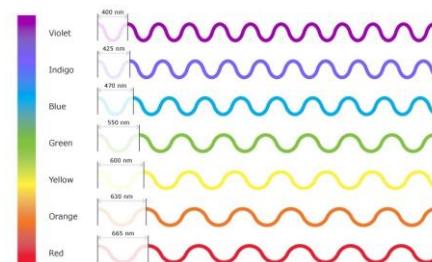
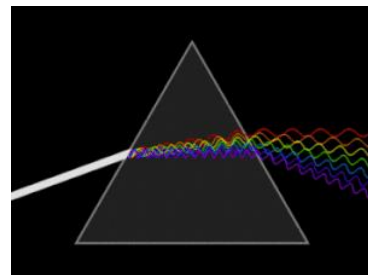


## Scanning Electron Microscopy SEM

1

## Basic Concept

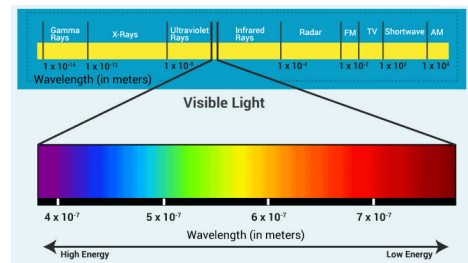
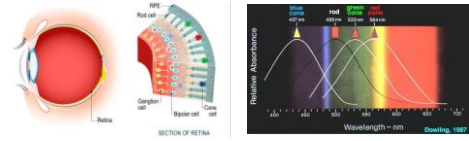
- Ánh sáng được tạo thành từ các bước sóng
- Màu sắc là kết quả của bước sóng được 1) phản xạ từ nguồn, 2) thu nhận, 3) phân tích và 4) tái tạo → bởi sinh vật
- Quang phổ khả kiến nằm từ đỏ sẫm ở 700 nm đến tím ở 400 nm



2

## Basic Concept

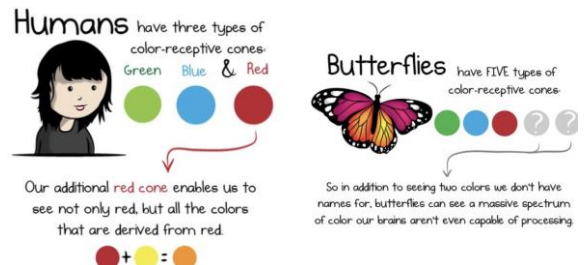
- Mắt người chỉ có thể phát hiện các bước sóng khả kiến.
- Võng mạc có hai loại tế bào thụ cảm ánh sáng → tế bào hình que và tế bào hình nón.



3

## Basic Concept

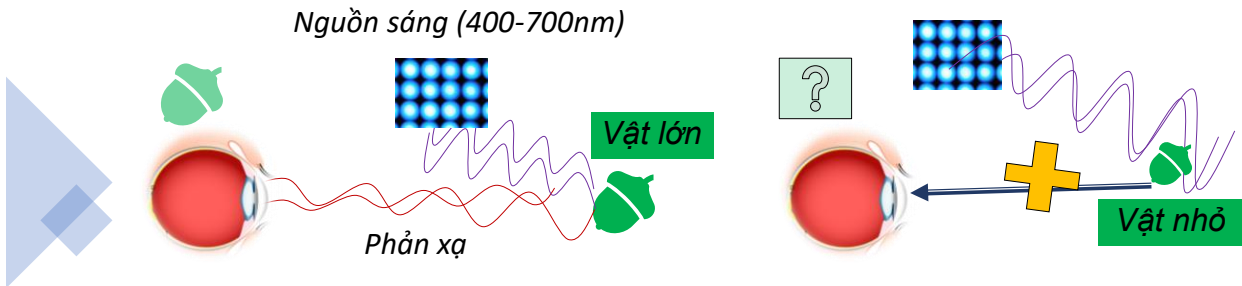
- Chúng ta không có các tế bào thụ cảm bước sóng nằm ngoài vùng nhìn thấy



4

## Basic Concept

- Kính hiển vi thông thường sử dụng một chùm ánh sáng (photon) có bước sóng khoảng 400 đến 700nm
- Nhưng còn những vi sinh vật như vi rút (120nm) thì sao ?
- Các tế bào hình nón nằm trong võng mạc không thể phát hiện ra bước sóng nhỏ (dưới 360 nm)
- **Bạn cần một hạt có bước sóng nhỏ hơn bước sóng photon.**
- Đó là điện tử (electron) (bước sóng 1nm)



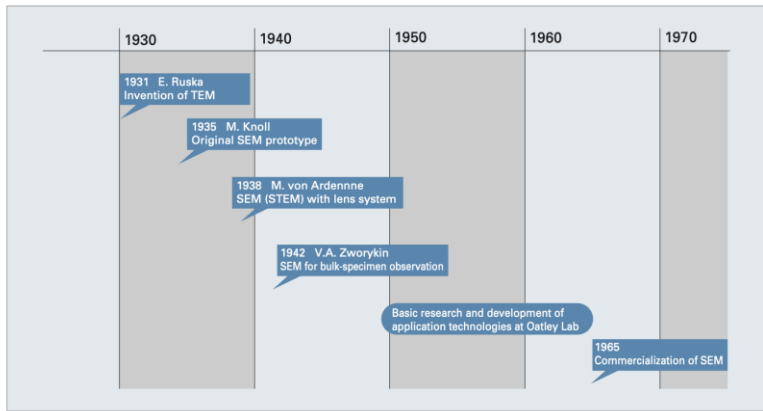
5

## What is SEM

- Kính hiển vi quét điện tử (SEM) là dạng kính hiển vi điện tử sử dụng electron (thay vì ánh sáng) để tạo thành hình ảnh.
- SEM được thiết kế để nghiên cứu trực tiếp bề mặt rắn của vật liệu



6



## History of SEM

7

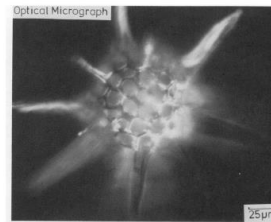
- **OM**: Sử dụng một chùm ánh sáng bước sóng từ 400nm đến 650nm.
- **SEM**: Kính hiển vi điện tử quét một chùm điện tử hội tụ qua bề mặt của một mẫu (**bước sóng 1nm**), giúp xác định hình ảnh bao gồm kết cấu (hình thái), thành phần hóa học, cấu trúc tinh thể và hướng vật liệu.



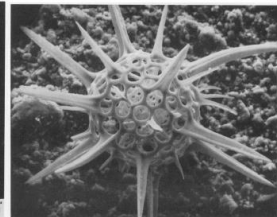
8

## SEM vs OM

- SEM image shows the skeleton of a small marine organism (the radiolarian *Trochodiscus longispinus*)



Optical Micrograph



SEM Micrograph

9

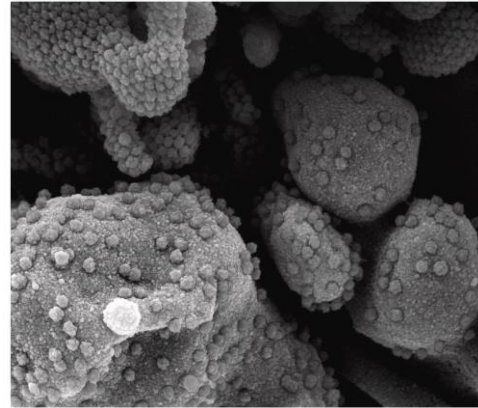
## SEM vs OM

- Độ phóng đại và trường phân giải
- OM 4x – 1000x ~ 0.2mm
- SEM 10x – 3000000x 1-10nm
- SEM cho ra hình ảnh có độ phân giải cao, điều đó có nghĩa là có thể kiểm tra được bề mặt với độ phóng đại cao.
- Độ phân giải lớn hơn và thông tin về thành phần hoá học → SEM là công cụ đặc lực nhất cho nghiên cứu (ngành bán dẫn).

10

## SEM vs OM

- SEM sẽ giúp chúng ta dễ dàng hơn trong việc quan sát và để giải thích hình ảnh bề mặt của mẫu vật.
- OM bị giới hạn ở bước sóng của ánh sáng nhìn thấy, chúng chỉ có thể cung cấp độ phóng đại hạn chế (khoảng 1.500 x).
- SEM có khả năng phóng đại và độ phân giải cao hơn



Hình ảnh của một tế bào bị nhiễm nặng các phần tử virus SARS-CoV-2, từ mẫu bệnh phẩm.

Science Source - September 7th, 2020

11

## SEM vs TEM

**Giống nhau giữa SEM và TEM (kính hiển vi điện tử truyền qua):**

- Đều sử dụng chùm tia điện tử hướng vào mẫu vật.
- Cả hai có các đặc tính giống nhau như: súng phóng tia điện tử, các thấu kính hội tụ và hệ thống chân không.

