# SEM 操作手册

一、开机

在电镜基座的前面板上有绿(ON)、黄(STANDBY)、红(OFF)三个按钮,见图一



图一

a 接通电源后,按红色按钮,电镜通电。

b 按黄钮,真空系统开始工作,整机处于待机状态。

c 约1分钟后按绿钮,所有系统开始工作,同时电脑自动启动(或人工手动启动),进入系统。

d 双击 SmartSEM 并登陆。

## 二、 放置样品

#### (1) 从样品室放入样品

a 键盘点击 Ctrl+G,打开扫描电镜控制窗口(SEM Control)。该窗口包括六个控制版面(如 图二):电子枪(Gun)、探测器(Detector)、光阑(Aperture)、真空(Vacuum)、样品台(Stage)。 b 选中 Vacuum 版面,点击 Vent 对样品室通入氮气(Vent 前确保 EHT 已经关掉)。

Gun	Apertures	Stage
Detectors	Scanning	Vacuum
System Vacuu	um = 9.85e-007 mb	oar
Gun Vacuum	= 5.24e-010 mbar	<u>.</u>
Vent inhibit =	None	
Vac Status =	Ready	
Column Cham	ber valve = Closed	ł
EHT Vac read	ty = Yes	
Column pumpi	ing = Ready	
Pump		/ent
Partial Vent	t on Standby	0
Vac Quiet I	Mode	
Charge Comp	pensation	
CC Status =	Off	
Off		On
CC Pressure	e = 0.0 %	



We make it visible.

c 等待几分钟后, 样品室可以打开, 放入样品 (如图三), 样品台卡在燕尾槽中, 确认样品 台卡紧了即可。



图三

(2)用 Airlock 放置样品



图四

- a 确认 Stage 已经处于 Exchange 位置: 在 Smart SEM 的菜单栏依次选择 Stage→Store/Recal →\$exchange。
- b 点击 Airlock 面板上的 Vent 按钮,卸掉交换室中的真空,将样品台卡在交换室的燕尾槽中, 用样品传输杆拧紧样品台。
- c 点击 Transfer 按钮(抽真空时手推紧一下舱门),抽真空后隔离舱门打开,样品传输杆伸入样品仓内,将样品台卡在样品基座上的燕尾槽中,旋松螺丝后将样品传输杆拉出来。
- d 点击 Airlock 面板上的 Store 按钮,关闭舱门。(注意:舱门关闭后 Store 灯才停止跳动, 这段时间内舱门在向内平移,仍处于未闭合状态,不能泄真空)



## 三、观察样品

#### (1) 移动样品台,调节样品和物镜之间的工作距离

a 如果已经勾选了 Joystick disable, 在 stage 中取消 Joystick disable 选项。 PS: 在 SmartSEM 5.06 中,增加了 Stage Disabe 选项,此选项也需要取消勾选。且取消后, 右下角有个对话框弹出,必须点击 OK 后才能进行其他操作!

Detec	tors	Scanning	
Vacuum	Gun	Column	Stage
Stage X Uninitialis	At	Go To	Delta
Y Uninitialis	ed U	ninitialised	×Y
Z Uninitialis	ed U	ninitialised	Z
T Uninitialis	ed U	ninitialised	T
R Uninitialis	ed U	ninitialised	R
Stage Is = Idle   Compuc. Mode = Off   Z move on Vent   Stage XY+Z   Track Z   Protected Z   Stage Disable			
Safe Z = 0	.000 mm	Undo (	GoTo

b 通过 切换到 CCD 观察模式。





c 通过样品台控制器将样品移到合适的位置,如图五所示: 当2号操纵杆上下移动,控制样品台的上下移动。 当2号操纵杆左右移动,控制样品台的左右倾斜。 当1号操纵杆上下左右移动,控制样品台前后左右(X &Y axis)移动。 当旋拧1号操纵杆,控制样品台顺时或逆时旋转。 当按3号按钮,样品台紧急停止。

### (2) 选择合适的 ETH、光阑和探头

Detectors	Scanning	Vacuum		
Gun	Apertures	Stage		
EHT = 0.00 k	V V		EHT Target	
Extractor I = 159.70 µA		(kV) 10	ОК	
Fill = 2.370 A				Cancel
Beam State =	EHT Off			

图六

a 选择加速电压(EHT),如图六为 SEM Control: Gun 面板,在 EHT target 中输入设定的加速 电压数值,在 Beam State 的下拉菜单中选择 EHT on。不同加速电压的适用范围如下表:

样品成像或成分分析	加速电压 EHT(kV)	说明
低原子序数样品	5~10	动植物、塑料、橡胶、食品、化工材料
(C、H、O、N之类)		等,易受电子束损伤。
中等以上原子序数样品	10~20	金属、半导体、矿物、陶瓷、建材等,
(Na 以上)		不导电样品需要镀膜处理。适合常规观
		察。
高分辨观察	20~30	电子束波长短,像差小,高倍图像清晰。
		可提供2万倍以上图像。
荷电样品	1~3	直接观察不导电样品。
X射线成分分析	15~20	视所分析元素的种类而异。



