

低剂量显微成像技术在材料形貌表征中的应用

黎爽, 邓平晔

(北京市科学技术研究院分析测试研究所, 北京市科学技术研究院分析测试技术重点实验室, 北京 100089)

摘要: 显微形貌表征是新材料研发的基础, 其成像效果关乎科研工作质量。根据材料的特性和分析表征目的的需要, 建立了一项低剂量显微成像技术(Low-Dose Microimaging, LDM), 适用于场发射扫描电子显微镜在纳米尺度对材料的显微形貌表征。通过优化扫描电子显微镜的电子光源参数和仪器参数, 从而满足高空间分辨率、高信噪比、SE1 信号产额高的成像要求, 达到在真实客观反映材料显微形貌的基础上获得最佳成像质量的表征目的。同时, 低剂量的电子光源还具备辐照损伤小以及成像稳定这两个优点。低剂量显微成像技术已应用于多种材料表面超微结构的显微形貌表征, 收到了满意的成像效果, 为相关材料的研发起到了技术支撑作用。

关键词: 低剂量显微成像技术;扫描电子显微镜;显微成像质量;二次电子

The application of Low-Dose microimaging technology in characterization of material morphology

Li Shuang, Deng Pingye

(Institute of Analysis and Testing, Beijing Academy of Science and Technology, The Key Laboratory of Analysis and Testing Technology in Beijing Academy of Science and Technology Beijing 100089)

Abstract: The characterization of micro morphology is the basis of new material research and development, and its imaging effect is related to the quality of scientific research. According to the characteristics of materials and the needs of analysis and characterization, Low-Dose Microimaging (LDM) technology was established. This technology is suitable for field emission scanning electron microscopy to characterize the micro morphology of materials at the nanoscale. By optimizing the parameters of electron light source and instrument of scanning electron microscope, the imaging requirements of high spatial resolution, high signal to noise ratio and high SE1 signal yield can be met, and the characterization of the best imaging quality can be achieved based on the true and objective reflection of the material microscopic morphology. Besides, the low dose electron light source has the advantages of less radiation damage and stable imaging. This technology has been applied to the micro morphology characterization of the surface ultrastructure of various materials, and has received satisfactory imaging results, which plays a technical support role in the research and development of related materials.

Keywords: Low-Dose microimaging technology; Scanning electron microscope; Micro-imaging quality; Secondary electrons

场发射扫描电子显微镜作为材料科学研究中必备的科学工具，已在众多高等院校和研究机构逐渐普及。目前，在新材料和相关机理的研究与探索逐渐延伸到纳米尺度的科研背景下，唯有高质量的显微成像才能持续满足材料研究工作未来的发展需要[1]。但是，很多扫描电镜平台仪器设备老旧，科研条件有待进一步升级。因此，针对这一现状，在现有平台开发出新的显微成像技术以适应未来新型材料的研发成为必要。

1 原理

扫描电子显微镜是通过经加速、聚焦后的高能电子束入射到材料表面，激发并采集材料的二次电子（Secondary electrons, SE）信号，从而获得材料表面显微形貌的信息[2]。根据材料特性以及分析表征目的的需要，通过均衡、兼顾仪器的各种参数，进而获得较小的电子束斑尺寸以及高亮度的电子光源，使显微图像的空间分辨率、信噪比以及 SE1 信号产额均达到最佳状态，这是获得材料准确客观、高质量的显微图像的关键。

基于电子束低剂量技术，并依托仪器各项参数的性能[3] [4]，可以实现在纳米尺度高质量表征材料超微结构形貌的目的。以 Hitachi S4800 冷场扫描电子显微镜为例，首先，优化电子光源的束斑尺寸和束流能量，选择可以获得材料浅表面形貌信息的加速电压，控制电子束斑尺寸至最小，同时在弱束流条件下提高电子束流密度。其次，优化仪器参数，提高有效信号的采集效率，以获得高质量的显微成像效果。

