

二氧化硅微球场发射环境扫描电镜形貌测试条件研究 Research on Field Environmental Scanning Electron Microscope Observation Conditions of SiO₂ Micro-ball

桂柳成, 邹华红, 程 蕾, 胡 坤

GUI Liu-cheng, ZOU Hua-hong, CHENG Lei, HU Kun

(药用资源化学与药物分子工程教育部重点实验室, 广西师范大学化学化工学院, 广西桂林 541004)

(Key Laboratory for the Chemistry and Molecular Engineering of Medicinal Resources (Ministry of Education of China), School of Chemistry & Chemical Engineering of Guangxi Normal University, Guilin, Guangxi, 541004, China)

摘要:以二氧化硅微球作为研究对象,室温下采用场发射环境扫描电镜(FEI Quanta 200),选用二次电子(SE)成像进行SEM观察。分别考察镀膜处理、加速电压、束斑变化、扫描速度、工作距离等参数对图像质量的影响。

关键词:图像质量 二氧化硅微球 镀膜 加速电压 束斑变化 扫描速度 工作距离

中图分类号:O649 **文献标识码:**A **文章编号:**1002-7378(2010)03-0349-05

Abstract: SiO₂ micro-ball was studied by Field Environmental Scanning Electron Microscope with secondary electron (SE) imaging at room temperature. Effect of different parameters including coating treatment, accelerating voltage, the spot changes, scanning speed, working distance, etc., on image quality was investigated.

Key words: image quality, SiO₂ micro-ball, coating treatment, accelerating voltage, beam spot, scanning speed, working distance

电子显微镜技术是显微技术的一个重要分支,是一门现代化的显微科学,其核心是显微仪器。光学显微镜的分辨率最高只能达到200nm,有效放大倍率为1000~2000倍。因而研究小于200nm的结构,必须利用电子显微镜^[1]。扫描电子显微镜是利用非常细的聚焦高能电子束在试样上扫描,激发出各种物理信息,通过对这些信息的接受、放大和显示成像,获得试样表面形貌、成分和结构的信息^[2,3]。扫描电镜是一种大型的精密仪器,由于其具备分辨率高、放大倍数变化范围宽、景深大、立体感强、样品制备简单等特点,为微观世界的探测提供了一种新的研究手段,已经广泛应用于植物学、动物学、医学、微生物学、古生物学、考古学、材料学、化学、物理学、电子

学、地质矿物学、食品科学等领域的研究^[4]。场发射环境扫描电镜是一种新型的高分辨率的扫描电子显微镜,其样品室可选择3种不同的真空模式:高真空、低真空和环境扫描真空模式。在低真空模式或环境扫描真空模式下绝缘样品和含水样品能获得最真实的表面形态信息,这也是环境扫描电镜与普通电镜之间的区别所在^[5]。

本文以化学稳定性好、热稳定性优良、导电性能比较差的二氧化硅微球作为研究对象,以FEI Quanta 200场发射环境扫描电镜为测试仪器,探讨影响其成像的主要因素。

1 实验方法

二氧化硅球采用硅酸酯水解法(改进的Stéber方法)合成。二氧化硅微球直径为(200±50)nm。为明确二氧化硅微球形貌观察和直径测量的最佳条件,选用二次电子(SE)成像。室温下,采用场发射环

收稿日期:2010-06-12

作者简介:桂柳成(1981-),男,助理研究员,主要从事场发射环境扫描电镜的管理与测试。

境扫描电镜(FEI Quanta 200)进行SEM观察,分别考察镀膜处理、加速电压、束斑变化、扫描速度、工作距离等参数对图像质量的影响。

2 结果与分析

2.1 镀膜处理对二氧化硅微球图像质量的影响

图1、图2、图3和图4均在测试电压20kV、束斑3.5、帧频扫描速度0.1ms、工作距离9.1~9.2mm、对比度62.1%、亮度26.3%、放大倍数80000倍条件下获得的。通过比较发现,二氧化硅微球如果没有经过镀膜处理,图像质量最差,图像偏白而且在图像中间出现众多的横条纹(图1),荷电现象非常严重,已经影响到图片的清晰度。从图2、图3和图4中可以看到,荷电现象基本消除。蒸镀金膜的图片(图3)质量比蒸镀碳膜的图片(图2)要好,这主要是因为金的导电性能要优于碳,而且金颗粒的粒径大小要比碳小得多,消除荷电效应比较好。显然图4的效果最好,几乎看不到荷电现象,二氧化硅微球的边缘清晰,亮点少,景深也好。但是仔细观察图4不难发现,在二氧化硅微球表面出现了颗粒状的小