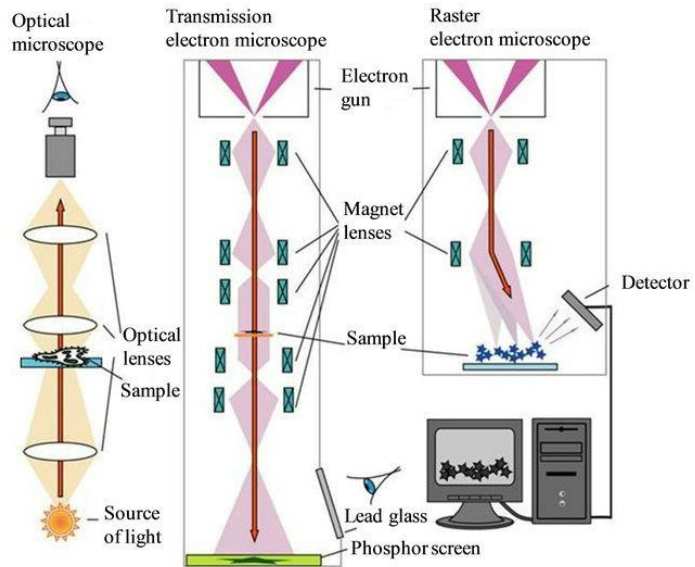
**Khác nhau: hình ảnh được xuất ra và phóng đại**

- TEM cung cấp thông tin về cấu trúc bên trong vật mẫu mỏng
- SEM chủ yếu được sử dụng để nghiên cứu bề mặt, cấu trúc gần bề mặt hoặc cấu trúc khối của vật mẫu.

12

## Comparison of OM, TEM and SEM

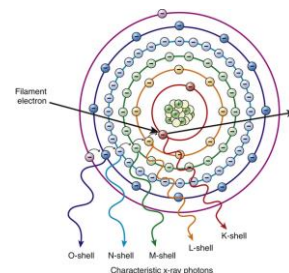
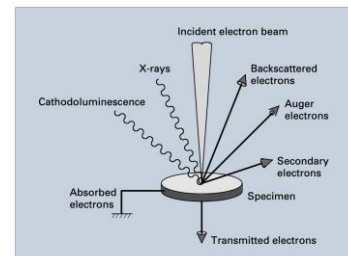
- Các hạt electron được gia tốc lên mức năng lượng  $\sim 1 \text{ keV} \div 30 \text{ KeV}$  (SEM) và thấp hơn đáng kể so với TEM ( $100 \div 300 \text{ KeV}$ ).



13

## Analytical Applications in SEM

- RẤT NHIỀU** tín hiệu phát ra → SEM sử dụng những tín hiệu này để quan sát và phân tích bề mặt của mẫu vật
- SEM không phải là một công cụ quan sát hình thái học, mà là **một công cụ đa năng** có khả năng thực hiện phân tích nguyên tố và phân tích trạng thái

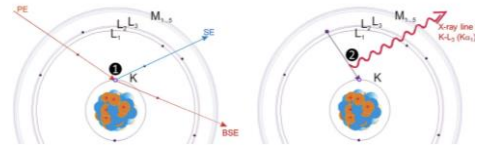


14



## Analytical Applications in SEM

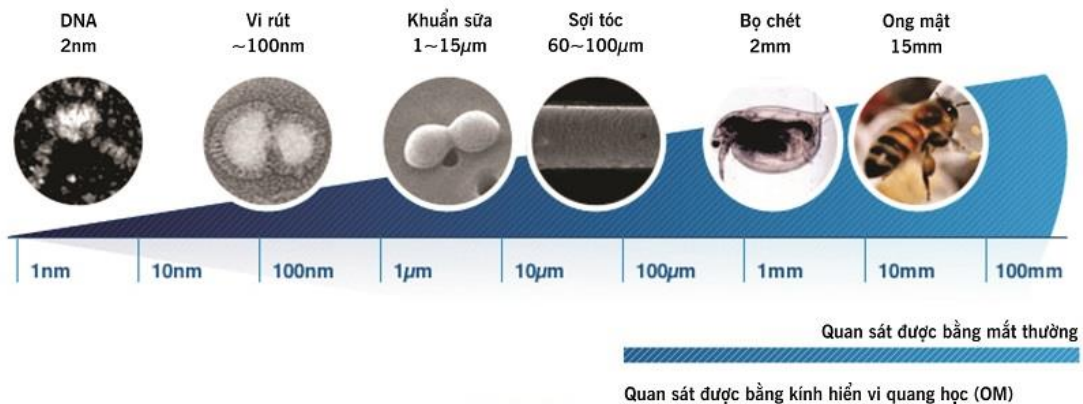
- Một điện tử sơ cấp (PE) có năng lượng cao trong khoảng keV va chạm với một mẫu và đánh bật một điện tử thứ cấp (SE) ra khỏi lớp vỏ bên trong, ví dụ, lớp vỏ K, tạo ra một chỗ trống;
- PE mất năng lượng và có thể rời khỏi mẫu như một điện tử tán xạ ngược (BSE).



Binding Energies for Tungsten

K shell	69.5 keV
L shell	12.1 keV
M shell	2.82 keV
N shell	0.6 keV
O shell	0.08 keV
P shell	0.008 keV

15



Scanning Electron  
Microscope  
— *a Totally Different Imaging  
Concept*

Sử dụng chùm electron năng lượng cao để kích thích các mẫu → thu thập các tín hiệu để xây dựng các hình ảnh.

16

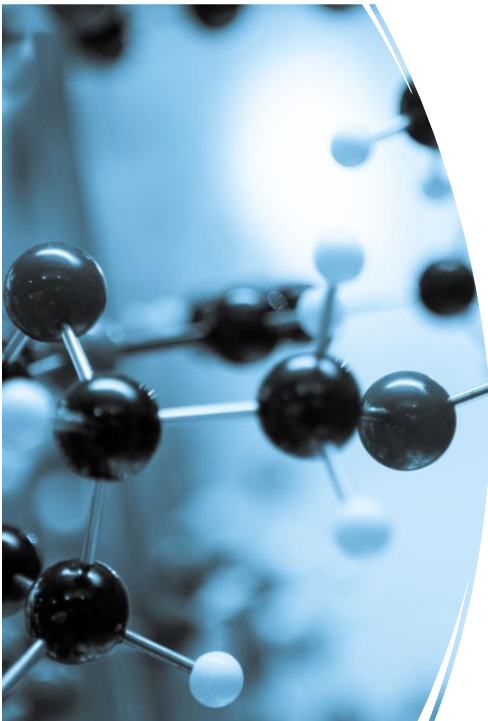


## Scanning Electron Microscope – *a Totally Different Imaging Concept*

Các tín hiệu của SEM sẽ chuyển tải các thông tin:

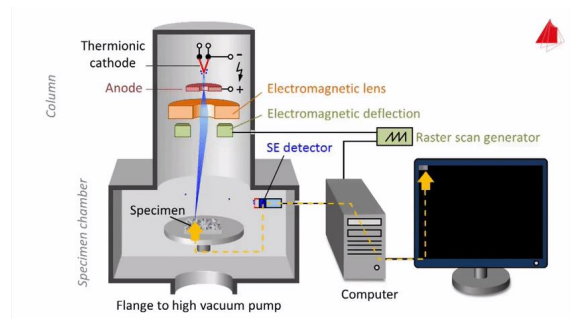
- Các tính năng bề mặt (**surface features**) của vật liệu và kết cấu của nó.
- **Hình thái (Morphology)**: Hình dạng và kích thước của các hạt.
- **Thành phần (Composition)**: Các nguyên tố và các hợp chất cũng như tỷ lệ tương đối của chúng trong vật liệu.
- **Thông tin tinh thể** : Sự sắp xếp của các hạt (độ dẫn, tính chất điện, độ cứng...)

