

扫描电子显微镜中巧用低角电子成像

李琳* 刘丽月 陈燕

(上海交通大学 化学化工学院 上海 200240)

Tactful Use of Low Angle Electrons in Scanning Electron Microscope

LI Lin*, LIU Liyue, CHEN Yan

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract The charge effect is one of the important reasons for the unexpected scanning electron microscope (SEM) images, such as distortion, drift, bright spots and bright lines. Secondary electrons imaging is beneficial for the topographical contrast, but easily affected by charge effect, while backscattered electrons imaging behaves better to avoid charge effect with shortcoming of mainly presenting material contrast. In this paper, Apreo 2S is used to explore the optimal combinations of the use cases, detectors and work distance to regulate the detected electrons. Considering about the secondary electrons, Optiplan use case combined with T2 detector is applied and the work distance is decreased to collect low angle secondary electrons, thus leading to weakened charge effect. From the point of backscattered electrons, at low magnification, Optiplan use case combined with ETD detector can be used to obtain high-resolution images with good topographic contrast. At high magnification the best quality image is acquired under Immersion use case combined with T1 detector at short work distance.

Keywords Scanning electron microscope, Charge effect, Topographical contrast, Low angle electrons

摘要 利用扫描电子显微镜对不导电样品的成像过程中, 荷电效应会导致图像产生畸变、漂移、亮点亮线等缺陷。二次电子成像形貌立体感较好但是容易产生荷电现象, 背散射电子成像受荷电影响较小但是一般形貌衬度较差。文章借助 Apreo 2S 场发射扫描电镜, 针对不导电样品在不镀膜的情况下, 通过优化工作模式、探测器和和工作距离等参数来调控电子信号, 巧用低角电子, 得到形貌衬度明显的高分辨图像。从二次电子角度出发, 使用 Optiplan 模式配合 T2 探测器通过缩短工作距离以收集低角二次电子从而减弱荷电效应。从背散射电子角度出发, 放大倍数较低时可使用 Optiplan 模式配合 ETD 探测器获得形貌立体感好的高分辨图像, 放大倍数高时可使用 Immersion 模式配合 T1 探测器缩短工作距离下以得到最佳图像。

关键词 扫描电子显微镜 荷电效应 形貌衬度 低角电子

中图分类号: TN16; TQ343⁺.1

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202409012

扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscopy, SEM)是进行样品的微观形貌和成分分析的仪器, 具有样品制备简单、分辨率高、景深大、视野广和立体感强等优势而被广泛用于金属材料、陶瓷材料、半导体材料、高分子材料等显微结构的表征^[1-3]。但是针对导电性较差, 甚至不导电的样品, 例如非金属材料 and 有机高分子材料等, 扫描电子显微镜对其成像存在一定的局限性。通常入射电子在不导电样品表面会产生电子或空穴从而形成不稳定的电场, 产生图像畸变或异常反差等问题, 影响样品真

实形貌观察, 即“荷电现象”^[4-6]。通常使用基尔霍夫电流定律来解释荷电现象, 即 $I_b = (\eta + \delta)I_b + I_{sc} + \frac{dQ}{dt}$, 其中 η 为背散射电子(Backscattered electrons, BSE)产额, δ 为二次电子(Secondary Electron, SE)产额, I_{sc} 为接地电流, Q 为时间 t 内的放电电荷。在扫描电镜中, 入射电子的电流等于 BSE 电流、SE 电流、样品接地电流以及荷电电流的和。对于导电性良好的样品, 荷电电荷可以通过接地导走, 使上述等式成立。对于导电性差的样品, 接地电流几乎为零, 因此 $\eta + \delta = 1$ 时才能达到电荷平衡。 $\eta + \delta$ 与加速电

压的关系如图1所示,当加速电压为 V_2 或 V_1 ,电荷平衡,无荷电现象;当加速电压大于 V_2 时, $\eta+\delta < 1$,样品表面呈负电位,SE图像通常发亮;当加速电压介于 V_2 和 V_1 之间, $\eta+\delta > 1$,样品表面形成正电场,SE或BSE图像中呈现局部发黑的现象^[7]。因此,为了获得上述材料高质量的扫描电镜图像,降低荷电效应产生的影响至关重要。

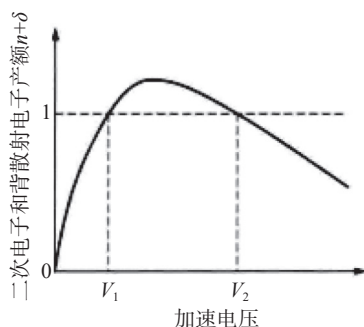


图1 $\eta+\delta$ 与加速电压关系^[7]

