

低真空 SEM 影响二次电子图像分辨率的研究

周广荣

(复旦大学高分子科学系 聚合物分子工程教育部重点实验室 上海 200433)

摘要 低真空二次电子图像是在有空气存在的条件下对于没有事先处理过的样品拍摄得到的, 小低真空气压一般能达到 150MPa 左右。当有气体存在时, 样品发射出来的电子相互碰撞产生的离子和漂向样品表面的气体分子共同作用抑制电荷形成, 因而可以更好地得到一些不能喷涂、不导电的一些样品的表面信息。本文从电子束能量、不同气压条件、电荷诱导等方面来研究低真空二次电子图像的分辨率。

关键词 低真空 SEM 气体离子 电荷 分辨率

前言

扫描电子显微镜在低真空条件下操作可以得到一些不喷涂不导电样品的二次电子图像。这一技术是通过在样品室内通入少量的气体压力实现的。少量的空气进入 SEM 样品室, 在电子和气体分子之间通过碰撞产生正离子。当这些正离子电流达到样品完全抵消全部负电荷时, 也就是出现所谓的电荷平衡。^[1] 所有电子和离子的相互作用以及正电荷气体离子的干扰, 影响二次电子形貌和信息含量。因此, 从样品表面得到的二次电子信息要比在高真空条件下得到的信息多。实际拍摄图像时各个参数数值的设置相当重要, 其中压强、电子束能量和电流、工作距离、经过样品后产生的二次电子和背散射电子产额等对图像有很大影响。然而实际在低真空操作中很复杂, 主要是由于在样品表面和样品上复杂的电荷分布。

低真空 SEM 样品室内系统说明初级电子、二次电子、背散射电子、低真空存在的环境电子以及穿过气体的正气体离子流的运动方向, 以及样品台(也起到电极的作用)和气体中携带电荷运动产生的环路电流和板极电流(分别是 I_{ring} 和 I_{ion}) 运动方向(见图 1)。

固定在金属板上的样品在气体中起到一个电极的作用, 气体离子漂向电极, 由于电压产生的电场使得 SE 加速朝向 ring 运动, 低真空 SE 得到足够的能量变成离子化的气体分子产生气流加大低真空 SE 信号是原来的 2~3 倍^[2, 3], 电极中样品和回路间诱导产生的电流携带电荷运动^[4]。在 ring 中产生的电流是图像的信号被认为是环境二次电子信号^[5], 由样品诱导产生的电流(导电样品)叫做离子电流, 也被认为是图像信号^[6]。所有在样品和 ring

间的这些信号在气体中都被提高, 所以在低真空条件下需要对各个参数进行适度调节才能得到最佳的二次电子图像。

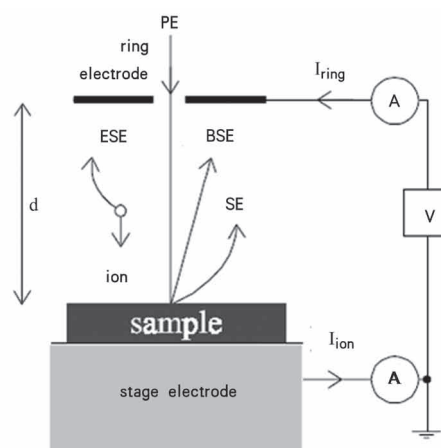


图 1 低真空 SEM 样品室的系统

1 试验部分

本文中图像都是采用 TESCAN 公司生产的 5136MM 扫描电镜拍摄, 利用该扫描电镜的小低真空 3~150MPa 部分拍摄不导电样品, 所有测量操作条件系统阐述图(见图 1)。采用的样品是高分子聚合物——改性的聚乙烯小球, 直接滴在玻片上, 用普通的双面胶把带有样品的玻片粘结在样品台上。这个样品是接近 $2\mu\text{m}$ 的绝缘小球, 较容易制作适合用于在低真空条件下形貌、电荷和气体离子对低真空 SE 图像分辨率的研究。