17



## Secondary Electron

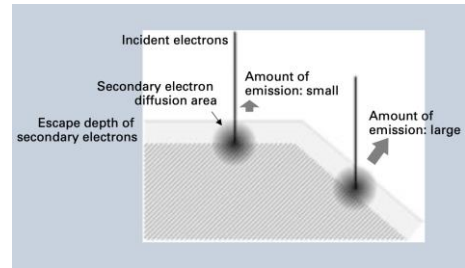
- Quét hình ảnh bề mặt mẫu từ điện tử bị đẩy ra (các điện tử thứ cấp)



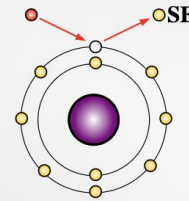
18

## Secondary Electron

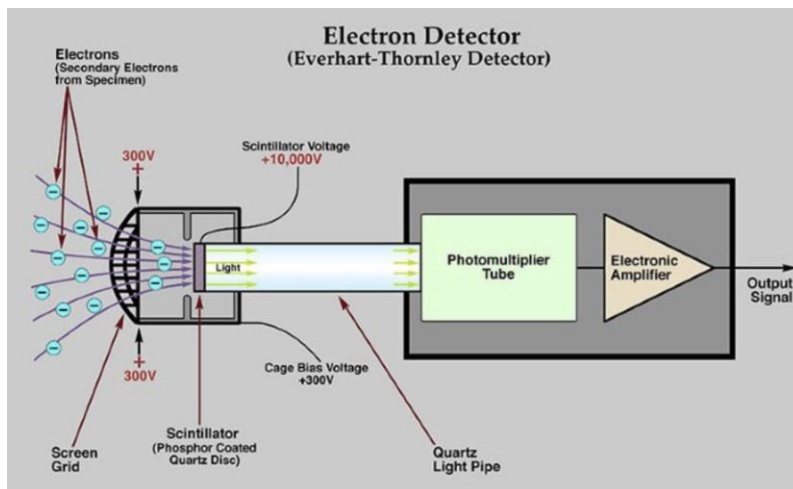
- 1. Điện tử thứ cấp được tạo ra từ sự phát xạ electron hóa trị của nguyên tử trong mẫu.
- 2. Năng lượng điện tử thứ cấp rất nhỏ  $< 50\text{eV}$   
 → năng lượng sinh ra ở vùng sâu sẽ bị mẫu vật hấp thụ.
- 3. Chỉ những electron ở bề mặt được phát ra bên ngoài mẫu.
- 4. Khi chùm điện tử tới đi vào vuông góc với mẫu vật, lượng phát xạ điện tử thứ cấp sẽ lớn hơn so với phương xiên.



Secondary Electrons (SE)

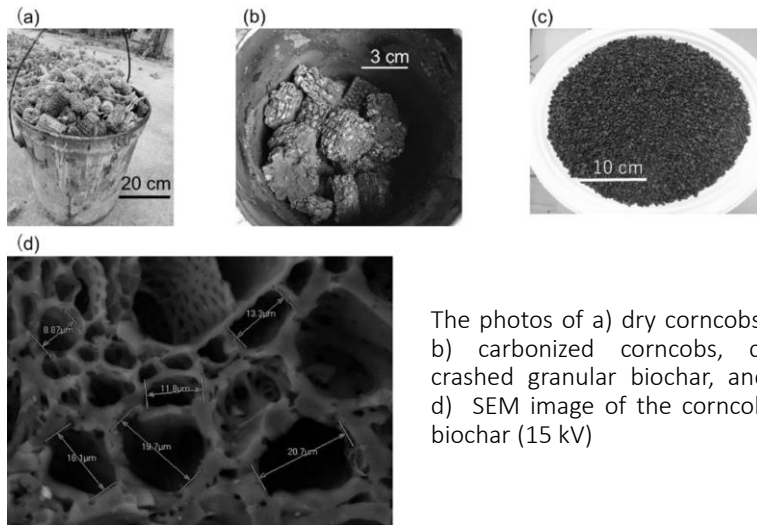


19



Secondary  
Electron

20

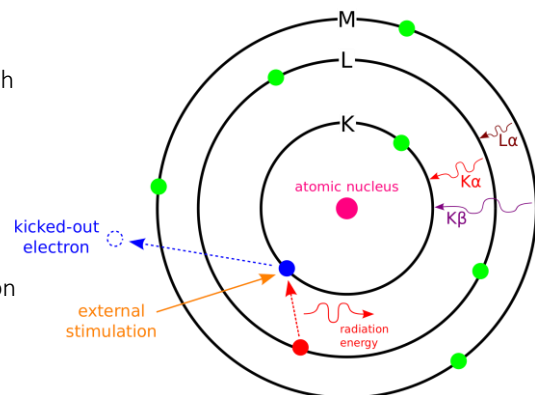


The photos of a) dry corncobs, b) carbonized corncobs, c) crashed granular biochar, and d) SEM image of the corn cob biochar (15 kV)

21

## X-ray microanalysis in SEM

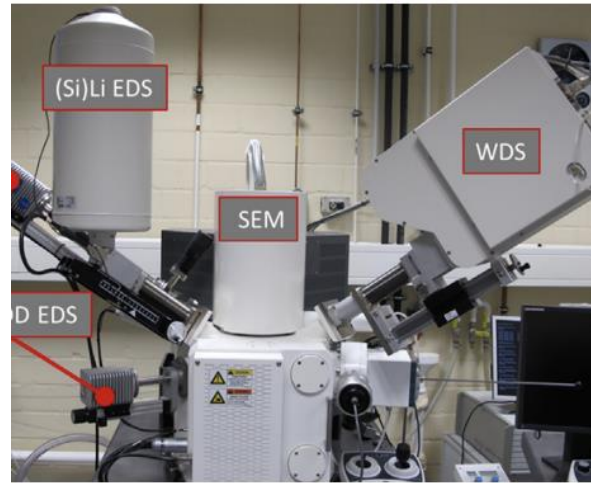
- Phân tích phổ tia (EDS/EDX and WDS) → phân tích thành phần hóa học của vật liệu.
- EDS/EDX → quét nguyên tố nhanh chóng để tìm ra vật liệu chứa chất gì?
- WDS → phân tích hóa học chính xác của các pha đã chọn



22



## EDS vs WDS



23

### ❖ Hai phương pháp đo:

- ✓ EDS (Energy Dispersive Spectrometry- Đo năng lượng
- ✓ WDS (Wavelength Dispersive Spectrometry- Đo bước sóng

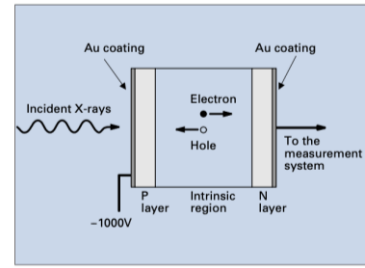
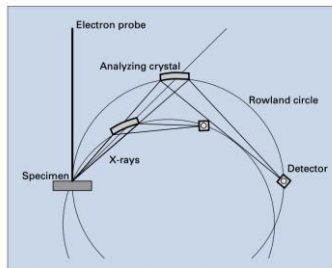
### ❖ Phổ EDS:

- ✓ Năng lượng (vị trí peak): đặc trưng cho nguyên tố
- ✓ Cường độ (diện tích peak): tỷ lệ với hàm lượng

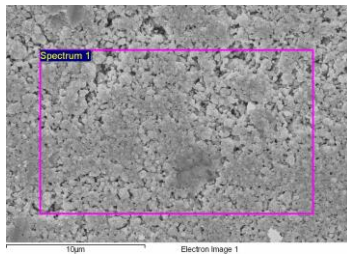
24

## EDS vs WDS

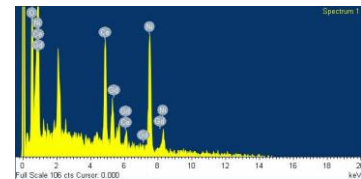
	EDS	WDS
Measurable element range	B ~ U	B ~ U
Measurement method	Energy dispersive method with a Si (Li) semiconductor detector	Wavelength dispersive method with an analyzing crystal
Resolution	$E \approx 130 \sim 140\text{eV}$	$E \approx 20\text{eV}$ (energy conversion)
Measuring speed	Fast	Slow
Multi-element simultaneous measurement	Possible	Impossible
Damage/contamination of specimen	Little	Many
Detection limit	1500 ~ 2000ppm	10 ~ 100ppm
Detectable X-rays per current	Many	Little



25

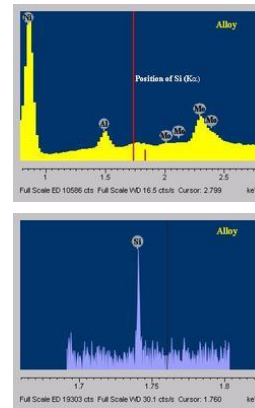
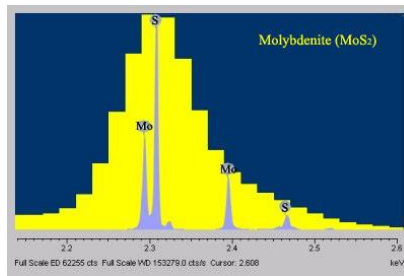


Element	Weight%	Atomic%
O K	15.43	47.50
Ni K	46.98	39.42
Ce L	34.21	12.03
Gd L	3.39	1.06
Totals	100.00	



