

文件编号：Q/WU FLHA20030055R043

版本号：V1.1

受控状态：

分发号：

# 物质科学公共实验平台

## 质量管理文件

---

### 高分辨分析型场发射扫描电镜 Zeiss/Gemini 450 标准操作规程

2020 年 6 月 20 日发布

年 月 日实施

---

物质科学公共实验平台 发布

物质科学公共实验平台



物质科学公共实验平台

# 目 录

1. 目的 .....	1
2. 范围 .....	1
3. 职责 .....	1
4. 电镜实验室安全管理规范 .....	1
5. 电镜实验室仪器设备管理规范 .....	2
5.1. 高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 使用制度 .....	2
5.2. 预约制度 .....	2
5.3. 培训考核制度 .....	3
5.4. 仪器故障报告 .....	4
6. 高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 标准操作步骤 .....	4
6.1. 介绍 .....	4
6.2. 样品准备 .....	5
6.3. 登录系统 .....	6
6.4. 系统检查 .....	6
6.5. 进样 .....	8
6.6. 样品观察 .....	11
6.7. 保存图片 .....	13
6.8. 结束观察 .....	14
7. 能谱仪的操作步骤 .....	14
7.1 能谱开机 .....	14
7.2 能谱探头操作 .....	15
7.3 结束能谱采集 .....	20
8. 相关/支撑性文件 .....	1
9. 记录 .....	4

物质科学公共实验平台

## 1. 目的

建立高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 标准使用操作规程，使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 的用户。

## 3. 职责

- 3.1. 用户：严格按本程序操作，发现异常情况，尤其是仪器故障时及时汇报实验室技术员；隐瞒不报造成仪器进一步损伤的，将加重处罚。
- 3.2. 实验室技术员：确保操作人员经过相关培训，通过考核，并按本规程进行操作。

## 4. 电镜实验室安全管理规范

- 4.1. 进入实验室的所有师生应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识。
- 4.2. 严格遵守电镜实验室的各项安全管理规范，注意警示标识。
- 4.3. 实验室仪器需经培训考核后方可操作，并严格遵守仪器标准操作规程（SOP）进行检测，未经考核者严禁上机。严禁未经允许进行 SOP 以外的其他操作，或擅自修改仪器硬件及软件设置、使用非指定部件，或在拆下安全装置的情况下操作仪器。
- 4.4. 严禁在电镜实验室的仪器电脑主机上使用 USB 拷贝数据，严禁私自接入外部网络，仪器为公用设备，请将数据存入规定的路径，不可在电脑桌面或其他位置存储。
- 4.5. 用户自主测试必须严格按照 SOP 进行，实验过程中不得擅自离开实验室；实验室技术员应经常巡视，及时纠正违规操作，消除安全隐患；实验做完后，整理好实验相关区域并做好实验记录。
- 4.6. 样品制备、装载过程中必须戴手套，严禁用手触摸样品台及样品托。为防止交叉污染，请勿戴手套操作鼠标、键盘，同时严禁戴手套开关门。
- 4.7. 用户须在制样区完成制样工作，并保持工作区域整洁，相关工具放置在指定位置；仪器操作区要保持整洁，相关工具和资料放置在指定位置；严禁摆放与实验无关的个人物品；严禁在实验室饮食与抽烟。
- 4.8. 严格遵守学校规章制度，有毒废物、试剂、器皿、利器等分类回收。
- 4.9. 实验室人员离开前必须认真检查实验室的水、电、气是否关闭，离开时随手关门。

4.10. 仪器操作过程中出现异响、异味、冒烟等异常现象时，请第一时间联系实验室技术员，不得擅自修理设备。

4.11. 因违规操作或其他失误造成安全事故，相关责任人将受到通报批评及相应处罚。

## 5. 电镜实验室仪器设备管理规范

### 5.1. 高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450（以下简称 SEM G450）使用方案分为四类：

（1）培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训内容包括：实验室规章制度说明、SEM G450 基本原理、硬件构造及各部分功能介绍；常规样品制样、仪器的标准操作流程、控制软件（SmartSEM User Interface/ Aztec）操作、数据处理及测试注意事项。该过程中用户在技术员指导下进行操作仪器并进行数据处理。

（2）自主测试-初级：用户独立制样、装样；独立操作 SEM G450 进行常规探头（InLens/ SE2）形貌观察、EDS 能谱测试（点扫、线扫、面扫），并进行数据处理及上传。

（3）自主测试-高级：用户独立制样、装样、独立操作扫描电镜；除初级操作外，进行 ESB、BSD、EBSD 探头使用操作及该模式下形貌观察。

（4）送样测试：用户预约时提供样品信息及测试要求；用户负责制样，技术员操作仪器并做基本数据处理；

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”（以下简称大仪共享）进行预约，并按照要求登记预约信息。

### 5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，电镜实验室制定了 SEM G450 的 7\*24 小时预约制度，根据预约制度可登陆大仪共享网站预约机时。

请严格遵守预约时间使用仪器，无故迟到、使用超时均属于违规，违规次数过多将会通报或者禁用仪器（视情节严重情况进行处罚）。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前通知技术员。



预约时段		预约时间/每人	测试内容
工作时间	周一至周五： 09:00 至 17:30	每人次可预约机时 $\geq 30$ min	自主测试，送样测试
非工作时间	周一至周五： 18:30 至次日 8:00 周末及节假日： 09:00 至次日 8:00	每人次可预约机时 $\geq 30$ min	自主测试

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态；
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障，使用者须及时通知技术员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处罚；
- (4) 因人为原因造成仪器故障的（如硬件损坏），其导师课题组须承担维修费用；
- (5) 不可擅自做除培训操作之外的测试，如有需求请务必联系技术员；
- (6) 禁止将自己的账号借给他人使用，尤其不可借给没有操作权限的人上机操作，一经发现，直接取消使用资格。
- (7) SEM G450 数据不允许在仪器电脑中删改，尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过 NAS 网盘上传和下载原始数据至本地电脑，以保存并做数据处理；实验数据在本实验室电脑中保留 2 个月（暂定，根据情况若硬盘允许数据保存时间延长）。
- (8) 使用者应保持实验区域的卫生清洁，测试完毕请及时带走样品，本实验室不负责保管样品。
- (9) 电镜实验室为用户提供不同规格的平面样品台和截面样品台、导电胶带等制样工具，请合理使用，用户不得私自带走。
- (10) 使用者若违犯以上条例，将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

### 5.3. 培训考核制度

校内教师、学生均可提出预约申请，由技术员安排时间进行培训，培训分为三部分：

第一部分：由实验室技术员介绍实验室规章制度、安全管理规范、仪器设备原理、基本硬件知识。

第二部分：上机培训，内容包括：样品送样及制样、仪器标准操作规程、相应数据处理。

第三部分：上机培训结束后，培训者需在两周内进行至少一次自主上机预约，在技术员的监督下进行独立操作。待培训申请人熟练操作后通知技术员申请进行上机考核，考核前会给各位发送考核要求。

技术员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后，给予培训者授权，培训者即可独立使用仪器，但仅限在其用户级别所允许的可操作实验范围内使用。因人为操作错误导致仪器故障者，除按要求承担维修费用之外，给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