Fig. 1 The relationship between $\eta+\delta$ and voltage^[7]

通常,SE的成像分辨率高、立体感强,是体现形貌衬度的主要成像方式,但是SE受荷电效应影响较大。在实际操作中,通常利用离子溅射或蒸镀的方法在样品表面镀一层导电薄膜(如金/铂/钨钽合金/碳等),以增加样品导电性,从而降低荷电效应的产生和影响。然而,上述镀膜容易掩盖材料原本的表面形貌,例如出现颗粒尺寸增加、平整表面观察到金颗粒形貌、铂颗粒堵塞纳米孔道等问题^[8-10],影响对材料真实结构的表征。此外,科研工作者也尝试通过调节成像参数来减少电荷累积从而缓解荷电效应^[11-13],例如降低加速电压、减小束流、缩小放大倍数、使用面积分模式扫描等方式。BSE能量较高,相较于SE受到荷电的影响较小,使用BSE成像也是缓解荷电效应的方式之一。

SE和BSE根据起飞角的大小可分为高角和低角SE/BSE(如图2所示)^[14]。高角SE以入射电子在试样中激发的SE为主,作用深度小,表面灵敏度高,但是受荷电影响严重。低角SE以试样的BSE激发的SE为主,作用深度较深,抗荷电能力相较于高角SE有所提高。因此,为改善荷电效应应当尽可能利用低角SE成像,但是如何在实际操作中调控SE角度需要进一步研究。当SE成像无法消除荷电效应时,可尝试使用BSE成像。高角BSE在样品起伏表面的“阴面(背向探测器)”和“阳面(面向探测器)”探测到的信号量一致,所以立体感差,而低角BSE

在阴面部分产额降低,产生阴影效应,从而得到立体感较好的图像。通过调控参数采集低角BSE成像以提高图像形貌衬度需要深入的研究。

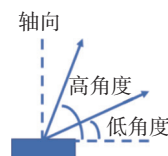


图2 电子相对起飞角的区分^[14]

Fig. 2 Electrons with different angles^[14]

因此,本文借助Thermo Fisher公司Apreo 2S型号扫描电子显微镜,以不导电的玻璃纤维作为研究对象,在不进行镀膜处理的情况下,通过工作模式与探测器的组合以及工作距离的变化来调控电子信号,探究使用SE成像缓解荷电效应和使用BSE成像提高形貌衬度的策略。

1 Apreo 2S 扫描电子显微镜工作机制

扫描电子显微镜的原理是电子束经过透镜聚焦,使用扫描线圈使电子束对样品进行扫描。入射电子与样品作用激发出各种类型的信号,其中扫描电镜主要收集SE、BSE,配备的能谱收集X射线信号进行分析。Apreo 2S扫描电子显微镜具有4个探测器^[15],如图3所示,包括样品室内的ETD探测器(Everhart Thornley Detector)和镜筒内的T1、T2、T3探测器。该电镜有三种工作模式:(1)Standard模式:使用电磁透镜,配合样品室内的ETD探测器,主要用于拍摄样品低倍模式下的图像;(2)Optiplan模式:在镜筒内增加静电装置,使用静电透镜,可配合ETD和3个镜筒内的探测器使用,主要用于拍摄样品高分辨图像;(3)Immersion模式:使用磁场浸没式透镜,减小物镜的球差和像差,配合镜筒内探测器,对于非磁性样品可完成超高分辨图像的拍摄。

从采集电子信号的角度而言,Standard模式配

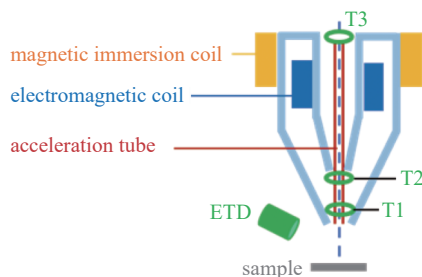


图3 Apreo 2S中探测器的构造示意图

Fig. 3 Sketch of detectors in Apreo 2S

合 ETD 探测器主要收集 SE 信号; Optiplan 模式配合 ETD 和 T1 探测器主要收集 BSE 信号; Optiplan 模式配合 T2 和 T3 探测器主要收集 SE 信号; Immersion 模式配合 T1 探测器主要收集 BSE 信号; Immersion 模式配合 T2 和 T3 探测器主要收集 SE 信号。

2 样品准备和实验方法

测试样品为玻璃纤维膜、陶瓷、橡胶、金属有机框架材料。制样过程: 取 1 cm^2 左右的小片, 用导电胶固定在样品台上。样品不进行镀膜处理。

实验仪器: 使用 Thermo Fisher 公司 Apreo 2S 型号扫描电镜, 实验条件为: 加速电压 2 kV, 束流 13 pA。本文在放大倍数为 10000 倍时, 采用隔行扫描方式成像; 在放大倍数为 50000 倍时, 采用积分模式成像。

