

檢測技術 II

電子顯微鏡

Electron microscope

分類

電子顯微鏡依照其操作方式及偵測方式的不同，
可分為兩種：

- (1)掃描式電子顯微鏡(scanning electron microscope, SEM)
- (2)穿透式電子顯微鏡(transmission electron microscope, TEM)
- (3)掃描穿透式電子顯微鏡(scanning transmission electron microscope, STEM)

定義

- 電子顯微鏡 (electron microscope, EM) 一般是指利用電磁場偏折、聚焦電子及電子與物質作用所產生散射之原理來研究物質構造及微細結構的精密儀器。
- 一項利用電子與物質作用所產生之訊號來鑑定微區域晶體結構(crystal structure, CS)、微細組織 (microstructure, MS)、化學成份 (chemical composition, CC)、化學鍵結 (chemical bonding, CB) 和電子分佈情況 (electronic structure, ES) 的電子光學裝置。

History

- 1934年Ruska氏在實驗室製作第一部穿透式電子顯微鏡transmission electron microscope, TEM), 1938 年, 第一部商售電子顯微鏡問世。在1940年代, 常用的50 至100 keV 之 TEM 其分辨率(resolving power) 約在10 nm左右, 而最佳分辨率則在2至3 nm之間。當時由於研磨試片的困難及缺乏應用的動機, 所以鮮為物理科學研究者使用。
- 其後由於試片磨製技術的進展及各種研究方法的改進, 才使得今日TEM成為奈米尺度下研究的利器。

TEM

- 晶體結構
- 微細組織
- 化學組成
- 電子分佈
- 繞射影像



JOEL JEM-3200FS

History

- 掃描式電子顯微鏡 (scanning electron microscope, SEM) 原理的提出與發展，約與TEM同時；但直到1964年，第一部商售SEM才問世。由於SEM為研究物體表面結構及成份的利器，解釋試片成像及製作試片較容易，此外還有許多其他優點，目前已被廣泛的使用。

SEM

- Specimen chamber pressure: Up to 50 Pa
Resolution: 3.0nm at 30kV (BEI)
Gun chamber pressure: 5×10^{-7} Pa or less
- 二次電子、背向散射電子
- 微細結構
- 成分分析

EDX



note: photo shows nonstandard options

JOEL JSM-7001F

Mini SEM

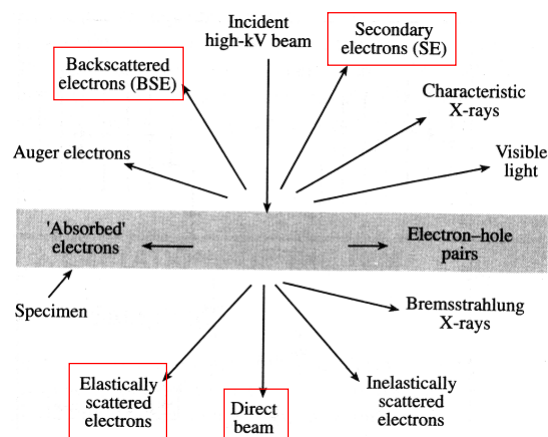
- 抽真空速度快，開機初抽真空三分鐘內即可完成，換樣後兩分鐘即可獲得圖像
- 小型化
- 解析度差
- 放大被率較小



電子束與物質作用

- 即電子與材料試片作用所產生的訊號，可分為三大類：
- (一) 電子訊號- 未散射電子、散射電子(包括彈性、非彈性反射和穿透電子及被吸收電子)、激發電子(包括二次電子及歐傑電子(Auger electron))
- (二) 電磁波訊號- X光射線(包括特性及制動輻射)、可見光(陰極發光)
- (三) 電動勢- 由半導體中電子-電洞對的產生而引起

電子束與物質作用



特徵X ray

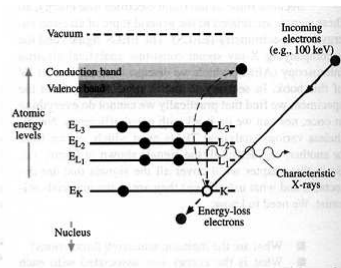
Ionization : Knock-out the inner shell e^-

