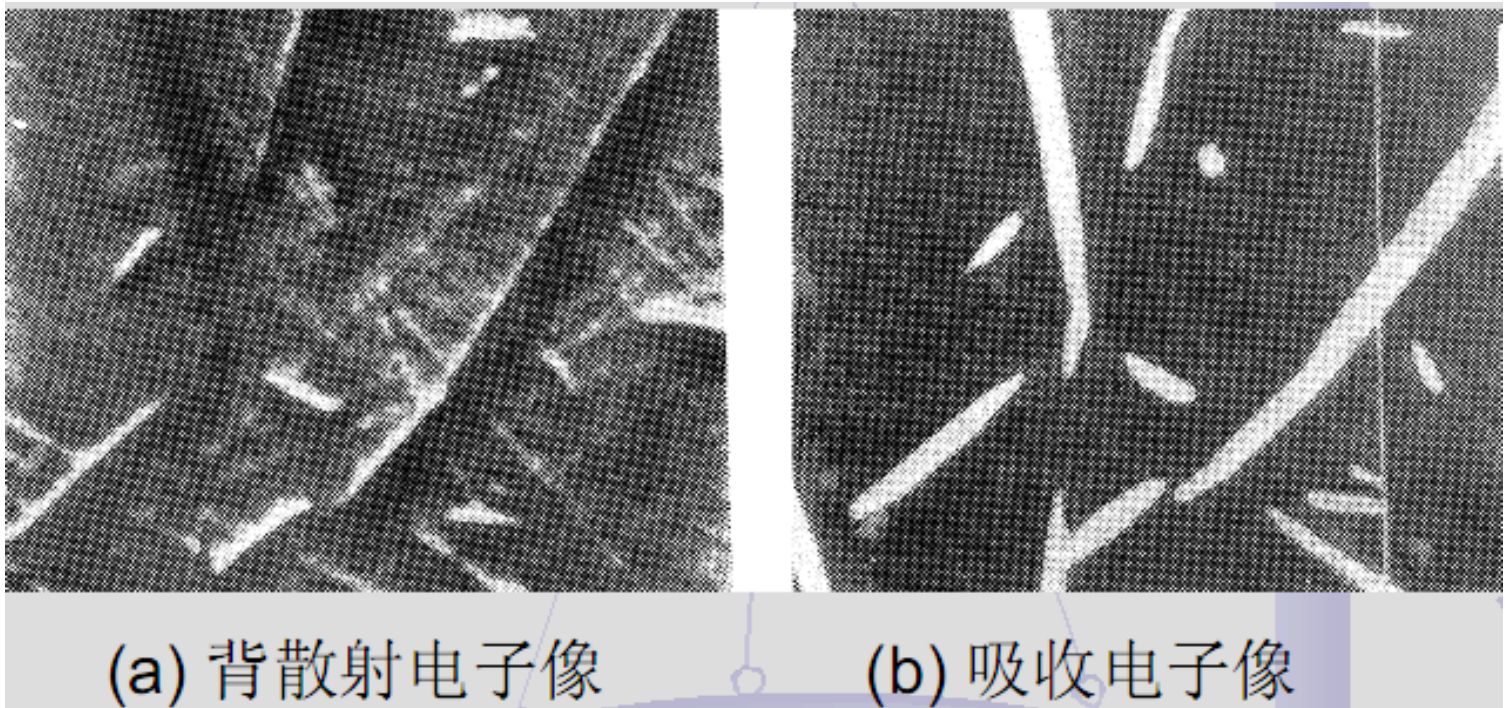


Al-Cu alloy
背散射电子图像

扫描电镜图像衬度

(3) 吸收电子图像

吸收电子图像与二次电子和背散射图像是**互补**的。



扫描电镜的样品制备

- ✓ 扫描电镜的样品制备一般是非常方便，样品大小不应超过样品座尺寸，试样高度不超过10mm；用导电胶将试样粘接在电镜的样品座上即可直接进行观察。
- ✓ 试样可以是块状、薄膜或粉末颗粒，在真空中保持稳定，含有水分的样品先烘干除去水分，清除表面污物。
- ✓ 断口观察的样品可采用低温脆断或拉伸等形变实验断裂方法，新断开的断口或断面一般不需要进行处理，以免破坏断口或断面的结构状态。

扫描电镜的样品制备

◆ 块状、薄膜试样

对于导电试样，只要大小适合样品座尺寸外不作任何处理，用导电胶粘结在样品座上，即可观察；对于非导电试样，先在试样表面镀一层导电膜，以避免电荷积累，造成试样热损伤，影响图像质量。

◆ 粉末试样

先将导电胶或双面胶粘结在样片座，再均匀地把粉末撒在上面，用洗耳球吹去未粘住的粉末，真空镀膜后，即可观察。

扫描电镜的样品制备

特殊处理：

- ✓ 对于非导电样品，则需要镀膜：Au、Ag、Au/Pt、C、Al等，厚度为10–20nm，一般采用真空镀膜或离子溅射镀膜。
- ✓ 对于半结晶聚合物、聚合物复合体系或合金样品，为了突出所感兴趣的结构，采用离子或等离子刻蚀、溶剂刻蚀、酸刻蚀等。
- ✓ 对磁性试样应该预先去磁，以免观察时电子束受到磁场影响。

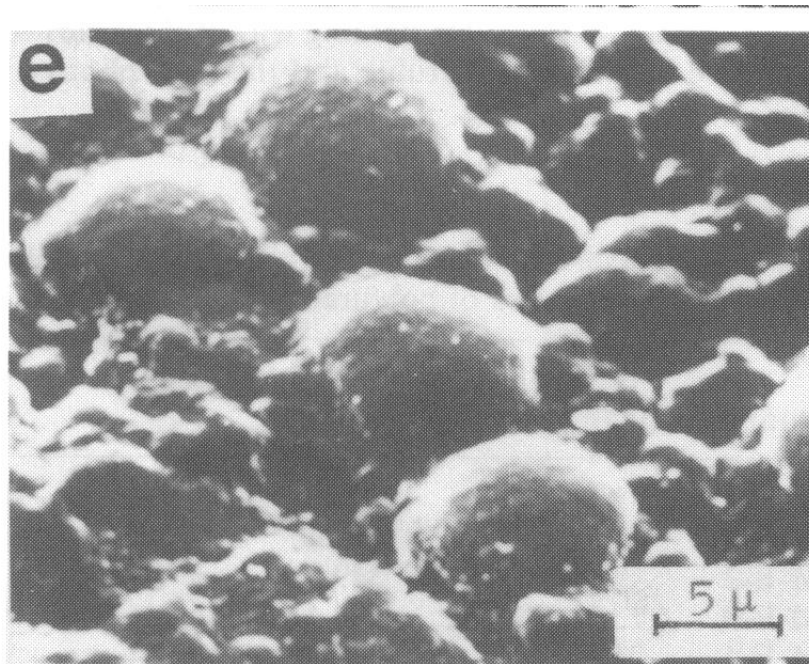
扫描电镜在材料研究中的应用

- ✓ 分析颗粒的形状、大小及粒度分布等；
- ✓ 材料的表面形貌分析；
- ✓ 材料的断口形貌分析；
- ✓ 使用加热、冷却、拉伸等样品台进行动态研究；
- ✓ 与X射线谱仪配接，在观察形貌的同时可进行微区成分分析。