3 结果与讨论

3.1 SE 成像策略 (低放大倍数)

通常情况下, 在放大倍数较小时, 使用 Standard 模式配合 ETD 探测器进行 SE 成像以展现样品表面形貌。在 10 mm 工作距离时玻璃纤维放大 10000 倍的图像如图 4 所示, 可以看到该图像存在明显的荷电现象, 无法清晰观察到样品表面形貌。

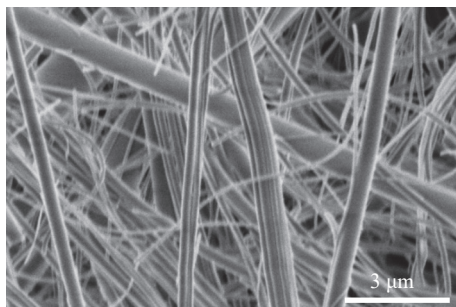


图4 Standard 模式使用 ETD 探测器在 10 mm 工作距离下采集的玻璃纤维样品图像

Fig. 4 SEM images of glass fiber under Standard use case detected by ETD at 10 mm

Standard 模式下 ETD 探测器主要收集能量较低的 SE。高角 SE, 对荷电非常敏感。在 Standard 模式下, 存在一个弱电场(250 V)使 ETD 探测器吸引 SE, ETD 探测器能收集各种角度的 SE, 因此荷电效应会对成像产生较大的影响导致图像不清晰。在 Standard 模式下, 无法区分收集的电子信号, 故不能通过调控电子改善荷电效应。

在 Optiplan 模式下, 电场的作用会将 SE 信号推向镜筒, T2 和 T3 探测器主要收集 SE。由于 T3 探测器位于最上方, 主要收集高角 SE, 受荷电影响更大, 所以使用 T3 探测器成像时荷电现象极为明显(如图 5 所示), 因此后文不再讨论使用 T3 探测器改善荷电效应。

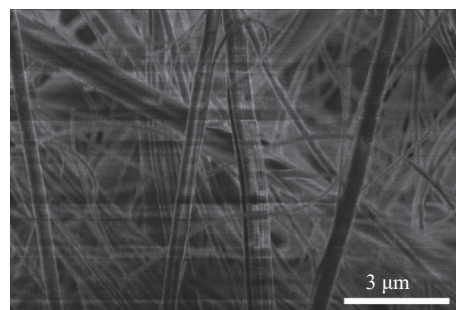


图5 Optiplan 模式使用 T3 探测器在 10 mm 工作距离下采集的玻璃纤维样品图像

Fig. 5 SEM images of glass fiber under Optiplan use case detected by T3 at 10 mm

针对 T2 探测器, 本文通过工作距离的变化来改变其收集 SE 的角度。图 6 分别为 10 mm, 7 mm 和 4 mm 工作距离下 T2 探测器采集的图像, 可以看到随着工作距离的减小, 荷电现象逐渐减弱。工作距离降至 4 mm 时, 可以观察到样品的表面形貌。这是因为随着工作距离的减小, 探测器收集的 SE 角度变低, 受荷电影响的电子更倾向于被电场推向高角度, 因此使用低角 SE 成像可以减弱荷电效应的影响。

3.2 BSE 成像策略 (低放大倍数)

通过收集低角 SE 可以缓解荷电效应, 但是图 5(c)仍存在局部发亮现象(如红框所示), 说明荷电现象未完全消除。BSE 能量较高, 受荷电影响相较于 SE 较小。但是 BSE 成像一般形貌衬度较弱, 这是因为 BSE 的产额随着原子序数的增大而提高, 所以普遍被用于观察成分衬度。但其实 BSE 产额不仅仅取决于原子序数, 也与样品表面形貌、晶体取向等相关, 有些情况下使用 BSE 也可获得形貌立体感优异的图像。因此下文将通过调控工作模式、工作距离、探测器等参数提高 BSE 成像的形貌衬度。

在 Optiplan 模式下, T1 探测器和 ETD 探测器主要收集 BSE。由于电场的作用会将 SE 推向镜筒, BSE 受电场影响相对较小, 因此 ETD 探测器收集的主要是 BSE。作者采用工作距离的改变来调控 T1 和 ETD 收集的 BSE 角度, 得到的图像如图 7 所示。

