

扫描电镜（SEM）

日立 TM3030

一、基本原理

SEM: 电子束从顶部的电子枪阴极发射出来，在加速电位的作用下，电子束斑经过三个电磁透镜聚焦后汇聚成一束很细的电子探针到达试样表面。该入射束在物镜上方扫描线圈的驱动下，在试样表面做有序的光栅扫描。

IXRF: 当施加-750V 的电压将二极管反偏时，其内部就会出现一个耗尽层，耗尽层内全部正常出现的电子和空穴都被外加电场清除掉。如果一个 X 射线光子在耗尽层被吸收，根据 X 射线光子能量的大小，就会电离出一定数量的电子-空穴对。这些电荷载体将受到电场力的驱动，电子就会趋向二极管的正极，空穴驱向二极管的负极，于是在二极管的两端产生了电荷信号，电荷经过放大和整形被转换为电压脉冲，再将其幅度和能量转换为数字信号，最后就能得到所要的分析信息。

二、操作规程

1、制样

1) 粉末样品：将样品用乙醇分散在小试管中，超声分散均匀后，滴在硅片上晾干。特殊样品不能采用溶剂分散的，可撒在导电硅胶上测试，但必须经管理员同意且须用吸耳球吹去未粘住的粉末（否则会污染仪器腔体）。

2) 膜材料、极片等块状样品，可直接贴在导电硅胶上进行测试，大小要适合仪器样品座尺寸，样品需清洁干燥、试样底部平整便于平稳的粘贴在样品台上。

2、SEM 测试

1) 样品喷金处理

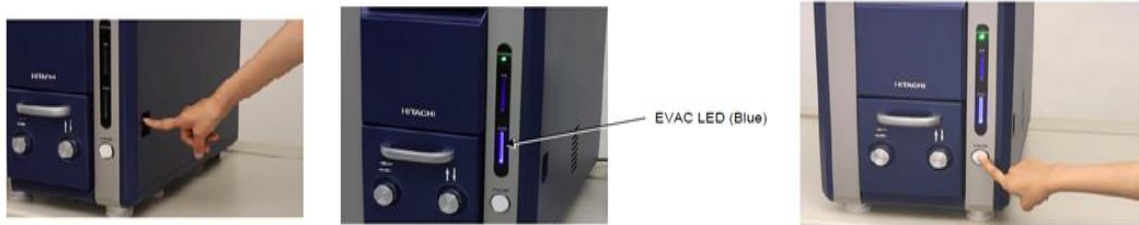
对于绝缘体或导电性差的材料来说，则需要预先在分析表面上镀一层厚度约 10~20 nm 的导电层。否则，在电子束照射到该样品上时，会形成电子堆积，阻挡入射电子束进入和样品内电子射出样品表面。金属等导电性好的样品可不喷金。

2) 仪器开机

a. 插好电源插头，打开电镜后方空气开关（向上为开）、电镜右侧的电源开关拨至

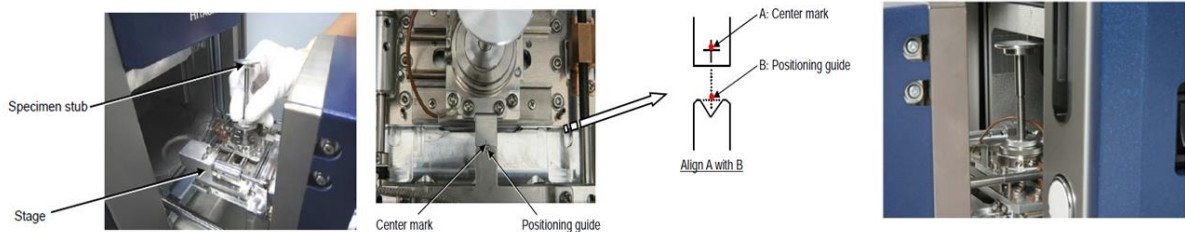
“|”，短暂等待后，EVAC灯（蓝灯）开始闪烁，隔膜泵启动。真空抽好后EVAC灯会保持长亮。

