

华中科技大学

《电子显微分析·实验报告》

实验名称：SEM 成像观测与成像

班级：电子 1801 班

姓名：马笑天

学号：U201813654

指导教师：王春栋 熊炫

光学与电子信息学院

2020.12

一、 实验目的

1. 初步认识扫描电子显微镜的外部构造
2. 了解观测样品制作的流程
3. 了解扫描电子显微镜的操作流程
4. 学会使用扫描电子显微镜进行成像
5. 学会使用扫描电子显微镜的 EDS 拓展模块进行样品组分分析
6. 从整体上把握扫描电子显微镜的使用

二、实验原理

扫描电子显微镜（scanning electron microscope，简称扫描电镜/SEM）的基本组成是透镜系统、电子枪系统、电子收集系统和观察记录系统，以及相关的电子系统。由于扫描电镜的景深远比光学显微镜大，可以用它进行显微断口分析，且样品不必复制，可直接观察，非常方便。

图 1 是扫描电镜的剖面原理图。由电子枪发出的电子束经过栅极静电聚焦后成为 $\Phi 50\text{mm}$ 的点光源，然后在加速电压（1~30kV）作用下，经两三个透镜组成的电子光学系统，电子束被会聚成几十埃大小聚焦到样品表面。在末级透镜上由扫描线圈，它的功能是使用电子束在样品表面扫描。由于高能电子束与试样物质的相互作用，产生各种信号（二次电子、背散射电子、吸收电子、X 射线、俄歇电子、阴极荧光等），这些信号被相应的接收器接收，经放大器放大后送到显像管（CRT）的栅极上，调制显像管的亮度。由于扫描线圈的电流与显像管的相应偏转电流同步，因此试样表面任意点的发射信号与显像管荧光屏上的亮度一一对应。也就是说，电子束打到试样上一点时，在显像管荧光屏上就出现一个亮点。而我们所要观察的试样在一定区域的特征，则是采用扫描电镜的逐点成像的图像分解法显示出来的。试样表面由于形貌不同，对应于许多不相同的单元（称为像元），它们在电子束轰击后，能发出为数不等的二次电子、背散射电子等信号，以此从各像元检出信号，再一一传送出去。传送的顺序是从左上方开始到右下方，依次一行一行地传送像元，直至传送完一幅或者一帧图像。采用这种图像分解法，就可以用一套线路传送整个试样表面的不同信息。为了按照规定的顺序检测和传送各像元处的信息，就必须把聚得很细的电子束在试样表面做逐行的运动，也就是光栅状扫描。

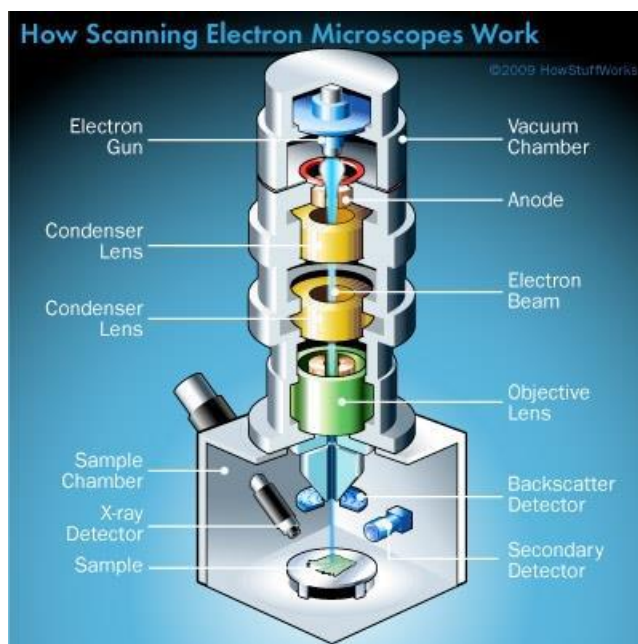


图 1 SEM 剖面原理图

三、仪器设备和实验用品

西门子 Gemini SEM300 (图 2)；溅射镀膜机 (图 3)；铂；蚂蚁的腿； ZIF-67 十二面体结构 (Co 的金属有机框架)； Fe 的甘油纳米花； CoS₂ 蛋黄状结构



