

两种背散射电子检测器的成像对比

田娜娜¹, 石林虎, 刘士新, 高彤彤, 方舟, 靳凤民, 邹少兰

(天津大学化工学院, 天津 300350)

摘要: 背散射电子探测器在现代扫描电镜中扮演着重要的角色, 广泛用于取向衬度和成分衬度检测。然而, 探头类型、电子束能量、驻留时间、工作距离等众多影响因素的存在, 研究人员常常面临着难以选择合适参数以获得最佳背散射图像的问题。本案例通过在两种背散射电子检测器条件下对上述影响因素进行系统研究, 旨在为研究人员提供合适选择的方案, 以解决这一普遍存在的挑战。

关键词: 电子束能量; 驻留时间; 工作距离; 取向衬度; 成分衬度; 探头类别

中图分类号: Q652.2

文献标识码: A

1 引言

背散射电子 (Backscattered Electrons, 简称 BSE) 是由入射电子束与原子核的弹性散射或非弹性散射所产生的高能电子。BSE 的产率, 即出射的 BSE 数与入射电子数之比, 取决于样品平均原子序数: 平均原子序数越高, 或元素越重, 衬度就越亮。

当入射电子束作用在试样表面以后, 经过弹性碰撞和非弹性碰撞后会从试样表面逸出。BSE 的发射深度约为试样表面以下 10 nm~1 μ m, 展现样品更深处结构信息。

BSE 的能量高于 50 eV。它们从试样表面逸出的方向是不规则的, 其数量则与入射电子的入射角和试样物质的平均原子序数 Z 有关。 Z 越大, 被散射的入射电子数越多, 因此背散射电子可以反应样品的元素分布。同时背散射电子的产额也会受到样品表面形貌的影响, 所以背散射电子信号同时会反映样品表面的形貌和成分衬度。

赛默飞世尔科技有限公司型号为 Apreo S 的热场发射扫描电镜具有独立的用于收集背散射电子信号的两种探测器, 分别为位于极靴最下方的低位探测器 T1 与位于极靴下方可伸缩式探测器 DBS。本文将两种钛合金样品为例, 从硬件构成、工作距离及滞留时间几个方面浅谈一下两种背散射专属探测器对晶体取向衬度的成像差异。

2 两种背散射电子探测器的成像对比分析

¹基金项目: 天津大学研究生院研究生创新人才培养项目(YCX2023015, YCX202209, YCX202041)

2.1 硬件简介

两种背散射探测器的硬件位置示意图如下图 1 所示，T1 探头位于极靴的最下方，而定向背散射探测器 DBS 使用时位于极靴与样品台之间，为可伸缩式。

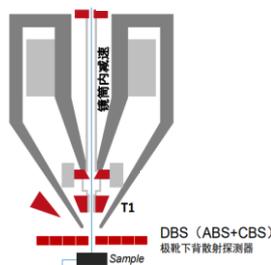


图 1 两种探测器的示意图

2.1.1 T1—极靴内背散射探测器

T1 探测器主要用于收集背散射电子信号。它提供了复合材料的成分衬度信息。在 OptiPlan 和 Immersion 工作模式下，它能够检测整个加速电压范围内的背散射电子，这要归功于高电势下的 A 管在极靴内加了 8 kV 的高压，能够将 BSE 信号加速到检测器。在标准工作模式下，T1 在较低的电压下就能够得到强烈的 BSE 信号对比度。

T1 为极靴内的 BSE 探测器，这一功能探测器被分为 A 与 B 两部分，如图 2 所示。这两部分探测区既可以分别单独收集 BSE 信号，也可以组合收集，分别为 A、B、A-B 与 A+B 四种模式，而 A-B 更多的是反应形貌信息，A+B 提供的则是成分衬度信息。