注意：培训中的第一部分和第二部分需要用户在一周内完成（特殊情况除外），否则需要重新进行培训；培训通过后用户需保证每月至少 1 次的自主上机测试，若超过该时间则需要重新联系仪器负责人监督考核，否则将无法预约该仪器设备。考核不达标者需要重新申请培训，且培训费用是初次培训的 1.5 倍。

对接受培训人员的核心要求：

(1) 熟悉 SEM G450 原理、构造及各部分的功能，严格遵守仪器部件的开关顺序，在突然停电时能及时处理并上报，关注仪器各部件有无异常；

(2) 熟练掌握 SEM G450 以及能谱软件系统，严格按照标准操作规程操作，防止因人为操作不当造成仪器故障，特别注意样品传送杆操作不当导致损坏、EDS 探头使用后进行样品更换时未将探头 Standby、移动或倾转样品台撞到极靴或探测器、使用 BSD 探头、EBSD 探头忘记退出等问题（此种情况属人为事故，所属课题组须承担维修费用），认真做好扫描电镜的使用及故障记录。

#### 5.4. 仪器故障报告

(1) 仪器使用过程中，仪器出现故障及错误提示信息时，应即时通知技术员；

(2) 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏，并保存在桌面“Error Report”文件夹，截屏文件命名请按照“导师名-用户名-样品名-故障时间（具体到分钟）”；在《仪器设备使用记录本》的备注栏做简单说明。

## 6. 高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 标准操作步骤

### 6.1. 介绍

**基本信息：**高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 主机（包括真空系统、电子光学系统、检测器系统）；检测器包括镜筒内二次电子探测器 InLens，镜筒内背散射电子

探测器 ESB，二次电子探测器 SE2，背散射电子探测器 BSD，CL 探测器；样品室内配备等离子清洗装置，红外 CCD 相机；配备样品交换舱，消磁防震系统；配备能谱仪 EDS (Oxford, Ultim EXTREME)、电子背散射衍射仪 EBSD (Oxford, Symmetry)。

#### 仪器主要技术参数：

二次电子分辨率： 15 kV @ 0.7 nm； 1 kV @ 1.1 nm（非减速模式）

分析分辨率： 15 kV @ 2.0 nm (5 nA，工作距离 8.5 mm)

背散射电子分辨率： 1 kV @ 1.2 nm

放大倍数： 12 ~ 2000000 倍

电子枪类型：：肖特基场发射灯丝，最大束流 40 nA

**探测器：**具有镜筒内 InLens 和镜筒外 SE2 两个二次电子探测器，用于收集二次电子信号，观察形貌信息；镜筒内背散射电子探测器 ESB，样品室内背散射电子探测器 BSD，用于收集背散射电子，观察成分衬度；CL 探测器，用于收集阴极荧光信号，观察发光材料衬度；无窗型斜插电制冷能谱仪 EDS，收集 X 射线信号，用于元素分析，分析范围为 Be<sub>4</sub> ~ Cf<sub>98</sub>，元素分析下限：Li<sub>3</sub>。电子背散射衍射仪 EBSD，采集衍射花样，分析晶体取向。

高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemini 450 如图 6-1 所示：

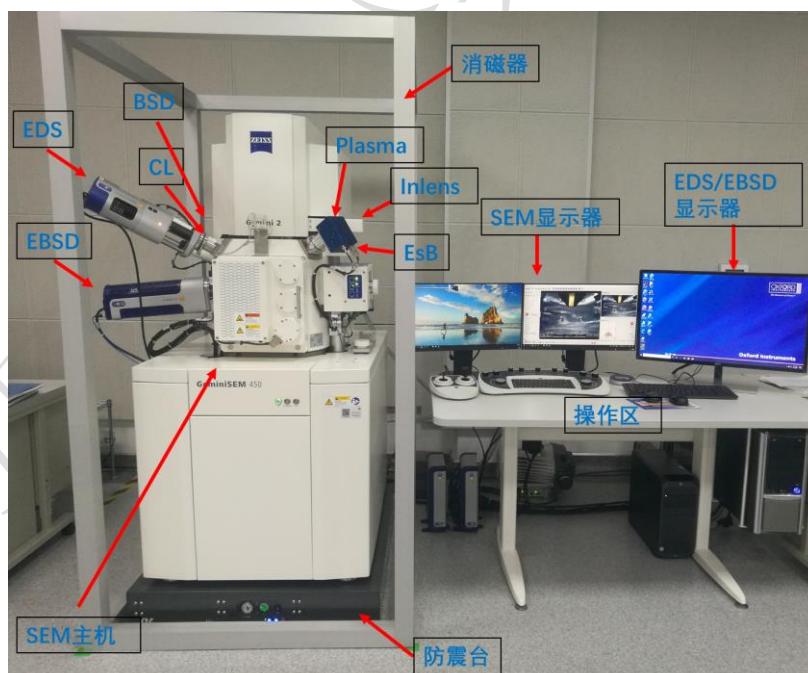


图 6-1 Gemini 450 高分辨分析型场发射扫描电镜系统图示

## 6.2. 样品准备

(1) 测试样品必须完全干燥不含水分和溶剂，必要时，可将样品放在烤灯下烘烤 5-10 min；

(2) 通过交换舱进样的样品，高度须小于 40mm，直径须小于 80mm；

(3) 使用导电胶带将样品固定在钉型样品台上；制样时请不要用力压样品，以免破坏表面形貌；粉末样品制样后，必须用氮气枪吹扫（建议所有类型的样品都吹扫）；请务必将样品固定好，否则会影响图片质量，还有可能损坏仪器；

(4) 将固定好样品的钉型台安装在九孔样品台上，稍微拧紧对应编号的螺丝，固定钉型台。

注意：


1. 样品安装时，应保持整个样品台上的样品高度一致，否则切换样品观察时，有可能会撞到镜头系统或探测器；
2. 接触样品台、样品托等所有要进入电镜样品仓的零件，必须带手套，否则会污染电镜的真空系统。
3. 固定和取下钉型台时，稍微拧紧或拧松螺丝即可，注意不要完全拧松，导致螺丝掉落丢失。

### 6.3. 登录系统

(1) 检查开机状态。SEM G450 正常情况下会保持开机状态，绿灯 ON 常亮。如果不是该状态，请停止操作，并联系仪器负责人。

(2) 登录大仪系统。输入账号和密码。

(3) 开启电镜软件。（如果软件已经开启，则跳过本步骤）

双击桌面上的 SmartSEM User Interface 图标 ，等待 EM Server 进度条达到 100%后，登录账号 guest，无需密码，点击 OK。