2 显微形貌表征

2.1 仪器

日立 Hitachi S4800 冷场发射扫描电子显微镜。

2.2 参数设定

按照低剂量显微成像技术的要求，对扫描电镜的电子光源和仪器各参数进行设置，见表 1、表 2。

表1 扫描电镜电子光源参数的设置

| No. | 参数 | 设定值 | 目的 |
|-----|----------|--|---|
| 1 | 加速电压 | 1~20kV | 根据所表征材料的原子序数、质量、密度、导电等特性，选择合适的加速电压，获得最佳的图像空间分辨率和较高的 SE1 信号产额。 |
| 2 | 发射电流 | 5~10uA 设定，一般设定为 10uA。 | 根据所表征材料表面的导电性和显微成像的漂移量 |
| 3 | 探针电流 | 探针电流分为“High”、“Normal”两档，选择“Normal” | Normal 可使束流达到 pA 级别，是实现低剂量显微成像的关键 |
| 4 | 聚光镜(CL1) | 第一聚光镜的激发电流值，一般设置为 10，低于仪器默认值 5。 | 采用更小的电子束斑尺寸，可以提高显微图像的空间分辨率，同时降低电子光源的剂量，减少材料表面的辐照损伤。 |
| 5 | 物镜光阑 | 信噪比。同时在低工作距离条件下，较大的物镜光阑可提高电子束孔径角 α ，更适宜于材料表面形貌的高分辨表征。 | |
| 6 | 观察模式 | 采用 UHR（超高分辨率）模式可以在较小的工作距离 UHR 条件下提升显微图像的成像效果。 | |

表2 扫描电镜仪器参数的设置

| NO | 参数 | 设定值 | 目的 |
|----|-----------------------|--------------|--|
| 1 | (Working Distance,WD) | <8mm | 较小的工作距离可以减小电子束斑尺寸，提高纳米尺度成像的空间分辨率 |
| 2 | 探测器 | 上探测器 (Upper) | 采用上探测器收集二次电子信号，可以在较小工作距离条件下提高显微图像的信噪比。 |
| 3 | 样品台锁定 3 (Stage Lock) | On | 开启样品台锁定功能，可以屏蔽环境振动对成像的影响，提高显微成像过程中的稳定性。 |
| 4 | 样品仓真空 | <10-4Pa | 样品仓的高真空环境可以有效保证图像的空间分辨率和信噪比，同时保持较高的信号采集效率。 |

2.3 结果及讨论

分别采用低剂量技术和仪器默认的常规剂量对经酸腐蚀后的金属丝表面的蜂窝状超微结构进行成像，如图 1、图 2 所示。在相同显微尺度下，可以观察到采用低剂量成像技术图像衬度好、成像质量高，蜂窝状结构细节信息呈现清晰，这主要得益于低剂量的电子光源、合适的电子束斑尺寸以及高亮度的贡献。而采用仪器默认设置的常规剂量成像，由于过高的电子光源能量、过大的电子束斑尺寸，加之影响信号采集效率的仪器参数，导致其图像衬度、成像质量以及细节信息的呈现均逊于前者。