图 2 西门子 Gemini SEM300

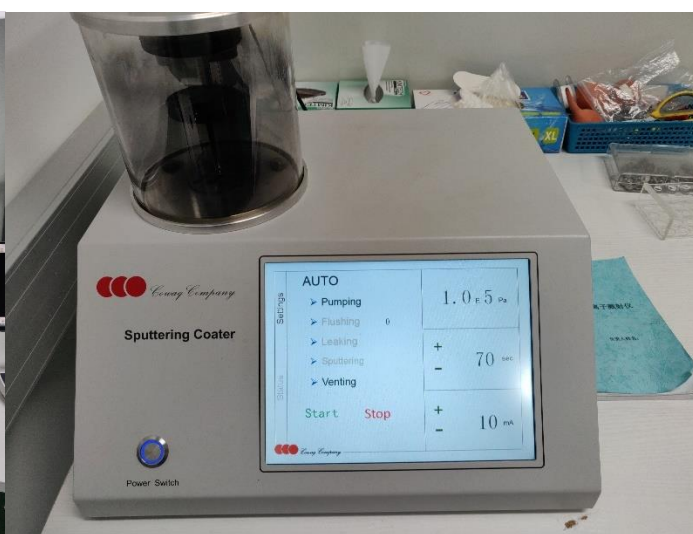


图 3 溅射镀膜剂

四、实验程序

- 1.进行实验样品的制备，将所要观测的样品放入溅射镀膜机内，进行表面镀铂；
- 2.快速将制备好的样品送入 SEM 的载物台，关闭载物台；
- 3.操作电脑端，进行样品与透镜的对准；

- 4.启动 SEM 的真空泵，等待 5 分钟左右；
- 5.等待可以开机后，即可观测图像，通过操作电脑端控制放大区域与倍率，并进行成像拍照；
- 6.启用 EDS 进行元素的分析，并导出实验数据