图1 样品未经处理

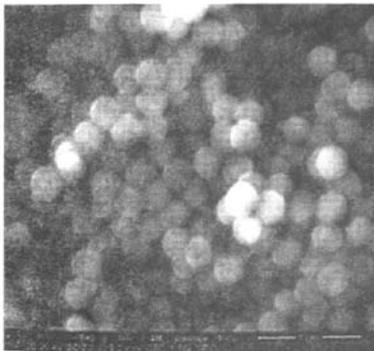


图2 蒸镀碳膜

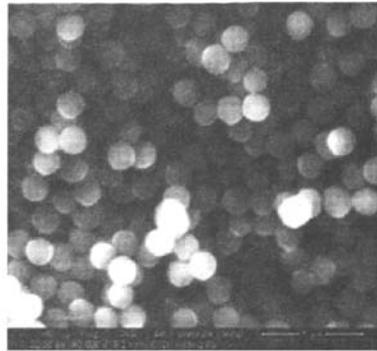


图3 蒸镀金膜

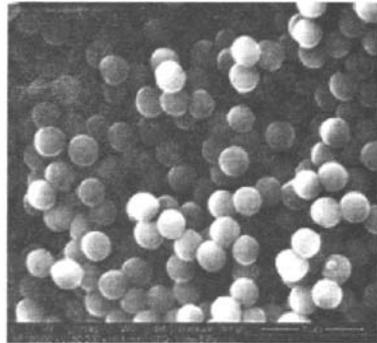


图4 蒸镀碳金复合膜

点点,二氧化硅微球本身是一种光滑的小球,造成这种现象的主要原因可能是由于蒸镀碳金复合膜的膜厚是金膜和碳膜膜厚之和,已经影响到二氧化硅微球表面的微观细微结构的观察。因而在样品处理时,要针对不同的测试要求,不同的样品,多次尝试以获得最佳的图片效果。

2.2 加速电压对二氧化硅微球图像质量的影响

图5、图6、图7和图8均是蒸镀金膜样品在束斑3.5、帧频扫描速度0.1ms、工作距离9.7~9.8mm、对比度59.9%、亮度32.9%、放大倍数80000倍条件下获得。通过比较发现,随着加速电压的加大,图像越来越清晰,边缘效应逐渐减弱。但从图7和图8中可以发现,随着加速电压的加大,图像的景深有所下降,球的立体感越来越差。这是因为电子探针射入样品的能量取决于加速电压。一般情况下,加速电压越低,扫描电镜图像的信息越限于表面,图像越显得自然,但样品表面对污染变得更加敏感,而且得不到高倍放大的图像。反之,加速电压越高,电子探针越容易聚焦变细,也就越容易得到高分辨率,适用于高倍放大图像,但是SEM图像会出现不自然感,而且由于电子束能量高,破坏样品程度更大。在图5~图8中,均没有观察到样品的污染,这可能是由于二氧化