下面将介绍扫描电镜里操作参数变化所得到的一系列图像。在每一个图像中, 只有单一参数变化, 而其他参数保持不变。

2 结果和讨论

2.1 电压 (V) 作用离子诱导产生的图像对比

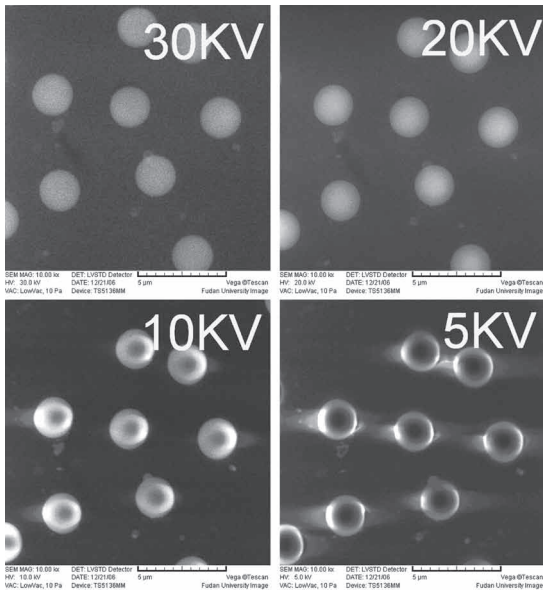


图2 加速电压作用离子诱导产生的图像分辨率的影响

工作电压变小会导致电子束能量变小，随着电子束能量变小，图像中心位置变黑的现象随着电压的减小逐渐增强，这是气体离子诱导信号抑制的动力学结果。图2是采用不同的电压作用于样品上，产生的不同的电子束能量作用后产生离子诱导的图像比较，简短地说，离子产生的越多相应的二次电子信号降低的程度就越大，图像变黑暗会更加明显。一般，如果 $V > \approx 1\text{kV}$ ；整体的电子产率会随着 V 增大而降低^[7]。有效的样品偏转会降低样品表面的电荷，因此随着 V 增加相应的图像黑色效应也会降低。

2.2 图像分辨率与低真空条件下空气压力(P)的依存关系

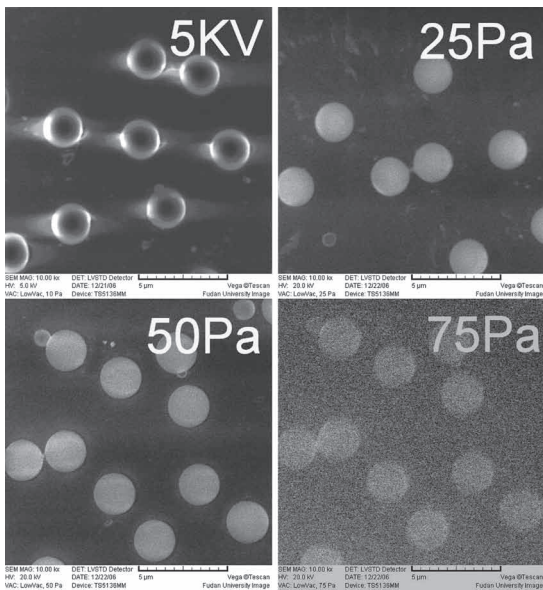


图3 图像分辨率与气压的依存关系

图3是在TESCAN仪器的低真空条件下改变空气压力由10Pa到75Pa压力逐渐增大，样品本身固有的明暗对比度对离子诱导产生的二次电子信号产生抑制作用而且十分明显。在低真空压力下，改变气压（也就是提高气体的在样品室的含量）会改变离子产生率和离子的平均自由路径^[8]（相对于样品和电极之间的距离）。因此气压提高后，从图3可以看出样品图像的分辨率差别很大，随着气压不断的加大，图像的分辨率明显降低，由于气压增多导致检测器接收二次电子减少，所以图像的分辨率明显下降。从图3上10Pa到75Pa也能明显看出图像的立体感大大减弱。

2.3 吸收电流的增大对低真空SE图像的影响

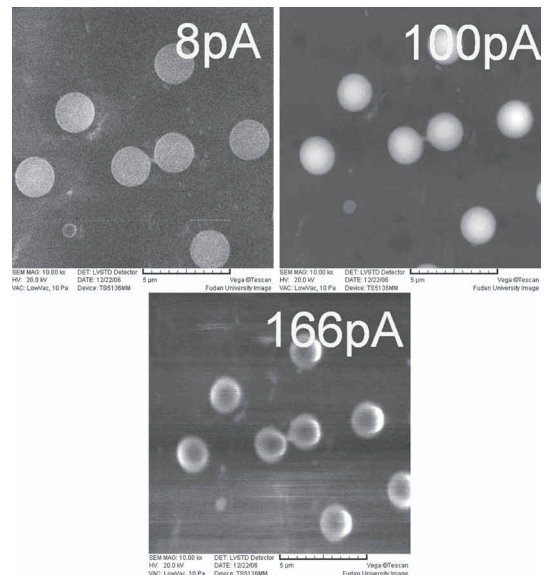


图4 吸收电流对低真空SE图像分辨率的影响

在高真空SEM拍摄图像时随着吸收电流增加图像的信号强度增加，分辨率也会大大提高，然而从图4上看到随着吸收电流增大微球在100pA时图像很清晰，并且具有较强的立体感，当吸收电路增大到166pA时图像发生明显变化，微球中心处开始变黑。出现这种特征主要是由于在负电荷表面电离产生的气体离子的聚焦造成的。曾有人探讨过气体离子会降低真空SE信号强度^[9,10]，具体对于SE抑制的大小与离子流有关。原则上，局部样品电荷产生侧向不均的离子聚焦会导致非样品本身固有的明暗差别增大如图4中图166pA中黑色部分。