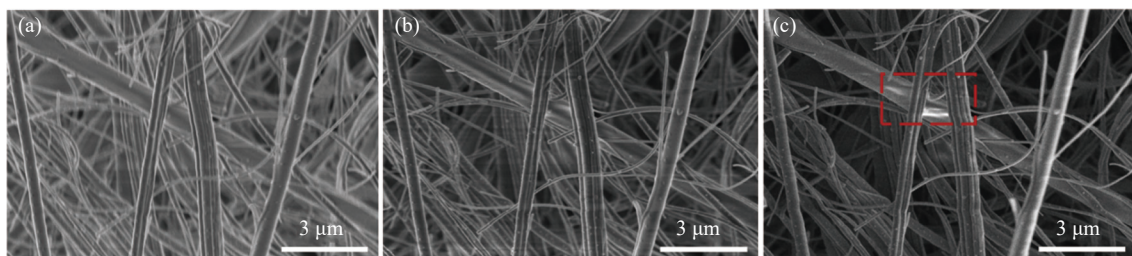


图6 Optiplan 模式 T2 探测器在不同工作距离下玻璃纤维的图像。(a)10 mm, (b)7 mm, (c)4 mm

Fig. 6 SEM images of glass fiber under Optiplan use case detected by T2 at different work distances. (a) 10 mm, (b) 7 mm, (c) 4 mm

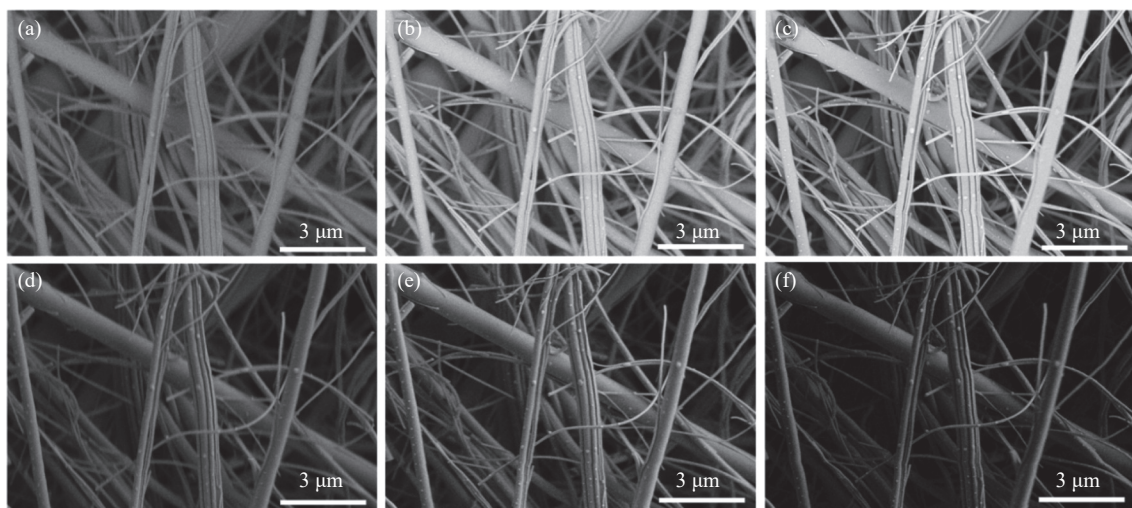


图7 Optiplan 模式下不同探测器和不同工作距离下的玻璃纤维样品图像。(a)T1 探测器 10 mm, (b)T1 探测器 7 mm, (c)T1 探测器 4 mm, (d)ETD 探测器 10 mm, (e)ETD 探测器 7 mm, (f)ETD 探测器 4 mm

Fig. 7 SEM images under Optiplan detected by T1 and ETD detector at different work distances. (a) T1 at 10 mm, (b) T1 at 7 mm, (c) T1 at 4 mm, (d) ETD at 10 mm, (e) ETD at 7 mm, (f) ETD at 4 mm

在 10 mm 工作距离下, T1 探测器收集的 BSE 角度较高, 主要体现成分衬度, 立体感欠缺, 且 BSE 作用深度较深, 样品表面的结构分辨率稍差。将工作距离缩短至 7 mm 时, T1 探测器收集的 BSE 角度变低, 拍摄的图像兼具成分衬度和形貌衬度, 表面形貌的分辨率有所提高。进一步将工作距离缩短至 4 mm, T1 探测器收集的 BSE 角度更低, 图像形貌立体感进一步增加。ETD 探测器相较于 T1 探测器收集的 BSE 角度更低, 同时由于其在样品侧方位置, 阴影效应最佳, 使得图像呈现极强的立体感(图 6(d), (e), (f)), 形貌衬度优于 T1 探测器。比较 ETD 探测器在不同工作距离下获取的图像, 发现 7 mm 工作距离下拍摄的图像分辨率最佳(图 7(e)), 相较于 10 mm 下拍摄的图像更清晰, 而在 4 mm 工作距离时由于收集到的信号量过少, 不利于样品结构观察。综上, 在放大倍数为 10000 倍时, 采用 Optiplan 模式配合 ETD 探测器收集低角 BSE, 在 7 mm 工作距离下可得到形貌衬度最佳的图像。