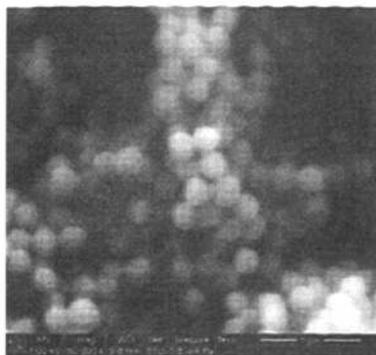


图5 5kV 加速电压



图6 15kV 加速电压

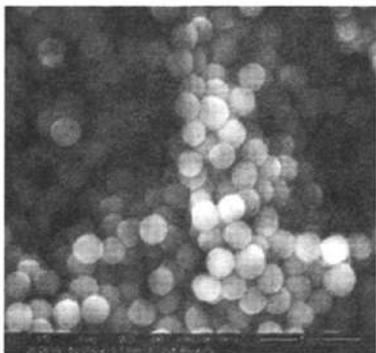


图7 25kV 加速电压

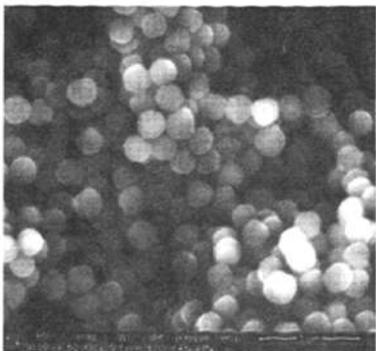


图8 30kV 加速电压

硅微球化学稳定性好、热稳定性优良所导致的。这也充分说明对于化学稳定性好、热稳定性优良的半导体或非导体材料在测试时为获得清晰的优质图片,可以采用高加速电压。对于化学稳定性不好、热稳定性差的样品必须考虑到加速电压的影响。

2.3 电子束的束斑大小对二氧化硅微球图像质量的影响

图9、图10、图11、图12和图13均是蒸镀金膜样品在加速电压30kV、帧频扫描速度0.1ms、工作距离9.7mm、对比度59.9%、亮度32.9%、放大倍数80000倍条件下获得的。通过比较发现,电子束束斑越小,二氧化硅微球的边缘效应越小,边界越来越清晰,但是景深不是很好。这是因为电子束的束斑大小与电镜的分辨率是紧密相关的。一般情况下,电子束束斑越小分辨率越高,束斑越大分辨率越低。但是电子束束斑越小,噪音越大,也会影响到图片的质量。在实际操作中,需要经常改变电子束束斑的大小,以选择最优的束斑大小,而获得最佳效果。对于半导体材料,如果蒸镀过金膜在测试时宜采用电子束束斑为3~4为佳。