五、数据处理

按照实验的顺序，我们依次观察了

①蚂蚁的腿②ZIF-67 十二面体结构 (Co 的金属有机框架③Fe 的甘油纳米花④CoS₂ 蛋黄状结构

下面依次进行数据说明与分析

① 蚂蚁的腿

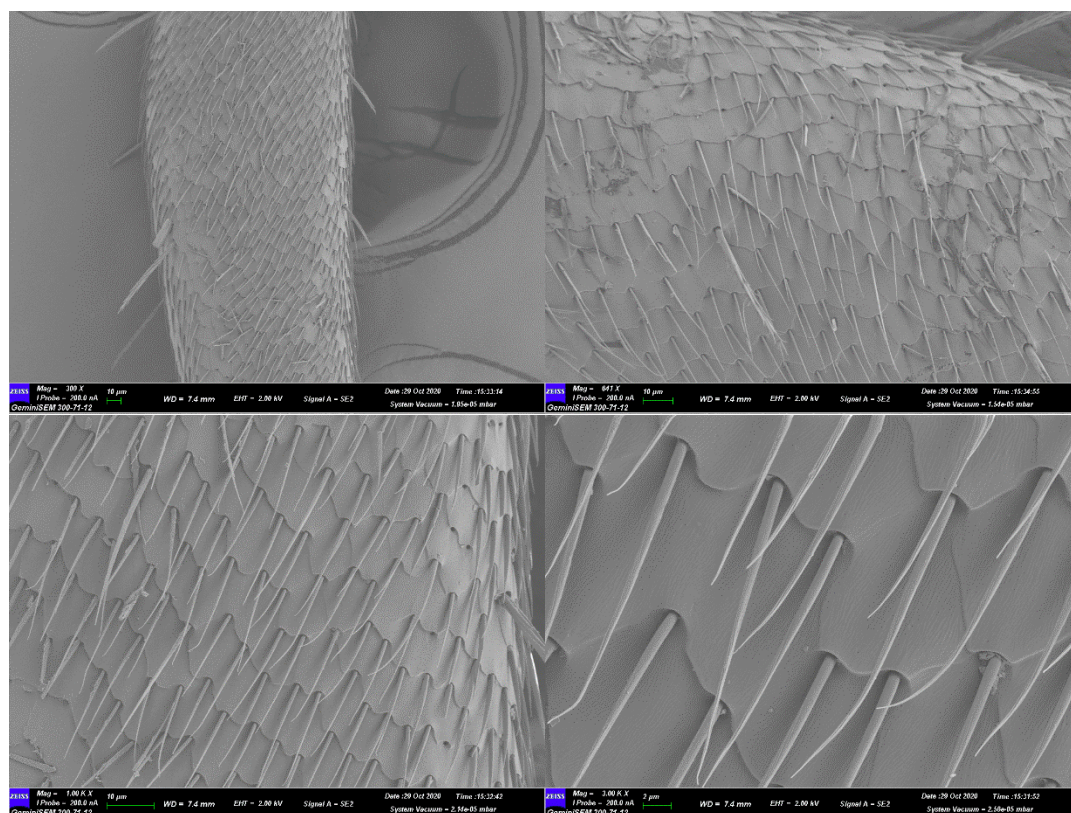


图 4 蚂蚁的腿 SEM 图

如图所示，在 300x, 641x, 1Kx, 3Kx 的不同放大倍率下，蚂蚁的腿部细节被逐渐放大，其腿上有很多毛状物体。如果不通过 SEM，我们很难想象这样的事情。