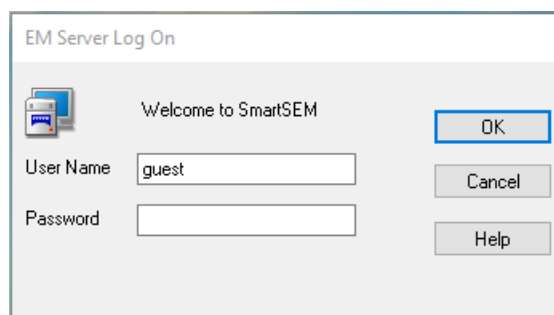


图 6-2

### 6.4. 系统检查

测试前请逐项完成如下检查：

(1) 检查真空度。在 GeminiSEM Control → Vacuum 界面下，记录 Gun Vacuum 值和 System Vacuum 值，前者要小于  $5 \times 10^{-9}$  mbar，后者要小于  $2 \times 10^{-5}$  mbar，如果高于此值，请停止操作，联系仪器负责人。

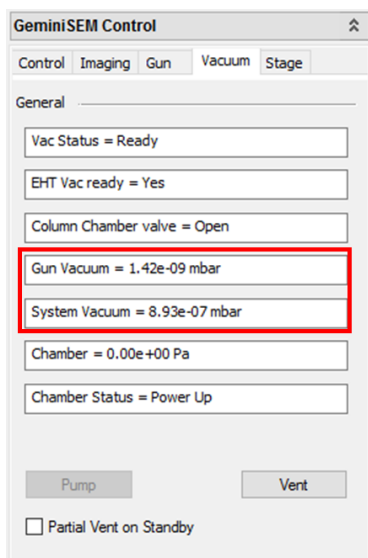


图 6-3

(2) 检查冷却水。在侧边栏中，双击 Water Flow and Temperature，弹窗显示 Water OK = YES，即表示冷却水正常工作，之后点击 Close，关闭该弹窗。如果不正常或者出现报警提示，请联系仪器负责人。

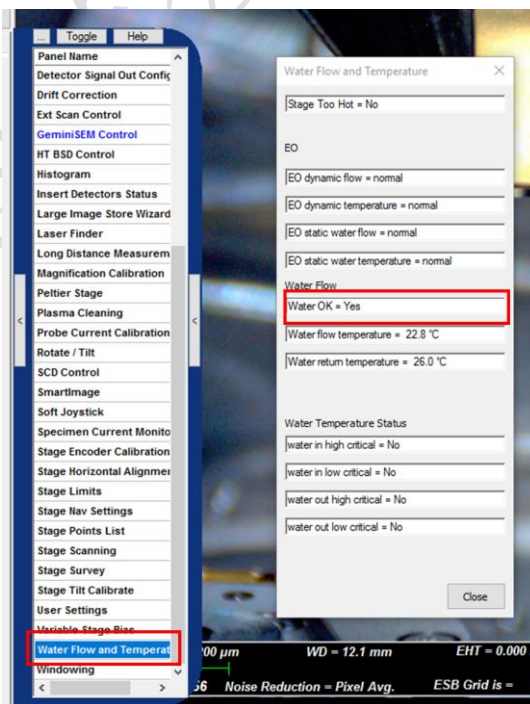


图 6-4

(3) 检查并确保 EDS、BSD、EBSD 探测器是否处于待机 (Standby) 状态:



EDS 探测器：左边黄色指示灯亮，表示探头处于待机状态。若出现蓝色指示灯亮，说明 EDS 探头还插入在样品舱内，此时禁止开舱更换样品，应先退出 EDS 探头后 (Standby)，再更换样品。



图 6-5

BSD 探测器：探测器尾端处于最左端时，说明探头已完全退出，如下图所示；若非此状态，禁止装样并联系仪器负责人。



图 6-6

EBSD 探测器：探测器尾端处于最左端时，说明探头已完全退出，如下图所示；若非此状态，禁止装样并联系仪器负责人。



图 6-7

## 6.5. 进样

(1) SEM G450 样品交换舱部分构造如下：



图 6-8

(2) 检查 SEM 的电压状态：

打开样品舱前加速电压需要保持关闭状态，如下图所示，GeminiSEM Control→Control 界面中，EHT Off 按钮呈蓝色，否则点击该按钮，关闭高压。

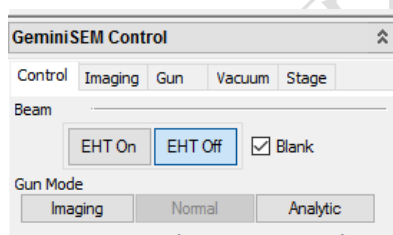


图 6-9

(3) 检查样品传送杆的位置和交换舱的真空状态：

打开交换舱前，样品传送杆应处于完全拉出的点位，交换舱上 Rod Retracted 灯常亮。如果没有，先拉出样品传送杆至正确位置。

进样前，交换舱应处于真空状态，Store 灯长亮，如果没有，请通知仪器负责人。

(4) 解锁 Stage 和 Joystick：

在 GeminiSEM Control→Stage 界面中，取消勾选 Stage Disable 和 Joystick Disable。

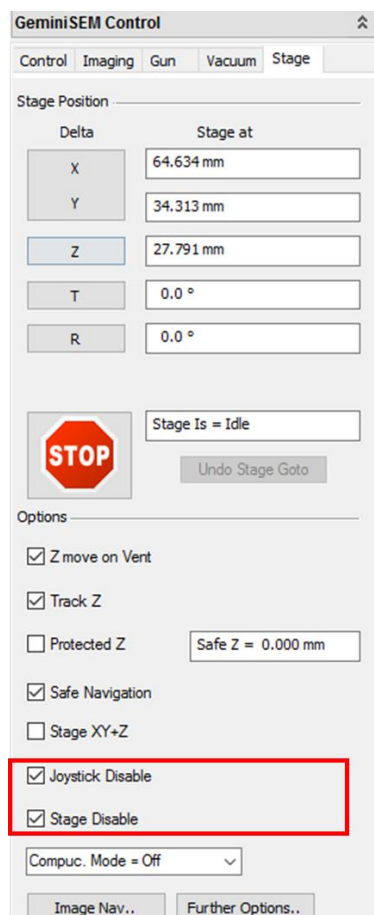


图 6-10

注意：1. 送样/取样时请勿过度用力，缓慢进样/取样，保持仪器稳定，严禁过度用力导致仪器出现晃动，样品传送杆偏位、松动等异常情况。

2. 除送样/取样时需要操作样品传送杆，其他时间请远离传送杆，以免撞击或者意外碰触导致传送杆变形。传送杆操作时不要碰触杆身，仅可操作黑色旋钮部分。

### (5) 进样步骤

#### ➤ 交换舱充气

点击交换舱上 Vent 按钮，按钮上的灯闪烁，此时交换舱会充入 N<sub>2</sub>，约 5 s 后拉动把手，打开交换舱门。

说明：如果一直无法打开，可能是 N<sub>2</sub> 没有开启，请去设备间检查 N<sub>2</sub> 钢瓶。

#### ➤ 放入样品台

将样品台卡在基座上的燕尾槽中，请平稳滑入，并确认样品台卡紧；旋紧样品传送杆的黑色旋钮，锁住样品台。

警告：送样和取样的过程中，样品传送杆一定要旋到底，锁定样品台，否则传送过程样品台会



掉落，可能会损坏设备。

#### ➤ 关闭交换舱门抽真空

缓慢轻推关上舱门，点击交换舱上的 Store 按钮，等待灯从闪烁变为常亮，交换舱内抽真空完成。

#### ➤ 打开舱间阀门，送入样品

点击多功能键盘上的 Exchange 按钮，此时，电脑屏幕上会出现提示弹窗，点击 Yes 确认之后，样品室内的样品基座会移动至阀门附近，阀门开启后，握住传送杆的黑色旋钮，缓慢推入，直至样品台滑入样品室内的样品基座并卡紧。