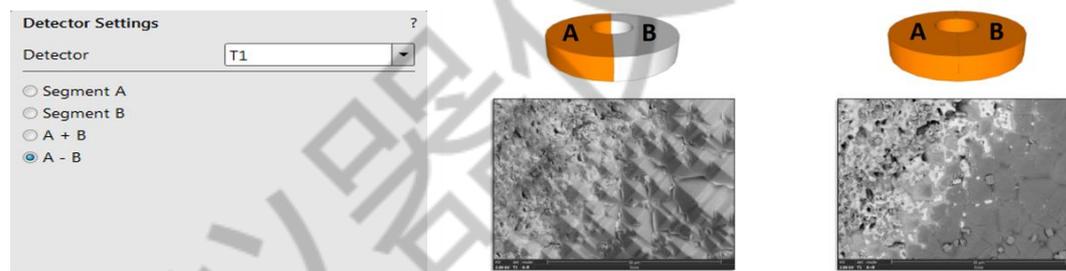


图 2 T1 的信号采集模式

2.1.2 DBS—定向背散射电子探测器

定向背散射电子探测器(Directional Backscatter Electron detector, 简称 DBS)通过利用同心背散射采集模式过滤不同角度与不同环型区域的信号采集 BSE 信号，从而得到样品表面和成分信息。也可基于成像条件精确地选择角度范围采集不同角度的 BSE 信号，以此揭示样品的独特信息。热场发射扫描电镜 Apreo S 的 DBS 探测器包括两种，如下图 3 所示。具体为：同心背散射探测器(Concentric Backscattered Detector, 简称 CBS)与角度背散射探测器(Angular Backscattered Detector, 简称 ABS)。

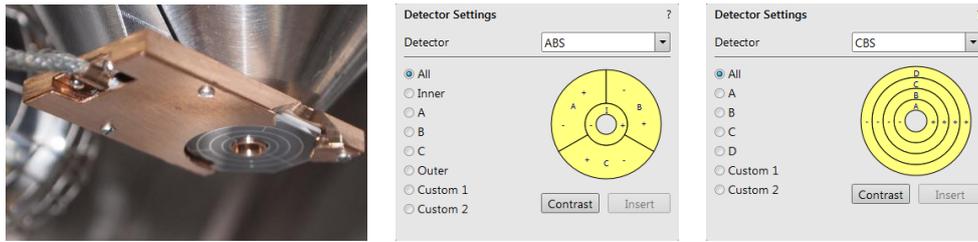


图3 DBS 的信号采集模式

2.2 成像的几个影响因素对比分析

2.2.1 加速电压及电流

通常下，增加扫描电镜的加速电压和束流会增大电子束能量，导致其在样品中穿透深度增加，削弱了衬度提高图像的分辨率。与此同时，探头特性对成像效果也密切相关。在本例中，选择了高熵合金样品，分别研究了不同探头工作条件下，电压和电流选择对图像的影响。

利用 T1 探头分别在 5 kV - 0.2 nA、10 kV - 0.8 nA 和 15 kV - 1.6 nA 条件下采集了 BES 图像，如图 4 所示。5 kV - 0.2 nA 条件下，粗大晶粒和细小晶粒的晶粒取向衬度均得到较好呈现，图像色调均一。10 kV - 0.8 nA 和 15 kV - 1.6 nA 条件下，存在局部亮区。在样品制备过程中，常常会引入残余应力，而内层残余应力的分布不均匀导致上述情况的出现。T1 探头在低电压低电流模式下表现出了更好的 BES 成像效果。