② ZIF-67 十二面体结构 (Co 的金属有机框架)

首先观察电镜的图像。我们发现，该物质中有很多非理想的晶体结构，如图片 5 红圈中出现的六面体结构，以及其他的结构；但是画面中有大部分的物质都是呈现出十二面体的结构，所以说理想情况（所有晶体都是十二面体）是不太可能发生的。

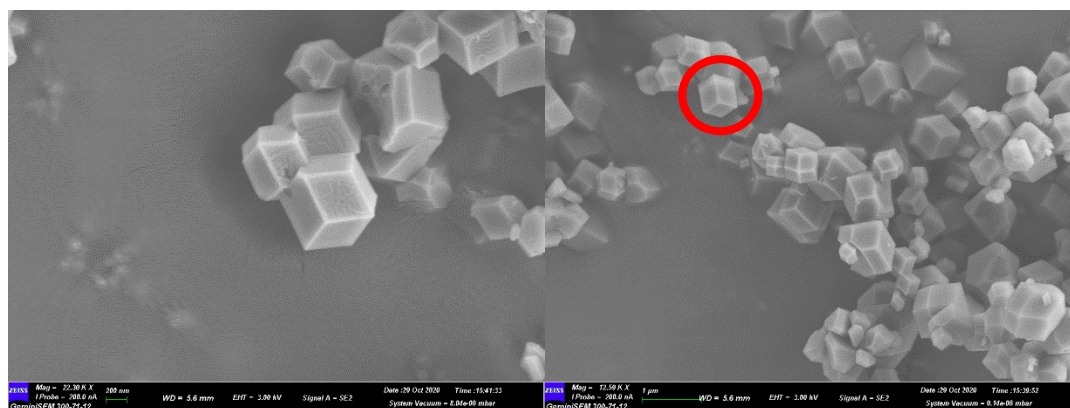
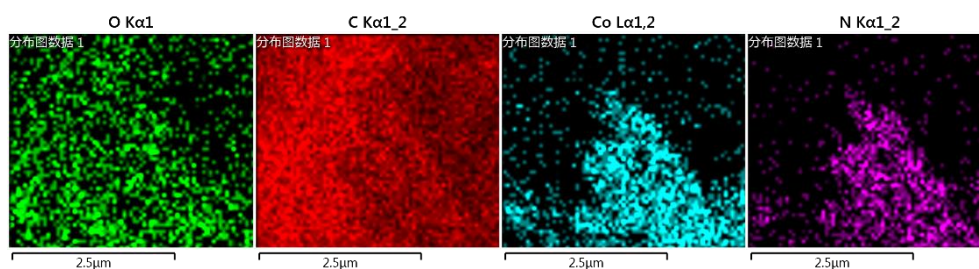
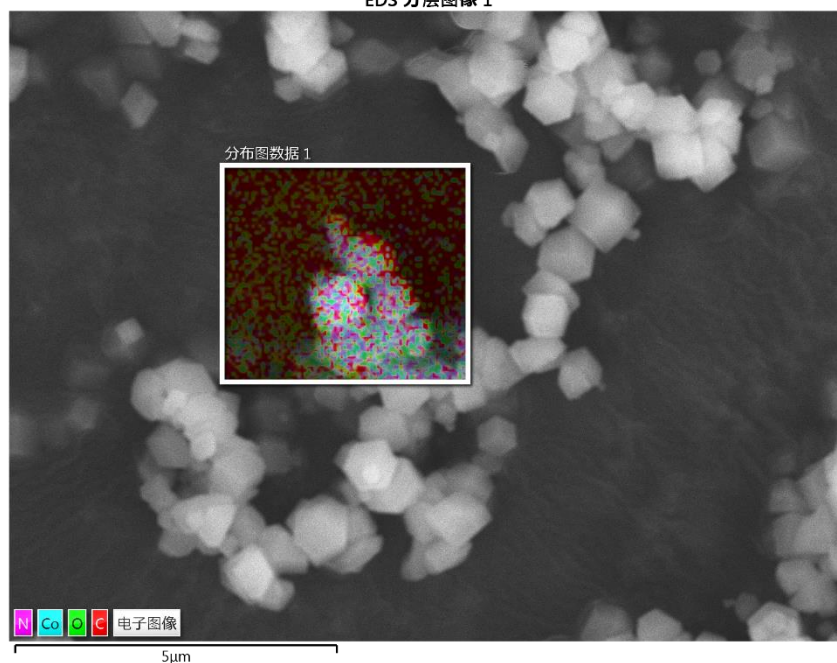