$L \Rightarrow K$

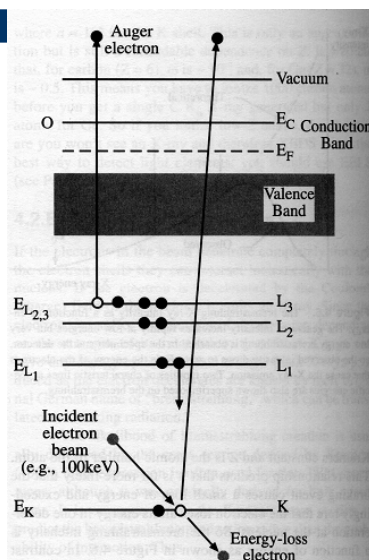
Transition : $M \Rightarrow K$

$M \Rightarrow L$

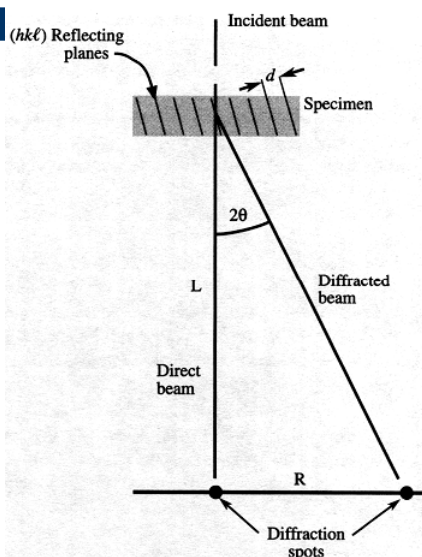
Characteristic X-ray : $L \Rightarrow K : K_{\alpha}$ X-ray
 $M \Rightarrow K : K_{\beta}$ X-ray



