

## S—4300 扫描电镜操作要点简述

### 一、装试样：

- (1) 把样品用螺钉或导电胶等固定在样品台上。
- (2) 检查 SPECIMEN STAGE 指向 FREE。
- (3) 检查样品台控制旋钮 X, Y, R, T, Z 位于以下位置（见样品台外部的标注）：  
X——40mm, Y——25mm, Z——15mm, R——0° , T——0°
- (4) 确定样品室阀门 MV1 关闭，即 MV1 顺时针旋至 C。
- (5) 在 S. C. /S. E. C 旋钮指向 S. E. C 的情况下，按下 AIR 键。
- (6) 当交换室有空气进入时将自动打开，将交换螺杆水平向前推出，把样品台在螺杆上旋紧，用手水平方向扶住交换室，将交换螺杆水平向后拉至弹簧处。  
  
(注意应给交换室一个水平方向的力，千万不要向下压交换室)
- (7) 关闭交换室，按下 EVAC 键。
- (8) 当真空系统 S. E. C. VACUUM HIGH 绿灯亮时，打开样品室阀门 MV1，即 MV1 逆时针旋至 0。
- (9) 水平插入交换螺杆，直至样品台被卡紧为止，顺时针旋出交换螺杆，并水平向后拉至弹簧处。
- (10) 关闭样品室阀门 MV1，即 MV1 顺时针旋至 C。

### 二、加高压：

- 1、当 S. C. VACUUM HIGH 绿灯亮时，点击屏幕右上方高压控制窗口，弹出 HV Control 对话框。
- 2、选择合适的观察电压和电流，点击 ON，出现 HV ON 的提示条，待图像出现后，关闭 HV Control 对话框。

### 三、图像观察：

- 1、在低倍下调焦，使工作距离  $WD > 10\text{mm}$ ，否则通过调节试样高度旋钮 Z 达到要求。
- 2、选择合适的放大倍数，通过调节 X（水平）、Y（垂直）、Z（高度）、T（倾斜范围为  $0\sim 60^\circ$ ）、R（旋转）五个旋钮，找到所要的视场。

#### 3、聚焦消像散：

选好视场后，放大到高倍聚焦消像散。先调节聚焦旋钮，使图像达到最佳状态，若图像有拉长现象，则需进行消像散。调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的拉长消失，再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的拉长消失。

#### 4、采集照相：

调回到所要观察的倍数，扫描速度变为慢扫（Scan Speed 第三档），点击 Capture 进行采集，点击 Photo 进行照相。

#### 5、图像保存：

图像采集后，暂时存放在左侧的 Captured Images 窗口下（最多存 16 张），选中所要保存的图像，点击 Save，弹出 Save Image As 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

### 四、对中：

改变加速电压和电流时，或图像在高倍聚焦发生漂移时需要中对。

- (1) 选中试样上一个有明显特征的部位放在视场中心。
- (2) 点击  $\Phi$ ，出现 Alignment 窗口，在 Beam 档，视场中出现圆形像，用 STIGMATOR/ALIGNMENT X Y 将圆形光斑调至视场中央。
- (3) 选中 Aperture 档，将图像放大至 100000 倍左右，若图像发生晃动，调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的晃动消失，再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的晃动消失。

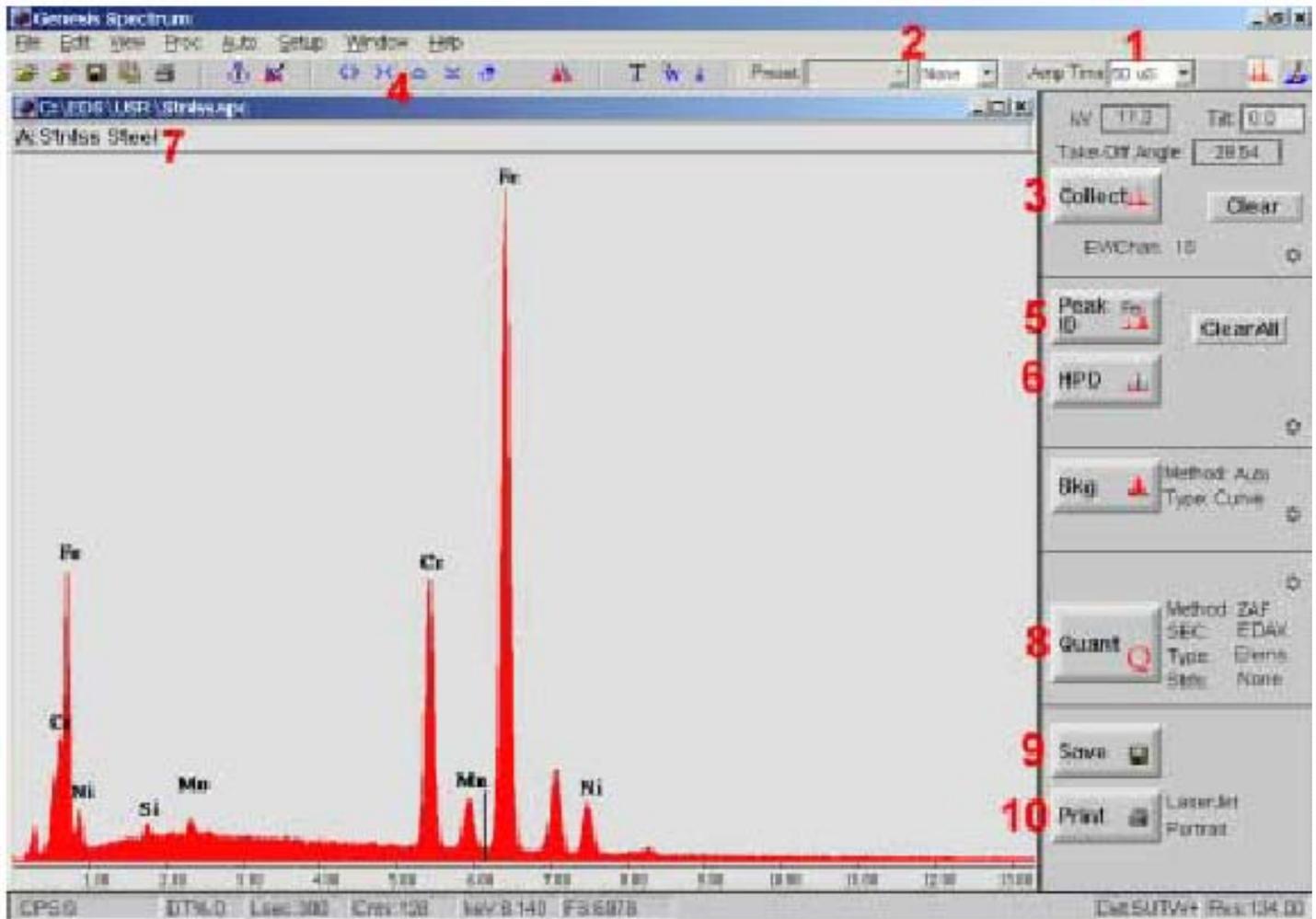
- (4) 选中 Stig X, 若图像发生晃动, 调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的晃动消失, 再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的晃动消失。
- (5) 选中 Stig Y, 若图像发生晃动, 调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的晃动消失, 再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的晃动消失。
- (6) 对中后, 关闭 Alignment 窗口。

