

# 北京 大学 实验 报告

系别 物理 班号 1 姓名 黄冠 (同组姓名 林红斌)

实验日期 2004年2月12日

00104035

教师评定 \_\_\_\_\_

## 扫描电子显微镜观察 CVD 金刚石膜

### SEM Investigation of CVD Diamond Films

#### 【实验目的】

熟悉扫描电子显微镜的使用并掌握扫描电镜照相技术。

#### 【实验原理】

扫描电镜可显示亚微米尺度的形貌特征。放大倍数一般可达 20 到 20 万倍，它的分辨率和景深也较高，是表征 CVD 法制金刚石膜表面形貌的应用最广泛和最有效的方法。

扫描电镜由三部分组成：①电子光学系统（包括电子枪、电磁透镜、扫描线圈等）；②样品室；③样品所产生信号的收集、处理和显示系统。

扫描电镜在真空状态下运行，真空度为  $10^{-3}$ Pa。

电子枪的热阴极发出的电子受阳极电压加速形成笔尖状电子束。经过多个电磁透镜的会聚，在末透镜上部的扫描线圈作用下，细电子束在样品表面作光栅状扫描。入射电子与样品表面相互作用可以分成弹性散射和非弹性散射两类；前者入射电子的能量几乎没有损失，而后者却有能量损失。

扫描电镜中主要的信号是二次电子和背散射电子，主要的工作模式是提供样品的二次电子象。二次电子是样品原子的外层电子受入射电子激发后有足够能量克服逸出功而离开样品的电子。习惯上把能量低于 50eV 的信号电子成为二次电子。二次电子产生的区域较小，图像分辨率较高。从样品得到的二次电子产率与表面形态有密切关系，而受样品成分的影响较小，所以它是研究样品表面形貌的最有用工具。背散射电子是入射电子在样品中受到大角度散射后反射出的电子，可以是一次散射或多次散射的结果。这些电子形成的象衬度与样品成分的原子序数密切相关，与样品表面形貌也有一定联系，成为二次电子象极重要的一种补充。

二次电子象的衬度有两个因素决定：

1. 样品表面被扫描的倾角  $\theta$  对  $\delta$  影响所形成表面倾斜衬度。其中  $\theta$  是样品对于电子束的倾角或电子的入射角， $\delta$  是二次电子产率，即二次电子数与入射电子数之比。 $\theta$  越大，二次电子产率  $\delta$  越高。

2. 二次电子信号对样品表面法线的方位角有依赖关系，表面突起物背后处或孔洞内象元的二次电子信号受到抑制，引起阴影衬度。

#### 【实验步骤】

##### 1. 真空抽气

打开稳压电源（220V），然后向扩散泵供冷却水；打开真空供气系统操作面板上的 EVAC POWER 的开关，使机械泵开始运转；按入 EVAC 按键，镜体自动进行供气，当 High 高真空指示灯亮，真空抽气完成。

##### 2. 装样品

①将试样用双面胶纸沾在样品台上，慢慢固定在样品架上。

②将样品微动装置上的调节钮调到 X=20, Y=20, T=0°附近，Z 轴的 EX 合在一起。

- ③按入真空抽气系统的 AIR 键，30 秒后取出样品微动装置，将装有样品的样品架装在样品微动装置上，并推入样品室。
  - ④按入真空抽气系统的 EVAC 键，将镜体抽至高真空，待 HIGH 指示灯亮，抽气完成。
3. 二次电子相图像观察
- ①打开真空抽气系统操作面板上的显示器电源 DISPLAY POWER。检查显示器 VIEW 按钮是否按入，放大倍数钮及 FILAMENT 灯丝钮是否左拧到头，工作距离是否合适。
  - ②设定 ACC VOLTAGE 加速电压钮在 20kV。
  - ③将显示器面板上 HV 处 SE 二次电子按键按入，并将 HV 的 ON 键按入加入高电压。
  - ④按入 FOCUS MONITOR 键，将 FILAMENT 灯丝钮逐渐向右拧，使灯丝电流饱和。
  - ⑤出现图像后，左右转动 GUN ALIGNMENT 电子枪钮使其合轴以便得到最亮的图像。当图像太亮时，可借助左拧衬度 CONTRAST 和亮度 BRIGHTNESS 钮进行调整。
  - ⑥转动 FOCUS 粗调和细调按钮进行聚焦，并逐步将放大倍数加大，以便得到清晰的扫描图像。
  - ⑦像质粗糙程度可通过 COND LENS 聚光镜钮来调整。
4. 照相摄影
- 当在显像管上观察得到清晰的图像，并准备拍照。左拧 CONTRAST 和 BRIGHTNESS 钮，使其色柱达到合适数值，即绿灯刚亮。将 PHOTO SPEED 调到 2(100 秒)。按入 PHOTO 键曝光照相。
5. 关机
- 先降灯丝电流，关闭高压，然后关闭真空，停机 15 分钟以后才能关闭冷却水。
6. 冲洗相片