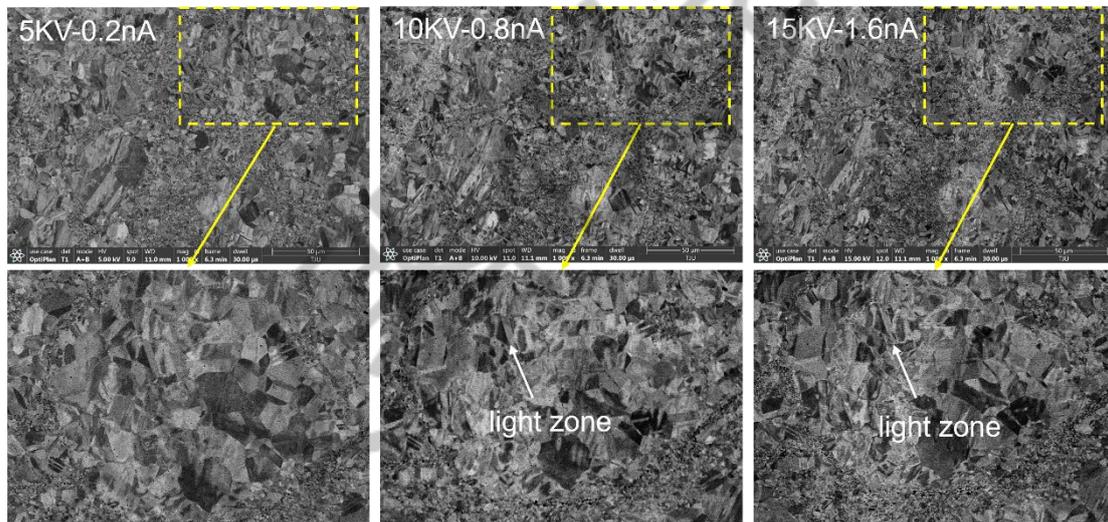


图4 T1 拍摄不同电压电流的高熵合金 BSE 图像

利用 CBS 探头同样在 5 kV - 0.2 nA、10 kV - 0.8 nA 和 15 kV - 1.6 nA 条件下采集了 BES 图像，如图 5 所示。可以明显观察到，随着电压电流升高，CBS 探头表现出的取向衬度效果得到明显改善。

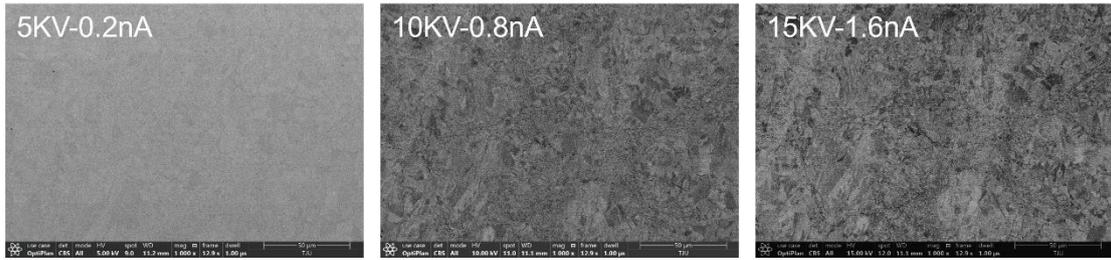


图5 CBS 拍摄不同电压电流的高熵合金 BSE 图像

上述实验结果表明，随着电压电流的增大，图像清晰度得到明显改善。于此同时，样品制备过程中引入的残余应力对图像效果的影响也更加显著。针对不同探头特性而言，T1 探头在低电压和低电流条件下工作可获得较好 BES 图像效果。CBS 探头则更加适合在高电压高电流模式下工作。

2.2.2 驻留时间

驻留时间是指电子束在样品表面停留的时间，它在 BSE 成像中具有重要作用，影响多个关键参数。通常情况下，较长的驻留时间会允许更多的 BSE 激发并被探头捕获，提高信噪比，从而获得更清晰的图像。然而，这也伴随着图像获取速度的减慢，因为更长的驻留时间需要更多的时间来获取高质量的图像，增加了成本和时间投入。

本案例选择高熵合金样品，通过对不同探头条件下的不同驻留时间进行研究，以深入探讨驻留时间对成像效果的影响。在 5 kV - 0.2 nA 条件下，使用 T1 探头采集了高熵合金 BSE 图像，分别设置驻留时间为 500 ns、5 μ s、30 μ s。结果如图 6 所示。随着驻留时间增加，图像分辨率逐渐提升，同时取向衬度逐渐增加。整体表现出随着驻留时间增加，图像效果逐渐改善。然而，较大的驻留时间会带来更高的时间成本，因此在实际扫描电镜操作中，研究人员通常需要在图像分辨率和采集效率之间权衡，根据具体实验需求进行选择。