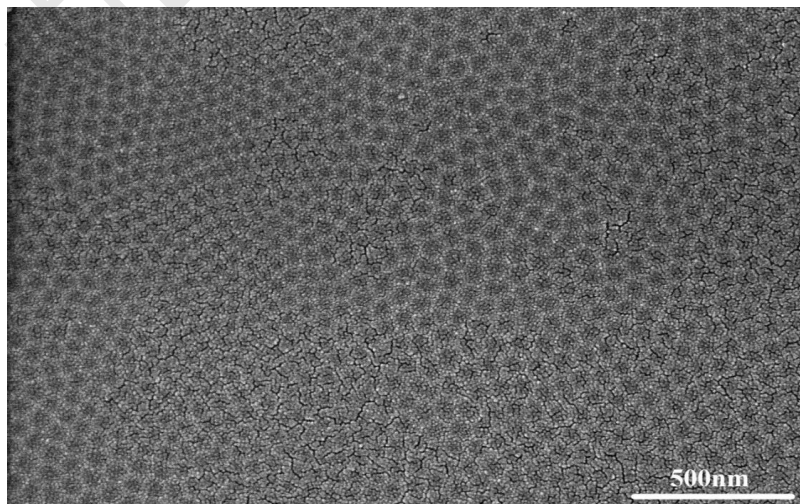


图 1 采用低剂量技术的金属丝表面超微结构形貌图像（加速电压 15kV）

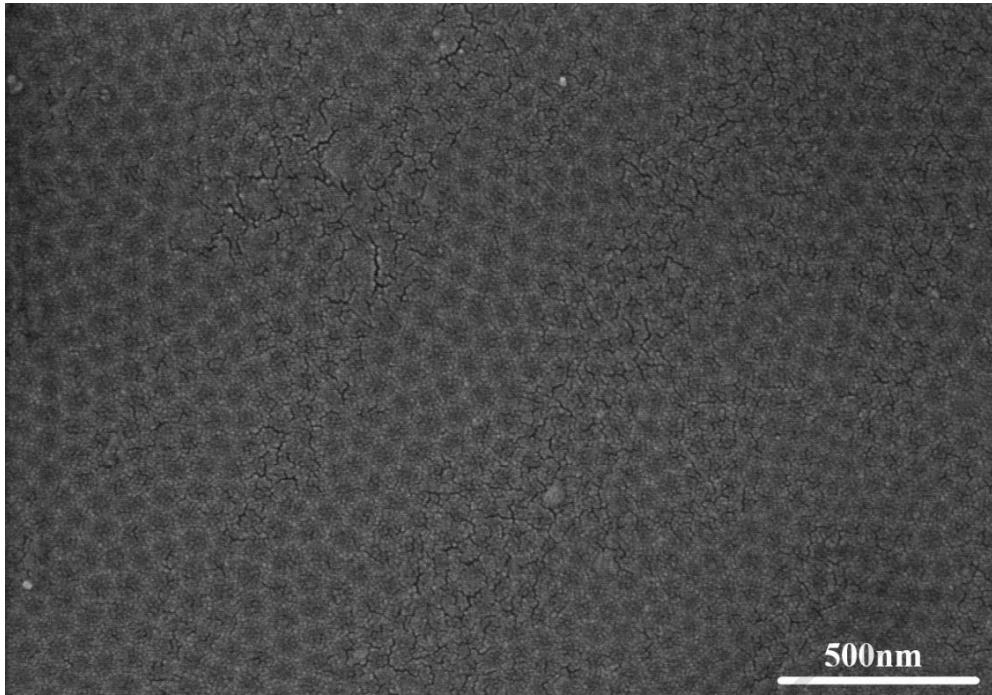
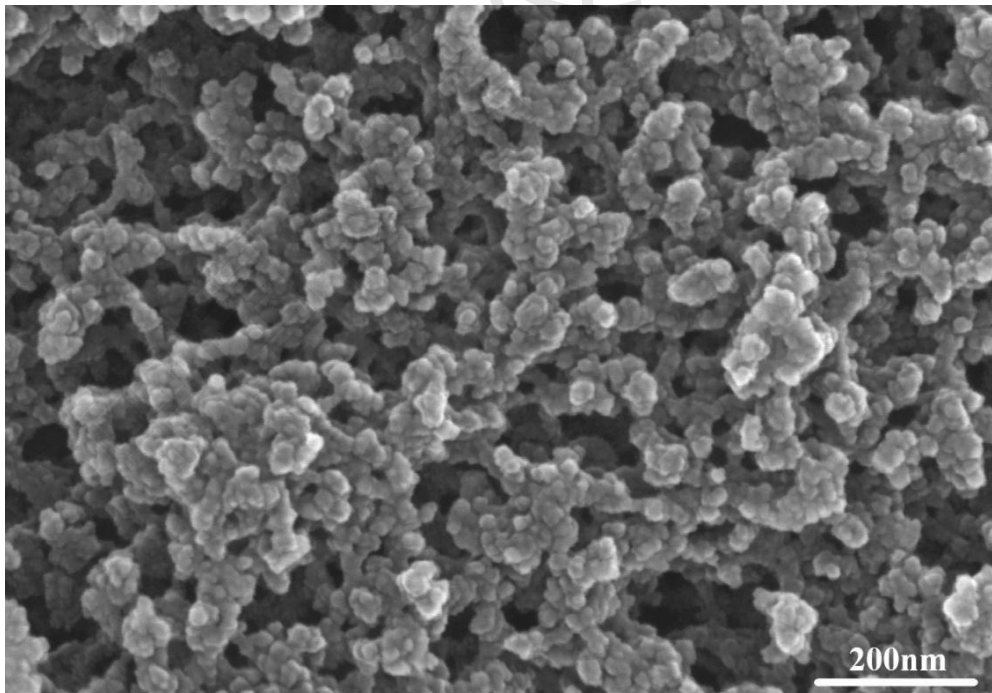