注意：传送过程手要稳，样品台要送入正确的位置，不要引起电镜镜筒的晃动，剧烈的晃动会破坏真空，引发仪器的严重损坏。

#### ➤ 拉出传送杆，关闭舱间阀门

逆时针拧松黑色旋钮，解锁传送杆与样品台；缓慢拉出传送杆至卡位，此时 Rod Retracted 灯常亮；点击多功能键盘上的 Resume，阀门关闭，同时屏幕上会提示 Resume completed，点击 OK；进样完成。

### 6.6. 样品观察

#### (1) Joystick 和多功能键盘说明





图 6-10

(2) 移动样品台。

在 Camera 模式，通过屏幕右下方的 Stage Topview 界面，在九孔样品台导航示意图中双击编号 4 或者 5，再按住 Ctrl 键，双击对应的样品编号，保证观察的样品处在极靴下方，待观察的样品处在交换仓一侧，改变样品进行观察时，同此操作。待对应的样品移动至极靴下方，再通过控制 Z 轴摇杆将样品台移动到合适的工作距离；

**警告：**移动 Z 轴时，把鼠标放在屏幕右下方的红色的 STOP 按钮上，注意观察 Camera 的图像，若有风险，及时停止。若不慎撞上极靴或者探测器，造成损坏，属于重大事故，操作者所属课题组要承担维修费用。

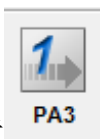
(3) 检查样品室真空度。

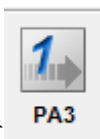
开启电压前，System Vacuum 要小于  $2 \times 10^{-5}$  mbar，如果真空度没有达到，请等待。

(4) 设置电压、电流。

在 GeminiSEM Control → Control 界面中，Column 选择 Normal。设定加速电压 EHT，通常形貌观察选择从 5 kV 开始，若荷电严重的样品，可选择 1-2 kV，然后点击 EHT ON。电流 I Probe 推荐选择 200 pA。

(5) 找样品。



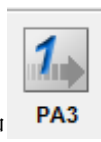
在 Toolbar 中，点击  (Speed=3 & Pixel Avg)。通常先使用 SE2 探测器观察和找到感兴趣的区域。点击多功能键盘上的 Camera 切换到图像模式，在 GeminiSEM

Control→Imaging→Detector/Active Channel, 选择 SE2。调节 Magnification 旋钮和 Focus 旋钮, 低倍聚焦, 使能看到图像。可以利用快捷键就 Ctrl+Tab, 改变图片中心点位置, 找到感兴趣的区域。

**警告:** 在移动、升降和倾斜载物台时, 一定要在 Camera 模式下, 谨慎进行, 以免碰到物镜和探测器。在 Stage 移动过程中, 把鼠标放在屏幕右下方红色的 STOP 按钮上, 若发现 Stage 有碰到极靴或探测器的风险的时候, 可以紧急停止。

(6) 调整图像。

- 推荐选择使用 Inlens 探测器、SE2 探测器或者 Mixing 信号混合 (Signal = 1 为 A 探测器信号, Signal = 0 为 B 探测器信号, )。
- 推荐先调节亮度为 50% 左右, 再调节对比度。扫描速度可以根据自己的习惯随时调



整。(观察寻找图像时推荐使用 Toolbar 中

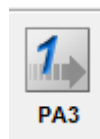
- 如果发现在调焦过程中 (建议使用多功能键盘上的 Reduce 小窗口调焦), 图像有漂移, 则需要调节光栏对中: 按下多功能键盘上的 Wobble 键, 建议在 10% 以下, 调节 Aperture X 和 Aperture Y, 使图像晃动最小, 出现类似同心圆的收缩和放大, 调整好后再按一次 Wobble 键退出。
- 调节聚焦旋钮和面板上的两个消像散旋钮, 直到图像清晰。提高放大倍数再进行精细聚焦调整。

## 6.7. 保存图片

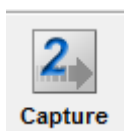
(1) 得到满意的图像后, 选择合适的扫描条件 (Scan Speed/ Noise Reduction) 扫描图像稳定, 点击多功能键盘上的 Freeze, 图像右下角出现橙色的圆点, 待圆点颜色变为绿色或红色, 即可右键选择 send to (或 Ctrl+E), 保存为 TIFF 格式图片, 点击 Change Directory 按钮, 选择文件夹和键入文件名, 点击 Save。保存路径为: D:\user data\PI 课题组\用户姓名\日期 (每天新建)。

(2) 图像保存后, 再次点击 Freeze, 解冻图像, 然后可继续拍图。

(3) 在菜单栏选择 Image→Image Gallery, 可以快速打开图像保存的目录。



注: 为了方便操作, 在软件上方的 Toolbar 中, 设置了快捷键, 建议找样品调节图像时使用;



建议导电性较好的样品拍照时使用；



建议 BSD、EsB、CL 信号成像时拍照使用；



建议调焦时使用；



建议荷电和漂移的样品拍照。

## 6.8. 结束观察

(1) 点击多功能键盘上的 Camera，切换视图。

(2) 点击 Exchange，等待系统关闭高压、样品台移动到 exchange 位置、交换舱阀门打开。

(3) 缓慢推入传送杆，旋紧黑色旋钮，固定好样品台，拉出传送杆至卡点，Rod Retracted 灯亮后，点击 Resume，阀门关闭，屏幕上会提示 Resume complete，点击 OK。

(4) 点击交换舱上的 Vent，等待 5 s 后，轻轻打开交换舱门，旋松传送杆的黑色旋钮，取出样品台。

(5) 轻推关闭交换舱门，点击 Store。

(6) 确认 Store 灯常亮，Rod Retracted 灯常亮之后，在 GeminiSEM Control→Stage 界面中勾选 Stage Disable 和 Joystick Disable。

(7) 取下样品，收拾桌面和制样区，做好使用登记。

## 7. 能谱仪的操作步骤

### 7.1 能谱开机

(1) 打开能谱电脑主机电源（只有在电镜开启后才可以打开能谱主机电源），电脑解锁密码：oxford，若电源已开启，则跳过此步。



(2) 双击 SEM 电脑桌面的 RemCon32 图标，该程序用于 SEM 和 EDS/EBSD 的数据通讯。弹出如下界面，如果图标 Open Port 和 COM 4 呈灰色，程序已经开始运行，数据通讯联通。如果图标 Open Port 呈绿 ✓ 状态，点击该图标，使程序运行，通讯联通。