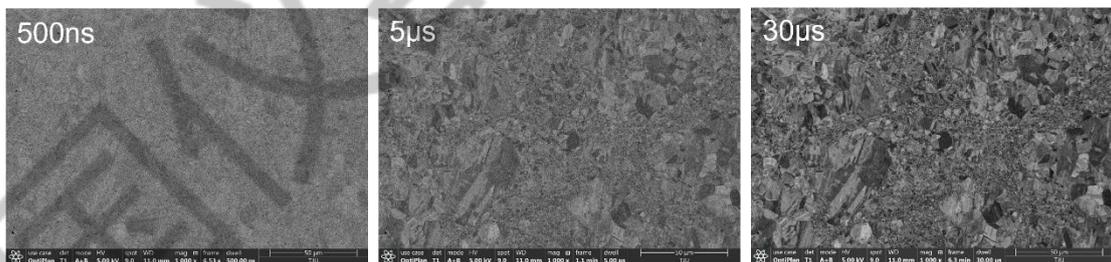


图6 T1 拍摄不同驻留时间的高熵合金 BSE 图像

此外，在 15 kV - 1.6 nA 条件下使用 CBS 探头进行了 BSE 图像采集，同样设置了不同驻留时间，分别为 500 ns、1 μ s、5 μ s。如图 7 所示，随着驻留时间增加，BSE 图像的分辨率和衬度均得到明显改善。然而，驻留时间增大到 5 μ s 时，出现了图像上下部分亮度不均

一的现象。因此，在使用 CBS 探头时，需要避免设置过长的驻留时间。

综上，增加驻留时间能够显著改善 BSE 图像分辨率和取向衬度，但也会增加时间成本。实验人员需要在图像质量和数据采集效率之间做出权衡，选择适当的驻留时间以满足研究需求。对于 CBS 探头而言，需要特别注意避免设置过长的驻留时间以防止图像亮度不均一的问题。

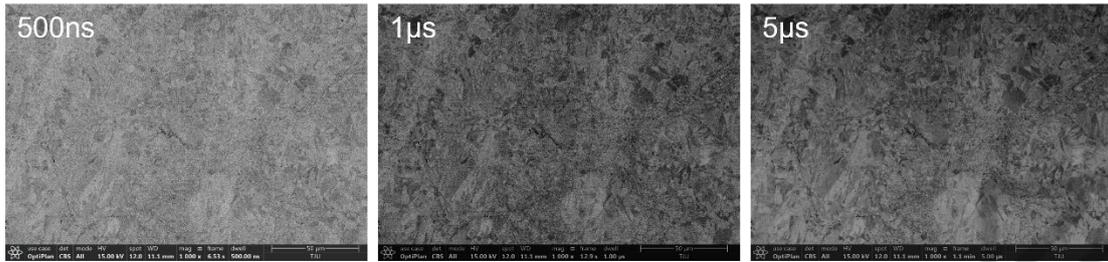


图 7 CBS 拍摄不同驻留时间的高熵合金 BSE 图像

2.2.3 工作距离

工作距离(WD)是指样品表面与物镜之间的距离，是影响图像质量的重要因素之一。本例中选取了两种合金样品，分别考察了同一探头不同工作距离以及不同探头同一工作距离对图像的影响。首先，利用 T1 探头拍摄了两种钛合金的 BSE 图像，如下图 8-9 所示。