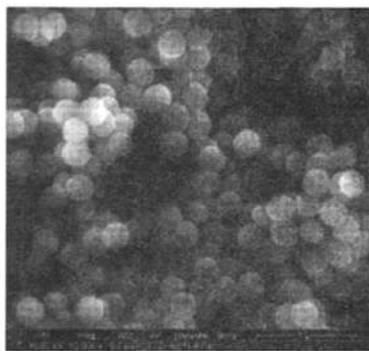


图9 电子束束斑为4.5

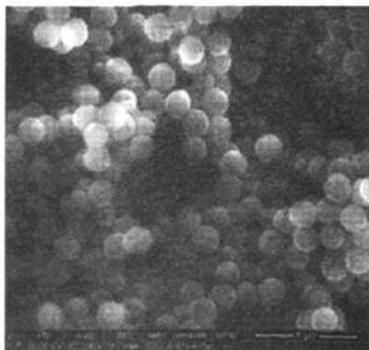


图10 电子束束斑为4

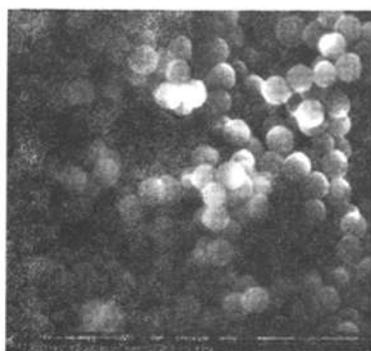


图11 电子束束斑为3.5

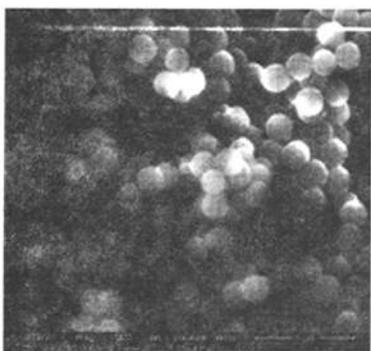


图12 电子束束斑为3

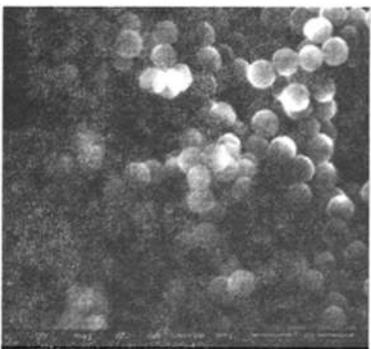


图13 电子束束斑为2.5

2.4 工作距离大小对二氧化硅微球图像质量的影响

图14、图15、图16均是蒸镀金膜的样品在加速电压30kV、帧频扫描速度0.1ms、对比度59.9%、亮度32.9%、放大倍数80000倍条件下获得的。通过比较发现,工作距离越小,二氧化硅微球的边缘效应越小,边界越来越清晰。仔细观察图14还能观察到二氧化硅微球表面上所蒸镀的金膜颗粒。当工作距离增大时,如图16,分辨率显著下降,二氧化硅微球的边缘开始出现重影。但是对于二氧化硅微球该体系,在80000倍下,工作距离从9.7~12.8mm,图像质量相

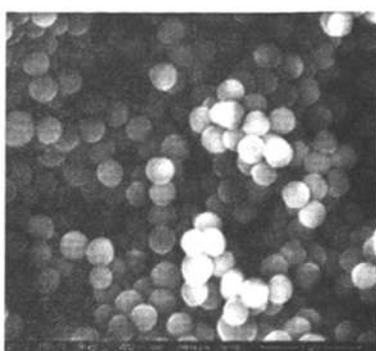


图14 7.9mm 工作距离

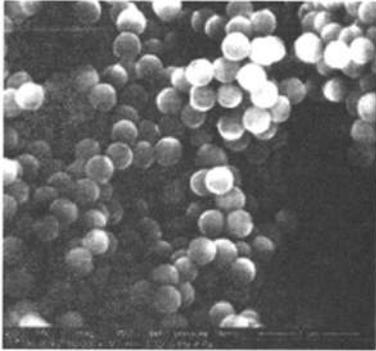


图15 9.7mm 工作距离

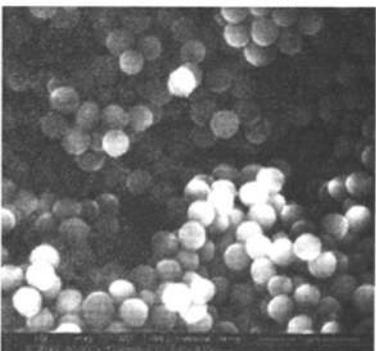


图16 12.8mm 工作距离

差不多。因而,在实际操作中,如果不需要拍摄10万倍以上的图片,为避免因工作距离太小,污染镜筒以及样品台碰到镜筒或探测器,一般工作距离都采用在10mm附近。如果需要拍摄高倍时(主要针对20万倍及以上),需要适当缩短工作距离。

2.5 扫描速度对二氧化硅微球图像质量的影响

图17、图18、图19、图20图21均是蒸镀金膜样品在测试电压30kV、束斑3.5、工作距离9.7mm、对比度59.9%、亮度32.9%、放大倍数80000倍条件下获得的。通过比较发现,帧频扫描时间越长,即扫描速度越慢,噪音越小,分辨率越高,获得的图片质量最佳。在本实验中,帧频扫描时间为0.1ms,并没有出

现表面污染现象,这可能主要是由于二氧化硅微球的化学稳定性好、热稳定性优良而且该样品经过蒸镀金膜处理,消除了荷电效应。为了提高图像的质量,通常帧频扫描速度要慢。但是往往在实际操作中,扫描速度却受着样品可能发生表面污染这个问题的限制,任何试样表面的污染均会降低图像的清晰度。一般情况下,对于未经镀膜处理的非导体试样或稳定性不好的半导体,扫描速度宜快,以防试样表面充电;对于导电性能良好或者是稳定性好的半导体,可以采取慢扫描,以改善信噪比来获得高质量的图像。