3.3 SE 成像策略 (高放大倍数)

众所周知, 放大倍数越大, 荷电效应越明显。下文将继续讨论高放大倍数(50000 倍)时获得高分辨图像的策略。

针对 SE 成像, 采用 Optiplan 模式配合 T2 探测器, 通过缩短工作距离以降低收集的 SE 角度, 观察荷电效应的影响。如图 8 所示, 随着工作距离的减小, T2 探测器采集的图像受荷电影响逐渐减弱, 到 4 mm 工作距离时可以观察样品表面形貌, 但仍有局部发亮的现象(如图 8(c)红框所示), 说明此策略未完全消除荷电效应。

3.4 BSE 成像策略 (高放大倍数)

针对 BSE 成像, 通过调控工作模式、工作距离、探测器等参数提高 BSE 成像的形貌衬度。图 9(a)-(c)为 Optiplan 模式下 T1 探测器在不同工作距离下采集的图像。由图可知, 随着工作距离的减小, T1 探测器收集的 BSE 角度变低, 图像形貌衬度随之增

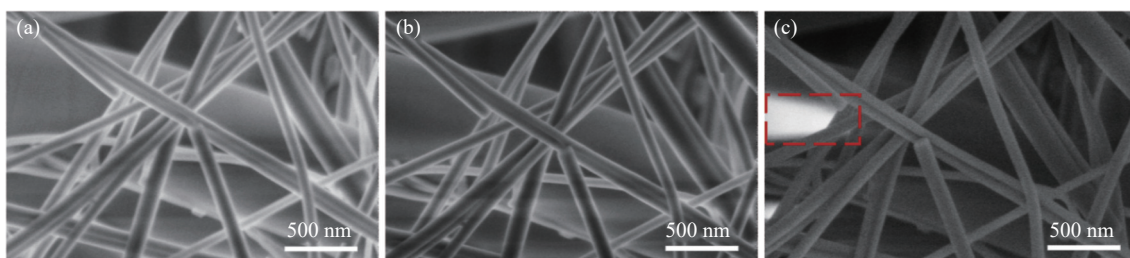


图8 Optiplan 模式下 T2 探测器在不同工作距离下的玻璃纤维样品图像。(a)10 mm, (b)7 mm, (c)4 mm

Fig. 8 SEM images under Optiplan detected by T2 detector at different work distances. (a) 10 mm, (b) 7 mm, (c) 4 mm

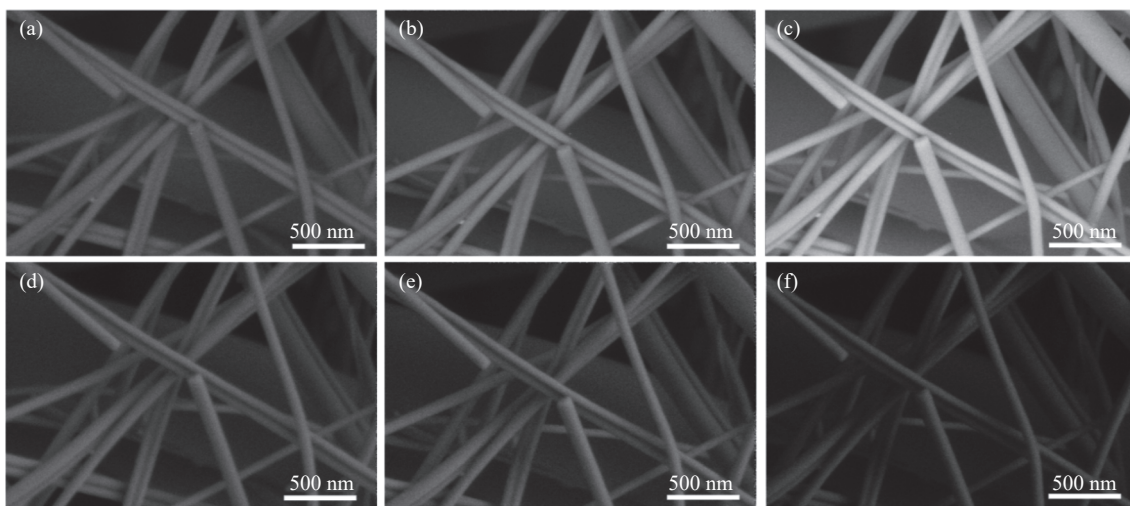


图9 Optiplan 模式下不同探测器和不同工作距离下的玻璃纤维样品图像。(a)T1 探测器 10 mm, (b)T1 探测器 7 mm, (c)T1 探测器 4 mm, (d)ETD 探测器 10 mm, (e)ETD 探测器 7 mm, (f)ETD 探测器 4 mm