- b. 启动电脑，启动桌面上的 TM3030 软件，软件自动进行自检，自检完成后，若抽真空仍在进行会显示抽气的进度条。



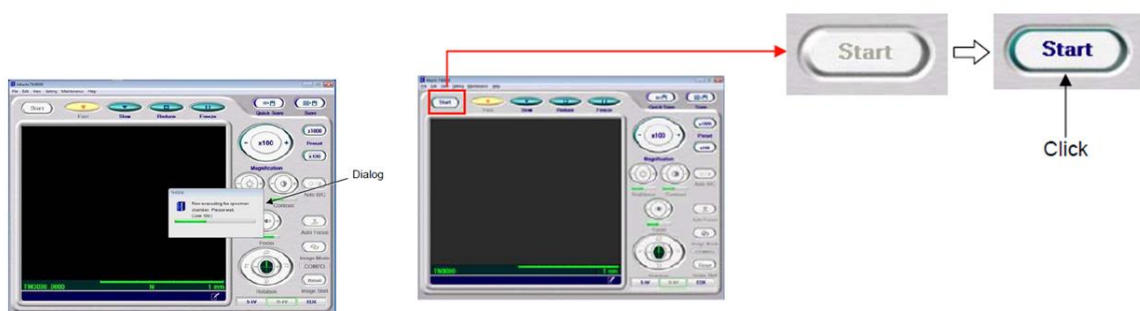
3) 进样

- a. 按下抽放气开关（白色按钮），电镜自动开始进气，AIR 灯（黄灯）开始闪烁，软件会显示放气的进度条，放气完成后 AIR 灯会保持长亮。
- b. 将样品制好后，将样品台与螺杆杆连接好后，调整其高度，使其低于高度杆1 mm左右。SEM 用单高度杆、EDS 用双高度杆较低的一侧（看标签）。
- c. 慢慢拖出样品仓，将样品杆底座插好插孔，转动 X、Y 旋钮，使样品架的十字标记对准尖口，慢慢推回样品仓，注意观察样品高度。
- d. 再次按下抽放气开关（白色按钮），电镜自动开始抽真空，EVAC 灯（蓝灯）开始闪烁，软件会显示抽气的进度条，抽气完成后EVAC 灯会保持长亮。

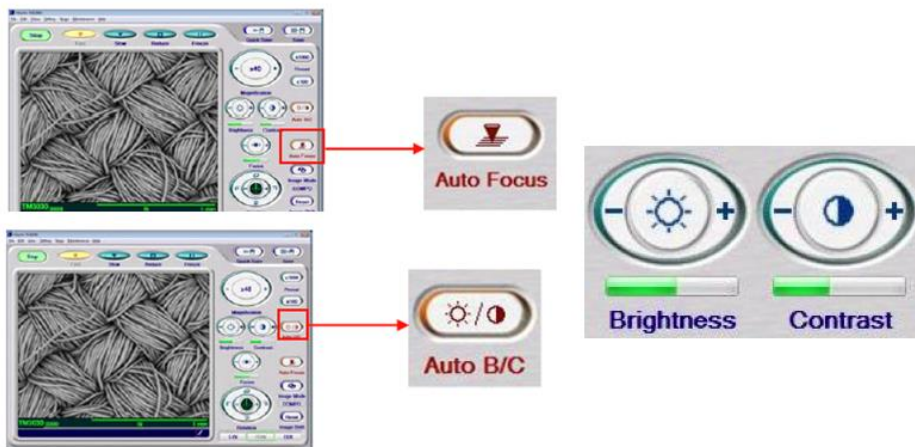
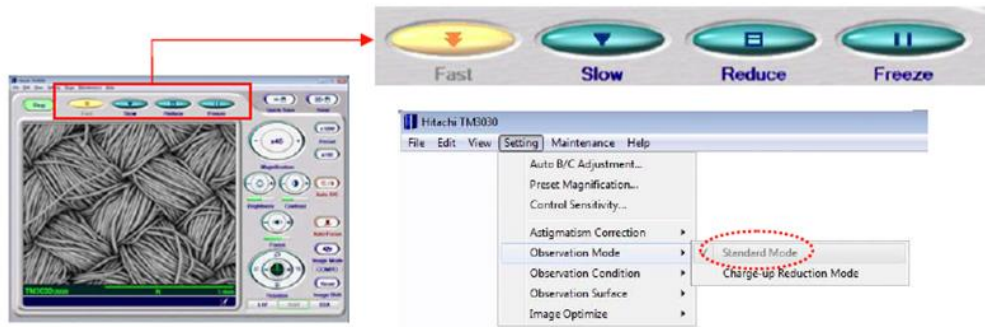