扫描电镜的应用实例

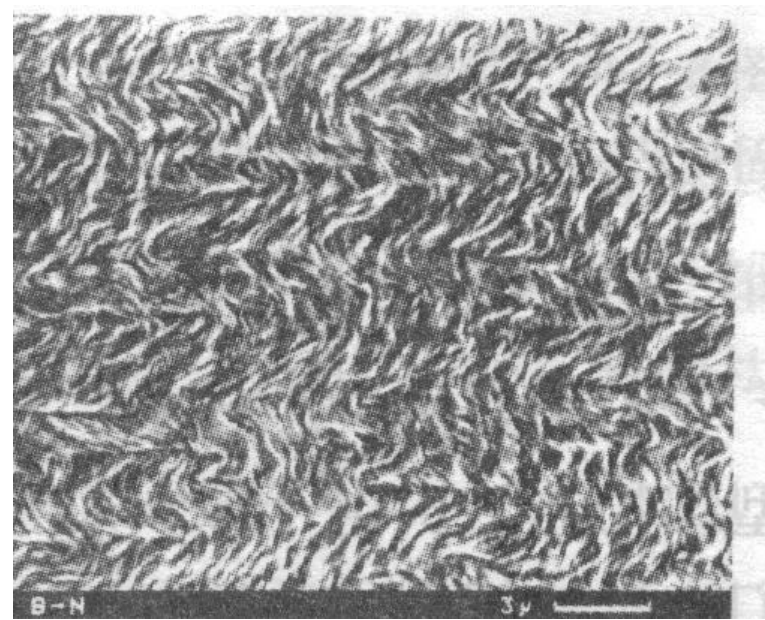
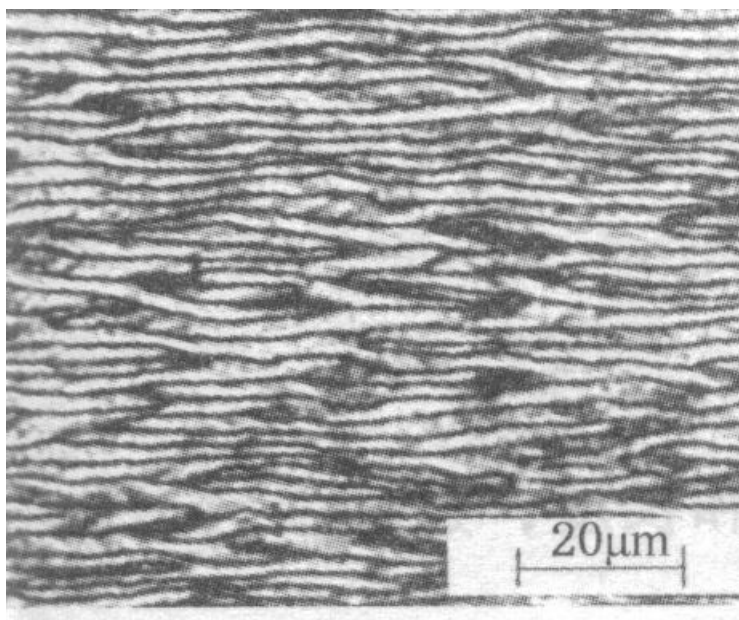
一. 高分子材料:

1. 结晶结构



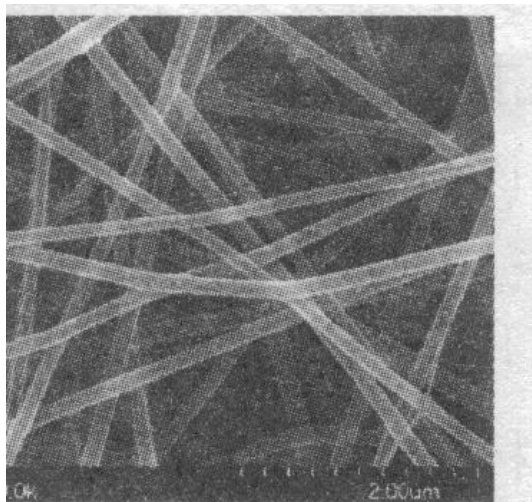
聚氨酯的球晶结构（DMF刻蚀）

2. 液晶织构

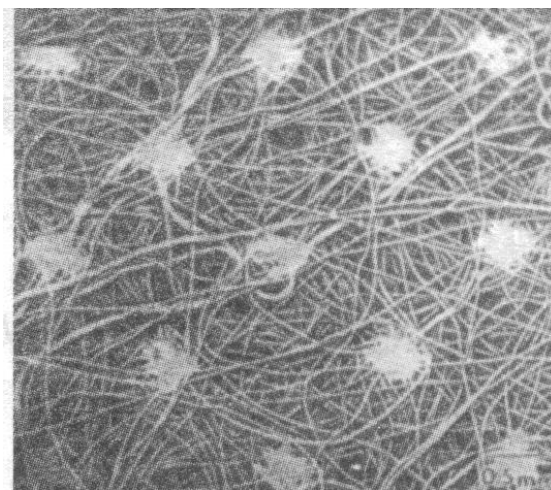


液晶聚芳酯Vectra的取向膜中的条带织构
(取向方向垂直于条带方向)