Fig. 9 SEM images under Optiplan detected by T1 and ETD detector at different work distances. (a) T1 at 10 mm, (b) T1 at 7 mm, (c) T1 at 4 mm, (d) ETD at 10 mm, (e) ETD at 7 mm, (f) ETD at 4 mm

加。图 9(d)-(f)为 Optiplan 模式下 ETD 探测器在不同工作距离下采集的图像,其中工作距离为 7 mm 时图像立体感最佳,但是由于信号量较少,清晰度相较于 T1 探测器在 4 mm 工作距离下采集的图像仍有所欠缺。

为了进一步提高形貌衬度和分辨率,本文采用 Immersion 模式进行成像。Immersion 模式引入磁场,会进一步将电子推向高位,从而降低 T1 探测器收集 BSE 的角度。从图 10 可以看到,同样是 4 mm 工作距离下 T1 探测器采集到的图像,Immersion 模式成像比 Optiplan 模式成像更具有立体感,同时其清晰度优于 Optiplan 模式下 ETD 探测器成像。

综上,在放大倍数较高时,应当采用 Immersion 模式配合 T1 探测器,缩短工作距离以收集低角 BSE,从而得到形貌衬度好的高分辨图像。

为了验证上述策略的普适性,选取其他三种不同类型的非导电样品(橡胶、陶瓷和金属有机框架材料)在相应的工作参数下进行成像。图 11(a)和

(d)为橡胶样品在 Optiplan 模式 T2 探测器分别在(a) 10 mm 和(d)4 mm 工作距离下的图像,可以明显看到缩短工作距离降低收集二次电子的角度可以有效改善荷电效应;图 11(b)和(e)为金属有机框架材料(Metal organic Framework, MOF)在 10 mm 工作距离下采用 Optiplan 模式分别使用(b)T2 探测器和(e)ETD 探测器的图像,发现使用 Optiplan 模式结合 ETD 探测器收集低角背散射电子可以得到形貌

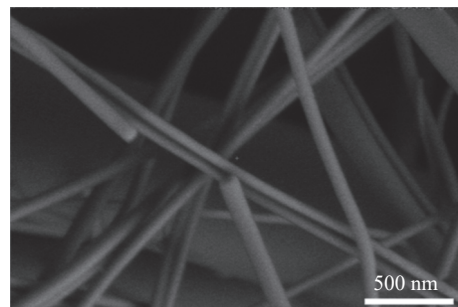


图10 Immersion 模式 T1 探测器在 4 mm 下的图像

Fig. 10 Images under Immersion detected by T1 at 4 mm

立体感好无荷电的图像;图 11(c)和(f)是陶瓷样品在(c)Optiplan 模式 T2 探测器在 7 mm 工作距离和(f)Immersion 模式 T1 探测器在 4 mm 工作距离下的成像效果,显然 Immersion 模式下 T1 探测器收集的低