图 5 Co 的金属有机框架 SEM 图

之后我们利用 EDS 进行了元素分析

EDS 分层图像 1



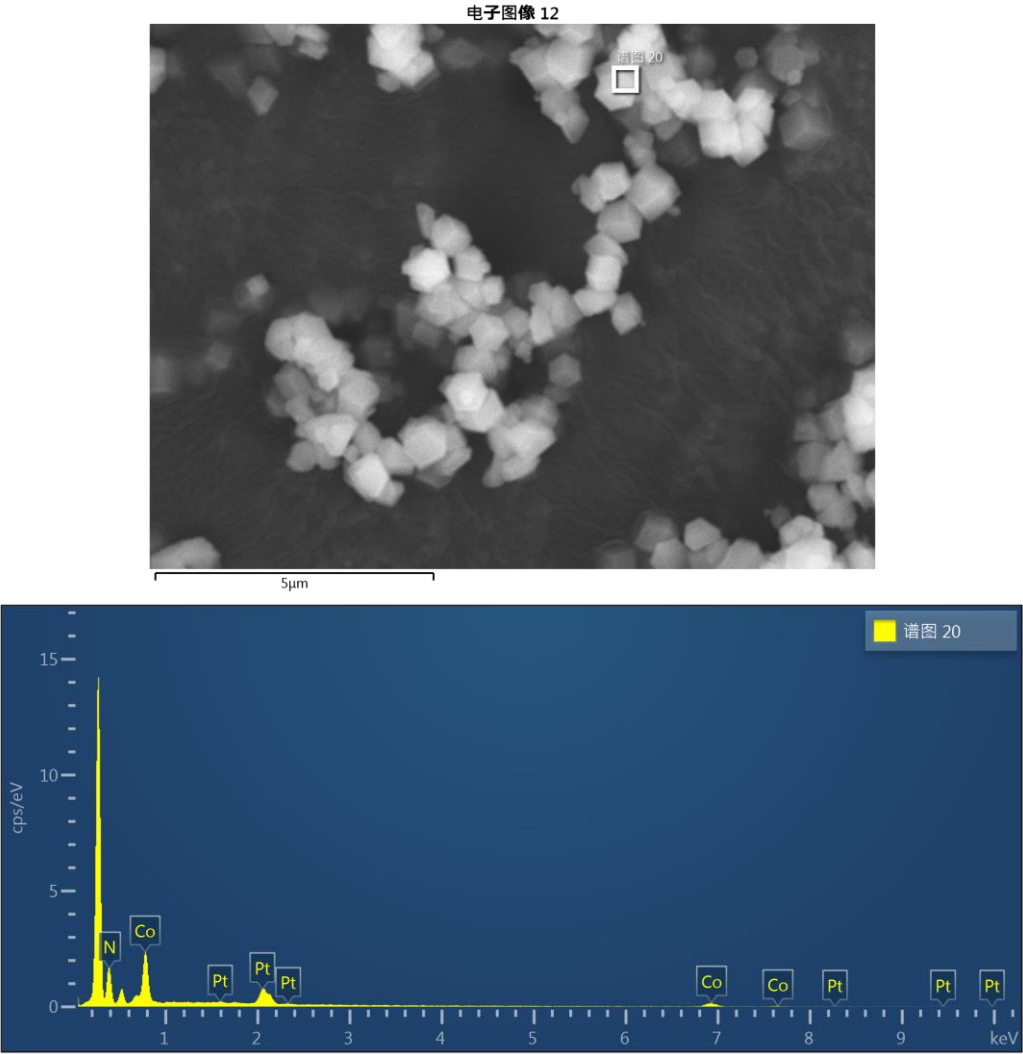


图 6 Co 的金属有机框架分布图数据

谱图 20							
元素	线类型	重量百分比	Wt % Sigma	原子百分比	氧化物	氧化物百分含量	氧化物 % Sigma
C	K 线系	19.09	0.15	26.27	CO2	69.94	0.56
Co	L 线系	9.90	0.21	2.78	CoO	12.59	0.26
N	K 线系	3.60	0.10	4.25	N2O5	13.88	0.40
O	K 线系	64.33	0.24	66.45			
Pt	M 线系	3.09	0.13	0.26	PtO2	3.59	0.15
总量		100.00		100.00		100.00	

表 1 Co 的金属有机框架分析数据表

其中，钴元素的重量百分比为 9.90%，氧化物百分比为 12.59%，验证了我们所测量的物质是钴的金属框架的说法。

③ Fe 的甘油纳米花

观察 Fe 的甘油纳米花的电镜图片，整体分布的比较零散，随着图片放大倍率的增加，单个结构的形貌被观察清楚：Fe 的甘油纳米花为球状，表面呈现出绒絮态，图中所测量的单个结构的直径为 439.7nm。