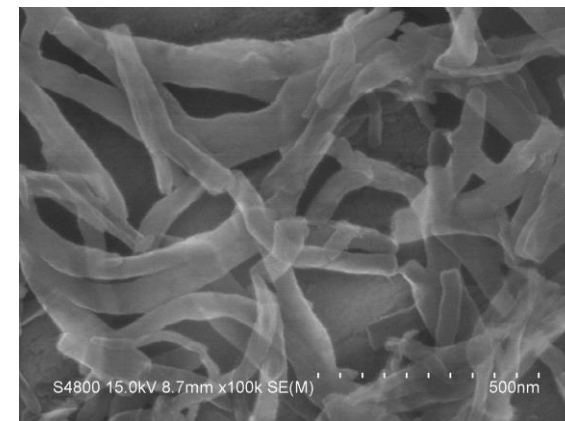
3. 一维材料



核壳结构聚环氧乙烷-壳聚糖
纳米纤维

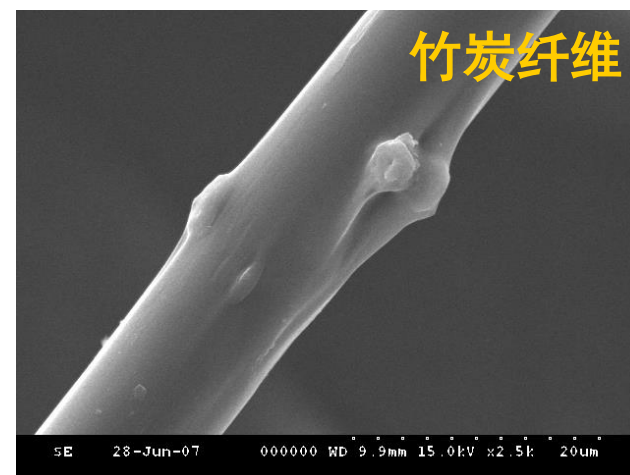
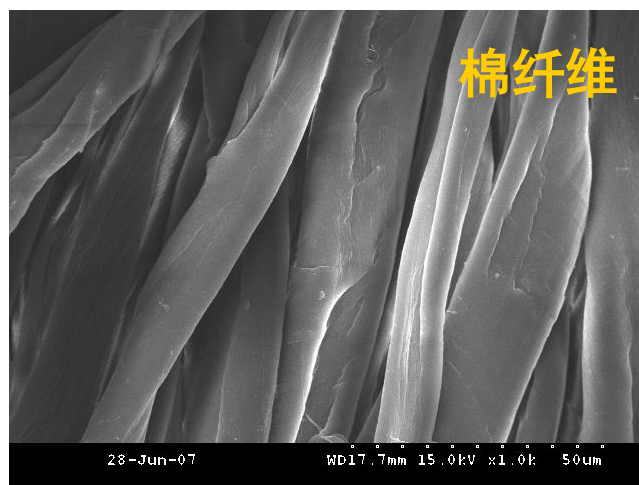
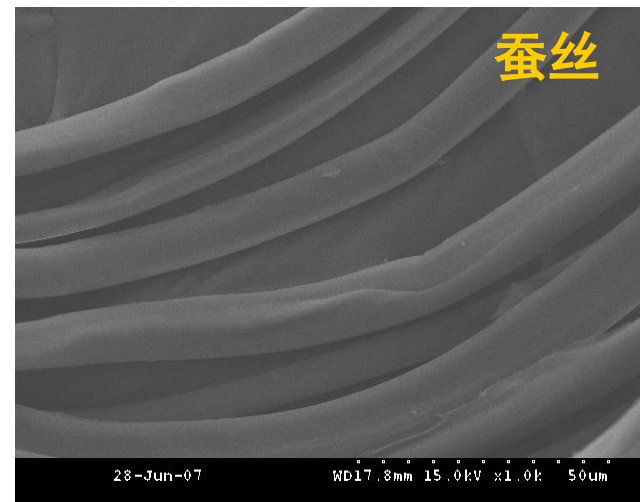
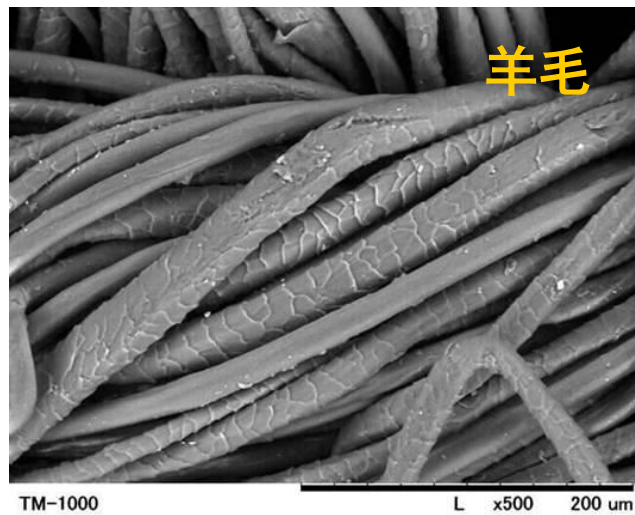