2.4 工作距离(WD)对低真空二次电子图像影响

从图5分别得到WD在4mm和15mm的图像，从图上可以看出微球的明暗对比度有很大的差异。出现这种情况主要是由于气体离子的聚焦在4mm图像上比较显著造成的。随着工作距离的越小，离

子运动的平均速度越大,一旦碰撞离子快速扩散运动的可能性就会增大^[11],在某种程度上离子轨道大多数是随机的,离子-气体碰撞的角度会随着电极偏转增大而减小,而离子聚焦的效应会提高。从图5中4mm图像上看到样品微球明暗度明显下降,黑暗程度相对增加。一般在低真空下工作时,要仔细调节找出样品的最佳工作距离,如果工作距离远特别是在高的放大倍率下,信号接收效果差,工作距离过近气流也会影响信号接收效果,使图像的分辨率也会有所下降。

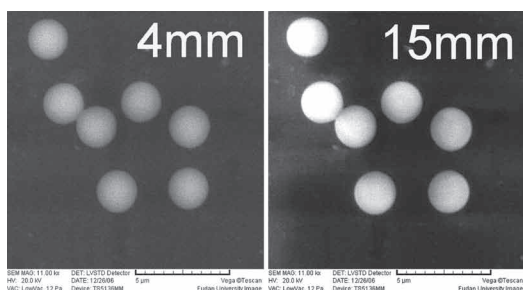


图4 工作距离对微球图像分辨率的影响

3 结论

在低真空环境下得到的二次电子图像的分辨率包含样品本身存在的和非样品本身存在的因素,非样品本身的因素主要是由于气体离子诱导抑止二次电子信号导致局部样品区域电子受到干扰。

从TESCAN 5136MM的操作参数里可以得出由于电压(V)作用离子诱导对图像的分辨率有很大影响,一般电压越低,图像出现变黑部分会越来越多;在低真空条件下设置气压的变化对图像也有很大的影响改变气压会改变离子产生率和离子的平均自由路径。因此气压提高后图像的分辨率明显降低;在低真空气体离子存在的情况下,样品吸收电流的变化会影响低真空SE信号强度,气压增大后

产生的离子流越大对低真空SE抑止越明显,会导致样品局部电荷不均匀产生黑色部分增加;在低真空环境下工作距离越小气体离子聚焦在样品上越明显,图像的分辨率也会相应下降。这些明暗差别参数也依赖于每一个样品个别特性。

参考文献

- Bradley L. Thial and Milos Toth Secondary electron contrast in low-vacuum/ environmental scanning electron microscopy of dielectrics, journal of applied physics 97,051101, 2005, 96:1~18
- Moncrieff, D.A., Robinson, V.N.E & Harris, L.B. Charge neutralisation of insulating surfaces in the SEM by gas ionization. J.Phys.D. 1978, (11):2315~2325
- Thiel, B.L., Bache, I.C., Fletcher, A.L., Meredith, P. & Donald, A.M. An improved model for gaseous amplification in the environmental SEM. J. Microsc. 1997, 187:143~157
- Toth, M., Kucheyev, S.O., Williams, J.S., Jagadish, C., Phillips, M. R. & Li, G. Imaging charge trap distributions in GaN using environmental scanning electron microscopy. Appl. Phys. Lett. 2000, 77: 1342~1344
- FEI(200)XI30 ESEM FEG SEM Operating Instructions. FEL Company, Boston
- Mohan, A., Khanna, N., Hwu, J. & Joy, D.C. Secondary electron imaging in the variable pressure scanning electron microscopy. Scanning, 1998, 20:436~441
- L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Springer, Berlin, 1985
- B.L. Thiel, I.C. Bache, A.L. Fletcher, P. Meredith, A.M. Donald, J. Microsc. An improved model for gaseous amplification in the environmental SEM, 1997, 187:143~157
- J.P. Craven, F.S. Baker, B.L. Thiel & A.M. Donald Consequences of positive ions imaging in low vacuum scanning electron microscopy, J. Microscopy 2002, 205:96~105
- M. Toth, B.L. Thiel & A.M. Donald, On the role of electron-ion recombination in low vacuum scanning electron microscopy, J. Microscopy 2002, 205:86~95
- E. Nasser, Fundamentals of gaseous Ionization and Plasma Electronics, Wiley-Interscience, New York, 1971

Resolution study of secondary electron image in low-vacuum SEM

Zhou Guangrong

(The Key Laboratory of Molecular Engineering of polymer, Ministry of Education, Department of Macromolecule Science, Fudan University, Shanghai 200433)

Abstract Secondary electron image in low vacuum acquired from uncoated specimen on the condition of a small amount of air, the pressure of low vacuum commonly amount to around 150MPa. Inhibition and formation of charge by combined action ion caused by collided gas from specimen and gas molecule toward to specimen surface if only there existed gas. Therefore some special surface information are obtained from uncoated or non-conductive specimen much better. The thesis analysis secondary electron resolution from beam energy, different gas pressure, charge-induced and so on in low-vacuum condition.

Key words Low-vacuum SEM Gas ion Charge Gain/black contrast