角背散射电子不仅具有良好的抗荷电能力,同时表现出较佳的形貌衬度。由此可知,本文探讨的低角电子成像策略对于不同类型的样品均具有普遍应用意义。

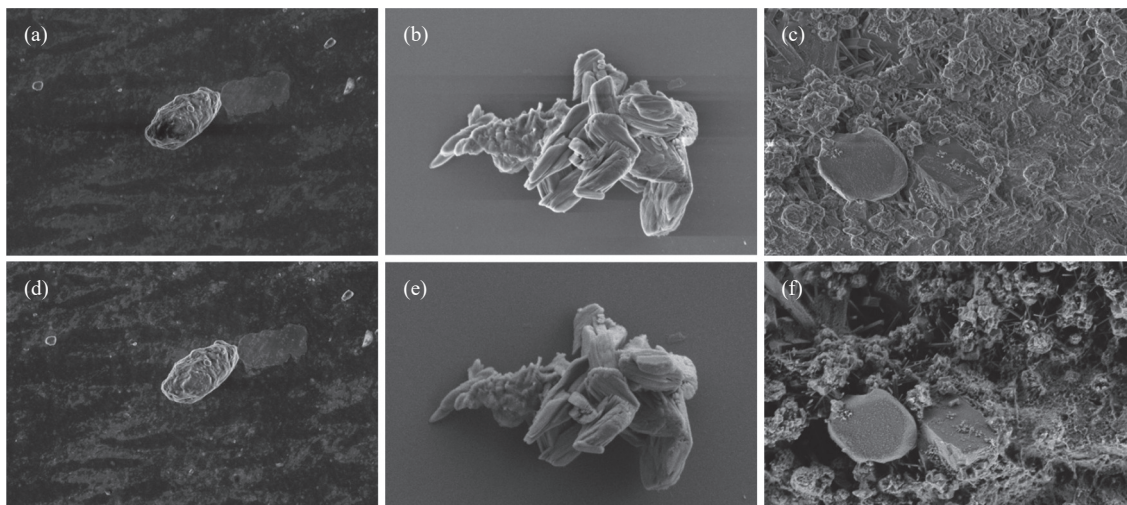


图11 不同样品在不同工作参数下的图像。(a)橡胶样品在 Optiplan 模式 T2 探测器 10 mm, (b)金属有机框架材料在 Optiplan 模式 T2 探测器 10 mm, (c)陶瓷样品在 Optiplan 模式 T2 探测器 7 mm, (d)橡胶样品在 Optiplan 模式 T2 探测器 4 mm, (e)金属有机框架材料在 Optiplan 模式 ETD 探测器 10 mm, (f)陶瓷样品在 Immersion 模式 T1 探测器 4 mm 下的图像

Fig. 11 SEM images of different samples under different conditions. (a) Rubber under Optiplan and T2 at 10 mm, (b) MOF under Optiplan and T2 at 10 mm, (c) ceramic under Optiplan and T2 at 7 mm, (d) Rubber under Optiplan and T2 at 4 mm, (e) MOF under Optiplan and ETD at 10 mm, (f) ceramic under Immersion and T1 at 4 mm

4 结论

本文采用 Thermo Fisher 公司 Apreo 2S 型号扫描电子显微镜,分析其工作模式和探测器在不同工作距离下收集的电子信号,首先针对玻璃纤维样品探究使用 SE 成像缓解荷电效应和使用 BSE 成像提高形貌衬度的策略,旨在得到形貌衬度明显的高分辨图像,同时应用于其他非导电类型的样品(橡胶、陶瓷、金属有机框架材料),发现低角电子成像策略具有普适性,具体结论如下:

(1)从 SE 角度出发,其形貌衬度好,但抗荷电能力较差,可以使用 Optiplan 模式结合 T2 探测器,通过缩小工作距离以降低 SE 角度从而减弱荷电效应影响。

(2)从 BSE 角度出发,其抗荷电能力较优,但是形貌衬度欠佳。在低放大倍数下可以使用 Optiplan 模式结合 ETD 探测器在适合的工作距离下得到形貌立体感强的高分辨图像;在高放大倍数下可以使用 Immersion 模式结合 T1 探测器,通过缩小工作距离以降低 BSE 角度从而提高形貌衬度,最终得到形貌立体感强的高分辨图像。

参 考 文 献

- [1] Xing H N, Gao W L, Chang S, et al. Exploration of SEM high-resolution imaging modes for small-sized nanoparticles—taking Ni_2P as an example[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2024, 44(8): 695–703 (邢宏娜, 高文莉, 常帅, 等. 小尺寸纳米颗粒的 SEM 高分辨成像模式探究——以 Ni_2P 为例 [J]. 真空科学与技术学报, 2024, 44(8): 695–703 (in Chinese))
- [2] Su H M, Guo F F, Li B Y, et al. Study on high temperature tribological properties of diamond-like coatings used in textile steel collar[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2024, 44(1): 94–100 (苏慧明, 郭飞飞, 李本寅, 等. 纺织钢领用类金刚石涂层的高温摩擦性能分析 [J]. 真空科学与技术学报, 2024, 44(1): 94–100 (in Chinese))
- [3] Sun C, Huang H, Yu W H et al. The effects of sputtering power on the structure and properties of LiCoO_2 thin films[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2022, 42(5): 357–363 (孙闯, 黄昊, 于文华, 等. 溅射功率对 LiCoO_2 薄膜结构及性能的影响研究 [J]. 真空科学与技术学报, 2022, 42(5): 357–363 (in Chinese))
- [4] Ruan T, Li Q, Ma T M, et al. Effect of field emission scanning electron microscopy conditions on the morphol-