针刺法无纺布

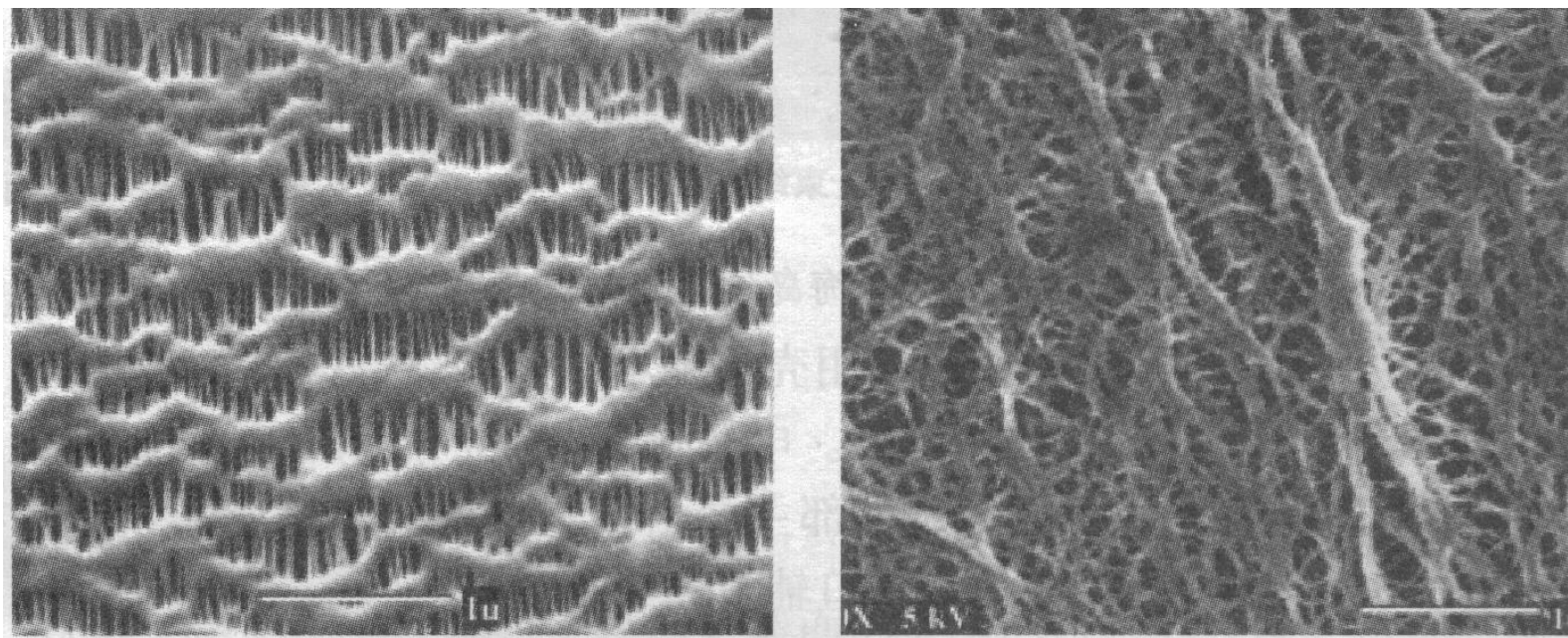


聚苯胺纳米棒

扫描电镜的应用实例



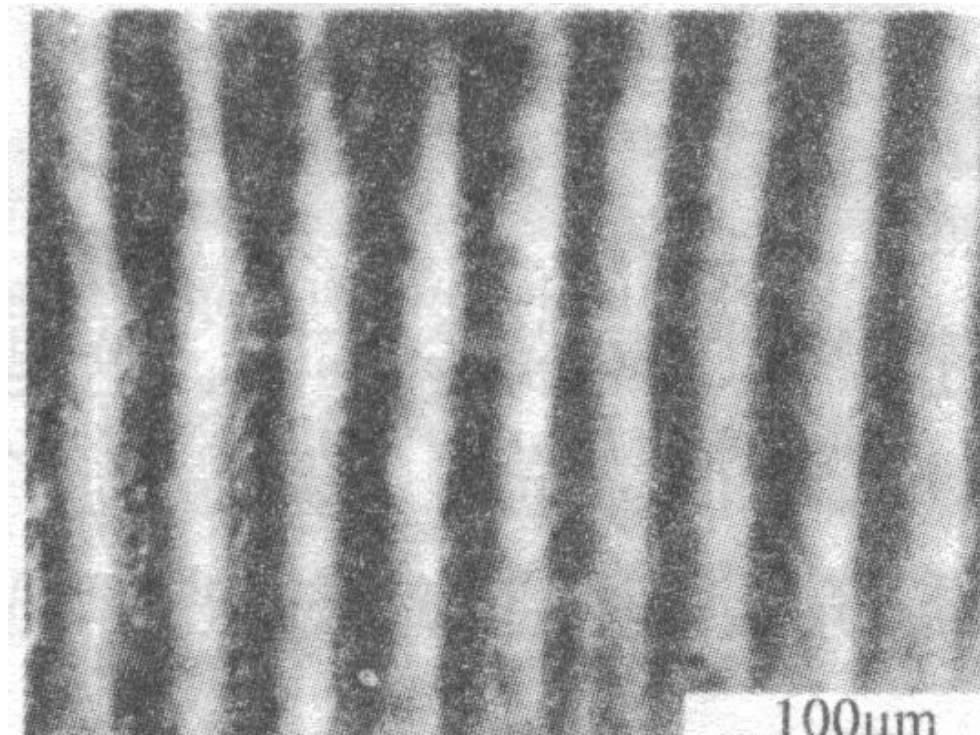
4. 二维膜材料



干法聚丙烯微孔膜 (Celgard)

