



## 场发射扫描电子显微镜操作规程



嘉庚實驗室

---

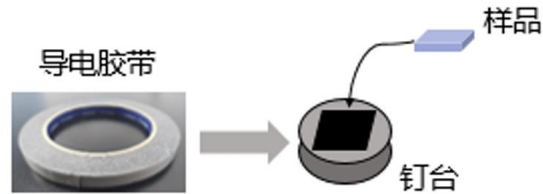
# 目 录

一、 制样·····	02
二、 离子溅射仪使用·····	02
三、 进样·····	03
四、 样品拍摄·····	04
五、 EDS 能谱分析·····	06
六、 退样·····	08
七、 常见问题解决方法·····	08

## 一、 制样

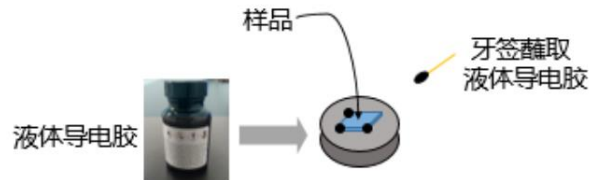
样品需无水无油，干燥 3h 以上，制样过程戴手套。

1. 块状、片状样品：用导电胶带制样。在钉台上贴好导电胶带，再把样品粘在胶带上即可；



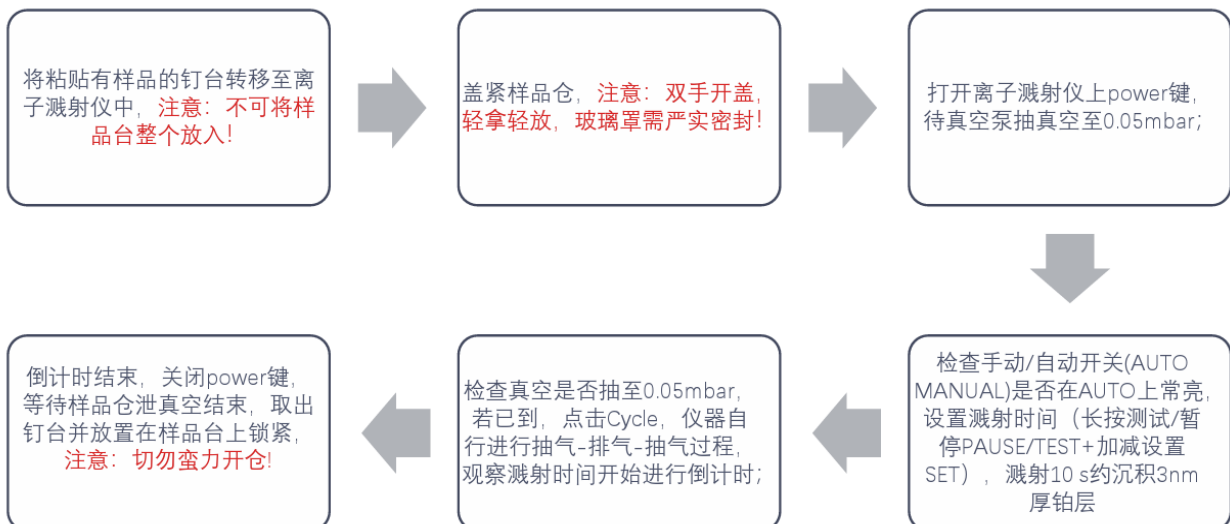
2. 粉末样品：用液体导电浆制样

- 用牙签先在钉台上涂抹一层液体导电浆；
- 再用牙签蘸取少量粉末涂抹在导电浆上，等待 30s；
- 用气枪将没固定的粉末吹扫 30s 以上；



## 二、 离子溅射仪使用

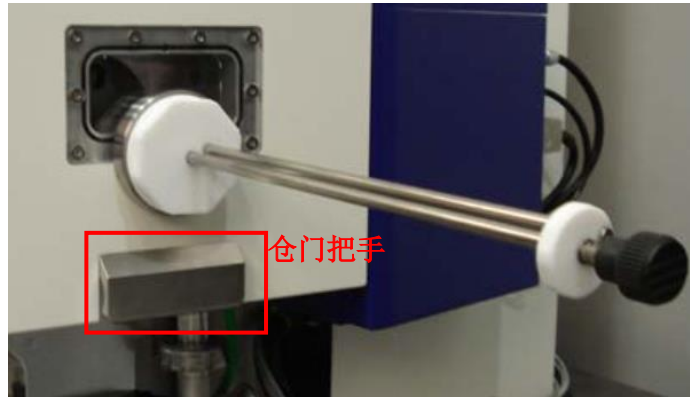
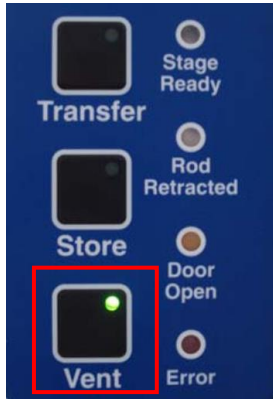
不导电样品需进行导电处理（靶材：铂），导电样品可不进行操作。



