

萨本栋微纳院翔安 SEM 使用公告

- 本设备位于翔安校区文宣楼 C107 室,管理员联系方式:郑老师 15259242803;微纳院翔安 SEM QQ 群号: 480259778 (加群请备注导师姓名-本人姓名)。
- 观测要求:
 - 样品必须完全烘干,不含水分;不导电样品需要进行喷金操作;
 - 含磁性样品不能观测;
 - 细粉样品 (<10um) 不能直接观测,必须分散在硅片(抛光面)或铜网上;★粗粉样品 (>10um) 取微量即可(请一定不要过量),粘在导电胶上,用洗耳球用力吹扫,保证无粉末掉落;★样品台进腔室时,确保样品台底座无吸附粉末或导电胶带;
 - 委托/培训预约时间:工作日 9:00-12:00, 14:30-17:30 (如临时有变动会在微纳院翔安 SEM QQ 群中通知);
 - 设备培训:①可委托本课题组中具有独立操作权限的同学进行培训;也可以通过认真观看 QQ 群文件中的《设备操作视频》、认真阅读 QQ 群文件中的《SEM 基本操作规程》、《SEM 操作概要及各项注意事项》,了解设备操作方法。②待基本掌握操作后,预约委托操作(需自带样品),期间由工程师进行操作考核,通过后开通该设备的独立操作权限;
 - 严格执行一人一卡制,请勿将卡借予未通过培训的同学;
 - 请严格按照预约时间进行观测,需喷金或制样时间较长的同学可提前来制样;
 - EBL 预约请提前联系工程师。

SEM 基本操作规程

1. 戴好**实验手套**准备样品,用导电胶带将样品牢固粘在金属样品台上,记录样品位置;(样品必须完全烘干,不含水分;不导电样品需要进行喷金操作);
2. 打开电镜室外间氮气钢瓶主阀,刷卡开启显示器。在 SmartSEM 软件 TV 模式下查看电镜样品底座位置,确认样品台位置居中, z 值=0.5mm, 以免拉开舱门时损坏样品底座或探头;
3. 确认 EHT:X, 在 SmartSEM 界面右侧下方 Airlock 中点击“**Close Column Chamber Valve**”, 在界面右上方 SEM controls 的“Vacuum”中, 点击其下选项“Vent”, 确认, 样品腔室开始进氮气;
4. 等候 2 分钟左右以使得进气达到大气压, 小心拉开舱门, 嵌入样品台, 确定底面方向正确、安装牢固, 小心推入舱门, 点击 SmartSEM 界面右侧上方“Pump”, 开始抽真空。需用手轻推舱门 10s 左右协助真空开始, **全程戴实验手套**;
5. 等待约 5min, 待界面右下角 Vac: √, 确定 System vacuum < 3e-005 mbar、Gun vacuum < 3e-009 mbar;
6. 在 signal: TV 模式下边实时观察, 边用手柄台上的 z/t 手柄向上移动样品台, z 向远离自己方向推动为上升。根据样品高度确定最后位置, 样品高度 h<2mm 时, z 值在 **40~41mm** 即可, 样品厚度 h>2mm 时, z 值在**(40-h)~(41-h)mm** 范围即可。
 - 最后安全位置要求:(1) **不能超过**右边屏幕上 z navigator 蓝线;(2) 左边屏幕上样品距离上方探头**至少一指宽**。
 - 注意: z/t 手柄的 **t (tilt 倾斜)** 操作**不允许**学生自己进行大角度倾斜操作, 需要倾斜操作请联