## EDS

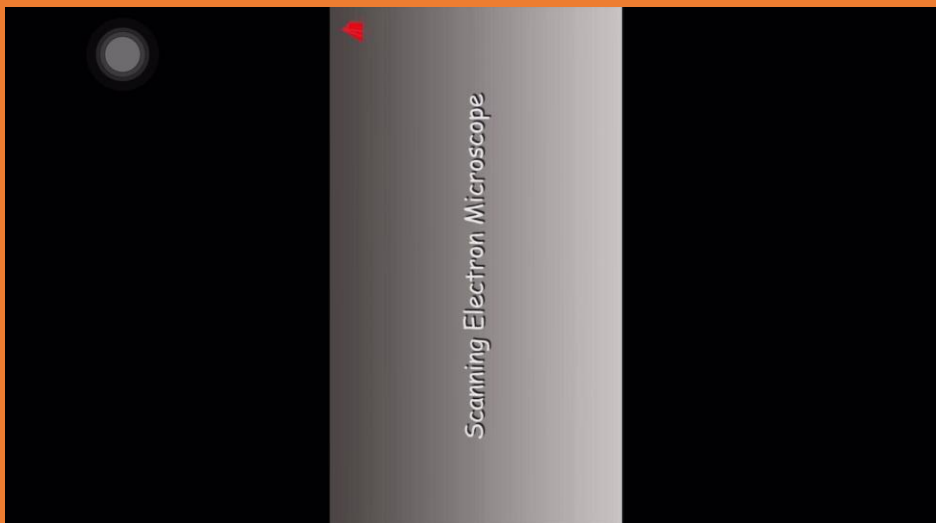
26



### • WDS

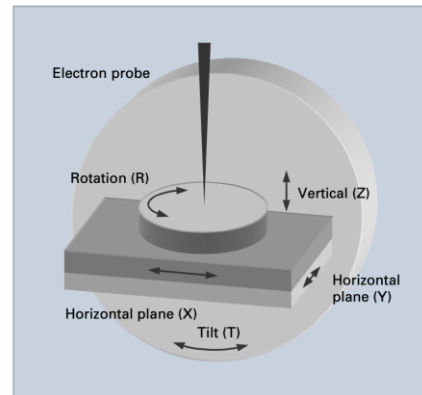
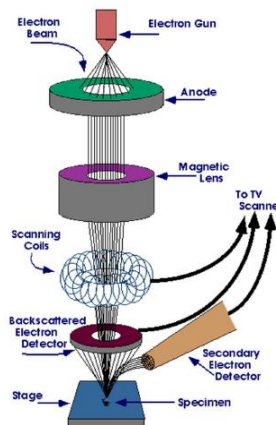
- So sánh phổ Mo và S trong EDS (màu vàng) so với WDS (màu xanh lam).
- WDS rất nhạy với thành phần nguyên tố vi lượng ( 0.01%)

27



## Video SEM

28



## Cấu tạo SEM

### • Các thành phần cơ bản:

- Nguồn tạo electron
- Thấu kính từ tính
- Hệ thống chân không
- Buồng đặt mẫu, giá gắn mẫu
- Đầu dò
- Bộ xử lý số liệu

29

## Nguồn tạo chùm electron

Súng điện tử được sử dụng để tạo ra chùm tia điện tử (điều khiển được), sau đó chùm tia điện tử được tập trung ở bề mặt mẫu.

- Súng điện tử: súng phát xạ nhiệt (**Thermionic Emission Gun**)
  - Súng phát xạ trường (**Field Emission Gun-FEG gun**).
  - Súng điện tử phát xạ Schottky (**Schottky-emission electron gun-SE gun**)
- ➔ FEG đang ngày càng được sử dụng phổ biến hơn vì cho độ phân giải cao hơn.

30



# Nguồn tạo chùm electron

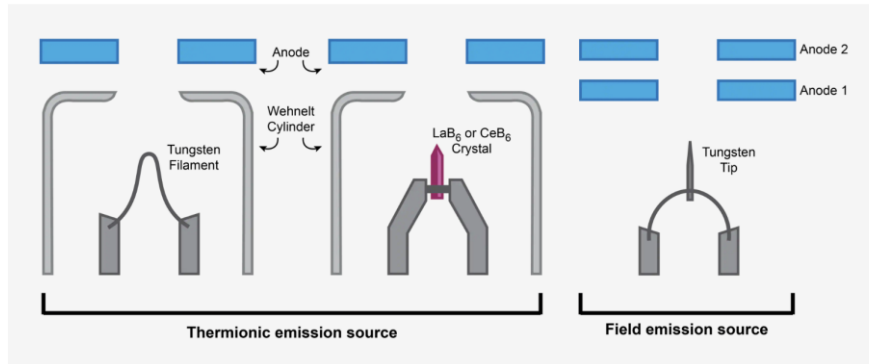
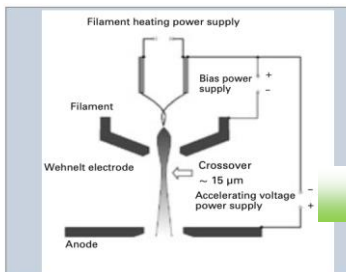


Illustration comparing the various electron emission sources. For thermionic sources the Wehnelt cylinder focuses the electrons as they flow toward the anode. In a field emission source, the first anode accelerates the electrons whereas the second anode focuses them.

31

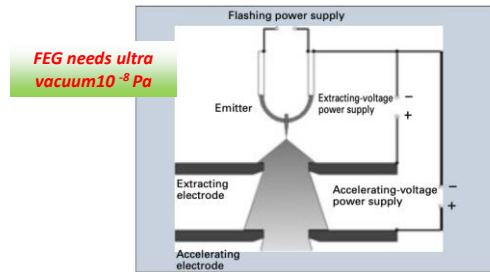
## Nguồn tạo chùm electron

### Thermionic Emission Gun



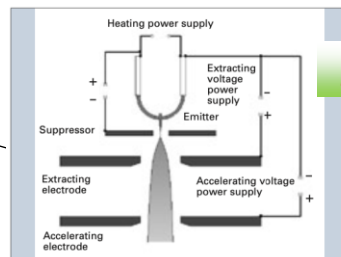
TE needs  
vacuum  $10^{-3}$  Pa

### Field Emission Gun-FEG



FEG needs ultra  
vacuum  $10^{-8}$  Pa

Coating the  
tungsten tip in  
zirconium oxide



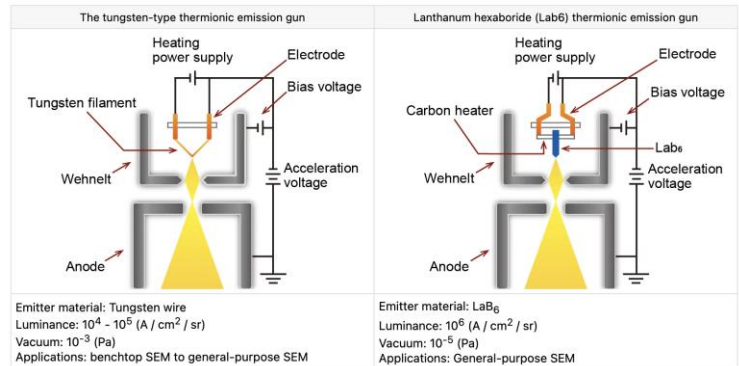
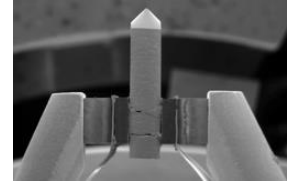
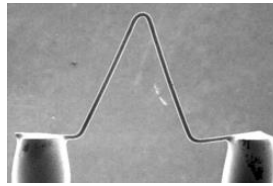
Thermal FEG needs  
ultra vacuum  $10^{-7}$  Pa

Schottky- emission electron  
gun (thermal FEG)

32

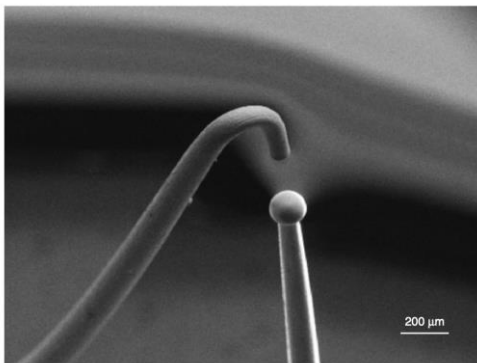
# TE Gun

- W filament heated by DC to  $\sim 2700\text{K}$ ,  $\text{LaB}_6$  rod heated to  $\sim 2000\text{K}$
- Vacuum is needed to prevent oxidation of the filament.
- Electrons are accelerated by an acceleration voltage of 1-50kV.