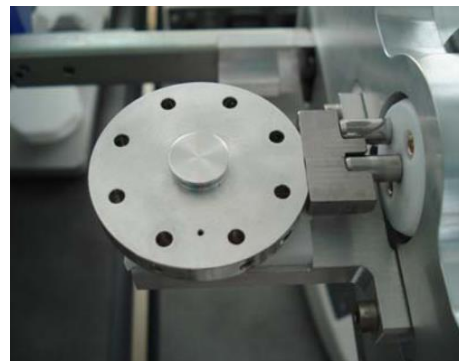
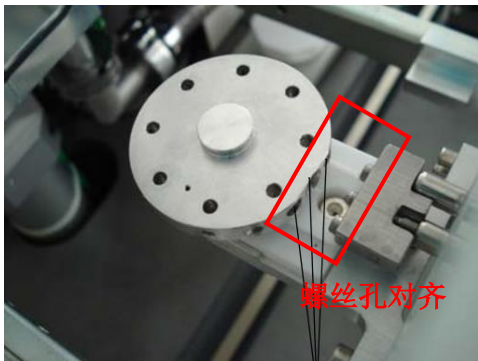
### 三、 进样

放置样品台需戴手套！

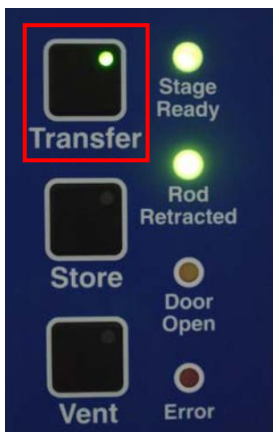
1. 交换仓按钮点击 Vent，待绿灯变成常亮状态后，轻轻向外拉开仓门；



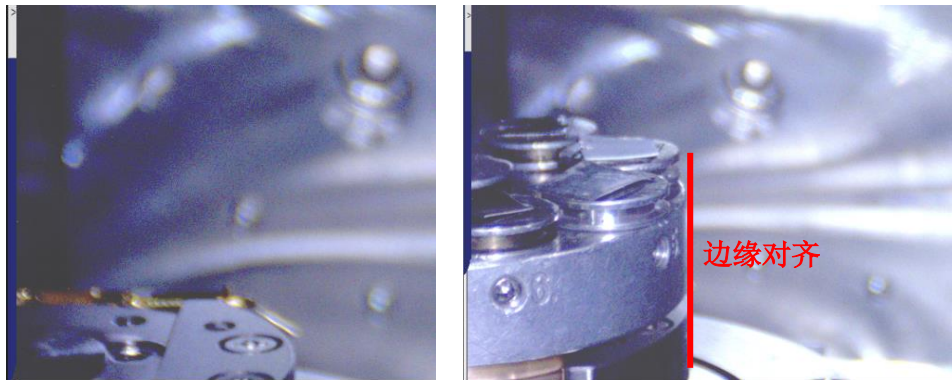
2. 将样品台三个螺丝孔位置与样品杆螺丝对齐并顺时针旋紧，然后将仓门关上；




3. 点击 Store，待绿灯变成常亮状态后再点击 Transfer；待 Transfer 键不再闪烁，且预抽室的挡板完全降下，样品室灯自动亮起后，水平缓缓推入样品杆；