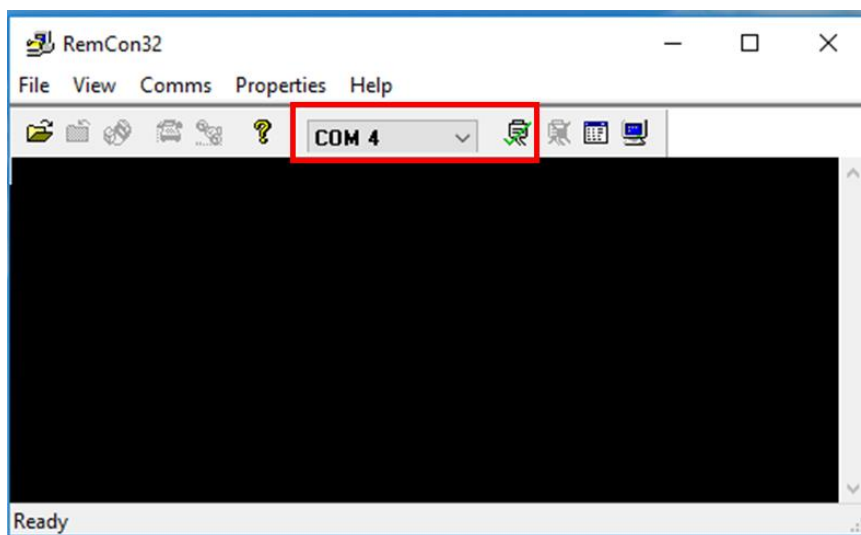


图 7-1

(3) 开启 AZtec 软件

在能谱电脑桌面点击 ，开启 AZtec 软件，进入页面后点击 New Project 建立新的文件，或 Open Project 打开原来已存在文件。




图 7-2

(4) 在软件左上角，选择 EDS-SEM。

## 7.2 能谱探头操作

(1) 能谱探头降温

a) 点击软件右下方小探头图标 ；

注意：鼠标移动到图标位置，会有浮窗提示“Control of EDS detector: Extreme”，不要误点到 EBSD 的探头图标。



图 7-3

b) 在弹出窗口上点 Thermal→Operate 按钮进行探头降温；此时，Operating Status 由 Standby 显示为 Cooling，同时探头上蓝色指示灯闪烁，降温过程会持续 5 min 左右；

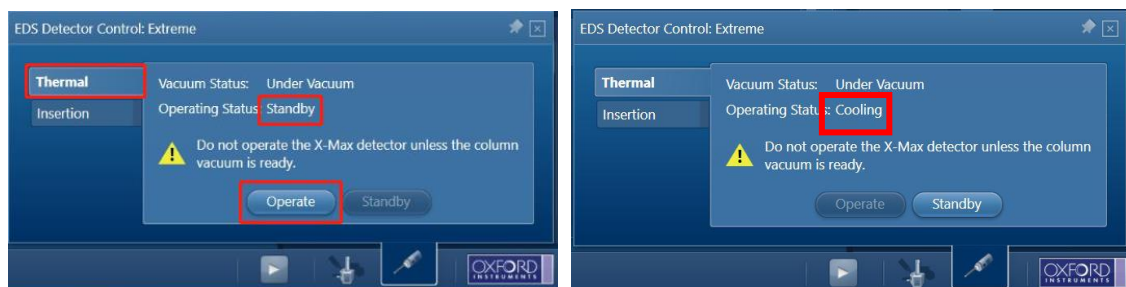


图 7-4

c) 当 EDS 探测器蓝色指示灯常亮，Operating Status 显示为 Cold，即表示降温完毕。

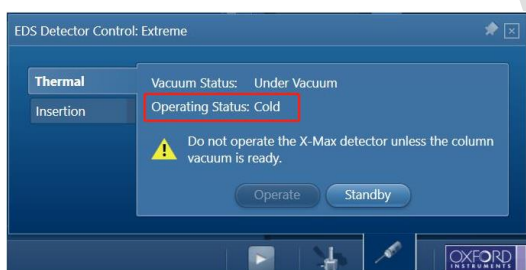


图 7-5

### (2) EDS 探头插入使用

在电镜 Camera 模式下，在探头窗口中点击 Insertion→In，可以看到探头缓慢插入电镜样品舱中，直至 In 按钮变成灰色，Out 指示按钮可以点击，即代表 EDS 能谱探头已就位。

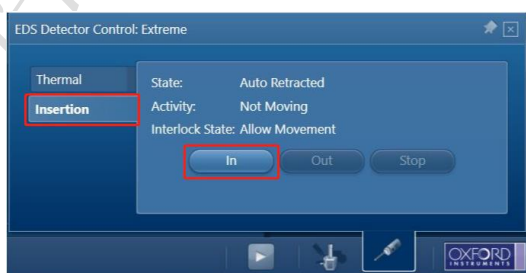


图 7-6

(3) 根据测试需求选择点/线/面扫描，点扫 (Point & ID)、线扫 (Linescan)、面扫 (Map)，可以在菜单栏红色图框区域中进行选择。



图 7-7



#### (4) 设置样品信息

在 Describe Specimen 页上可以对 Project Note、Specimen Note、Site Note 等进行说明，以便记录样品信息方便之后数据分析。

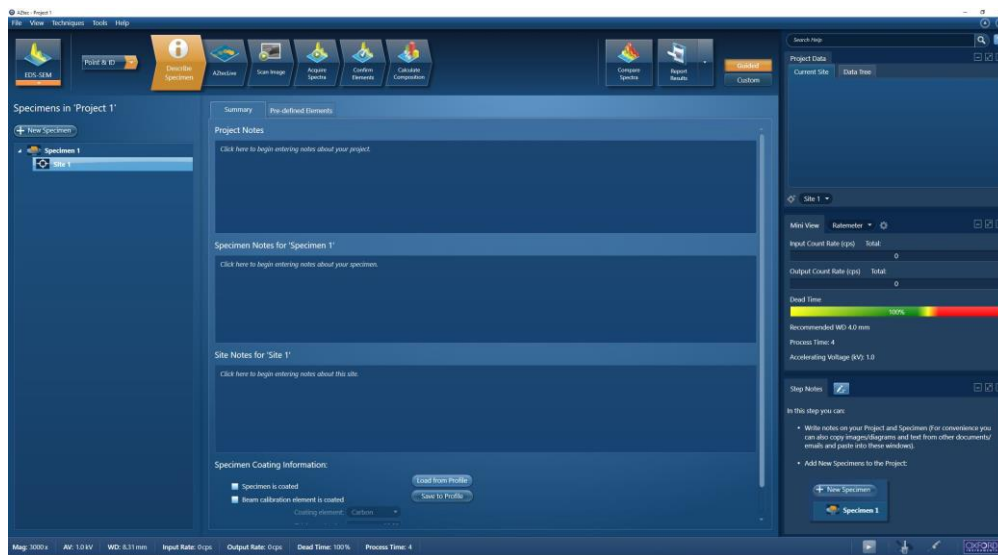


图 7-8

#### (5) 获取 SEM 图像

根据样品情况在 SEM 软件上选择合适的激发电压，I Probe 选择 500 pA，调整好聚焦、像散后，点击能谱软件上 Scan Image，点击 START，获取目标区域的 SEM 图像。