Max. WD as a function of EHT			
EHT	Max. WD		
100 V	2 mm		
500 V	4 mm		
1 kV	7 mm		
2 kV	13 mm		
3 kV	20 mm		
4 kV	30 mm		
5 kV	45 mm		

不同的电压值与最大 WD 值的关系如下表(大约):

b 选择合适的光阑,如图七为 SEM Control: Aperture 面板,在 Aperture size 的下拉菜单中选择合适的光阑(一般 30μm 光阑即可,采集能谱信号需要 60μm 或 120μm 的大光阑)。光阑选择后勾上 Focus Wobble, Wobble amplitude 调整为 50%左右,选择 Aperture Align 中调节光阑,调至图像不再跑动,原地闪动即可,再勾掉 Focus Wobbe(在放大倍数不是很大的情况下,wobble 可以不用调节,如果放大倍数一万倍以上,wobbble 必须需要调节)。



图七

c 选择合适的探头,二次电子探头包括 SE2 探头和 Inlens 探头,SE2 探头的最高加速电压为 30kV,偏压为 300V 左右,拍出的图像更具有立体感;InLens 探头最高的加速电压为 20kV, 其拍出的图像分辨率更高一些;背散射探头包括 EsB(或 Inlens Duo)探头和 AsB 探头,EsB(或 Inlens Duo)探头前加有能量过滤器(0~1500V),可以将一部分二次电子排除,拍出的图像 主要反映样品的元素衬度。AsB 探头是极靴整合的角度选择性背散射探头,在大 WD 下采 集的高角度被散射电子,提供元素衬度信息 (BSD 探头效应),在小 WD (2~5mm)下选择 性地采集低角度的背散射电子,并提供晶体取向信息 (通道效应),各个探头的对比如下 图八所示。





- 图九
- d 两种探头信号混合,在 Signal A=和 Signal B=分别选择不同的探头,在 Mixing 上打勾(*需 要 License )*, signal=中填入两种探头的信号比例,就可以得到两种信号混合的图片。

(2) 选择感兴趣的区域,获取高质量的图片 找到样品,如果是安置在九孔样品台的样品,可先用 Stage Navigation 找到对应编号的小 T



型台,然后再在电镜上慢慢找到感兴趣区域;如果是不规则的样品,可用 FishEye 鱼眼模式 (*需要 License*)进行样品定位(一般找样品的时候都选用 SE2 探头,高加速电压,找到感 兴趣区域后,再选用合适的探头、电压和光阑)。

- a 找到感兴趣的区域后,低倍下聚焦,消像散,调节光阑对中;提高放大倍数,再聚焦,消 像散。如此类推,直至需要的放大倍数。以下为消像散的方法:
- a1 点击下拉菜单的消像散图标,拖动鼠标左键分别上下或左右移动,使模糊边尽量减小, 再调焦,清晰度有所改善,该过程反复进行,直到图像清晰,见图十。

a2 在光阑版面点击消像散(Stigmation),分别拖动 XY 坐标线的两个方向滑尺,减小模糊量。 a3 利用手动操作板上的两个消像散旋钮,分别缓慢转动,消除模糊边。



图十

左边与中间的图片为反复聚焦图像在相互垂直方向上有模糊边,右边的图片为消像散后 的图片。

b 图十一为 SEM Control: Scanning 面板,选择合适的 Scan Speed、Store resolution 和 Noise Reduction,使去除噪音的效果最好,得到高质量的图片。一般选择扫描速度为"6"。噪 声去除方式选择线平均: line avg,积分次数选"N=30 左右"即可。然后点击 Freeze 键(注 意 Freeze 的模式选择 End frame)。



c 保存图片,如图十二至十四所示,在 Freeze 后的照片上单击鼠标右键,选择 send to,选



择图片储存格式。



图十二



图十三





图十四

# 四、 关闭高压,卸真空,取出样品。



- a 在 SEM Control 面板中选择 EHT Off,确认 EHT 已经关闭,如图十五所示。
- b 在软件 Stage ->Store/recall ->\$exchange 让样品台移动到可以更换样品的位置。(注意: 之前应先用摇杆把样品台降低,以防样品台在复位过程中碰坏镜头)
- c 点击 Airlock 面板上的 Transfer 按钮, 旁边的绿灯停止闪烁,交换仓内隔离门打开,再将 样品传输杆伸入样品仓,旋紧样品台并将样品台拉到底,将样品台卡在交换仓燕尾槽中。
- d 点击 Airlock 面板上的 Store 按钮,关闭镜筒和样品舱之间的隔离阀。再按 VENT 按钮,卸 掉交换室中的真空后取出样品。(注意:换样过程中不能用手接触送样杆,以免杆上的润 滑油脂被擦去)
- e 可以在 stage 菜单栏中选择 Joystick disable,防止误碰摇杆带来的损坏。





图十六



We make it visible.