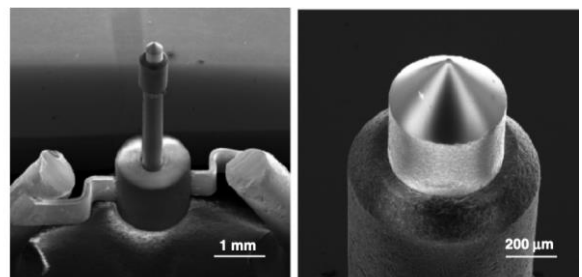


33

# TE gun



Dây tóc Wolfram (tungstens) "đứt" do quá nhiệt.



Súng điện tử LaB<sub>6</sub> với các điểm ô nhiễm nhỏ

34

# Súng phát xạ nhiệt

- “**Phát xạ nhiệt**” hoạt động nhờ việc đốt nóng một dây tóc, cung cấp năng lượng nhiệt cho điện tử thoát ra khỏi bề mặt kim loại. Các vật liệu phổ biến được sử dụng là W, Pt, LaB<sub>6</sub>.

- **Ưu điểm:**

- Rẻ,
- Dễ sử dụng,

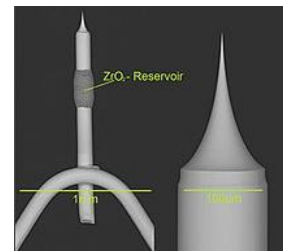
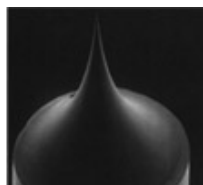
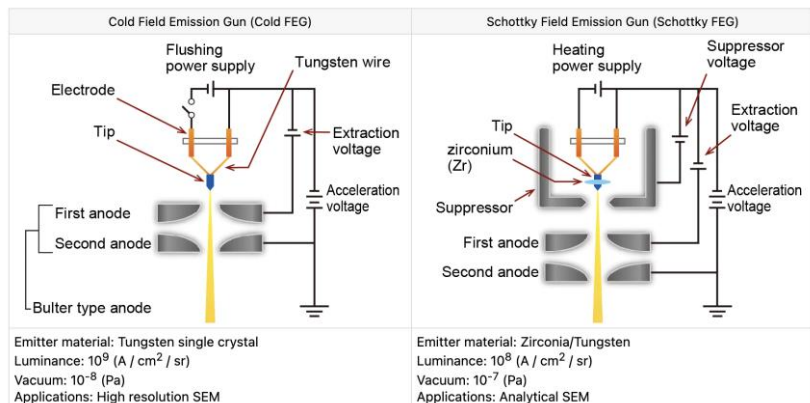
- **Nhược điểm:**

- Tuổi thọ thấp (do dây tóc bị đốt nóng tới vài ngàn độ), Cường độ dòng điện tử thấp
- Độ đơn sắc của chùm điện tử thấp.

35

## FE Gun

- The tip of a W needle is made very sharp (radius < 0.1  $\mu\text{m}$ ).
- Ultra-high vacuum (better than  $10^{-7}$  Pa) is needed to avoid ion bombardment to the tip from the residual gas.
- Electron probe diameter < 1 nm is possible.



36

# Súng phát xạ trường

• Súng phát xạ trường (FEG) hoạt động nhờ việc đặt một hiệu điện thế ( $\sim$  vài kV) để giúp các điện tử bật ra khỏi bề mặt kim loại.

• **Ưu điểm:**

- Tạo ra chùm điện tử với độ đơn sắc rất cao,
- Cường độ lớn,
- Tuổi thọ rất cao.

• **Nhược điểm:**

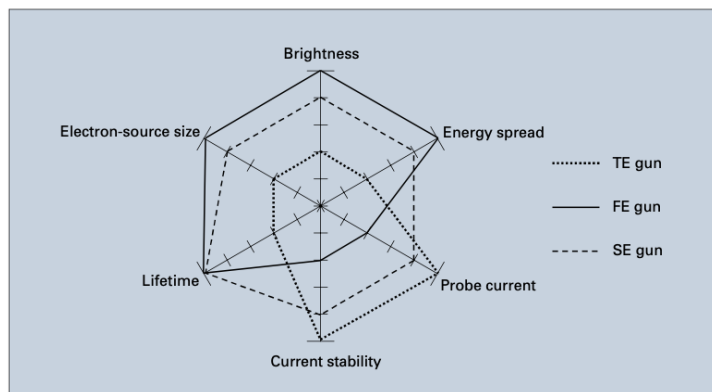
- Rất đắt tiền,
- Đòi hỏi độ chân không siêu cao.

37

## So sánh nguồn tạo chùm electron

- Vùng phát xạ nhỏ hơn đáng kể đối với FEG (nanomet) so với nguồn nhiệt TEG (micromet)
- Độ sáng vượt trội, chất lượng hình ảnh được nâng cao (tức là độ phân giải không gian cao hơn và tăng tín hiệu nhiễu).
- Nguồn FEG cũng có tuổi thọ cao nhất, thường kéo dài trên một năm mà không cần thay thế.
- Nhược điểm chính của các nguồn FEG là chi phí; việc sử dụng trường tĩnh điện có nghĩa là cần phải có chân không cực cao, làm cho nó đắt hơn hầu hết các nguồn nhiệt điện.
- Mặc dù vậy, việc tăng độ phân giải, độ sáng và tuổi thọ của các nguồn này làm cho chúng trở nên lý tưởng cho phạm vi ứng dụng rộng nhất.

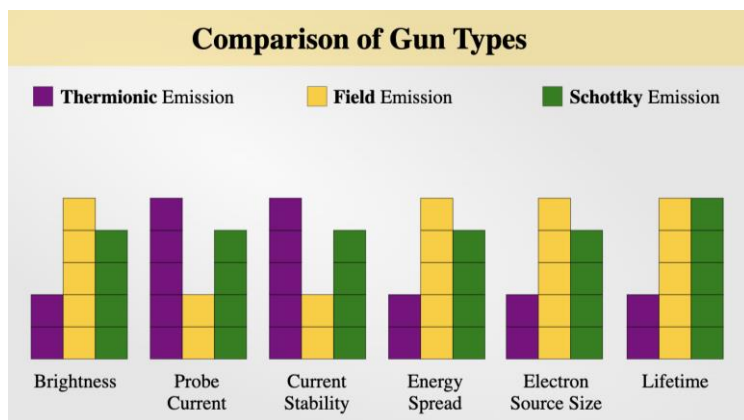
38



## So sánh nguồn tạo chùm electron

- FE → dùng để quan sát hình thái học ở độ phóng đại lớn.
- TE → dùng cho nhiều mục đích nhưng không yêu cầu độ phóng đại.
- SE → dùng cho nhiều mục đích và yêu cầu độ phóng đại cao.

39



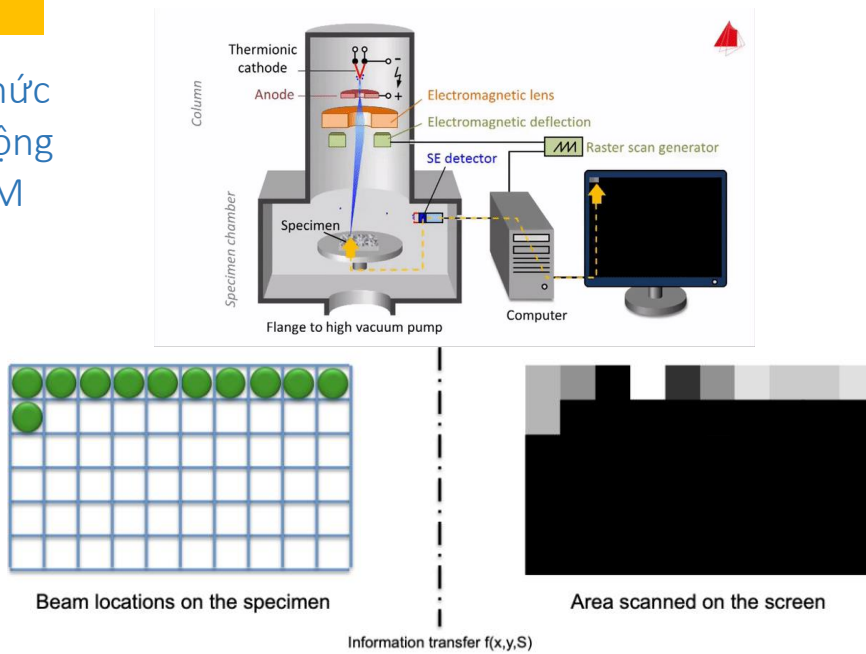
## So sánh nguồn tạo chùm electron

	TE gun		FE gun	SE gun
	Tungsten	LaB <sub>6</sub>		
Electron-source size	15 ~ 20 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$	5 ~ 10nm	15 ~ 20nm
Brightness ( $\text{Acm}^{-2} \text{rad}^{-2}$ )	$10^5$	$10^6$	$10^8$	$10^8$
Energy spread (eV)	3 ~ 4	2 ~ 3	0.3	0.7 ~ 1
Lifetime	50 h	500 h	Several years	1 to 2 years
Cathode temperature (K)	2800	1900	300	1800
Current fluctuation (per hour)	<1%	<2%	>10%	<1%

Note that the brightness is obtained at 20 kV.