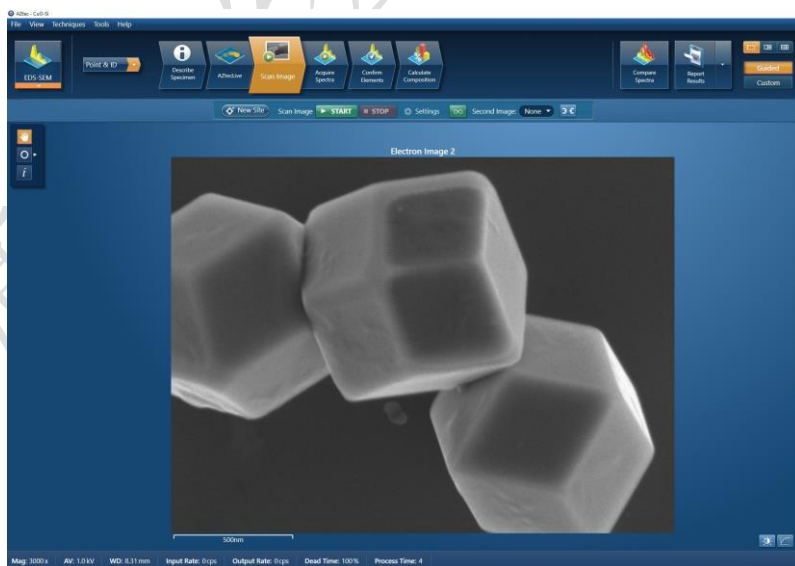




图 7-9

注：如何选择合适的激发电压：激发电压为特征谱线的 2-3 倍。

#### (6) 能谱采集

点击能谱软件上 Acquire Spectra，在软件左边工具栏点击后，即可在图片中框选目标

区域进行数据采集，Map Sum Spectrum 实时显示能谱数据。点击 ，在红色框中根据需要选择测量样品的元素质量比或者原子比，点击 Apply，再次点击  工具框消失。