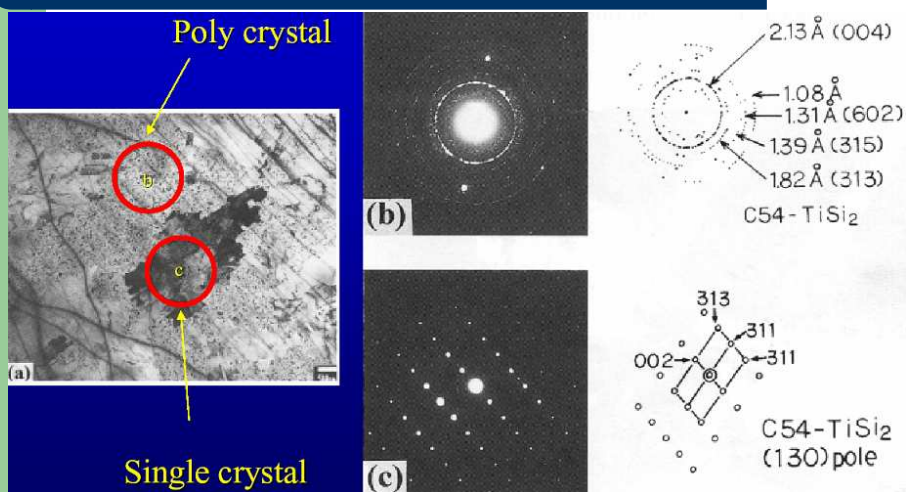
Auger electron 歐傑電子



Diffraction 繞射



TEM images of TiSi_2



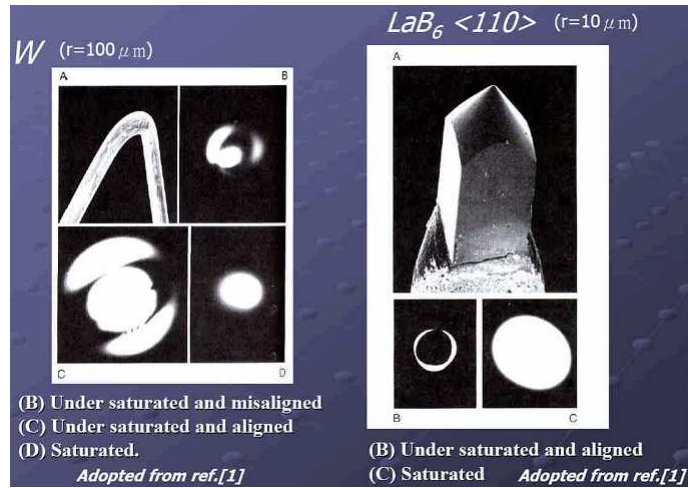
電子顯微鏡之結構

- 1.照明系統
 - 電子槍, 聚光鏡
- 2.成像電磁透鏡系統
- 3.試片室
- 4.影像訊號偵測記錄系統

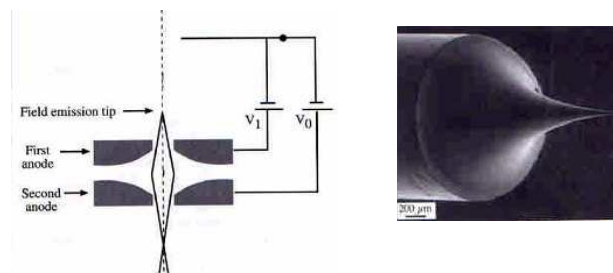
照明系統- 電子槍

- 發射電子束之電子源
- 電子源：
 - 熱游離發射(thermionic emission) (鎢絲, LaB_6), 當到達足夠溫度時, 發射出電子束。
 - 場發射槍 (field emission gun, FEG), 加負電壓於一金屬尖端上, 所加強電場由此尖端吸出電子而形成發射電流, 完全不加熱之場發射槍產生之電子束可小至幾埃, 但其穩定性較差。
- 三種電子源的亮度(brightness)比大致為：
鎢絲： LaB_6 ：場發射槍 = 1:10:10³

Thermionic filaments



Field emission gun

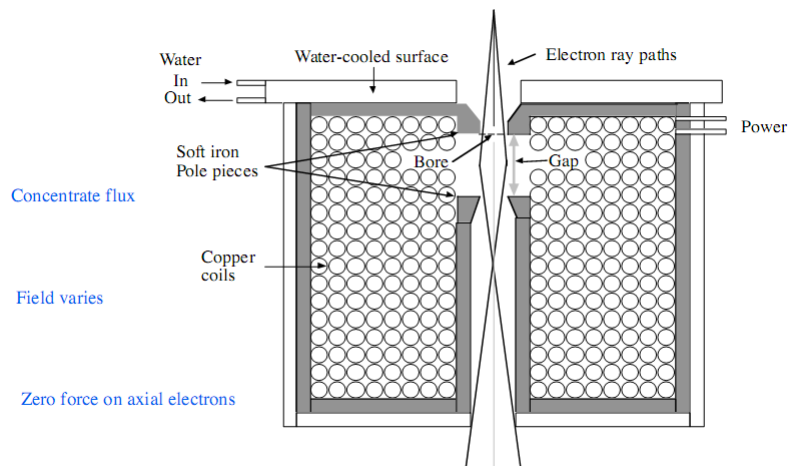


- V_1 = several kV, extraction voltage
- V_0 = 100kV ~ MV, accelerating voltage

Electron sources

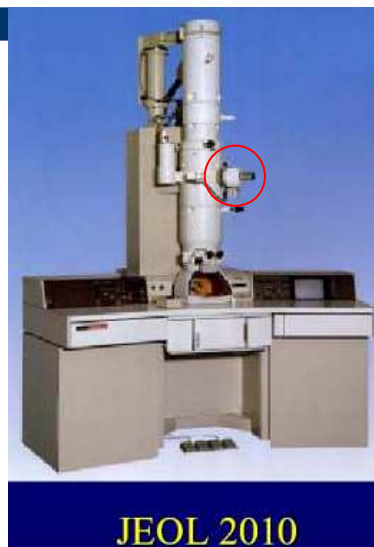
	Thermal emission		Field emission		
	W	LaB6	Thermal W(100)	Schottkey ZrO/W	Cold W(310)
Energy spread(eV)	2.3	1.5	0.7~1.0	0.7~1.0	0.5~0.7
Condition life(hr)	40~80	10000	Long life		
Vacuum(Pa)	10^{-3}	10^{-5}	10^{-7}	10^{-7}	10^{-8}
Temp(*K)	2800	1800	1600	1800	300
Emission current(A)	$10^{-7} \sim 10^{-6}$			$10^{-12} \sim 2 \times 10^{-7}$	$10^{-13} \sim 2 \times 10^{-9}$
Short time stability	1%	1%	7%	1%	5%
Long time stability	1%/Hr	3%/Hr	6%/Hr	1%/Hr	(5%/15min)
Current efficiency	100%	100%	5%	10%	0.3%