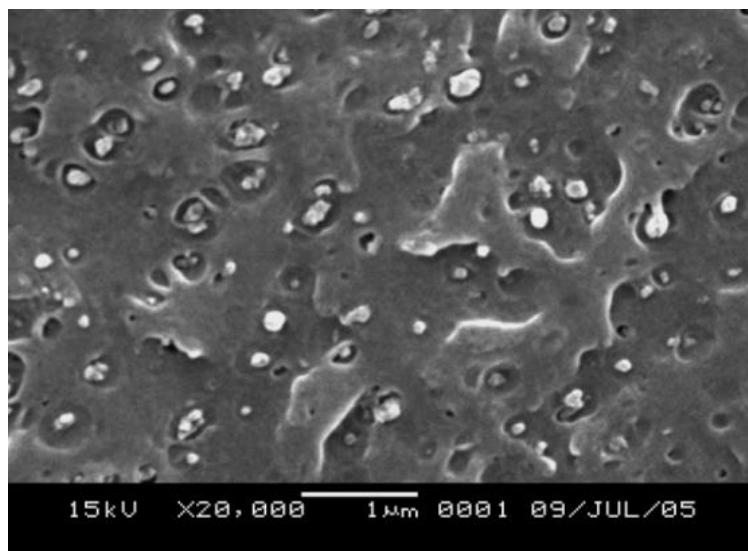
湿法聚乙烯微孔膜

扫描电镜的应用实例

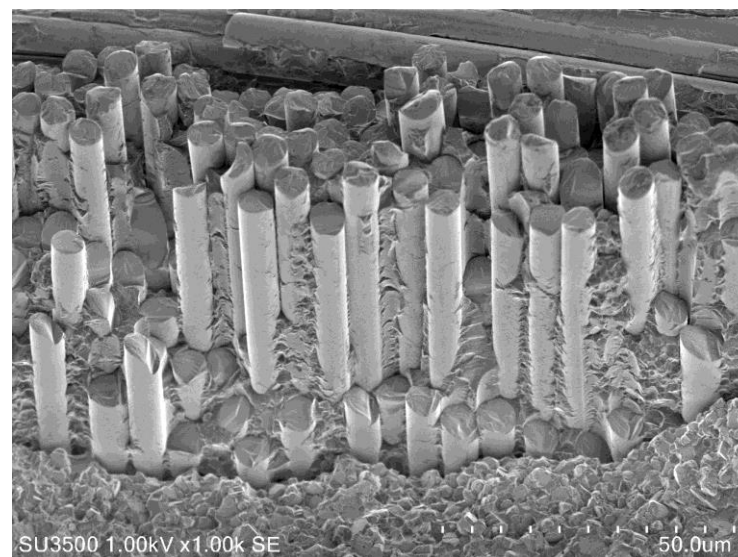


壳聚糖-聚丙烯酸复合膜指纹状织态结构

5. 复合体系

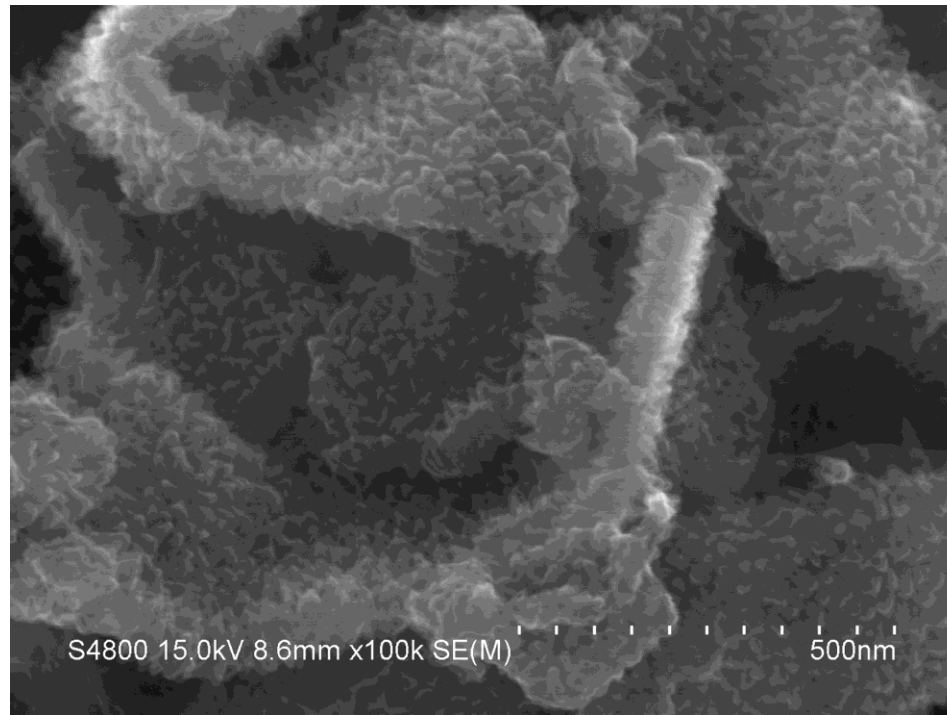


纳米 CaCO_3 在PVC基体



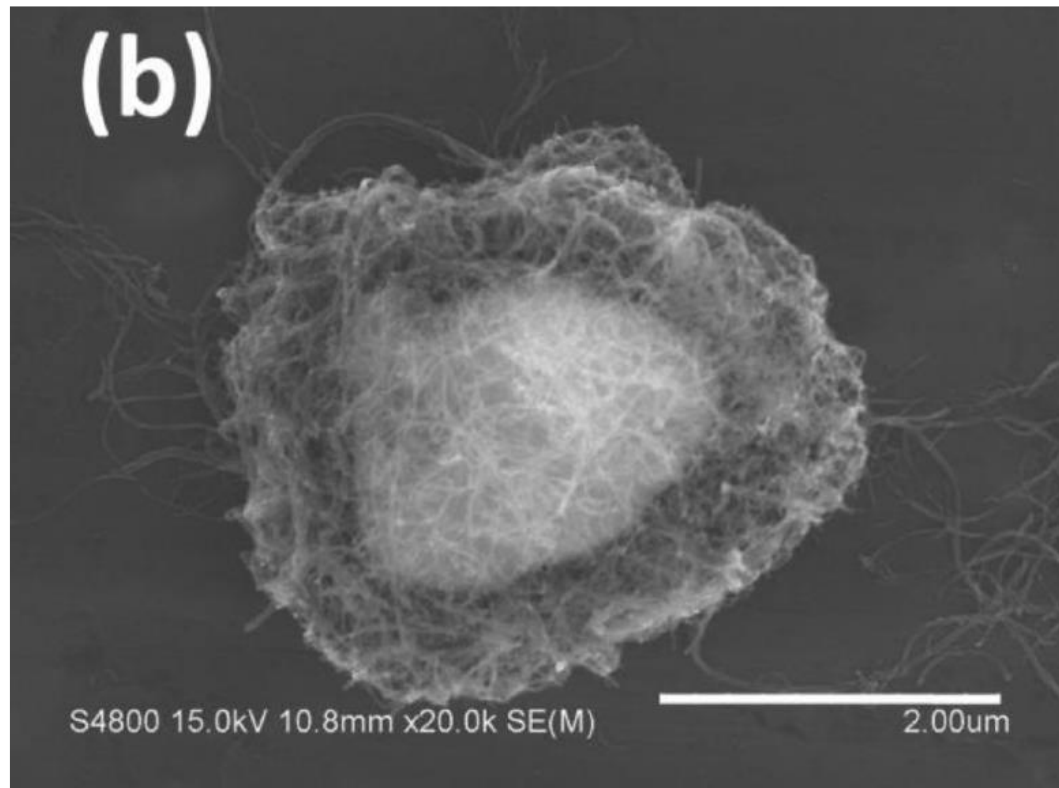
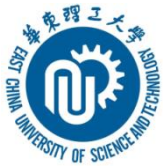
树脂包埋玻璃纤维