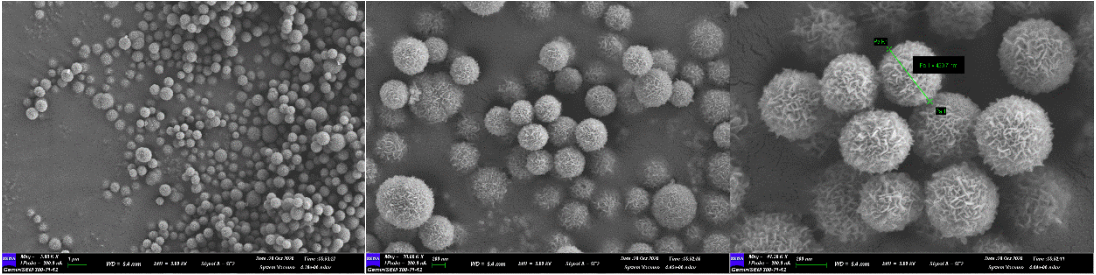
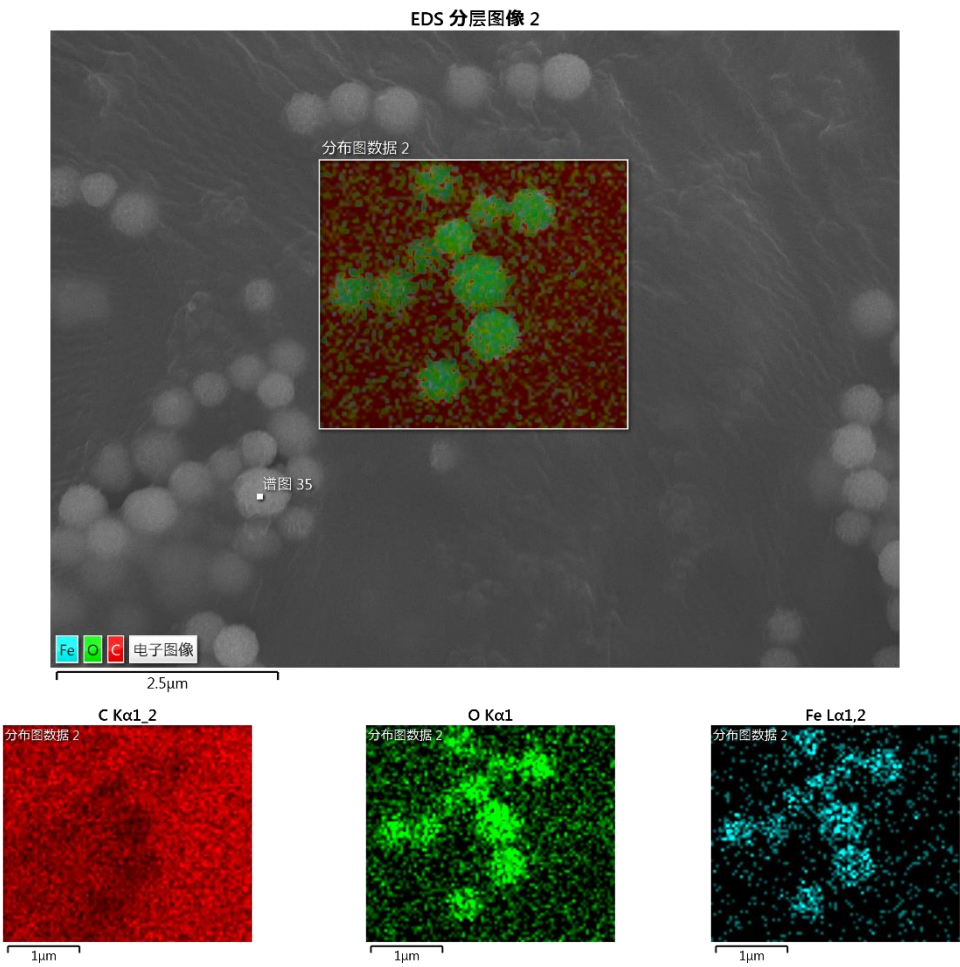


图 7 Fe 的甘油纳米花 SEM 图

进一步利用 EDS 来分析，其中铁的重量百分比为 1.86%，氧化铁含量为 2.4%，也验证了甘油纳米花的铁元素的组分。



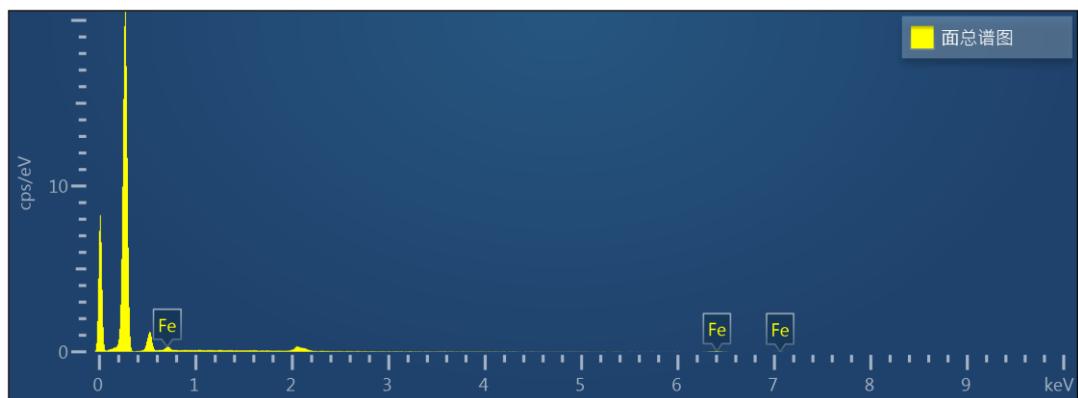
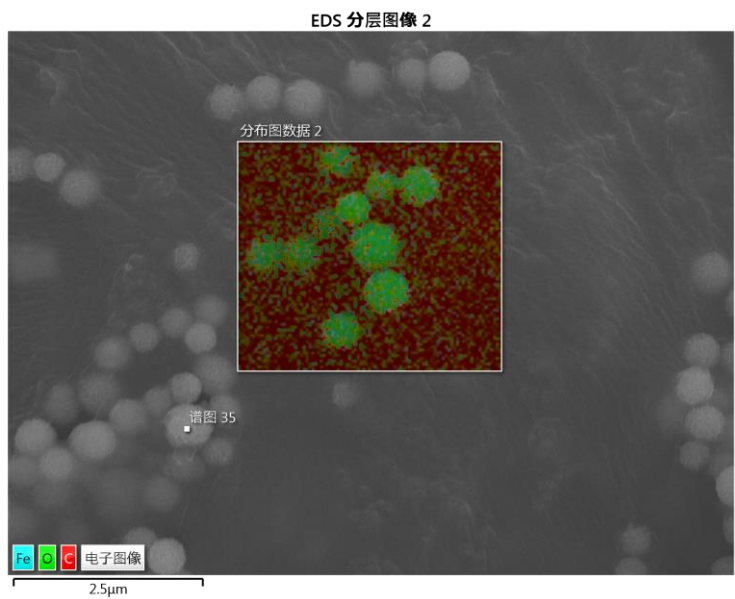