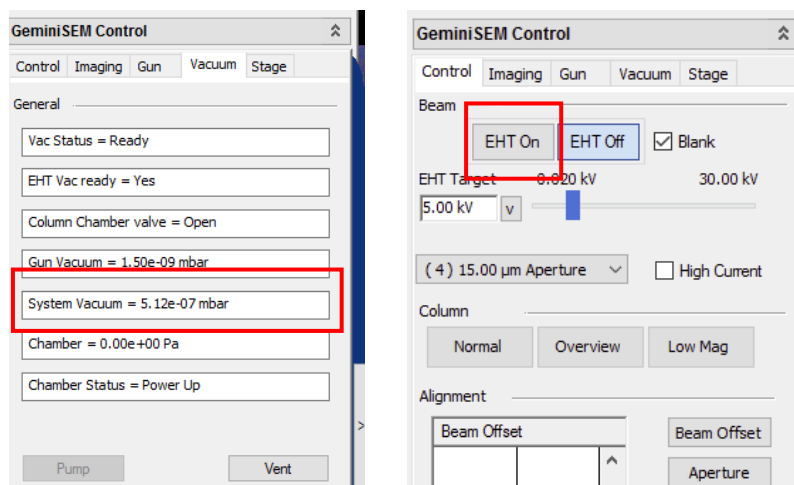


4. 样品杆推到底后，样品台边缘对齐。逆时针旋转样品杆黑色旋钮（旋转 6 圈左右），水平轻轻将样品杆拉出，Rod Retracted 常亮状态后再点击 Store。（Rod Retracted 闪烁无法关闭预抽室的挡板，样品杆未拉到指定位置）

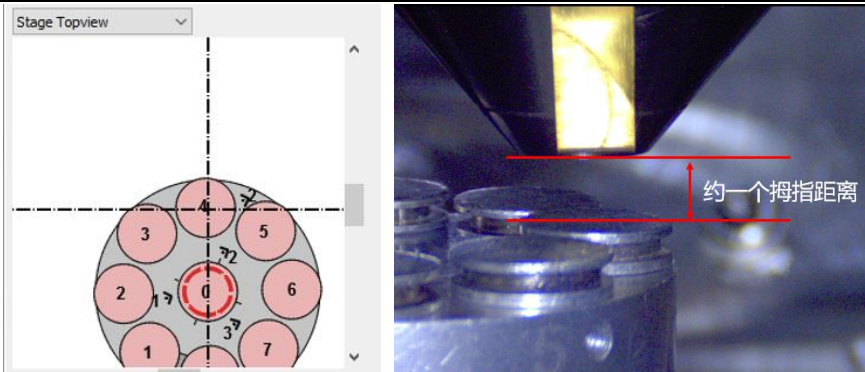


#### 四、 样品拍摄

1. 点击图像下方任务栏中的截图软件 , 对物镜极靴进行截图保存;
2. 点击图像左侧 Vacuum, 等待 System Vacuum 小于  $5e-06$ mbar 再点击 Control→EHT On 开启电压→通过双操作杆将样品移动到指定位置;

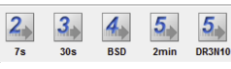



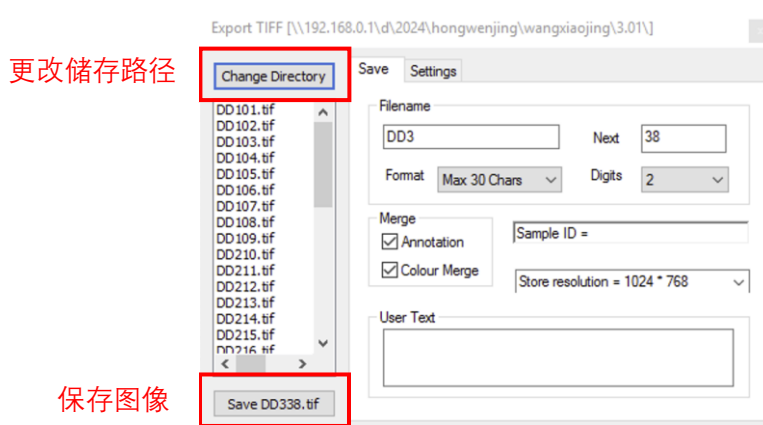
3. 通过右边的操作杆将样品移动到电子束正中心位置（即右下角 Stage Topview 十字中心位置）→再通过左边的操作杆升到与物镜极靴底部大概一个拇指的距离；（移动样品台注意样品和物镜极靴的距离，不要撞上去）;



4. 点击键盘上的 Camera 键将图像切换到电子像→切换到 Low Mag 模式下寻找样品位置 (Ctrl+Tab 调出绿标移动样品位置, 右击取消)→找到样品后切换为 Normal 模式→在低倍率下调整亮度、对比度以及聚焦旋钮将图像调整清楚→调节 WD 工作距离, 控制在 6~8mm 即可→放大图像并通过调整像散 Stigmator、电子束对中 Wobble 将图像调清;



5. 图像调整清楚后点击图像拍照按钮  →在图像上右击鼠标选择 Send to→Tiff File→Change Directory, 在小 d 盘内创建存储文件夹并点击 Save 进行保存→点击  ;