图2 采用常规剂量的金属丝表面超微结构形貌图像（加速电压 15kV）

采用低剂量显微成像技术分别对 SiO₂ 气凝胶、碳纳米管、自组装 SnO₂、鱼类牙根、共价



有机材料(COFs)和V₂O₅ 薄膜截面进行显微形貌表征，如图3~图8所示。

图3 SiO₂ 气凝胶表面显微形貌图像（加速电压 20kV）

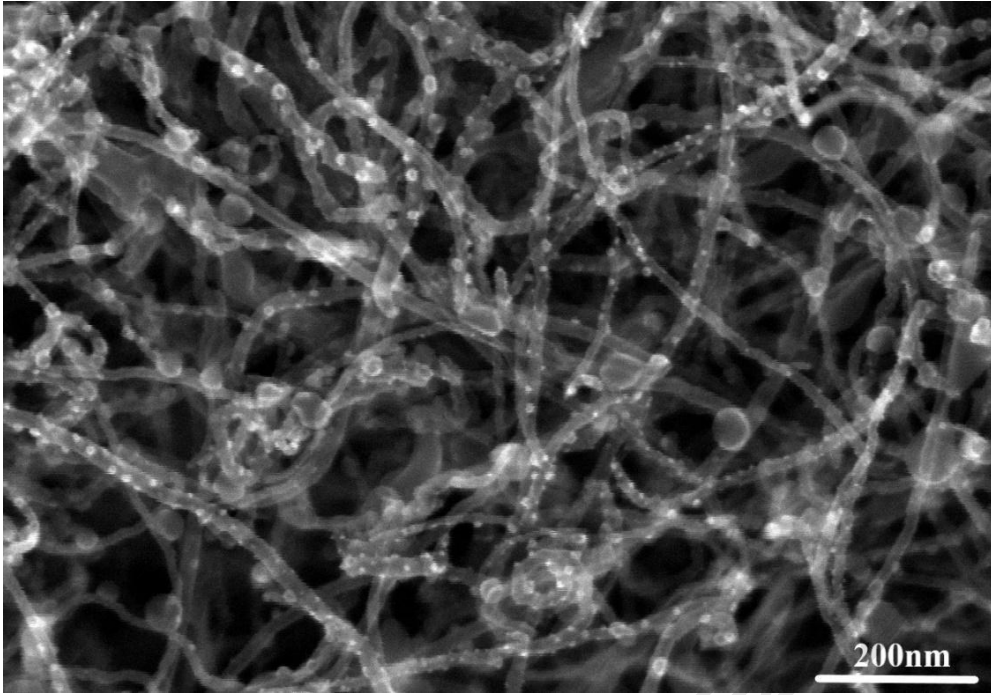


图 4 碳纳米管表面显微形貌图像（加速电压 15kV）

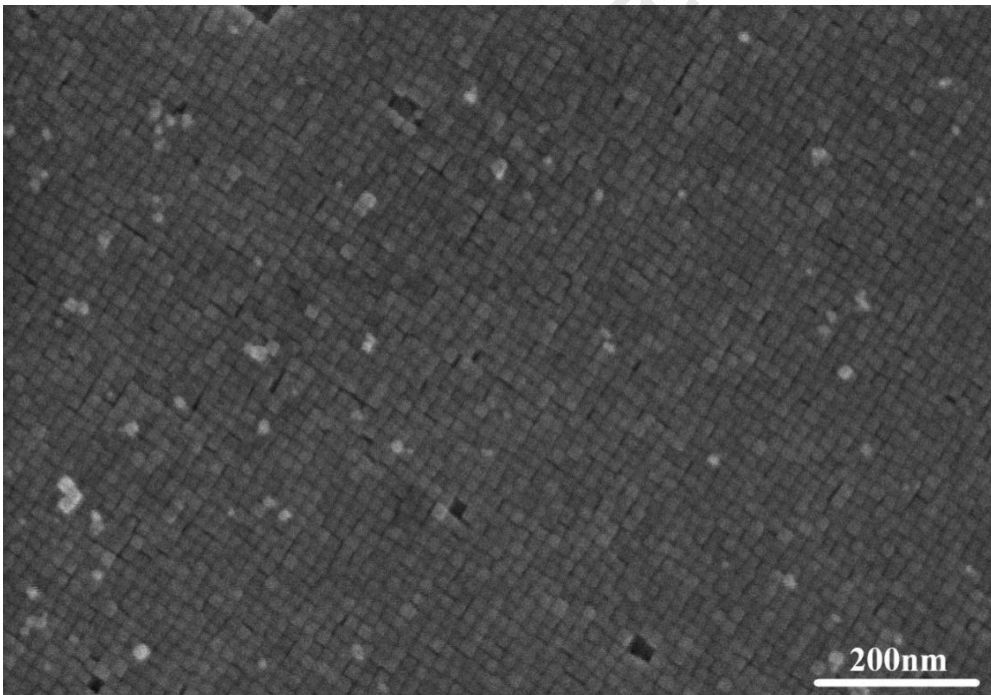


图 5 自组装 SnO₂ 表面显微形貌图像（加速电压 5kV）

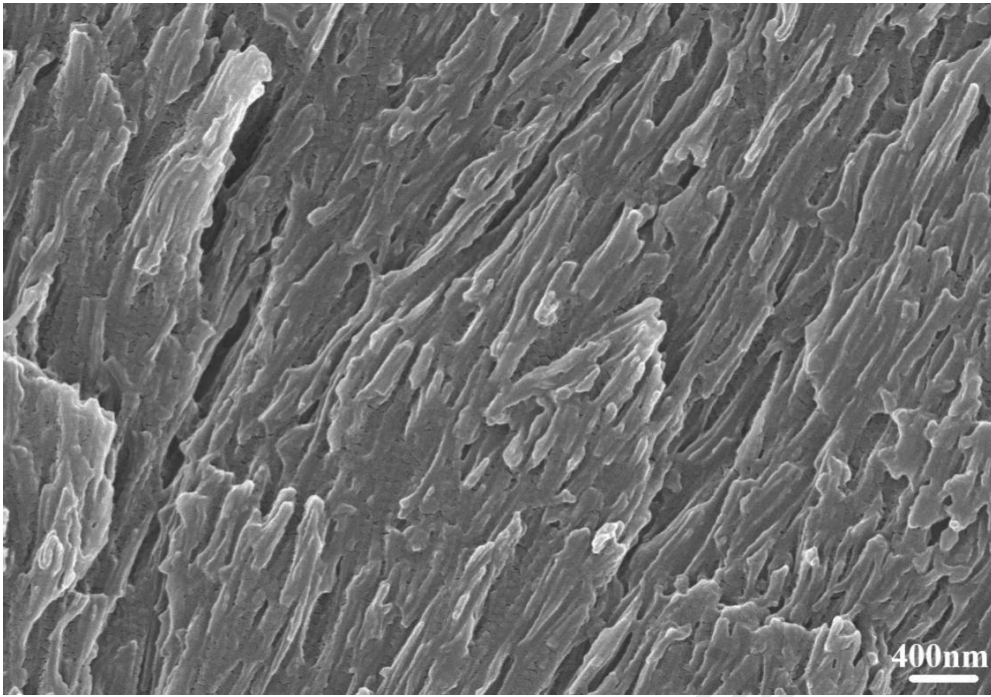


图 6 鱼类牙根表面显微形貌图像（加速电压 15kV）

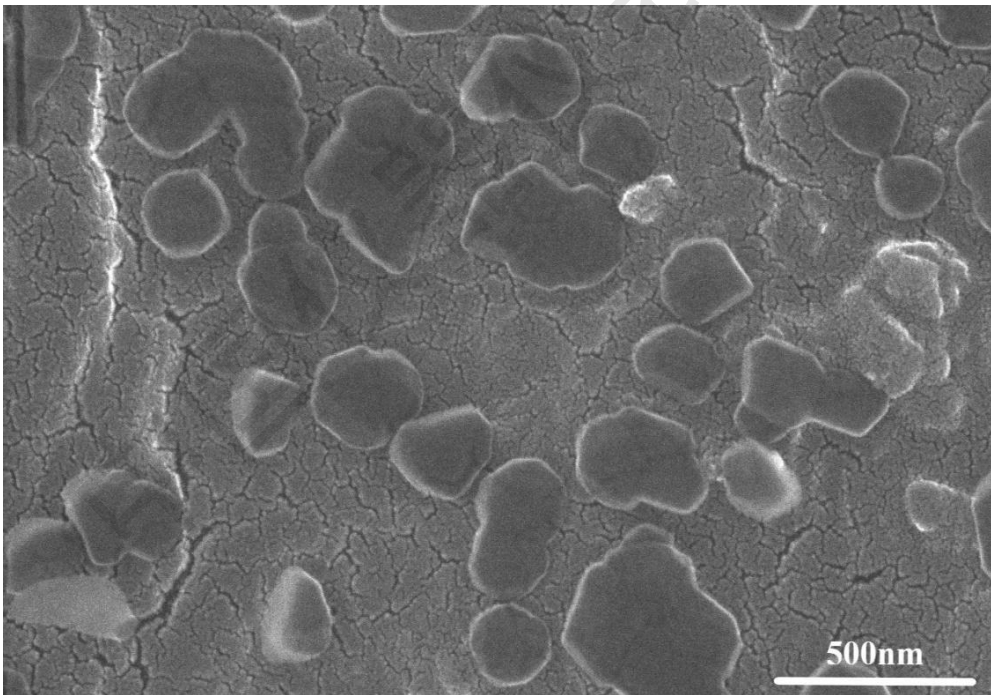


