

扫描电子显微镜 (SEM) 低真空技术改造 以提升观测能力的解决方案

Solution of Scanning Electron Microscope (SEM) Low Vacuum Technology Transformation to Improve Observation Ability

摘要：本文针对只能在高真空下使用的扫描电子显微镜 (SEM) 和光学显微镜，介绍了低真空升级改造的技术方案，通过增加低真空控制装置可实现低真空的精密控制，控制精度可达到1%以内，从而使普通电镜和光学显微镜具有低真空观察功能，拓展和挖掘现有设备应用范围和潜力。

一、问题的提出

低真空扫描电子显微镜是指样品处在低真空条件下完成显微观测的技术，低真空扫描电镜的成像原理基本上与普通扫描电镜一样，它们的区别在于样品室的真空状态。常规扫描电镜样品室必须处于高真空，不导电样品需要表面喷镀导电层，样品上多余的电子由导电层引走。而低真空扫描电镜样品室则需要通入适当气体以降低真空度到20~30Pa之间，处在低真空状态中样品上多余的电子被样品室内的残余气体离子中和，因而即使样品不导电也不会出现荷电现象。

低真空电镜对含水、多孔、不耐电子束烧伤和不适合喷金处理的样品进行直接观测并具有更好的效果，对于生物样品而言低真空电镜比高真空电镜更具有优势。总之，低真空电镜弥补和拓展了高真空普通电镜的应用，更重要的是低真空电镜与传统电镜和光学显微镜最大的区别是它可以实现立体观察和三维成像。

目前新型的扫描电镜大多都具有高真空和低真空两种观测模式，但大量目前在用的各种扫描电镜基本都只能在高真空模式下工作，迫切需要进行技术改造以具备低真空下的工作能力以拓展样品观测范围。

本文将针对只能进行高真空下使用的普通扫描电子显微镜 (SEM)，介绍低真空升级改造的技术方案，通过增加低真空控制装置可实现低真空的精密控制，控制精度可达到1%以内，使普通电镜和光学显微镜具有低真空下的观察功能，拓展和挖掘现有设备应用范围和潜力。

二、技术方案

技术方案的实施所要达到的技术指标如下：

(1) 在现有高真空扫描电子显微镜的真空系统中，接入低真空测控装置，使样品室内的真空度精确可控，真空度控制范围为1Pa~100Pa，控制精度优于1%。

(2) 扫描电子显微镜工作在低真空模式时，不同样品在不同低真空度下所采集的图像可能会具有不同的清晰度。为获得最佳的图像分辨率，低真空测控装置需具备低真空扫描控制功能，即在1Pa~100Pa之间的某一设定范围内，对真空度随时间变化折线进行可编程控制。

(3) 低真空测控装置可通过面板人工操作和计算机软件控制，PID控制参数可自整定，避免繁复的人工调整。

扫描电子显微镜低真空控制装置的工作原理是动态平衡控制方法，控制模式为上游模式，即恒定真空泵抽气速率，然后通过调节样品腔体上游的进气速率，使得进气和抽气速率达到某一种平衡状态，由此通过不同的动态平衡状态实现低真空精密控制。依次原理的SEM低真空控制装置结构如图1所示。

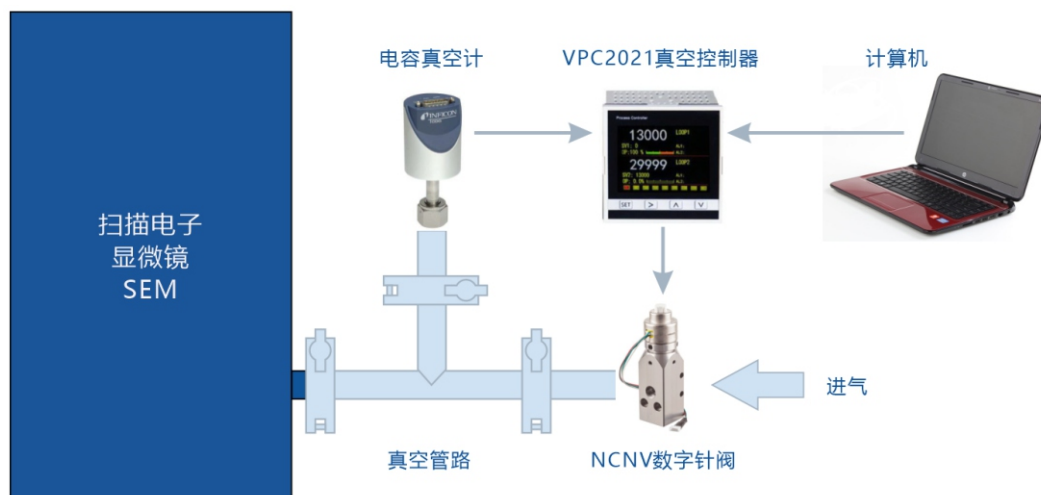


图1 扫描电子显微镜 (SEM) 低真空控制装置结构

图1所示的SEM低真空控制装置是一个典型的闭环控制回路，回路中包括SEM的真空泵和样品腔室（图中为标出）、连接样品腔室的真空管路、安装在真空管路中的电容真空计和NCNV数字针阀、VPC2021真空压力控制器和控制计算机。

在SEM低真空控制过程中，真空泵抽取样品腔室内的气体，真空计同时监测样品腔室内的真空度变化并将真空度信号反馈给控制器，控制器根据反馈信号和设定值依据PID算法控制针阀的开度变化，最终使得真空计测量值与设定值相同而实现真空度的恒定控制。

为了实现低真空精密控制，技术方案中选择采用任一真空度下精度为0.25%、量程为1Torr的薄膜电容真空计，进气调节阀采用了NCNV型号的步进电机驱动高精度数字针阀，真空压力控制器采用24位A/D和16位D/A的VPC2021型PID程序控制器，由此可保证真空度控制精度优于1%。

VPC2021型真空压力控制器是一款超高精度的PID程序控制器，PID参数可通过自整定方式获得。真空压力控制器支持定点和程序控制，其中的程序控制可支持9条控制曲线，每条可设定24段程序曲线。特别是通过对设定曲线编程可实现低真空范围内的连续扫描恒定控制，并配合一定时间间隔的电镜图像采集可获得一些列随真空度变化的显微观测图像，这为优化SEM图像分辨率提供了十分便利的手段。

真空压力控制器可与计算机进行通讯，通讯协议是标准MODBUS RTU，随机还配备有相应的控制器软件，通过软件可对真空压力控制器进行远程操作和记录存储真空度测控数据。

三、总结

本文所述的低真空控制技术方案作为一种成熟技术已应用于多个真空压力控制领域，真空度控制装置具有精度高、结构简单、功能强大、自动化程度高和操作简便的特点。同时，低真空控制装置很容易与各种扫描电子显微镜连接，可以实现目前绝大多数高真空电子扫描显微镜的低真空升级改造，可大幅提升SEM的测试能力。