Magnetic lens

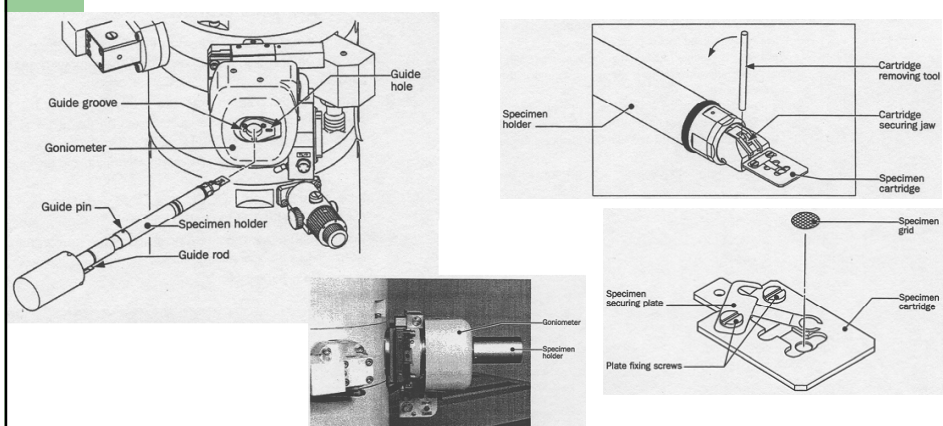


試片室

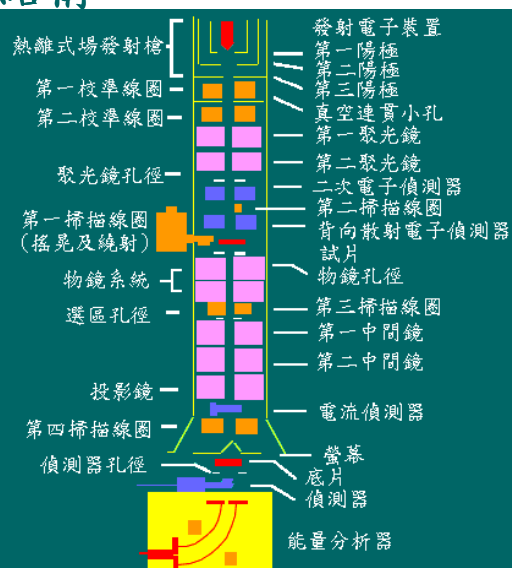
- 試片基座(specimen holder)可分兩類，即 1..側面置入(side entry)式基座， 2..自上置入(top entry)式基座。其名稱乃由試片置入電子顯微鏡中觀察位置之方式而來。側面置入式基座操作較易，適宜作大角度之傾斜；自上置入式基座則適於高分辨之應用。主要因試片置入物鏡中位置之差異而決定其特性。對試片室或試片基座視情況而有各種不同需求，包括：1.高度真空。2..大角度傾斜及旋轉。3..可施應力。4.可加熱。5..可冷卻。6..可控制試片附近氣氛等。近年來特殊應用更包括：7.將離子加速器產生之離子導入作輻射損傷觀察。8.分子束磊晶系統蒸鍍薄膜之臨場觀測。