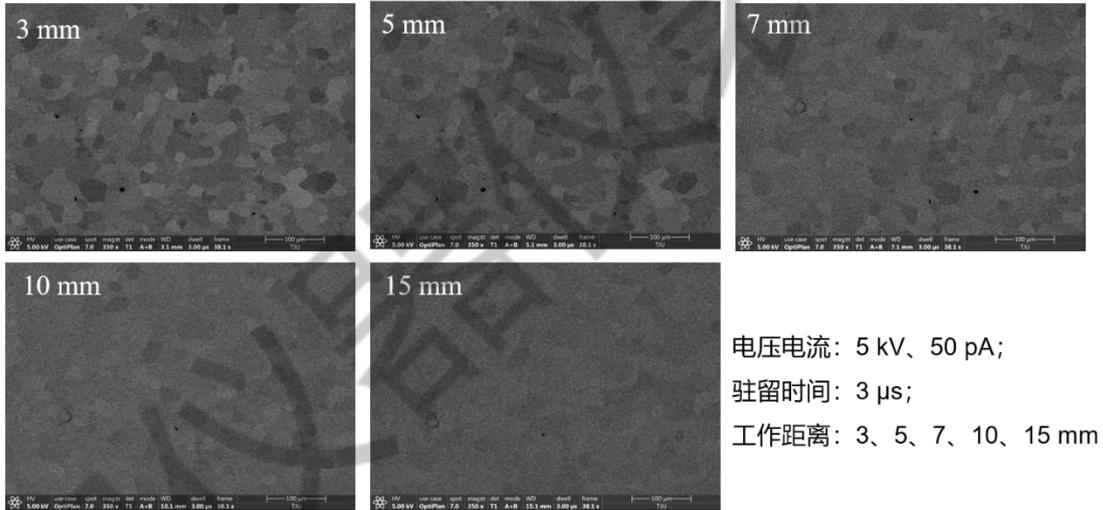


图 8 T1 拍摄不同 WD 的钛合金 BSE 图像

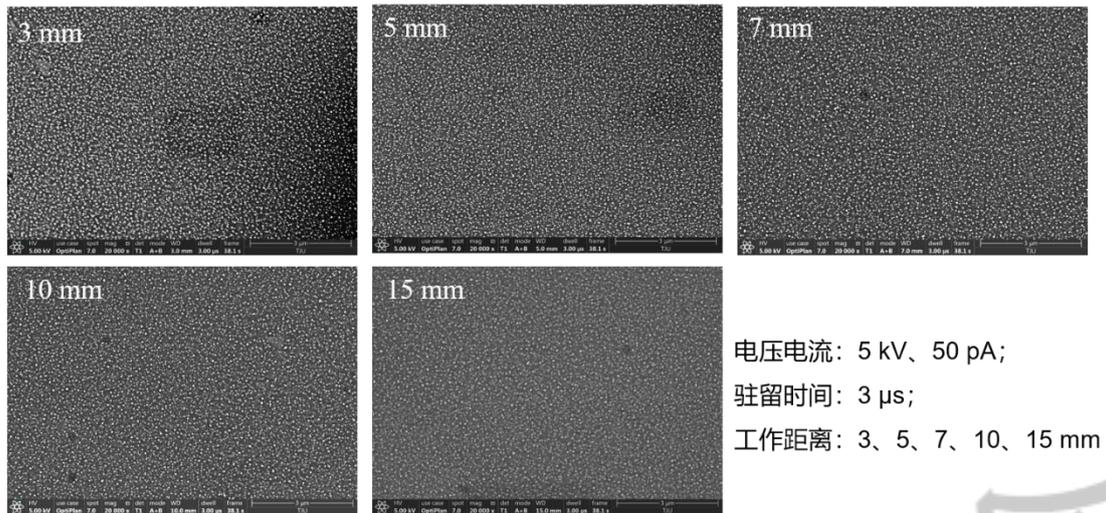


图9 T1 拍摄不同WD的钛合金(含银)BSE图像

当固定相同的加速电压与电流以及相同的驻留时间后,分别考察了不同工作距离的BSE图像。结果发现,工作距离越短时,T1探头接收到的更多为低角度的背散射电子,此时图像呈现的为晶体的取向衬度信息。而当工作距离逐渐增大时,T1接收到越来越多的高角度背散射电子信号,此时携带的为更多的成分衬度信息,针对合金样品而言即为晶体的取向衬度信息。我们可以观测到,WD为3 mm时两种样品都呈现出较好的晶体取向衬度。但是由于加速电压较低,因此较大工作距离会使得图像的分辨率降低,我们观测到当WD增加至15 mm时两种样品的图像分辨率都已明显下降。