- ogy of several special samples[J]. *Experimental Technology and Management*, 2020, 37(2): 50–53 (阮涛, 李琼, 马彤梅, 等. 场发射扫描电镜对几种特殊样品形貌的影响 [J]. *实验技术与管理*, 2020, 37(2): 50–53 (in Chinese))
- [5] Ji Y, Zhang H, Shi J X, et al. Evaluation of charging effect on the non-conductive specimens by absorb current measurement[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2004, 23(3): 265–268 (吉元, 张虹, 史佳新, 等. 非导电样品荷电效应的吸收电流评价方法 [J]. *电子显微学报*, 2004, 23(3): 265–268 (in Chinese))
- [6] Wang Y X, Ren T X, Yu H Y, et al. Characterization of charging effect of Pd particles in liquid environment by in-line electron holography[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2021, 40(4): 379–383 (汪雨轩, 任天星, 于洪杨, 等. 基于同轴电子全息定量表征水环境中 Pd 颗粒的荷电效应 [J]. *电子显微学报*, 2021, 40(4): 379–383 (in Chinese))
- [7] Hua J J, Liu Z W, Lin C C, et al. Investigation on charging for field emission scanning electron microscope[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2014, 33(3): 226–232 (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 (in Chinese))
- [8] Li M Y. Influence of coating on the micro topography of sample observed with FE SEM[J]. *Analysis and Testing Technology and Instruments*, 2008, 14(2): 120–124 (李梅晔. 镀膜对 FE-SEM 纳米尺度形貌观察的影响 [J]. *分析测试技术与仪器*, 2008, 14(2): 120–124 (in Chinese))
- [9] Wan P, Wang X N, Xu Q, et al. The effects of the nature of the materials surface on the morphology of sputtered coating for SEM sample preparation[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2021, 40(6): 758–763 (万鹏, 王馨楠, 徐强, 等. 材料表面性质对扫描电镜镀膜形貌的影响 [J]. *电子显微学报*, 2021, 40(6): 758–763 (in Chinese))
- [10] Pan G L. Optimizing sample preparation of scanning electron microscope[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2021, 40(4): 473–478 (潘桂玲. 扫描电镜样品制备的优化 [J]. *电子显微学报*, 2021, 40(4): 473–478 (in Chinese))
- [11] Sun Q, Gao S, Huang M S, et al. Charge effect of high resolution imaging of nano-powders and its countermeasures[J]. *China Powder Science and Technology*, 2022, 28(4): 70–78 (孙千, 高尚, 黄梦诗, 等. 纳米分体高分辨成像的荷电效应与应对策略 [J]. *中国粉体技术*, 2022, 28(4): 70–78 (in Chinese))
- [12] Gao X, Zhu Z R, Sun W, et al. Solutions to charge accumulation on low conductivity surfaces in imaging with scanning electron microscopy[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2018, 38(11): 1008–1012 (高翔, 朱紫瑞, 孙伟, 等. 场发射扫描电镜荷电现象的研究及参数优化 [J]. *真空科学与技术学报*, 2018, 38(11): 1008–1012 (in Chinese))
- [13] Zhou Y, Wang H, Wu W, et al. Impact of different secondary electron detectors on FESEM images[J]. *Research and Exploration in Laboratory*, 2012, 31(7): 246–248 (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 (in Chinese))
- [14] Gao S, Ma Q, Sun Q, et al. Exploration of compound lens and in-column detector systems in Schottky emission scanning electron microscope[J]. *Journal of Test and Measurement Technology*, 2023, 37(5): 400–407 (高尚, 马清, 孙千, 等. 热场发射扫描电镜中的复合物镜和镜筒内探测系统 [J]. *测试技术学报*, 2023, 37(5): 400–407 (in Chinese))
- [15] Zhang X M, Cen X, Ravichandran R, et al. Simultaneous scanning electron microscope imaging of topographical and chemical contrast using In-lens, In-Column, and Everhart-Thornley detector systems[J]. *Microscopy and Microanalysis*, 2016, 1(3): 565–575

文章简介

利用扫描电子显微镜对不导电样品的成像过程中, 荷电效应会导致图像产生畸变、漂移、亮点亮线等缺陷。二次电子成像形貌立体感较好但是容易产生荷电现象, 背散射电子成像受荷电影响较小但是一般形貌衬度较差。本文借助 Apreo 2S 场发射扫描电镜, 针对不导电样品在不镀膜的情况下, 通过优化工作模式、探测器和 工作距离等参数来调控电子信号, 巧用低角电子, 得到形貌衬度明显的高分辨图像。从二次电子角度出发, 使用 Optipan 模式配合 T2 探测器通过缩短工作距离以收集低角二次电子从而减弱荷电效应。从背散射电子角度出发, 放大倍数较低时可使用 Optipan 模式配合 ETD 探测器获得形貌立体感好的高分辨图像, 放大倍数高时可使用 Immersion 模式配合 T1 探测器缩短工作距离下以得到最佳图像。