6. 相关测试参数设置;  
1) 电压: 电压越高, 穿透厚度越深, 景深越大, 同时更易产生荷电现象, 分辨率下降 (推荐使用 1kV、

2kV、5kV);

- 亮度对比度: 亮度 Brightness 调整到 50%, 通过对比度 Contrast 调整图像亮暗;
- 光阑: 常用的为 15 $\mu$ m、20 $\mu$ m、30 $\mu$ m 三种。光阑越小, 分辨率越好, 信噪比越差, 激发的 X-Ray 少;

(4) 15.00  $\mu$ m Aperture


- 检测器: Inlens--适合高分辨的表面细节观察; SE2--不易荷电, 多用于常规观察, 图像立体感好, 景深大; BSD1--反应样品的原子序数衬度和通道衬度;

Signal A = InLens

7. 无需使用 EDS 进行能谱分析, 可退样。

## 五、 EDS 能谱分析

打开交换仓后需等待 1min 以上再开启能谱运行, 能谱待机后需等待 1 min 后再打开交换仓

- 打开操作软件 Aztec  → 确定 Com3 已连接, 点击“运行”, 能谱待机状态从冷却转换为冷 (约 2~3min) → 切换到 USB 模式观察探头插入, 再点击“入”;



- 调整好电镜电压和光阑, 一般为 3~10kV (选择 20 $\mu$ m 光阑+High Current 模式或者 30 $\mu$ m 光阑);
- 图像聚焦清晰后, 选择能谱分析模式 (点扫/线扫/面扫), 依次按照向导从左往右操作, 可忽略“样品描”和“AztecLive”;



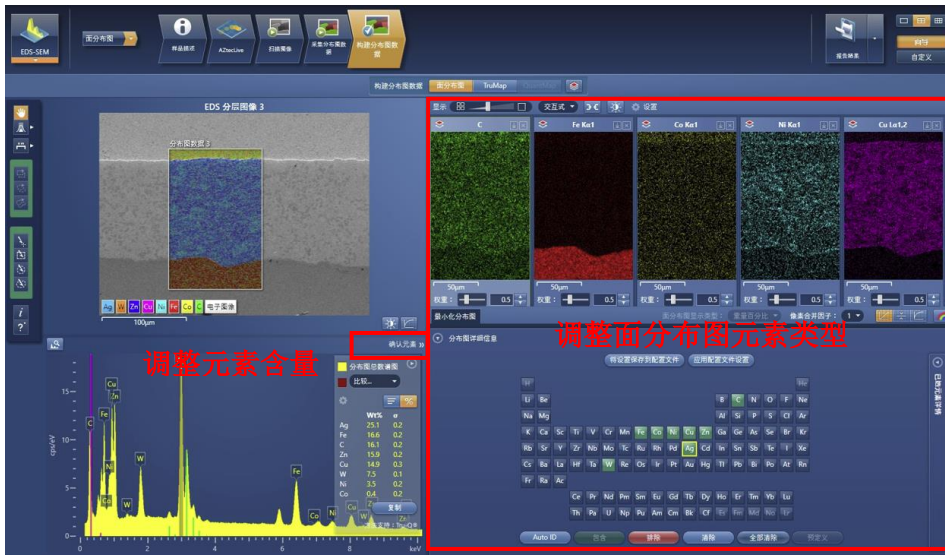
- 分析器选择面分布图 → 点击扫描图像 → 建立新区, 点击开始, 等待图像采集; (以面扫为例)



- 进入采集分布图数据页面 → 点击开始, 进行面扫分析 → 1min 后, 点击停止, 结束数据采集 (一定要停止, 否则无法进行后续的数据采集);



6. 进入构建分布图数据页面→点击“确认元素”，对所测元素进行删减处理，Auto ID 为自动识别出峰位置元素类型→点击“分析器”重新进入面分布图页面；






7. 数据保存。点击“报告结果”，保存在 **D 盘内**（保存文件名不能用中文名）；如果要保存原始数据，点击左上角文件中的“项目另存为”重新选择保存路径后进行保存；



8. 能谱分析完成后切换到 USB 模式，**点击“待机”按钮即可**，并观察 EDS 探头是否归位；



## 六、 退样

1. 图片拍摄完成后**点击 IScan**  → 缩小倍率至 200x 左右 → 点击 Camera 回到 USB 模式 → 点击 EHT off 关闭电压 → 降低样品台高度 → 双击 Exchange 样品台自动复位 → 对样品极靴位置进行截图保存；
2. 样品台复位后交换仓面板上 **Stage Ready 是常亮状态**（未亮再双击 Exchange 复位）；