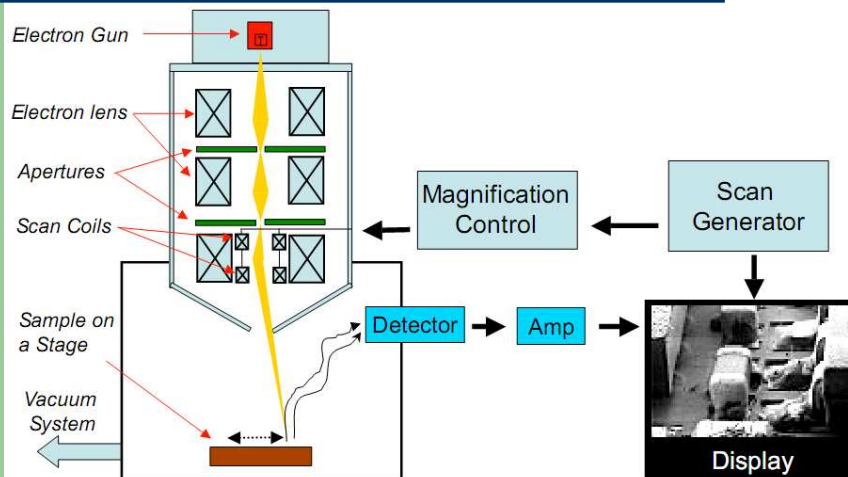
Sample holder



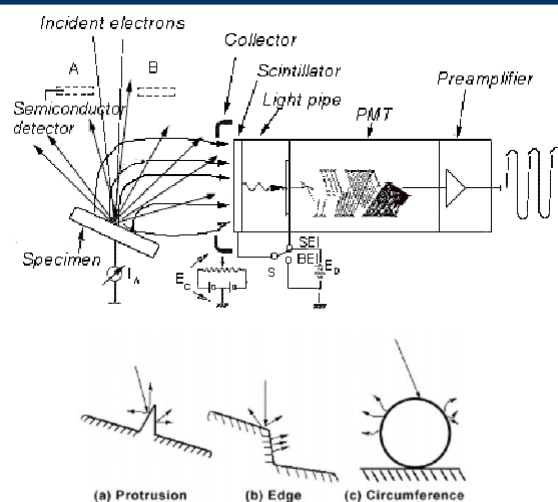
TEM之結構



SEM之結構

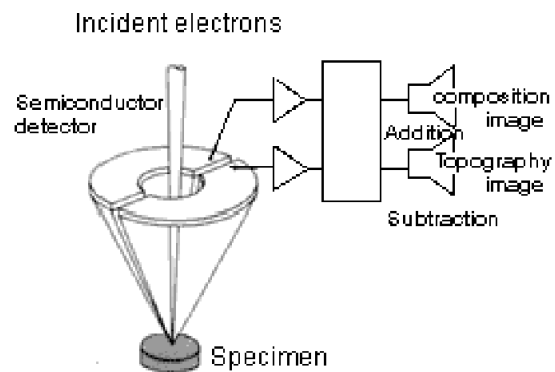


Secondary electron detector



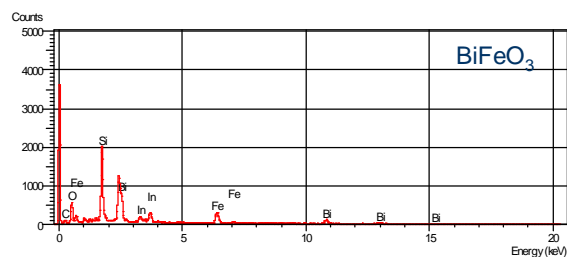
Backscattered electron detector

- 不導電樣品

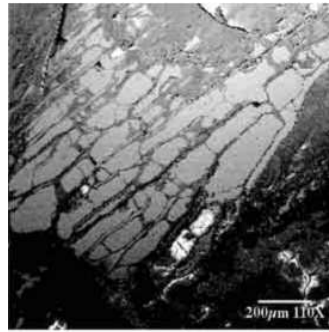


Energy dispersive X-ray spectrometer, EDX

- 能量散佈分析儀
- 分析電子與試片作用產生X光能量散佈的儀器
- 可在短時間內取得數據以量測材料成份，但較不精確，長於定性分析。
- 常見於SEM機台

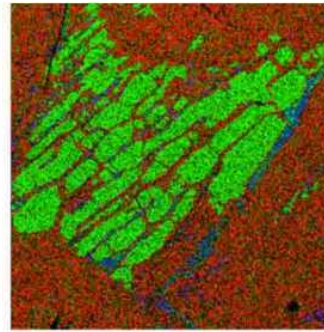


EDX mapping



SEM Mapping Image

Ni/Fe Meteorite



EDX Map

FeOx Fe Ni

Wavelength dispersive spectrometer, WDS

- 波長散佈分析儀
- 分析電子與試片作用產生X光波長散佈的儀器
- 取數據一般靠偵測器旋轉，在不同角度順序（sequentially）偵測X光訊號，須要相當長的時間（數十分鐘），優點是較精確，適合定量分析（quantitative analysis）。
- 常見於TEM機台