图 8 Fe 的甘油纳米花分布图数据

面总谱图 元素	线类型	重量百分比	Wt % Sigma	原子百分比	氧化物	氧化物百分含量	氧化物 % Sigma
C	K 线系	26.23	0.13	32.90	CO ₂	96.09	0.48
O	K 线系	70.61	0.18	66.50			
Fe	L 线系	1.86	0.16	0.50	FeO	2.40	0.20
Pt	M 线系	1.30	0.08	0.10	PtO ₂	1.51	0.09
总量		100.00		100.00		100.00	

表 2 Fe 的甘油纳米花分析数据表

④ CoS₂ 蛋黄状结构

利用 SEM 观察 CoS₂ 的结构，发现有一些结构已经破裂开来，其原因可能是样品放置时间过久所导致；另外，可以看出该结构的表面膜很薄，而中间为实心结构，即所谓“蛋黄状”结构。单体之间的连接紧密，接成一团。

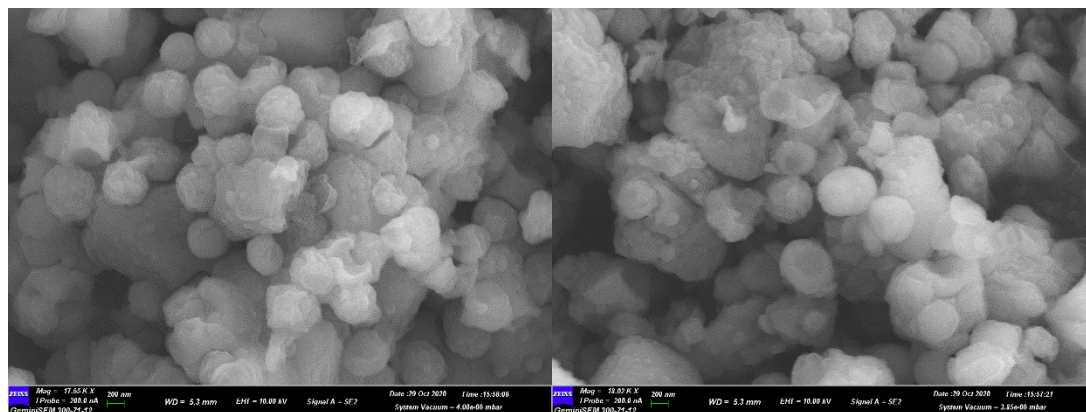


图 9 CoS₂ SEM 图

六、心得与体会

本次实验，我们见到了价值不菲的 SEM，并且利用它观察了四种样品，收获满满。在实验中，我询问了关于聚焦的一些问题，负责操作的研究生学长很耐心地给我们解答了。我感受到了 SEM 功能之强大，以及 EDS 的使用使得元素分析变得更迅速。我国现在还受制于外国的技术无法自己制造 SEM，这也是我们以后应该努力的方向。

最后，感谢王春栋老师和熊炫老师安排的这一次实验，将略显枯燥的理论付诸实践。我觉得这是很有意义的事情。

二〇二〇年十二月三日于华科图书馆

签名： 马笑天