图 7 共价有机材料(COFs)表面显微形貌图像（加速电压 5kV）

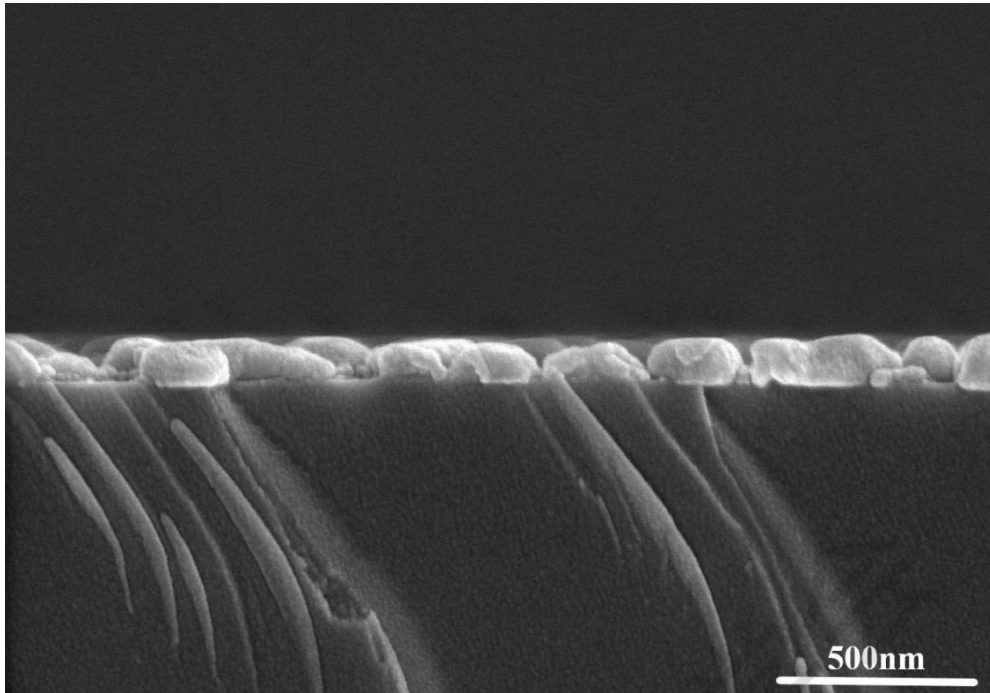


图8 V2O5 薄膜截面显微形貌图像（加速电压 5kV）

通过观察，该技术在保证 SE1 信号产额较高以及材料无损的前提下[5]，可以满足多种加速电压条件下形成的不同尺寸的电子束斑对材料表面进行高分辨显微形貌成像。由此可见，低剂量显微成像技术优化了成像效果，显著提高了显微图像的质量，尤其突出了冷场发射扫描电镜高分辨、高亮度的技术优点。

低剂量显微成像技术具备以下优点：1) 高质量的成像效果，低加速电压条件下的成像质量得到显著提高，具备良好的成像衬度；2) 材料浅表面形貌呈现清晰，可以准确反映材料真实的显微形貌信息；3) 克服了电子光源对材料表面的辐照损伤，减少了材料表面的碳沉积效应，实现了材料表面的无损观察，适合电子束敏感材料（如高分子材料、生物材料等）的高分辨显微形貌表征；4) 