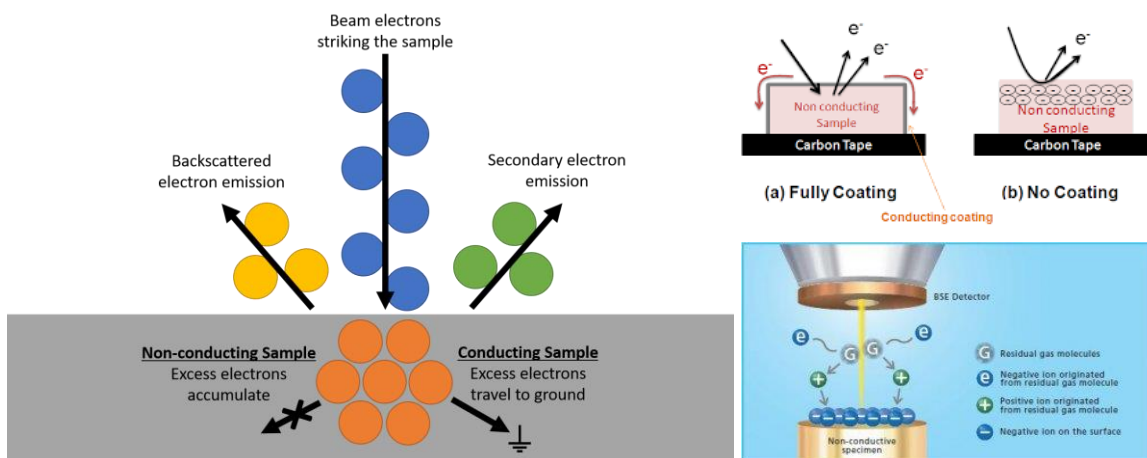
40

## Cách thức hoạt động của SEM

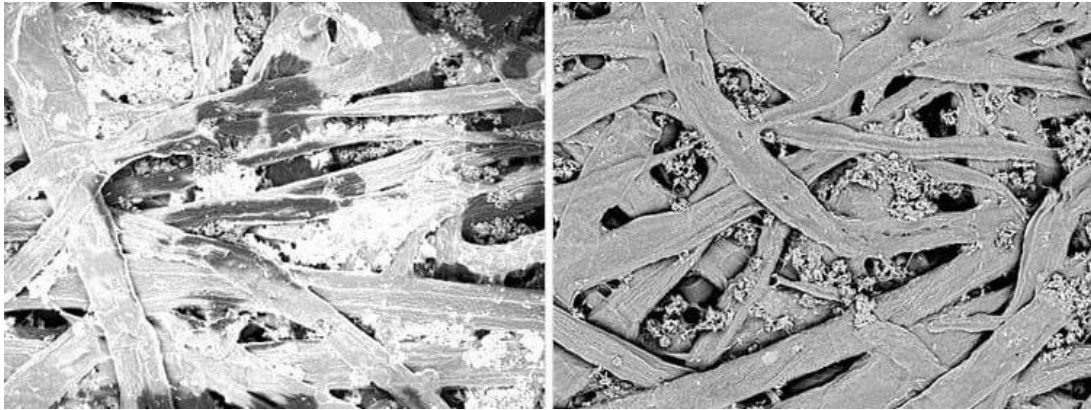


41

## Charge-up effects



42



## Charge-up effects

Trái) Hiệu ứng Charge-up trên mẫu không dẫn điện.

(Phải) Hình ảnh của mẫu sau khi phủ vàng 10 nm

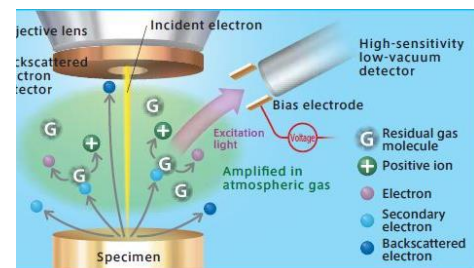
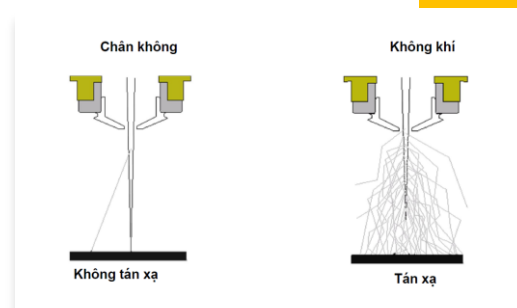
Bề mặt → không chứa vật liệu ban đầu → mà là lớp phủ xạ,  
Bề mặt bị thay đổi → thông tin nguyên tố sai lệch ( khi đo EDX)

43

## Chân không Vacuum

Môi trường khí → điện tử bị phân tán bởi phân tử khí  
→ giảm cường độ chùm tia và giảm độ ổn định.

Phân tử khí khác → hình thành các hợp chất và ngưng tụ trên mẫu → giảm độ tương phản → không rõ ràng chi tiết trong hình ảnh.



44

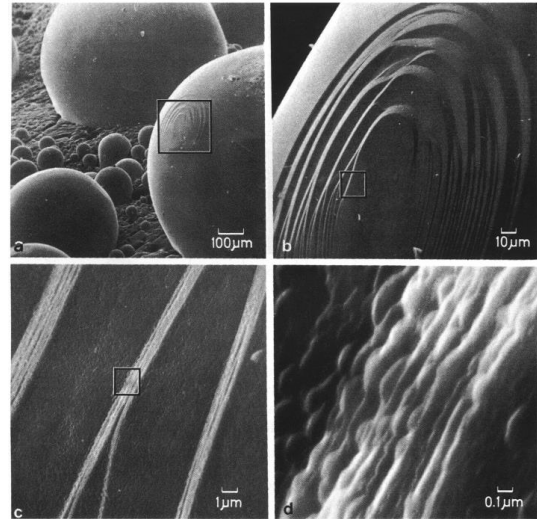


## Phóng Đại magnification

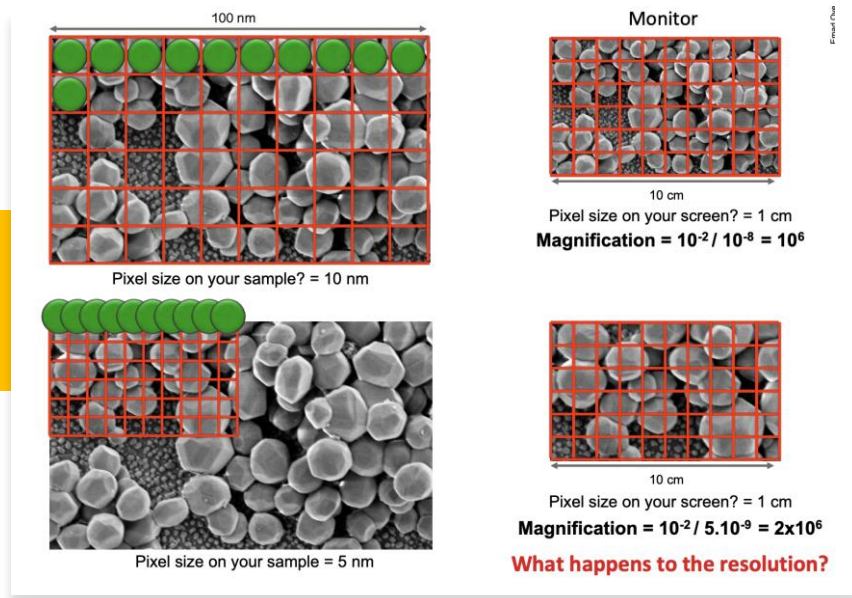
$$M = \frac{L_m}{L_s}$$

- A series of increasing magnification (spherical lead particles imaged in SE mode)
- **About 10 to 3,000,000 times**

Magnification (M)	Image width ( $L_{m1}$ )	Scan length ( $L_{s1}$ )
10	24 cm	24.00 mm
100	24 cm	2.40 mm
1,000	24 cm	0.24 mm
10,000	24 cm	24.00 $\mu$ m
100,000	24 cm	2.40 $\mu$ m
1,000,000	24 cm	0.24 $\mu$ m