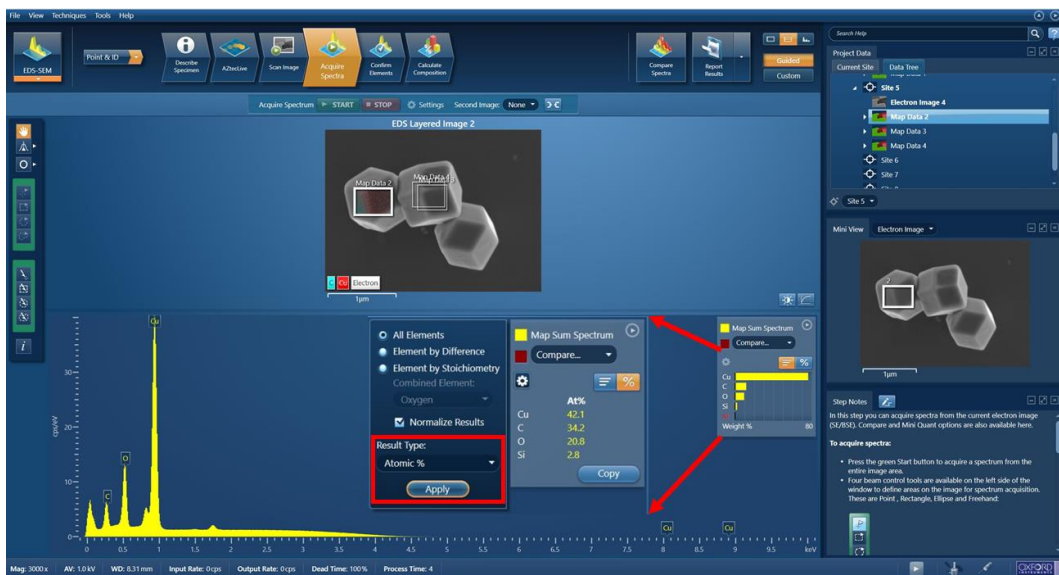


图 7-10

说明：使用能谱时，系统推荐  $WD = 5.0 \text{ mm}$ ，可根据自己的样品情况调节  $WD$ 。

(7) 元素定性/定量分析

a) 信号采集完后，点击菜单栏中 Confirm Elements 按钮，对选定区域进行元素确认；在此过程结合样品信息选择目标元素谱峰，去除误差峰；

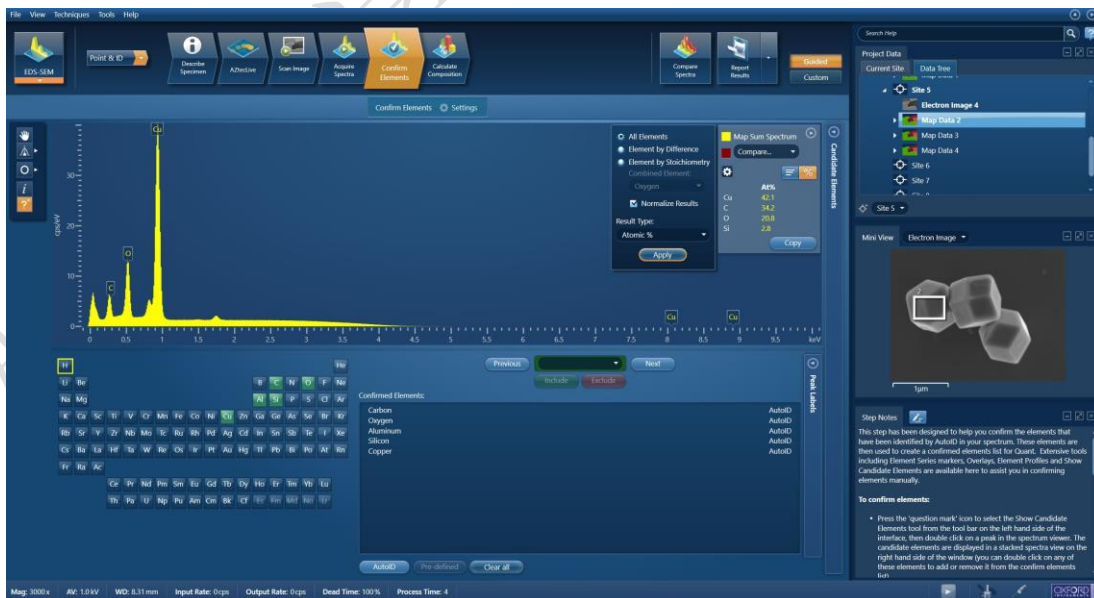


图 7-11

b) 之后点击 Calculate Composition 进行定量分析。在该界面窗后点击 Result Type 可以选择输出结果为质量百分比或者原子百分比。



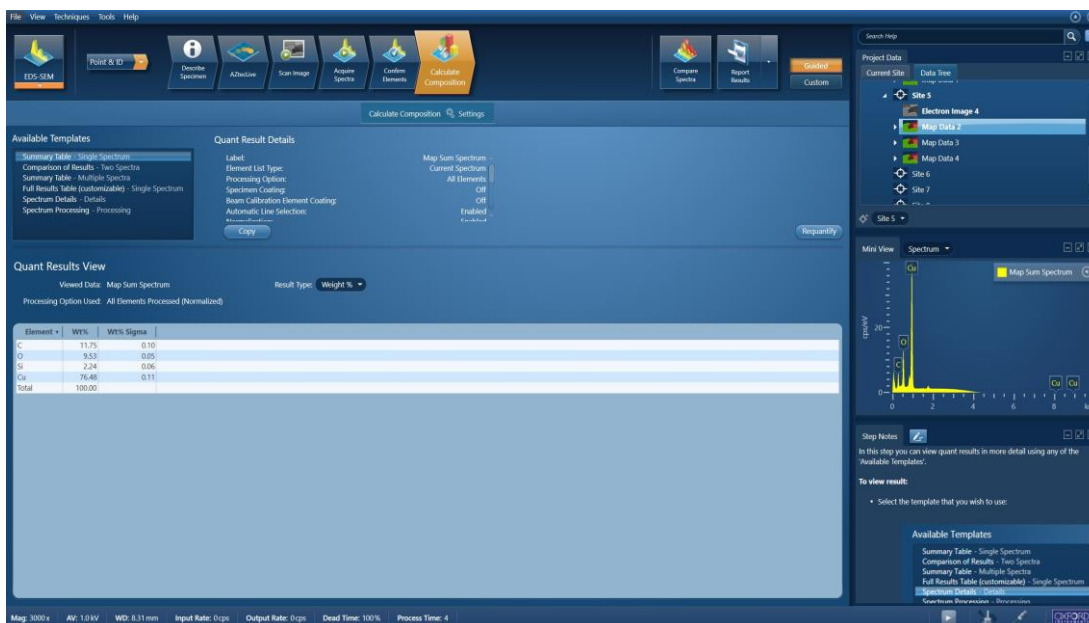


图 7-12

(8) 保存数据和报告

a) 点击能谱软件工具栏上的 Report Results, 选择 Save Report 即可生成并保存报告。之后自动弹出能谱 Word 报告, 保存路径自动默认为该 Project 下的 Report 文件夹中; 若有多个能谱数据需要保存至同一文件中, 选择要保存的数据点击“Append Report”, 该数据自动添加至刚才的文档中。(在保存数据过程中请不要关闭 Word 文档, 不然无法保存数据于一个文档中);

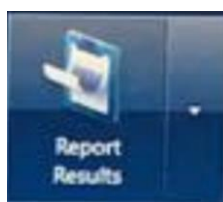


图 7-13

b) 点击能谱软件工具栏上的 File→Save project as 来保存整个 project, 保存路径为 D:\EDS Data\PI 课题组\用户姓名\日期 (每天新建);

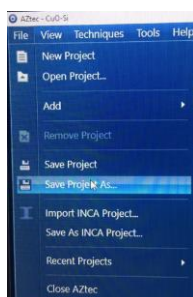


图 7-14

c) 如果需要谱峰数据以便于后续导入数据作图，可在谱图空白处右击选择 Export，然后选择 EMSA，数据保存成 TXT 格式。



图 7-15

(9) 退出 EDS 探头

点击软件上右下角的探头图标，在 Thermal 栏目下点击 Standby，探头从低温复温到室温，同时会退出。探头退出后需要等待 3 min 后才能够打开样品舱更换样品。