### 【思考题】

1. 如何能获得清晰的扫描电镜图像？

答：要注意以下几个方面：

- ① 灯丝电流的调节，并不是越大越好，而是要在不超额定电流的范围内使对比度尽可能大。操作上可以按入 FOCUS MONITOR 键，观察屏幕上的曲线起伏，调 FILAMENT 钮使起伏最大。
- ② 焦距的调整，可以转动 FOCUS 粗调和细调按钮进行聚焦。由于高倍放大下图像的细节更多，我们一般都在高倍状态下调节焦距。
- ③ 亮度和对比度的调节。虽然图像的对比度高有助于成像的清晰，但由于衬度 CONTRAST 和亮度 BRIGHTNESS 调节是彼此互相影响的，并不是把 CONTRAST 钮右拧到头就可以获得最佳的对比度。而是要尽量使亮度和对比度指示二极管处于绿光状态。同时观察屏幕，应以观察到最多细节为宜。

2. 如何确定照片上图像的放大倍数？

答：拍照时标尺会一起成像在胶片上。以 090\*2NM 为例，表示这段标尺实际对应长度为  $90 \times 10^2 \text{nm}$ 。用尺子量出标尺的长度，除以  $90 \times 10^2 \text{nm}$  即得实际放大倍数。

### 【补充问题】

1. 我们采用扫描电镜中什么种类工作？

答：扫描电镜中主要的信号是二次电子和背散射电子，主要的工作模式是提供样品的二次电子象。

2. 为避免样品与极靴相撞，样品装入样品室前应如何操作？

答：为避免样品与极靴相撞，样品装入样品室前用比高计检查样品台的高度。

3. 本实验在操作中哪个步骤误操作将使实验无法进行?

答: 实验中将待观察样品生长面放反是容易犯的错误, 并将导致实验无法进行。忘记对电镜抽真空也将导致实验无法进行。不通空气就取出样品架也会损害仪器导致实验无法进行。

4. 如何测量金刚石晶粒的颗粒度?

答: 使用图像下端的标出的单位长度比例尺丈量图像中晶粒的尺寸, 可以作为其颗粒度。

5. 如何测量金刚石膜的厚度?

答: 先将生长好金刚石薄膜的样品的一角打磨掉, 然后转动调节钮将样品在样品室中转九十度, 使得打磨掉的一面在屏幕上正示。使用图像下端的标出的单位长度比例尺读出金刚石膜的厚度。我们用这种方法测得样品 4 金刚石膜厚约  $2 \times 10^{-5}$  米 (见胶片 3)。

6. 如何能使扫描电镜尽可能长时间保持在高真空状态?

答: 实验中不要取出样品架, 或者每次对样品架进行操作后记得抽至高真空, 并保持高真空 HIGH 指示灯亮。

7. 为什么要水冷? 如果突然停水仪器会有什么反应?

答: 使用水冷是扩散泵的工作原理要求的:

扩散泵油锅中的泵油在真空中加热到沸腾温度 (约  $200^{\circ}\text{C}$ ) 产生大量的油蒸汽, 油蒸汽经导流管由各级喷嘴定向高速喷出。由于扩散泵进气口附近被抽气体的分压力高于蒸汽流中该气流的分压力, 所以被抽气体分子就不断地扩散到蒸汽流中。油蒸汽撞击被抽气体分子, 使被抽气体分子沿蒸汽流束的方向高速运动。气体碰到泵壁又反射回来在受到蒸汽流的碰撞而重新沿蒸汽流方向流向泵壁。经过几次碰撞后, 气体分子被压缩到低真空端, 再由下几及喷嘴喷出的蒸汽流进行多级压缩, 最后由前级真空泵抽走。而油蒸汽在冷却的泵壁上被冷凝后又返回到油锅中重新被加热, 如此循环工作。