纳米尺度成像无漂移、晃动，具备良好的成像条件；5) 该技术适用于常规冷场扫描电镜平台的日常分析表征，在当今科研工作中能够表现出更加优异的性能，充分发挥其科研价值。

3 结论

低剂量显微成像技术通过优化扫描电镜电子光源和仪器参数，实现了高质量表征材料表面超微结构形貌的目的。该方法与场发射扫描电子显微镜的匹配度高，可以充分发挥其性能优点，具备潜在的技术推广价值。同时，低剂量显微成像技术在扫描电镜形貌表征中的应用，可为科研人员对相关材料的研究分析提供参考。

参考文献：

- [1] 陈厚文，王蓉. 研究沸石结构的低剂量高分辨电子显微学方法[J]. 分析测试学报, 2008, 27(9): 1011-1013.
- [2] 杨显，胡建军，郭宁等. 扫描电子显微镜成像模式在金属材料研究中的选用[J]. 重庆理工大学

学学报, 2018, 32(7): 132-137.

- [3] Perrie Yvonne; Ali Habib; Kirby Daniel J et al .Environmental Scanning Electron Microscope Imaging of Vesicle Systems [J].Methods in molecular biology,2017,Volume1522: 131-143.
- [4] 周武 . 石墨烯的低电压扫描透射电子显微学成像研究 [J]. 电子显微学报, 2018, 37(5): 524-531.
- [5] Eisuke Takai; Gai Ohashi; Ryuichi Ueki et al .Scanning electron microscope imaging of amyloid fibrils [J].American journal of biochemistry & biotechnology,2014, Volume 10, Issue 1: 31-39.

中国仪器仪表学会