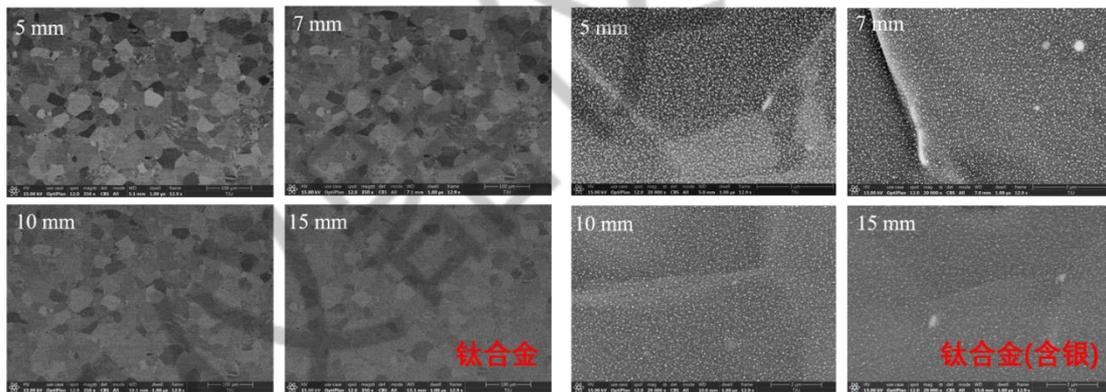


图10 CBS 拍摄不同WD的钛合金和钛合金(含银)BSE图像

以上是两种样品的CBS图像,如图10所示,也呈现出与T1探测器一样的变化趋势。

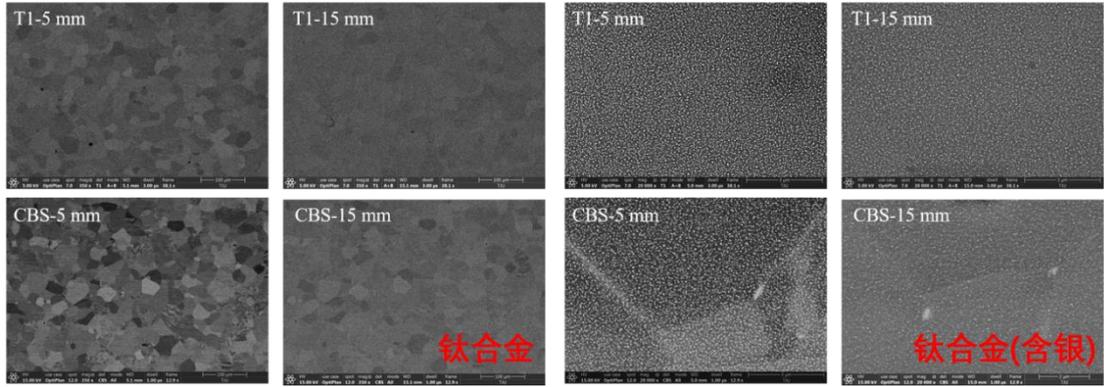


图 11 不同探头对取向衬度和元素衬度的影响

此外，我们还对比了两种探测器在相同工作距离下的图像，如图 11 所示，结果表明，工作距离越小，T1 的成分衬度优于 CBS，而 CBS 的取向衬度要优于 T1。

3 结论

本案通过选取不同电压电流、驻留时间、工作距离，分别在两种探头条件下考察了上述因素对 BSE 图像成像质量的影响，主要结论如下：

- 1) **电压电流选择:** T1 探头在低电压和低电流条件下表现出较好的 BSE 图像效果，而 CBS 探头更适合在高电压和高电流模式下工作；
- 2) **驻留时间影响:** 增加驻留时间可以显著提高 BSE 图像的分辨率和取向衬度。长驻留时间增加了图像质量，但也增加了数据采集时间和成本。对于 CBS 探头，需要避免设置过长的驻留时间，以免出现图像亮度不均一的问题。
- 3) **工作距离影响:** 工作距离的选择显著影响 BSE 图像效果。具体表现在，缩短工作距离可以改善取向衬度和成分衬度，对于 T1 和 CBS 探头均具有相同效果。工作距离越小，T1 的成分衬度优于 CBS；工作距离越小，CBS 的取向衬度优于 T1。