如果突然停水, 真空泵则不能正常工作, 电镜的真空度就不能保证, 甚至会使灯丝烧毁。

## 【问题与讨论】

### 1. 影响扫描电子显微镜分辨率的因素

#### ① 电子探针 (扫描电子束) 的直径

电子枪的热阴极发出的电子受阳极电压加速形成笔尖状电子束。经过多个电磁透镜的会聚, 在样品表面会聚成一个直径可小到  $1-10\text{nm}$  的细束, 也称电子探针。在未透镜上部的扫描线圈作用下, 细电子束在样品表面作光栅状扫描。然后由探测器接收到反射和散射电子信号。

所以, SEM 的分辨率不可能比电子探针的直径更小。

#### ② 二次电子和背散射电子的产生区域

在实验中, 老师告诉我一个提高 SEM 分辨率的方法是在减小电子探针的基础上把被观测材料做

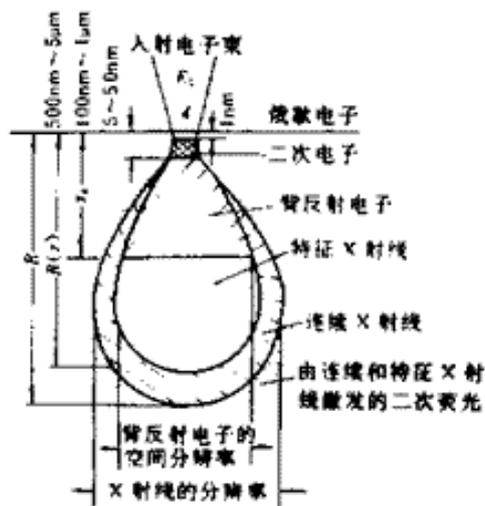
的很薄。通俗的解释是电子打到材料上，由于可能多次散射和碰撞，产生电子的区域要比原来探针的直径大很多，而如果切薄材料，则多次散射碰撞的影响应该减小（多次散射碰撞的电子从材料背面透射过去了）。

做完实验后我又查阅了一些资料，支持了以上的说法：如右图所示，扫描电镜中主要的信号是二次电子和背散射电子。

二次电子来自表面 5-10nm 的区域，能量为 0-50eV。它对试样表面状态非常敏感，能有效地显示试样表面的微观形貌。由于它发自试样表层，入射电子还没有被多次反射，因此产生二次电子的面积与入射电子的照射面积没有多大区别，所以二次电子的分辨率较高，一般可达到 5-10nm。

背散射电子的产生范围在 100nm-1 $\mu$ m 深度，因为经过了多次散射和反射，所以区域范围较大，成像分辨率一般为 50-200nm。

如果样品较厚，就会产生较多的背散射电子，所以切薄样品也是一个提高分辨率的方法。

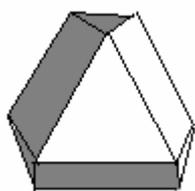


## 2. 关于金刚石晶体的形态

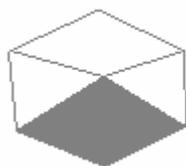
由于扫描电镜的特点（放大倍数一般可达 20 到 20 万倍，分辨率和景深也较高），能够很好的表征 CVD 金刚石膜表面的形貌。

我们在样品 2、3、4 中都观测到了密集生长的金刚石颗粒（可参看胶片 4，5，10）。

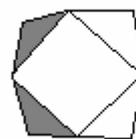
样品 4 的晶粒生长尤其规则，我们观察到了许多规则的多面体，并用胶片将细节记录下来。限于冲洗条件，我只能画出观测结果的示意图，具体可参看我们拍的胶片：



胶片 8



胶片 7



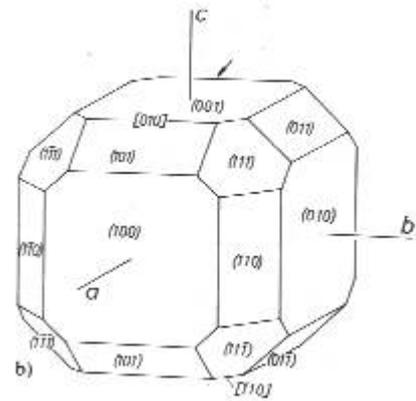
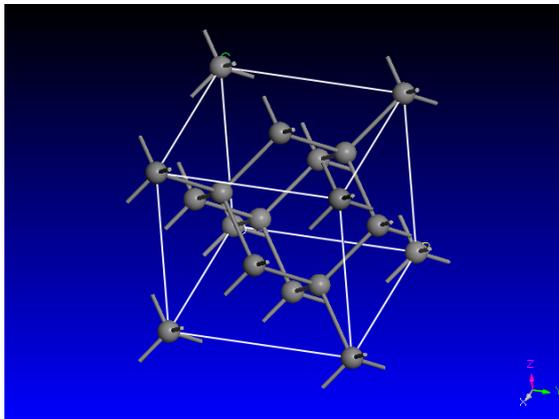
胶片 1