扫描电镜的应用实例



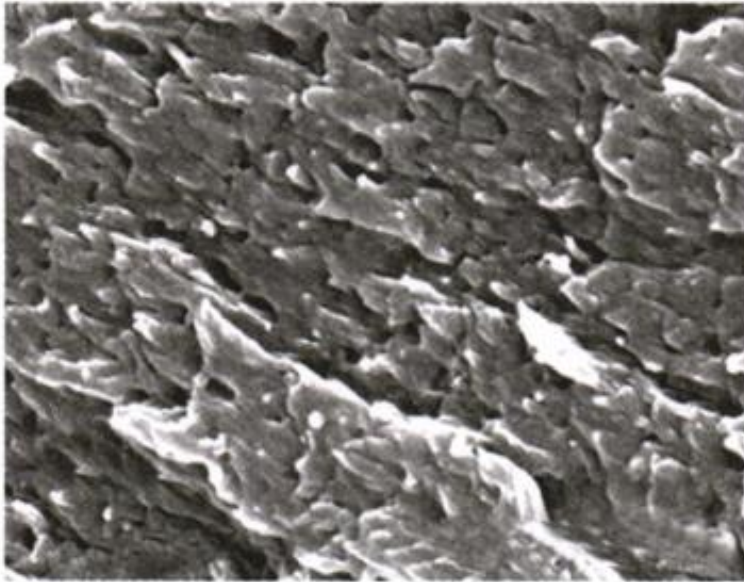
石墨烯/碳纳米管/聚苯胺纳米须晶复合材料

扫描电镜的应用实例



碳纳米管/硫单质复合材料

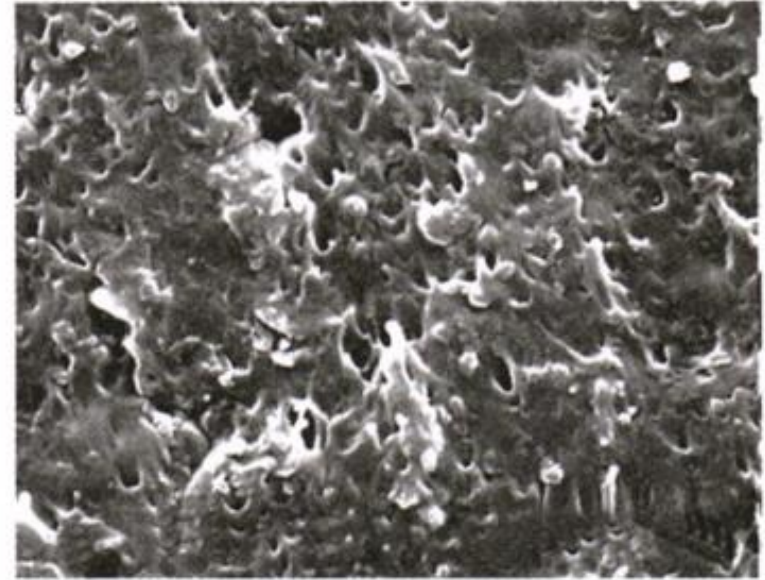
扫描电镜的应用实例



(c) $\times 12\text{ K}$

脆性断裂

较低接枝率的ABS



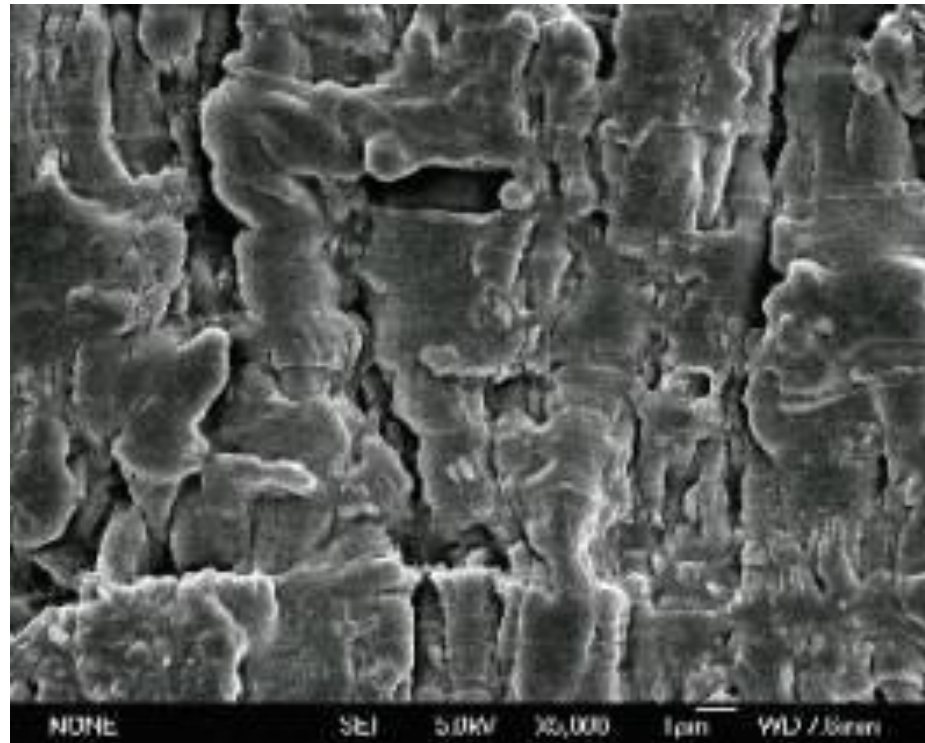
(a) $\times 6.0\text{ K}$

韧性断裂

较高接枝率的ABS

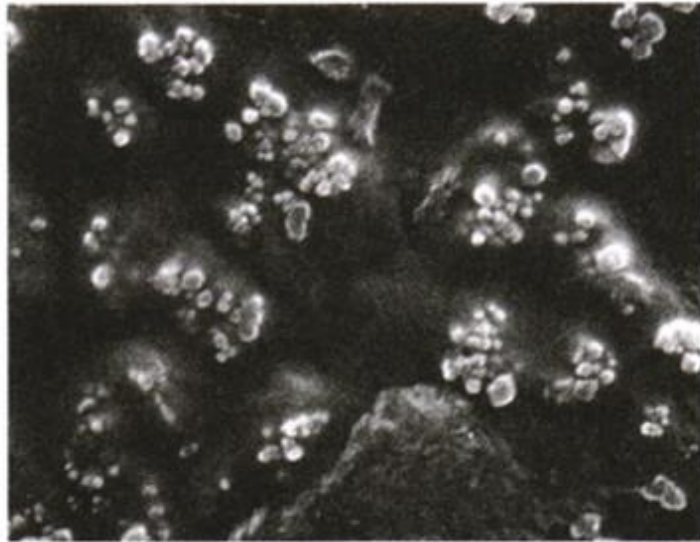
拉伸断裂试样

扫描电镜的应用实例

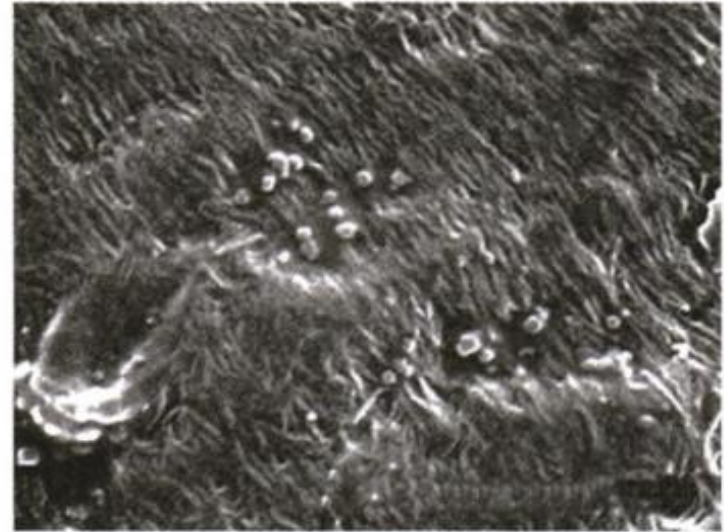


共混物的冲击断面

扫描电镜的应用实例



(a) 拉伸前($\times 15\text{ K}$)



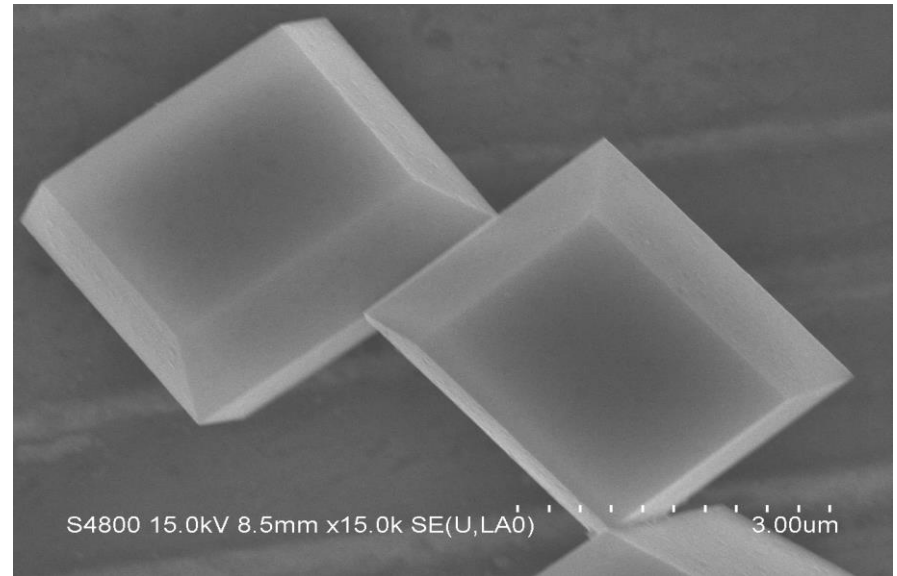
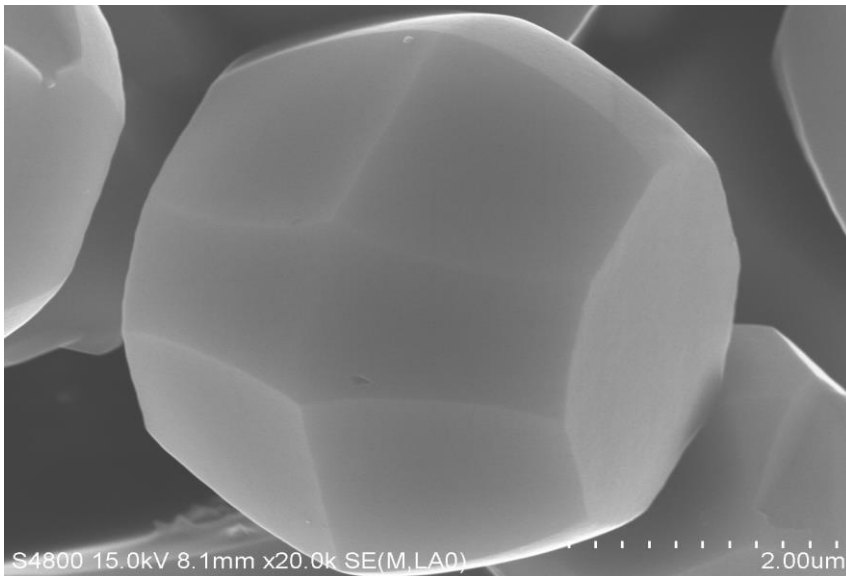
(b) 拉伸后($\times 15\text{ K}$)