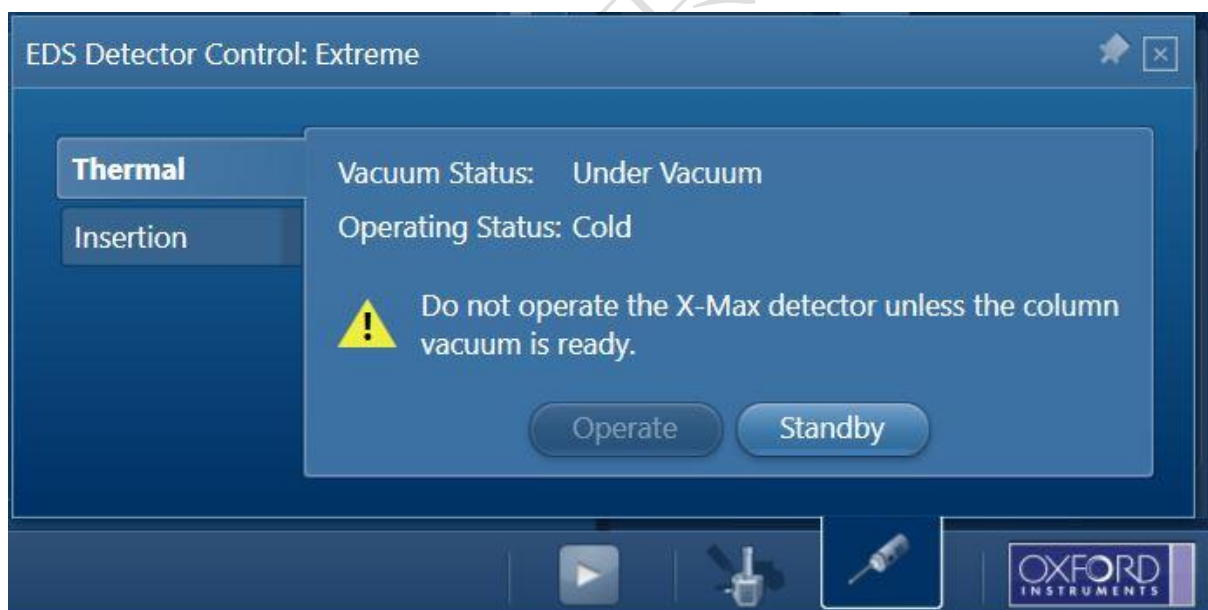


图 7-16

7.3 结束能谱采集

以上步骤操作完后直接关闭 AZtec 软件，然后参照 6.8 操作关闭扫描电镜程序、取出样品。

## 8. EBSD 操作

样品要求：表面平整（粗糙度控制在 10nm 以下）；无制样残余应力；样品表面洁净。

(1) 将样品牢固粘在丁台上，放置于预倾台上（角度 70°，EBSD 专用），样品必须朝外侧，如图 8-1。

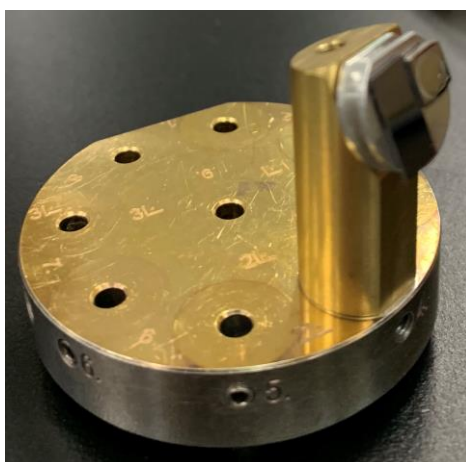


图 8-1

(2) 根据前述扫描电镜标准操作流程，将样品送入电镜中。

**注意：预倾台较高，样品台在 exchange 位置时，先降低样品台位置，确保样品在安全位置高度，再移动样品至极靴下方。**

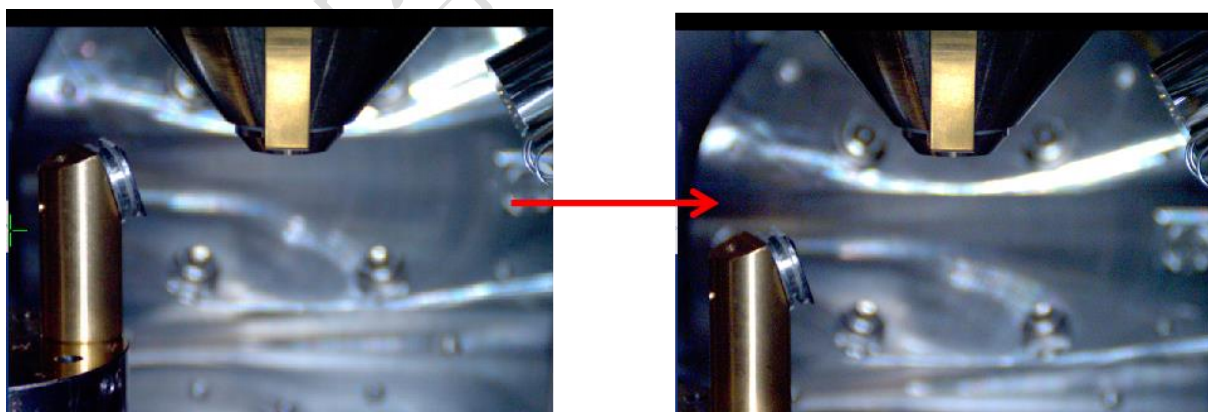


图 8-2

(3) 根据前述扫描电镜标准操作流程，设置电压、电流（常规样品初选 20KV/10nA），寻找图像、调整图像（WD=12 左右）至满意图像。Rotate/Tilt 70° 勾选。

图 8-3

(4) 调至 EBSD 电脑界面，打开能谱/EBSD 电脑主机电源（只有在电镜开启后才可以打开能谱/EBSD 主机电源），电脑解锁密码：oxford，若电源已开启，则跳过此步。

(5) 双击 SEM 电脑桌面的 RemCon32 图标，该程序用于 SEM 和 EDS/EBSD 的数据通讯。弹出如下界面，如果图标 Open Port 和 COM 4 呈灰色，程序已经开始运行，数据通讯联通。如果图标 Open Port 呈绿√状态，点击该图标，使程序运行，通讯联通。

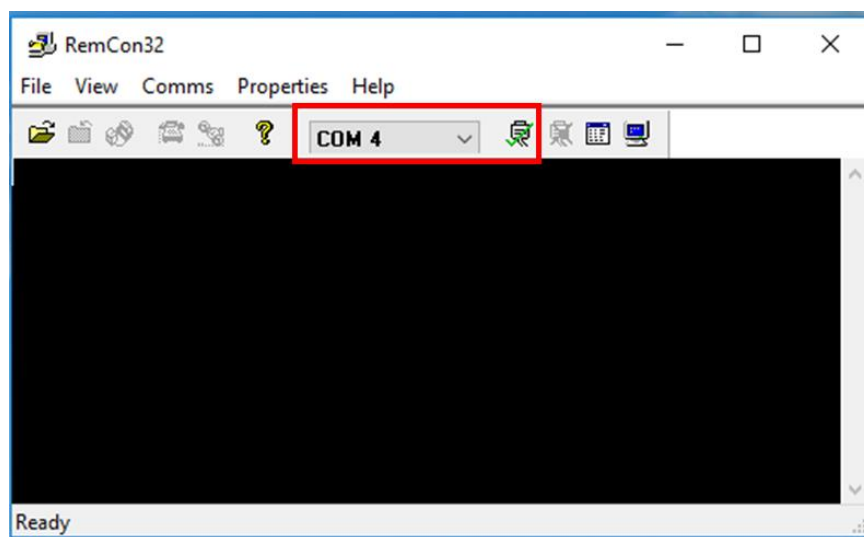



图 8-

(6) 开启 AZtec 软件



在能谱/EBSD 电脑桌面点击 ，开启 AZtec 软件，进入页面后点击 New Project 建立新的文件，或 Open Project 打开原来已存在文件。

(7) 在软件左上角，选择 EBSD。

(8) 电镜 Camera 模式下，点击软件右下方小探头图标，浮窗显示“Control of the EBSD detector”。在弹出窗口 Insertion 中，先 Move To 至 140mm，再点击 In 至磷屏设定默认位置。

注意：磷屏插入过程中必须实时观察，如有碰撞危险，及时 Stop 停止。

磷屏完全插入后，建议关闭 Proximity 中的 Enable Proximity Sensor（防撞功能），否则会影响图像，但实验过程中千万杜绝任何误操作对探测器的损坏。

图 8-

(9) 软件中 Describe Specimen—Specimen Geometry 中 Specimen Tilt—Use Pretilted Specimen Holder 勾选，角度为  $70^{\circ}$ 。

图 8-

(10) 软件中 Describe Specimen—Phases 中选择样品所含相，如选择不正确，会无法得到结果。

图 8-

(11) Scan Image 中点击 Start 获取调整好的电镜图像。

(12) Optimize Pattern 中 ON 选点可看到每点的菊池花样。在 Mode 中有 4 种模式可选择，可首先尝试 Mode: Speed 2。

(13) Optimize Solver 用于观察判断整张图是否都有解及选择标定模式。Settings 中 Indexing Mode 最常用为 Optimized-TKD；Number of Bands 可设置 6~12 之间，一般设 10 以上，保证解析率；Hough Resolution 通常设为 50~60。设置完成后，要求 Cycle time 中 Analysis 小于 Detector。

(14) Acquire Map Data 中可选择区域进行扫描，可调整 Step Size、Area Width 和 Duration 参数。

图

(15) Construct Maps 中可实时看到结果。

(16) 数据采集完毕后，EBSD Data 栏目右键点击 Launch with AZtecCrystal，数据进入分析软件；也可直接在桌面打开 AZtecCrystal 软件，Open 相应文件夹。

(17) 载入图像后，点击 Clean Up—Auto-Clean Up 可优化图像结果，去除无解点。

(18) Maps 右侧 Layers 中可增加或删除所需分析项目。

(19) 数据保存，图像上方鼠标右键选择 Export Map，Save As 图像保存至相应课题组文件夹。

(20) 关闭 AZtecCrystal 软件。电镜 Camera 模式下，在 AZtec 软件 Insertion 中点击 Out 退出 EBSD 探头。将 Describe Specimen—Specimen Geometry 中 Specimen Tilt—Use Pretilted Specimen Holder 勾选去掉。根据需要，File 中可保存此次 Project。关闭 AZtec 软件。

(21) 下降样品台高度至距离极靴一段距离，按电镜操作流程取出样品。Rotate/Tilt—Tilt Corm 去掉勾选。

## 9. 相关/支撑性文件

8.1 Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 10. 记录

9.1 Q/WU FLHS066 高分辨分析型场发射扫描电镜 Gemin 450 使用记录表 V1.0