由这三张胶片可确定，我们观测的晶粒中具有如下图所示的外形结构：

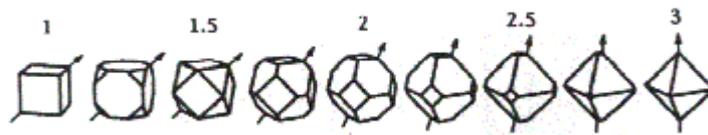


在这种多面体中只有两种不同的面：其中正方形对应{100}，三角形对应{111}，所有的顶点都是等价的。

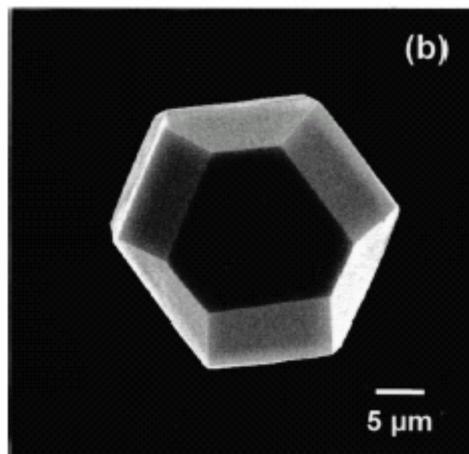
应用我们刚学的晶体结构的理论可以解释这种晶体外形：如图所示，金刚石的晶体结构为两个套构的面心立方。形成晶粒时，一般按 $\{100\}$  $\{110\}$  $\{111\}$ 三种晶面生长。



受生长条件的影响（温度、压力、时间控制、基底材料等），生成的金刚石形态也各不相同，主要体现在 $\{100\}$  $\{110\}$  $\{111\}$ 三种面的相对大小不同：比如，当结晶只有 $\{100\}$ 面时，晶体外形就是正立方体。当只有 $\{111\}$ 面时，晶体外形就是正八面体。 $\{100\}$ 和 $\{111\}$ 混合时，可以有以下一系列形状：



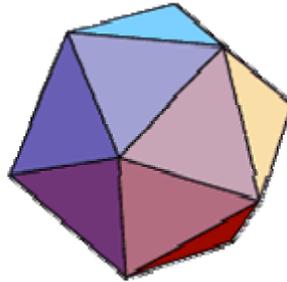
我们观察到的是从左数第三种类型，其他类型在实验中也都被观察到过，比如左起第六种，前不久还有人做出过<sup>①</sup>：



正对我们的是 $\{111\}$ 面，正方形的面是 $\{100\}$ 面。

<sup>①</sup> Nakamura *et al*, J. Appl. Phys. **92**, 3393(2002)。他们在不锈钢的衬底上用CVD方法长出了金刚石。

但是，奇怪的是我们还观察到了许多正二十面体的结构，可参见胶片 2 和胶片 9。



正二十面体由二十个等边三角形拼成，由上图明显看出，它具有 5 重旋转对称轴（即旋转 72 度对称）。而金刚石的晶体结构是不应该具有 5 重轴的（固体物理里更普遍的结论是任何晶体都不能具有 5 重旋转对称轴）<sup>①</sup>。

在借助其他手段表征之前（比如 X 射线衍射和拉曼光谱），很难说这个正二十面体结构是由于什么原因造成的。一个可能的原因是混入了杂质，生成了准晶体。

## 【附】

胶片内容：

1. 样品 4 中一个晶粒
2. 样品 4 中一个晶粒
3. 样品 4 旋转 90 度（为测薄膜厚度）
4. 样品 2 中晶粒簇
5. 样品 3 中晶粒簇
6. 样品 3 中一个晶粒
7. 样品 4 中一个晶粒
8. 样品 4 中一个晶粒
9. 样品 4 中一个晶粒
10. 样品 4 中晶粒簇

---

<sup>①</sup> 参见任何一本固体物理教材。