45



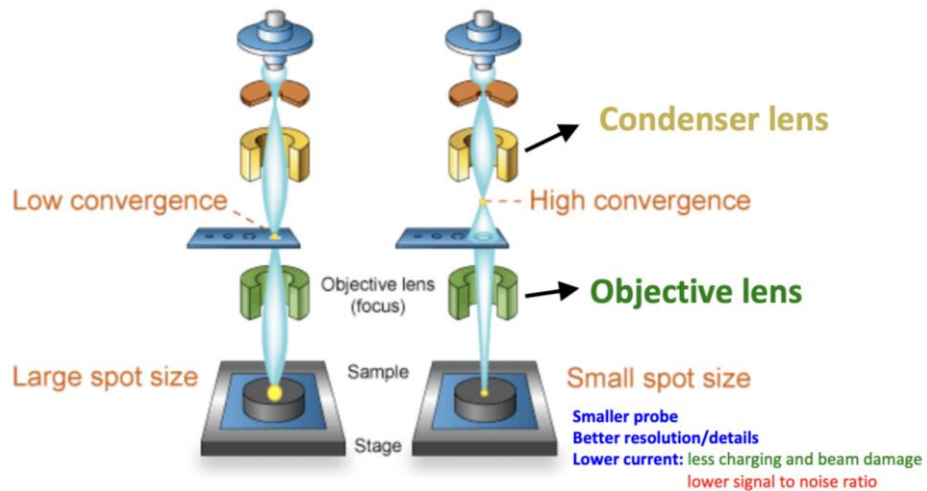
## Phóng Đại Magnification

$$M = \frac{L_m}{L_s}$$

46

# Kích thước đầu dò

## Probe size

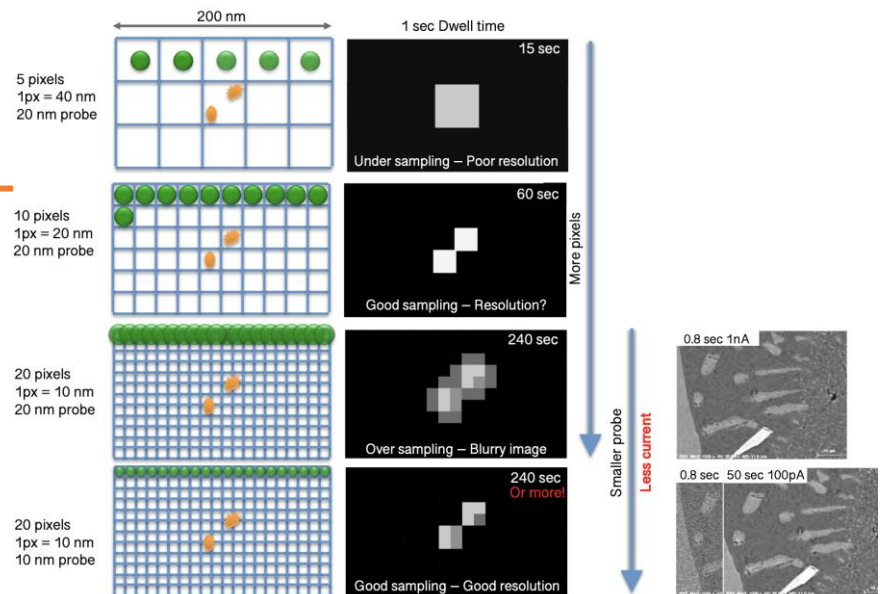


47

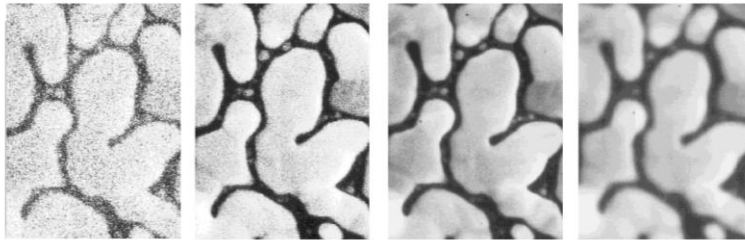
## Thông số quét

Scan parameters

**Must find balance  
between spot size/pixel,  
current, and scan speed!**

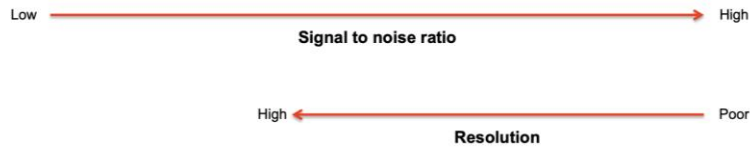


48



10 pA / 10 S      10 pA / 160 S      100 pA / 160 S      1 nA / 160 S

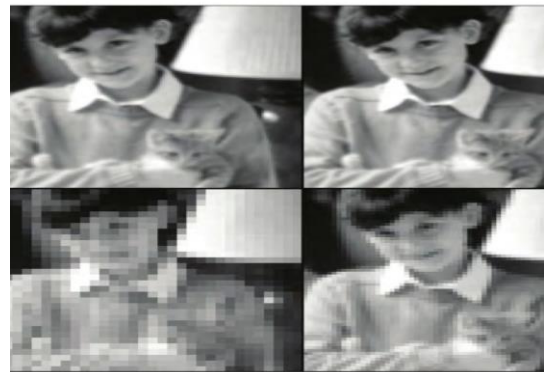
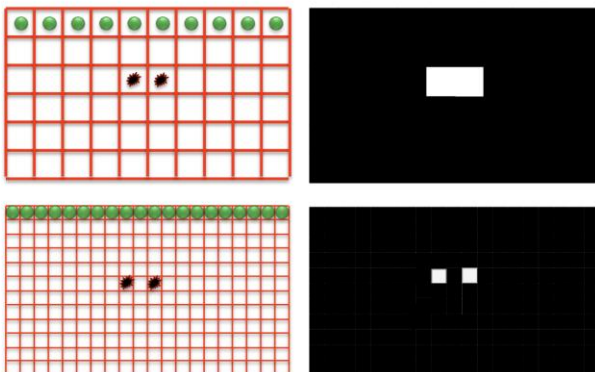
Good resolution      Good resolution      Moderate resolution      Poor resolution  
Low signal to noise ratio      Good signal to noise ratio      Better signal to noise ratio      High signal to noise ratio



## Scan parameters

49

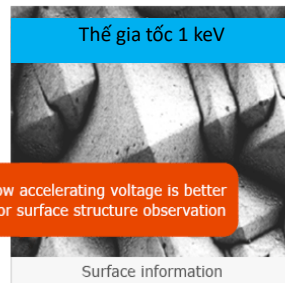
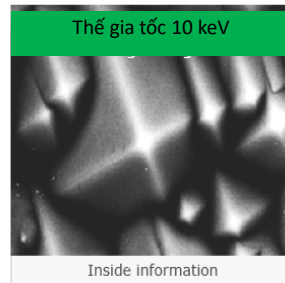
## Resolution



Smaller spots give higher spatial resolution

50

# Thế gia tốc (SEM accelerating voltage)



Low accelerating voltage is better  
for surface structure observation



High

Accelerating  
Voltage

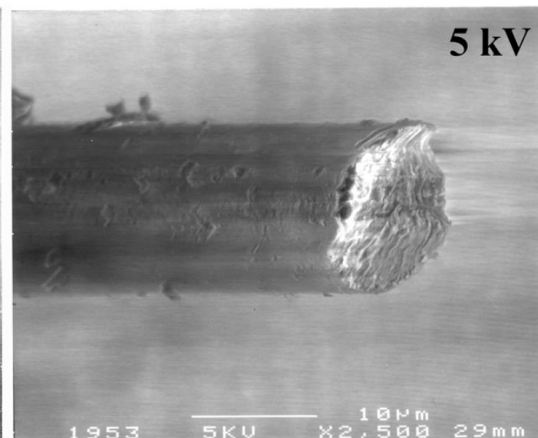
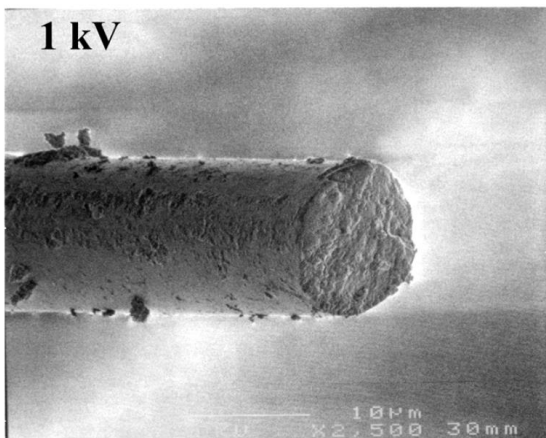