4) SEM 测试软件操作

- a. 选择加速电压（5KV 或15KV），点击软件的“start”按钮，软件自动加高压并进行自动聚焦、自动亮度/对比度调整。




- b. 选择“fast”扫描模式，选择合适的放大倍数，转动 X、Y 旋钮，寻找待观察的区域。调整焦距，亮度/对比度。










- c. 在比拍照的倍数略高的倍数下选择“reduce”扫描模式，图像的中心区域出现小窗口，进行仔细聚焦，点击“focus”的+、-号或将光标置于图像上左右拖动聚焦。
- d. 退至拍照的倍数，选择“slow”扫描模式确认图像，必要时调整亮度/对比度。
- e. 确认是需要的图像后，按 quick save 或者 save 抓拍图像，选择保存路径，保存图像。一般选择 save，图像分辨率较高。
- f. 图像抓拍完成后，软件会自动切换至“freeze”模式，图像不再刷新，如果要测量距离，保持“freeze”模式，选择Edit-Date Entry/Measurement，在弹出的小窗口图像中的工具栏选择带字母L的箭头标志（内箭头或外箭头），进行测量，点击亮度/对比度图标，可在弹出的新窗口中调整图像的对比度，完成后点 save 保存新图片或者覆盖原图片。如果需要拍下一张图，继续第b步。
- g. 观察结束后，点“stop”按钮关闭高压，如果要换样品，进行第3步“放样品”，取出样品进行换样，再进行放样品的后续步骤。如果要关机，进行放样品的第①步后，进行第③、④步，不放入样品，保持空置。

3、IXRF 开机并设定基本参数


在SEM 测试的基础上，


- 1 开探头电源，开控制器电源，即 550i 控制单元。
- 2 开PC 机进入 IXRF 操作软件。进 IXRF 软件过程中最好不要点击任何程序让 IXRF 自己单独运行 2 分钟，因为 IXRF 程序较大，让 IXRF 程序尽可能充分运行！
- 3 调整 HV 与 Mag 与电镜一致。注：a. HV 的选择尽可能在该元素的临界激发能量的 2-3 倍（可在随机附的元素周期表中查看元素的临界激发能量）。尽可能控制计数率在“1K—5K”。如果 CPS 小于 1K：可以增大 HV、增加 Probe Current、扩大可动光阑孔；如果 CPS 大于 5K：可以减小 HV、减弱 Probe Current、缩小可动光阑孔。
- 4 点击  按钮，从电镜得到图像，建议参数值： Point AVG “8”、 Resolution “1024”，时间常数 Tc 一般选择“2, 4 或 8”，如果 dT（死时间）过大选择较小的时间常数。

1) 点、区域分析



- 1 从 SEM 测试的第⑤步得到电镜图像后，点击  按钮在所关心的图像区域上选点，或  选择矩形区域， “不规则图形”来进行感兴趣区域的能谱分析；点击  整个电镜图片进行能谱分析。
- 2 双击谱图横坐标下方出现 Spectrum Energy，可设定能量范围值，使谱峰更漂亮，也可以通过按住鼠标左键来放大及缩小谱峰。
建议总计数率达到 20 万个计数（可以通过调整 Live Time 来实现），一般不应小于 10 万个计数。
- 3 点击  自动识别峰，（Peak Sen 2.0、Search Width 12%），点击  显示元素周期表可手动去除元素。
- 4 点击  按钮进行定量分析。
- 5 鼠标右键 File—Export—Export to Word（在 Export 下方选择：Spectrum、Qualitatively Analysis、Image；这样“谱图、能量分析结果、图像”就全包括在同一个“Word”文件当中了）。

2) 线扫描

- 1 在预做线扫描区域内先推荐执行一下定性分析。
- 2 从第 5 步得到电镜图像，在  上点击鼠标右键可调 X-ray Lines Scan 线扫描的属性 properties，建议选择 Point “100”msec、Resolution “512”）。
- 3 做线扫描时要采用尽可能高的计数率，建议 Tc 选为“1”。

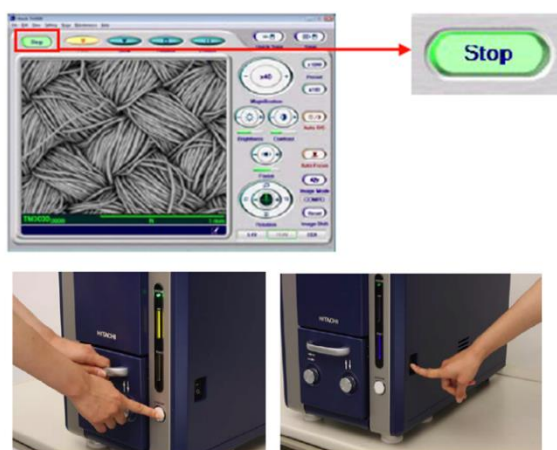
- 4 选择  Line Scan on Image (在右上角处), 可在图像上感兴趣的区域进行线扫描分析。
- 5 线扫描完成后, 线扫描的右键属性上可点击元素选择进行增减元素。
- 6 可在线扫描的上点击右键, 进行线扫描的叠加。
- 7 在左上角 File 选择 Create Word Report。