PE中填料分布

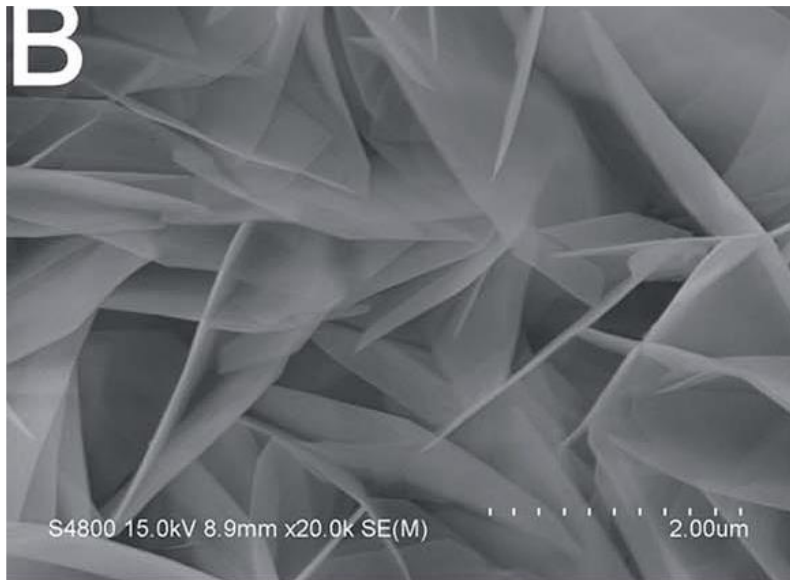
扫描电镜的应用实例



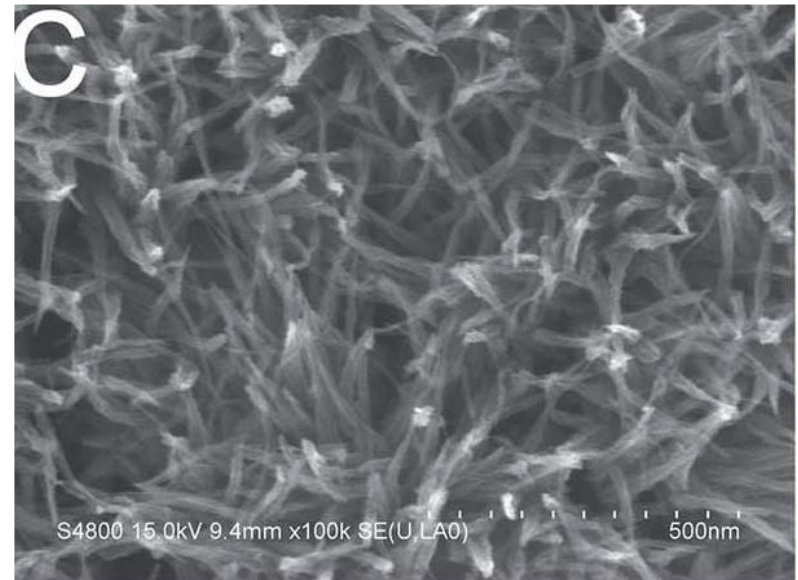
二. 无机材料



扫描电镜的应用实例

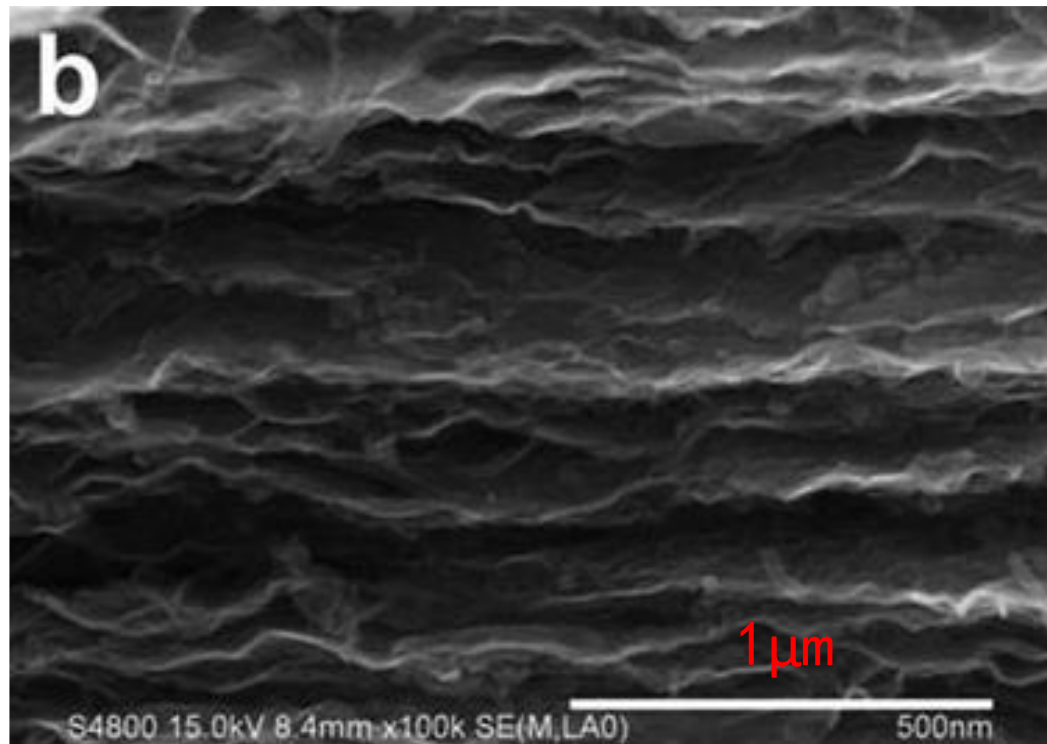


NiO纳米片



Fe₂O₃纳米线

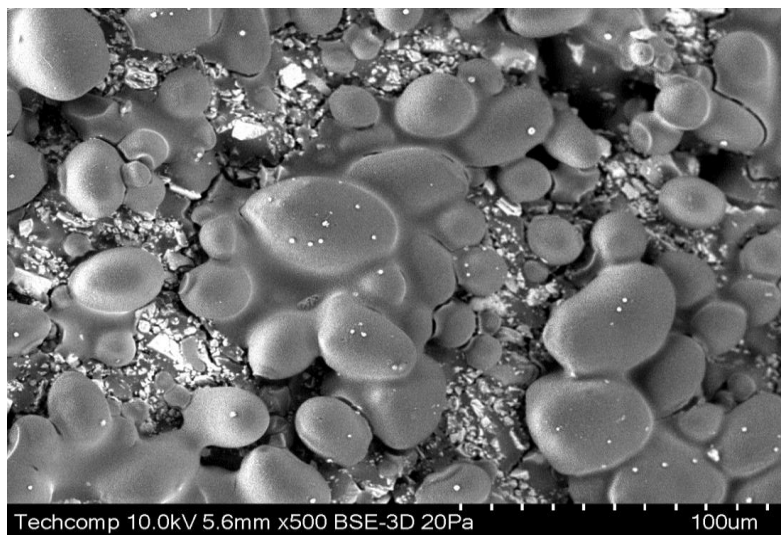
扫描电镜的应用实例



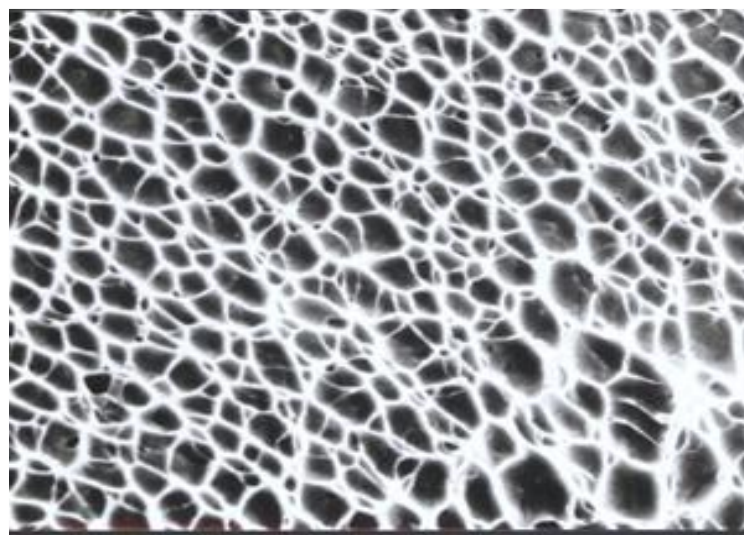
碳纳米管插层石墨烯的断面图

扫描电镜的应用实例

三. 金属材料

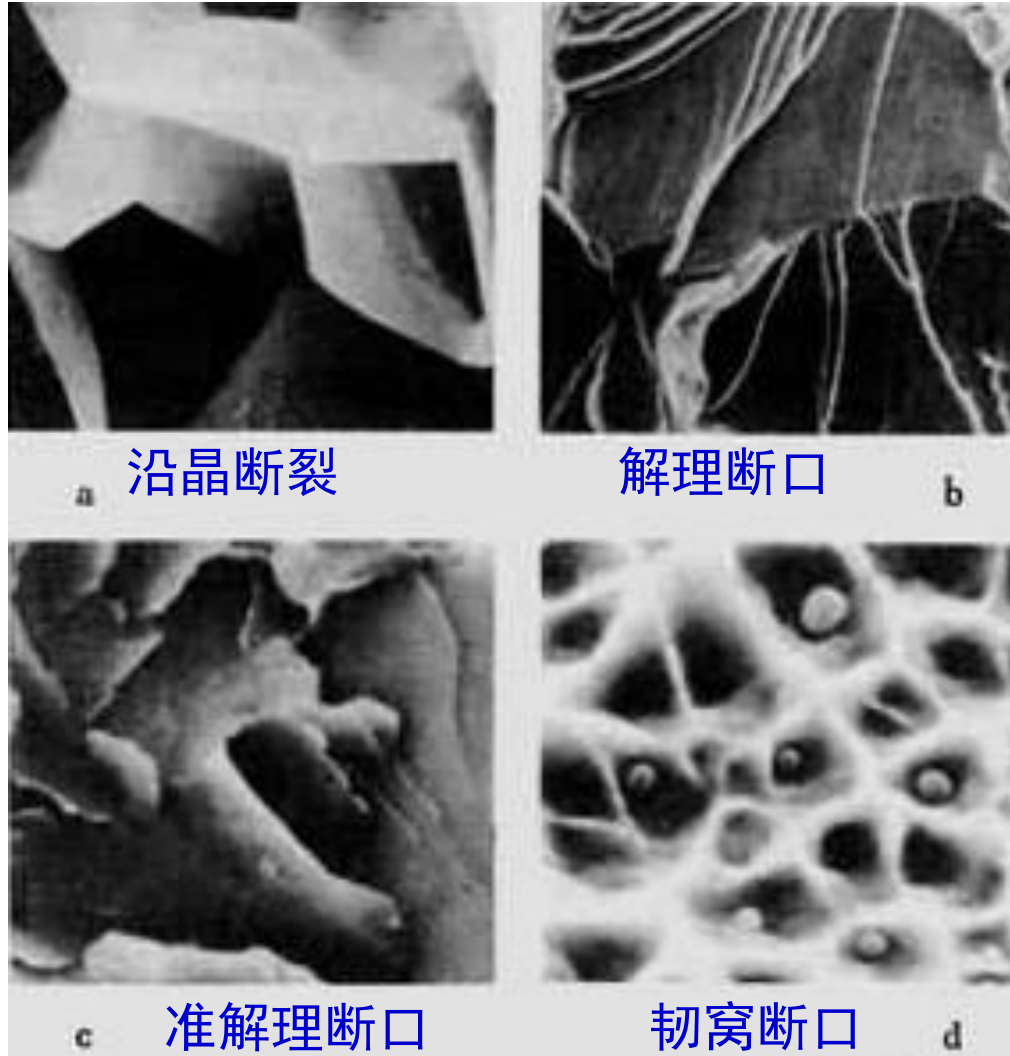


金属腐蚀面



钛合金断面

扫描电镜的应用实例



扫描电镜与透射电镜的比较


相同点：

均为观察材料形貌结构的测试手段。

不同点：

- 扫描电镜收集的是二次电子和背散射电子（即电子束反射回来）的信息；透射电镜收集的是电子束透过的信息。
- 扫描电镜得到的只是表面的、立体三维的图像；透射电镜看到表面的同时也看到内层物质。
- 透射电镜还可以检测物质的物相结构（单晶、多晶，非晶态），而扫描电镜不可以。

本章思考

-  1. 扫描电镜的成像原理是什么？与透射电镜相比结构上的区别是什么？
2. 扫描电镜的图像衬度有哪些？如何形成的？
3. 扫描电镜图像的放大倍数如何计算？
4. 扫描电镜的样品有什么要求？对于不导电的样品如何处理？透射电镜的样品有什么要求？
5. 扫描电镜的成像信号有哪些？透射电镜的成像信号是什么？
6. 从电镜的图像上可以得到哪些关于材料的信息？扫描电镜与透射电镜观察材料的形貌有何区别？