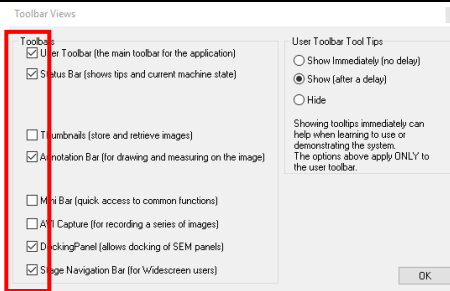
双击后样品台复位

3. 点击 Transfer，常亮后挡板完全降下 → 推入样品杆，顺时针旋紧螺丝，再拉出拉杆（**Rod Retracted 是常亮状态**，**Rod Retracted 闪烁说明未拉到指定位置**） → 点击 Store，关闭挡板；
4. 点击 Vent，待绿灯变成常亮状态后，打开仓门 → 逆时针旋松样品杆螺丝，取出样品台 → 关上仓门，点击 Store；

## 七、 常见问题解决方法

1. 左右侧、下侧工具栏不小心被误删；


解决：点击 **Ctrl+B** → 弹出的窗口左侧方框全部打勾 → ok → 把多余的的工具栏删掉即可；



2. 误点左上角 Start 按钮，屏幕变黑；

解决：增大 Contrast 对比度，使屏幕变亮，重新调整图像；

3. 点击 Camera 进入电子图像时，屏幕灰色，无法调整图像；

解决：图像被冻结。点击 1Scan ，倍率 Mag 缩小到 200X，增大对比度；


4. 点 EHT on 时点成 Vent ；

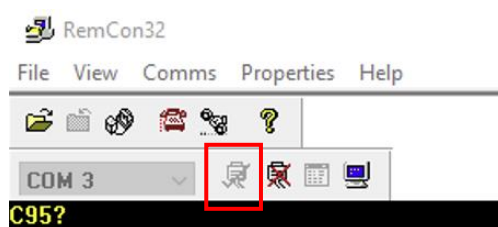
解决：弹出的警告窗口点 NO，不要点 Yes!!；

5. 电镜 Exchange 复位窗口被删掉；

解决：点击菜单栏 Stage → store/recall

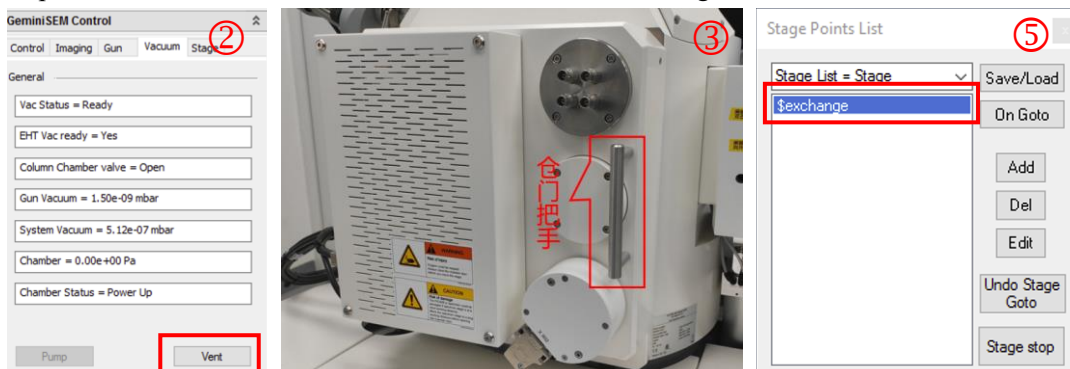
6. EDS 能谱软件警告未连接电镜；

解决：打开桌面图标软件 Remcon32 ，进入软件点击 Open Port 即可；



7. 样品台掉落；

解决：①关闭电压 EHT Off→②点击图像左侧 Vacuum 页面中的 Vent，等待样品仓破真空（3min 左右）→③握住大样品仓把手，拉出样品马达台，找到掉落的样品台，用无尘布清理干净残留物→④关上大样品仓，点击 Vacuum 页面中的 Pump，等待样品仓抽真空（10min 左右）→⑤双击 Exchange 样品台自动复位；



8. 电脑卡顿死机；



解决：关闭系统软件，重新启动电脑，登陆密码为 sem→打开 SEM 软件 User Interface，输入账号 sem1166 和密码 sem1166 即可。未能解决，联系管理员。

### 9. 样品台切换：

解决：如果九孔样品台被切换至其他样品台，可通过以下操作方法切换。点击页面右下角的“Setting”→点击 Stage Navigation Settings 页面右侧的“Sample”下拉选项→选择“Carousel 9x9mm”即可；