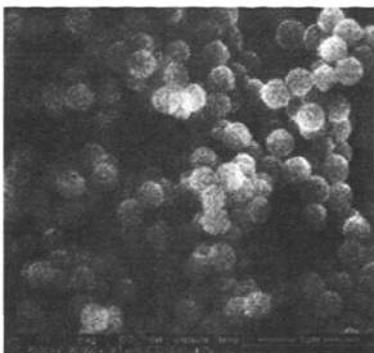


图17 帧频扫描时间为100ns

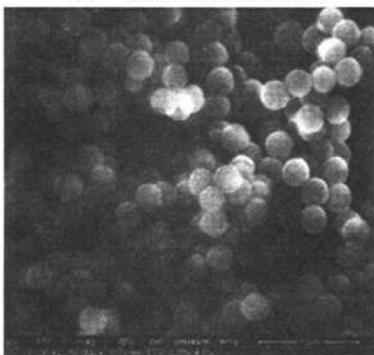


图18 帧频扫描时间为1us

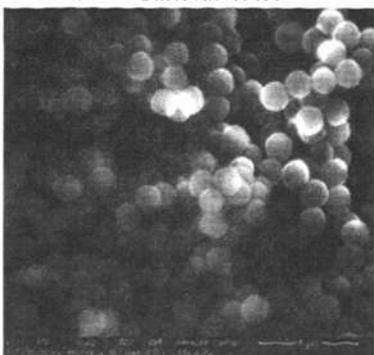


图19 帧频扫描时间为10us

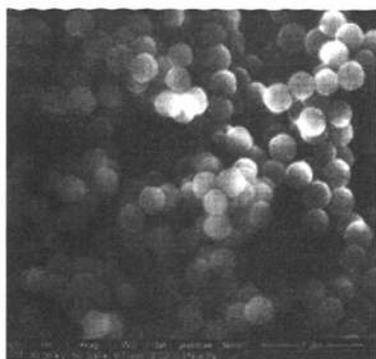


图20 帧频扫描时间为30us

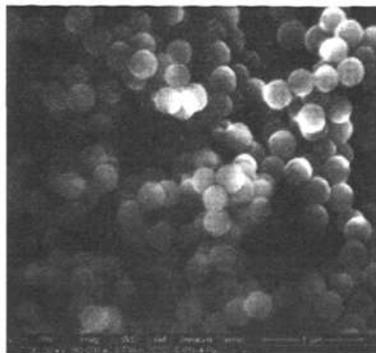


图21 帧频扫描时间为0.1ms

3 结束语

在电镜的测试过程中,镀膜处理、加速电压、束斑变化、扫描速度、工作距离等参数对图像质量的影响是一个综合平衡的过程,因而在实际操作过程中要多尝试,仔细比较以获得最佳的测试条件。对于导电性不好的材料或者是化学稳定性差、热稳定性差的半导体材料以及生物材料,必须对样品进行蒸镀膜处理,宜采用低电压,中等束斑,快扫描,小工作距离测试条件。总之,在测试过程中,必须针对不同测试样品的性质,来初步选择测试条件,并在实际操作中多尝试多探索才能获得高质量的图片,以得到样品表面的真实形貌。

参考文献:

- [1] 郭素枝. 扫描电镜技术及其应用[M]. 厦门:厦门大学出版社,2006.
- [2] 徐柏森,杨静. 实用电镜技术[M]. 南京:东南大学出版社,2008.
- [3] 张大同. 扫描电镜与能谱仪分析技术[M]. 广州:华南理工大学出版社,2009.
- [4] 王能为,崔旭梅. 扫描电镜及能谱仪在本科比较性实验教学初探[J]. 攀枝花学院学报,2009,26(3):1-3.
- [5] Danilatos G D,Phillips M R,Nailon J V. Electron beam current loss at the high-vacuum-high-pressure boundary in the environmental scanning electron microscope[J]. Microscopy and Microanalysis,2001,7(5):397-406.

(责任编辑:邓大玉)