系电镜管理员；

7. 双击数据区 EHT, 在弹框中输入预设高压值(5~20kV), 在界面右下角点击 EHT: ×, 点击 EHT on, 等待加压进度条完成, 电压稳定后按键盘上的 camera 按钮进入电子显微镜模式 (默认探头为 In-lens);
8. 确认数据区 EHT 电压数值正确、Aperture size: 30 μm; 确认 Navigation 中的 T 值=0、R 值=13°、Sample Holder 为自己使用的样品台样式 (Single Stub 30mm 或 Carousel 9×9); 确认 Rotate/Tilt 选框中: Scan Rot (方框不打勾)。
9. 用 x/y/r 手柄移动 x、y 位置到希望观测的样品台, 或者在 Navigator 中左键双击样品台号码即可移动样品台; 较高倍数下可以使用 Ctrl+Tab 调出十字居中光标, 选择居中位置单击左键即可居中所选区域, 或者使用 Shift+左键双击亦可居中所选区域;
10. 调节键盘操作台左侧 magnification 旋钮到最小倍数, 调节右侧 focus 旋钮 (工作距离 WD≈9), 使图像最清晰, 寻找兴趣区域。如有必要, 调节 Brightness (不得高于 51%)、Contrast 和 z 方位。此外: 探头一般默认为 In-lens (高倍成像效果最佳), 可根据需要调换 SE2 (低倍成像效果好, 表面凹凸明显) 和 Asb (成分差异大) 探头, 调换方法为: 左键双击图像下方数据区 Signal A, 在弹出框中选择;
11. 放大兴趣区域到所需倍数 (可双击数据区 Mag, 输入放大倍数数值, 或选择系统预设倍数), 按键盘左侧 Reduced 按钮 (或软件上侧绿框 Reduced 图标), 选择预设扫描模式 3, 调节聚焦 Focus 使图像最清晰, (较高倍数下若图像仍不清晰, 依次调节键盘左上角 Stigmator x、y, 消象散至最清晰), 再次按 Reduced 按钮, 获得清晰图像。此外: 可左键双击数据区放大倍数 Mag、EHT、WD 进行相应数值调节, 在弹出框中直接输入所需数值。
12. 保存图像操作方法: 可点击扫描模式 3 或 4 或照相机图标, 点击 Freeze 图标 (或键盘上 freeze 按钮), 待图像右下角橙色小圆点变蓝或红, 图片即被冻结, 右键点击 Save 图标, (或在图像上右键单击 send to ► tiff), 弹出保存选框, 点击 Change Directory 选择保存的文件夹, 在 Filename 中输入样品名字, 在其后 Next 栏输入起始编号 01 (后续图片会自动跳转), 点击 Save 保存图片, 再点击扫描模式 2 恢复扫描; 后续同一个样品图片保存只需左键单击 Save 图标即可, 更换样品时需重新输入 Filename。
13. 样品测试完毕后, 先将放大倍数调至最小, 居中样品台, 确认 T 值=0、R 值=13°, Scan Rot, 点击屏幕右下角 All: √, 选择 EHT off, 按键盘上的 camera 按钮进入 TV 模式, 等待减压进度条完成, 用 z 手柄稍稍降低样品台, 在界面右侧下方 Airlock 中点击“**Close Column Chamber Valve**”, 在界面右上方 SEM controls 的“Vacuum”中, 点击其下选项“Vent”, 确认, 开始进气;
14. 等候 2 分钟左右以使得进气达到大气压, 小心拉开舱门, 取出样品台, 小心推入舱门, 点击 SmartSEM 界面右侧上方“Vacuum”中的“**Pump**”, 开始抽真空。需用手扶住舱门半分钟左右协助真空开始, **全程戴实验手套**;
15. **填写使用记录**, 在 SmartSEM 界面右上方选择“Gun”, 记下 EHT 电压、引出电压、引出电流、灯丝电流等;
16. 数据拷贝必须使用电镜室配备的 SEM 专用 U 盘, 或自带光盘, 也可使用 Upload 功能; **严禁将私人 U 盘、移动硬盘连接 SEM、EDS 电脑**;
17. 刷卡关闭显示器, 关闭电镜室外间氮气钢瓶主阀;
18. 使用完毕后应该将样品台上的样品回收或清除, 撕去用过的导电胶, 将镊子、剪刀、导电胶、样品台等工具放回原处, 保持桌面清洁。