3) 面分布

- 1 从第 5 步得到电镜图像后, 采用高的计数率, 建议 Tc 选为“1” (目的计数率高些)。
- 2 右击 , 可修改 X-ray Map Properties (在中间位置), 建议设置: Point 设为: 0.2;
Resolution 设为: 512; Max Scans 设为: 10。
- 3 点击 , 在电镜图片上选择区域进行面分布分析。
注: 在做到自己认为图像很好时也可以认为手动选择 Stop, 这时会出现一个提示对话框提示我们是否立刻停止一般建议选择“NO”, 意思是把这一帧图像扫描完后再结束; 面扫描属性中可以添加或删除元素。
- 4 在面扫描图上点击右键可以进行多张图的叠加。
- 5 在左上角 File 中选择 Create Word Report。

4、关机

- 1 将放大倍数调到最小。
- 2 点击“stop”，关闭电压。
- 3 先放气让AIR灯保持常亮后，取出样品，抽真空EVAC常亮。不使用时，**让样品仓保持真空状态**。将电镜右侧的电源开关拨至“o”，电镜自动关闭。如使用 IXRF，还需关闭 IXRF 探头电源和控制器电源。
- 4 将电脑中的图片复制到U 盘中，关闭电脑。



三、注意事项

- 1) 接触样品台等操作需戴干净手套。初次使用需联系仪器管理员进行培训或熟练操作人员辅助操作。使用完登记。
- 2) 所观察样品尽可能是干燥的固态样品。
- 3) 为避免粉末样品污染光栅，粉末样品用乙醇分散滴在硅片上制样，不要直接粘在导电胶上；磁性样品，要量少、粘牢且务必喷金。
- 4) 所观测样品一定要清洁，用洗耳球用力的吹干净；尤其在观察粉末或松软的样品时，更要尽可能吹走附着的小颗粒以尽可能减少对镜筒及探头的污染。
- 5) 样品置备好粘牢于样品台后，一定要用高度尺规标定样品高度，目的是保护。
- 6) 更换样品开关样品室时一定不要用力推拉样品室门，要轻拉轻推。
- 7) 软件首次点“start”加电压无图像（灰屏），则先“stop”，重启软件即可。
- 8) 电脑E 盘中有“日立台式电镜TM3030 操作说明.ppt”，图文并茂，不确定的步骤可参考ppt 进行操作。
- 9) 不导电的样品在 Charge-up Reduction Mode 下荷电也很严重时，可以尝试拉大工作距离，若仍然很严重，应当考虑在喷金之后进行观察。测完 SEM，要测 EDS 的时候，降低高度。

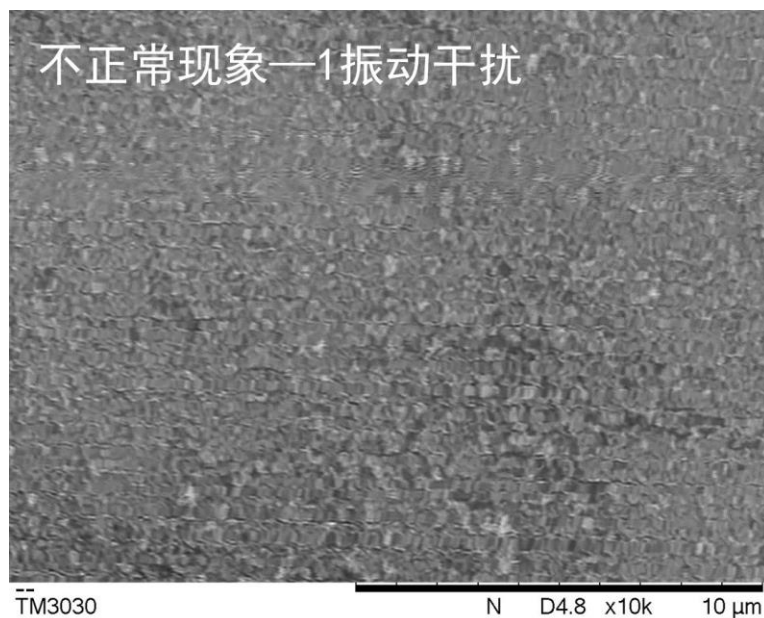
四、日常维护

测试过程中，如遇到画面变黑，可能灯丝烧坏（寿命 3 个月左右），通知管理员更换。图文操作步骤见 E 盘“日立台式电镜 TM3030 更换灯丝.ppt”、“日立台式电镜 TM3030 光路合轴.ppt”。