Low

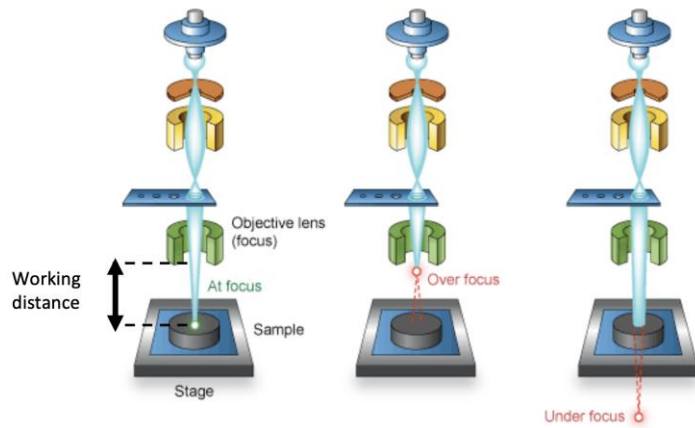
- **Enhanced resolving power** of image
- **Reduced resolution** of surface structure
- **Stronger edge effect**
- Stronger charging effect
- Increased beam damage

- **Reduced resolving power** of image
- **Enhanced resolution** of surface structure
- **Weaker edge effect**
- Weaker charging effect  
(Advantage to observe nonconductor)
- Reduced beam damage

51



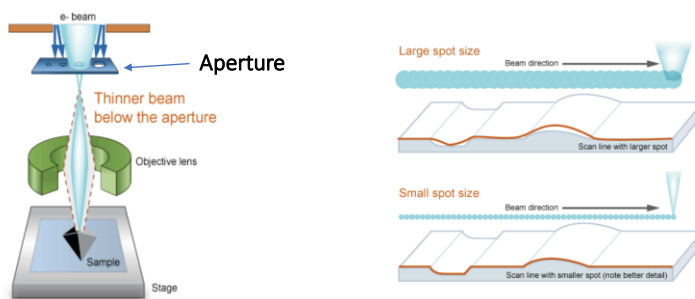
52



Mức tập  
trung

Focusing

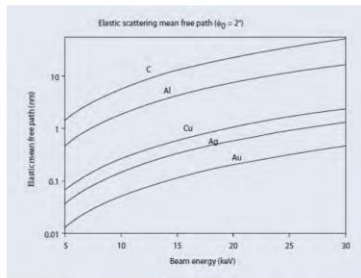
53



Khẩu độ  
Aperture

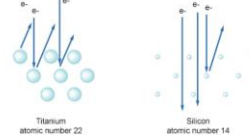
Aperture size (micron)	Probe current	Purpose
30	Low	High resolution; Low probe current; Large depth of field
70	Medium	Usual observation
100	High	Low resolution but high probe current; Reduced depth of field, more Cs

54



The more the "Z",

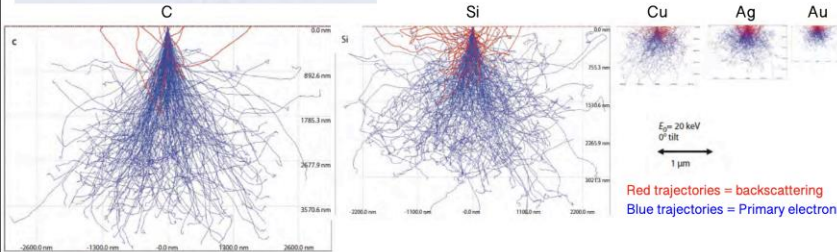
- the more the probability for elastic scattering (shorter mean free path)
- the shorter the penetration depth (i.e. smaller interaction volume).



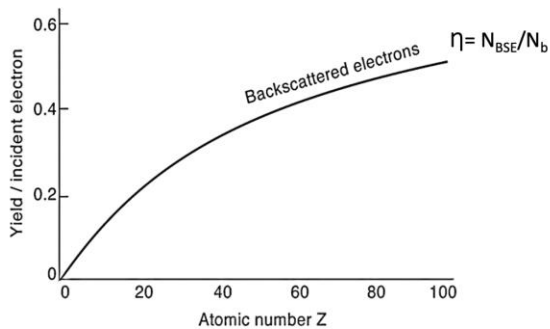
Thể tích  
tương tác

Interaction volume

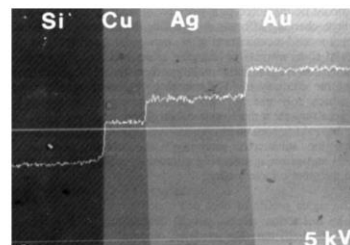
(Ảnh hưởng của  
thế gia tốc)



55



BSE yield increases with "Z"



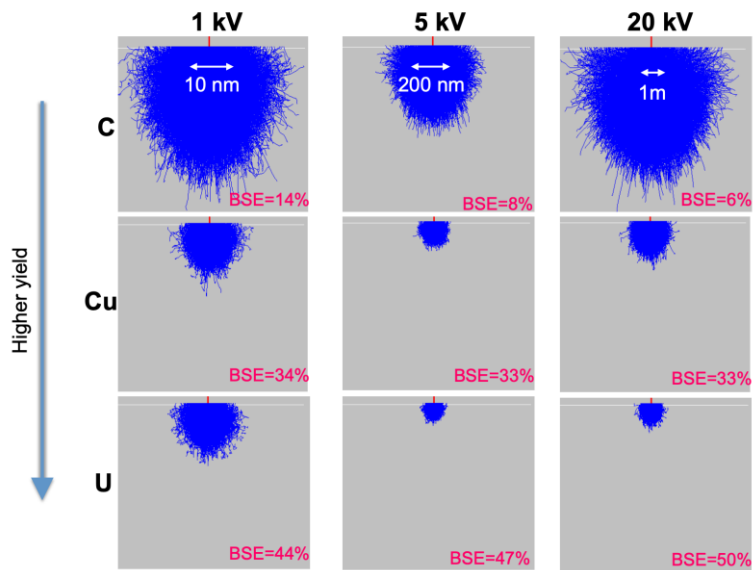
Với cùng 1 thế gia tốc:

- $\eta$  tăng theo số hiệu nguyên tử.
- Nguyên tố có số nguyên tử cao hơn phát ra nhiều tín hiệu tán xạ ngược hơn và do đó sáng hơn trong hình ảnh.

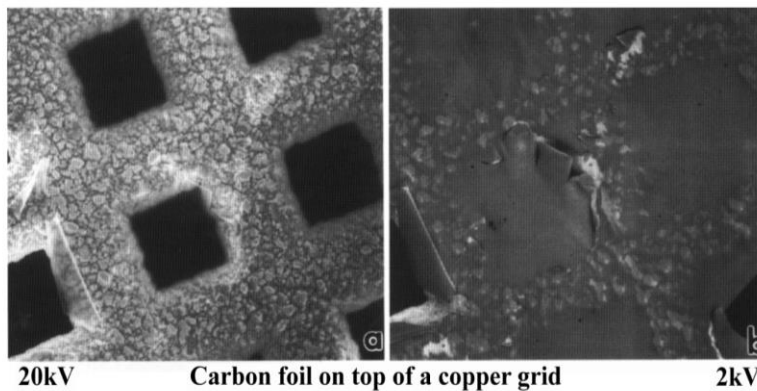
56



Chỉ có một sự thay đổi nhỏ trong η khi thể gia tốc thay đổi.



57



#### 20 kV:

- Strong penetration
- It reveals the copper grid under the C film via the electron backscattering, but the structure of the film itself is hidden

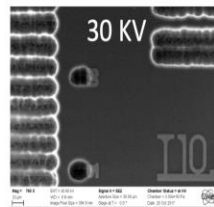
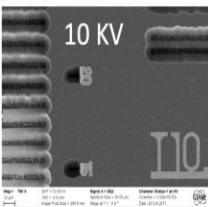
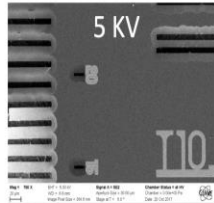
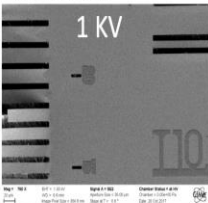
#### 2 kV:

- Low penetration, only a few electrons reach the copper grid and most of the signal is produced in the C film.
- The C film and its defects become visible

58



1kV - Surface features are resolved with high spatial resolution



30 kV - buried interfaces are visible though surface features are less resolved

## Thế tích tương tác

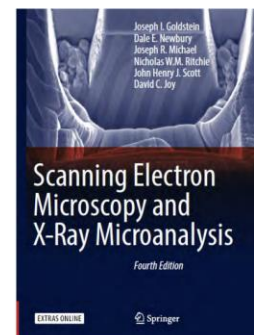
Interaction volume

(Ảnh hưởng của thế gia tốc)

59

## Tài Liệu đọc thêm

- Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Springer, by Joseph Goldstein et al. Hardcopy at the Library & at CIME library
- Image formation in low-voltage scanning electron microscopy, Springer, by L. Reimer Available online
- Physics of image formation and microanalysis, Springer, by L. Riemer
- Optique: Fondements et applications, Dunod, by J.S. Perez



60