- 1) 如果在操作过程中，屏幕突然变成黑色，基本上可以判断是灯丝断了，此时应关闭高压，退出操作软件。关闭主机右侧的电源开关，等待 30min 使得灯丝组件完全冷却。
- 2) 轻轻掀开电子枪保护罩。打开主机右侧的电源开关，执行样品室放气，放气完成后关闭电源开关。
- 3) 拧松内六角顶丝，翻开电子枪盖。逆时针方向将发卡拧下来；垂直方向取下灯丝组件；逆时针旋转，将 Wehnelt 同灯丝分开。
- 4) 使用金属研磨膏清洁 Wehnelt 和阳极；将 Wehnelt 和阳极放入容量合适盛有酒精的烧杯里，超声波清洗两次，每次 10min。两次都必须用干净的无水乙醇，同时要保证孔内没有异物。
- 5) 将 Wehnelt 和阳极取出放在锡箔纸上晾干，或用吹风机吹干。取出新灯丝，将 Wehnelt 装回去。如果用吹风机吹干，一定要待冷却后再把 Wehnelt 和阳极装回去。
- 6) 通过增减铜圈，调节灯丝尖和 Wehnelt 之间的距离，达到改变发射电流和图像亮度的目的。
- 7) 将灯丝组件装回：灯丝上的凹槽对准保护圈上的定位销，垂直方向装进去。将发卡装回，顺时针拧紧。发卡和阳极的螺纹比较精密，安装时一定要对好螺纹，不要硬旋。将阳极装回原来位置，检查密封圈是否在密封槽内并确保没有异物。
- 8) 将电子枪盖回原来位置，抽真空后再将内六角顶丝拧紧。
- 9) 更换灯丝操作结束之后，还需要调整光路合轴：将铜网标样放入样品室并抽好真空。
- 10) 开启操作软件，点击 Start 启动高压。开启电子束合轴模式，确保标样在样品台中心位置。
- 11) 确认电子束条件，按照提示的方向调节 A/B/C/D 旋钮，移动电子枪使得图像最亮。调节完成后，一点点拧紧 4 个旋钮，注意图像不要变暗。
- 12) 电子束合轴窗口自动关闭，光路合轴完成。轻轻盖上电子枪保护罩。

五、异常情况应对

画面异常，可能是振动、没烘干、高度没调好、高倍率下熔化等原因（如下图）。



不正常现象—2 试样形变或损伤：
生物、高分子以及高挥发、低熔点的材料



图 4.7.6 试样的正常照片

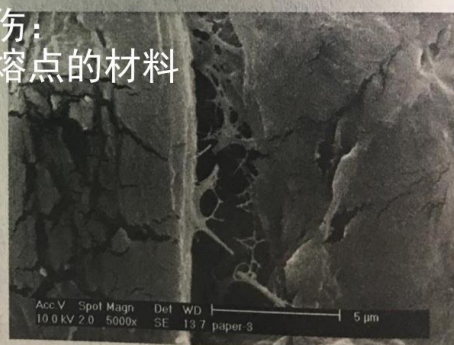


图 4.7.7 试样膨胀受损之后的照片

不正常现象—3 试样放电

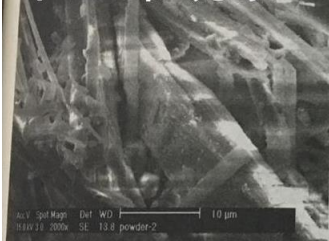


图 4.7.13 严重放电、图像扭曲
(25kV)

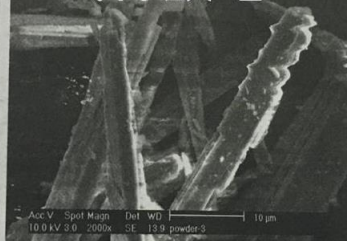


图 4.7.14 轻微放电、图像扭曲
(15kV)

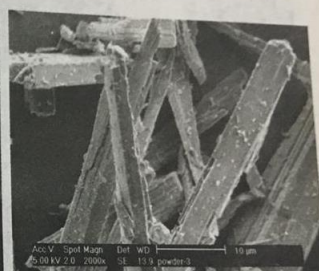


图 4.7.15 没有出现放电现象
(5kV)

六、仪器故障实例

测完SEM后再测EDS没有取出调整样品台高度，导致测EDS时图像不清晰。

七、维修维护

2019.07：更换金靶

2019.11：更换灯丝

八、联系方式

陈向军：15060143480，仪器工程师