## 五、能谱分析

双击 EDAX Genesis 打开能谱分析软件。根据电镜实际状态, 在能谱中输入加速电压 KV, 倾斜角 Tilt, 以及工作距离 Work Distance (在 Collect 的下拉菜单中)。在电镜操作界面中 analysis 下拉菜单中选则点、线、面位置及分析模式, 并选中要分析的部分。

- (1) 根据计数率选择时间常数 (Amp time), 使死时间 DT% 在 20% ~ 40% 之间。
- (2) 根据需要可以予置收集时间, 这将自动停止谱线收集。
- (3) 使用收集键 (“Collect”) 开始和停止谱线收集 (最高点计数 FS 最好达到 3000 以上)。如果预置了收集时间, 谱收集将在预定时间到达时自动停止。
- (4) 要调节对谱线的观察, 可以通过点击鼠标将黑色光标置于感兴趣区, 然后使用膨胀和收缩键。也可以直接用点击和拖动鼠标来调整谱线的显示。
- (5) 点击峰识别 (“Peak Id”) 键, 进行自动峰识别。
- (6) “HPD” 键用于峰的识别和确定。点击 HPD 键后, 依据识别峰和收集参数将产生一条理论上的谱线, 该谱线将在所收集的谱线上绘出。
- (7) 在 lable 处加入谱线标识 (英文或数字), 该标识将随着谱线存储和打印。
- (8) 点击定量分析 “Quantify” 键, 得到无标样定量分析结果。该结果使用了自动背底扣除, 并且归一化为百分之百。
- (9) 在结果对话框中选择打印键, 可以将谱线和定量分析结果打印在一页纸上。

(10) 点击存储键并选择文件名（后缀为 .spc）和路径。点击 save as 可将谱线的图像存为 bmp 格式。



## 六、面扫描/线扫描:

在能谱中，选择 Maps/Line 界面。

1、在 KV 处输入当前实际电压值，Mag 处输入当前实际放大倍数。

2、电镜放在慢扫档，点击 collect e- 采集图像。

注意：必须等采集完整幅图像再停止。

3、设置 Amp Time，使死时间 DT% 在 20%~40% 之间。

4、点击 clear 清空上次收集的谱线，再点击 collect 收谱。

5、用 Peak ID 自动标识谱线，并在 Peak ID 下拉菜单中手动修正标定元素。此时标

出的元素即为面扫或线扫时对应的元素。

## 6、面扫描：

6.1 选择 Map 档。

6.2 设置合适的 Reso 分辨率、Dwell (ms) 每幅停留时间、Frames 收集幅数，常用值为：Reso256x200、Dwell (ms) 50、Frames128。

6.3 点击 collect Maps X，出现对话框，选择图像保存的位置，开始面扫描。

6.4 查看结果：在 File 下拉菜单中选择 open，出现 open 对话框，当 Files of type 为 Image Group 时，打开其中一个 bmp 文件，将会出现整组图片。

## 7、线扫描：

7.1 选择 Line 档

7.2 点击 / ，用鼠标出要扫描的线的位置。

7.3 设置合适的 Points 点数、Dwell (ms) 每点停留时间，当 Points 为 1000，Dwell (ms) 为 50 时，扫一条线时间为 1.2 分钟。

7.4 点击 collect Line X，出现对话框，选择图像保存的位置，开始线扫描。

7.5 线扫结束后，自动生成 Excel 文件，查看相应图形请点击 w/, 出现线扫的图形显示界面，选择 Save 即可将该图保存。

**注意：能谱界面下，输入新值一定要回车加以确认方可生效。**

## 七、取试样：

(1) 在电镜图像处于快扫 Normal 状态时，点击屏幕右上方高压控制窗口，点击 OFF 卸掉高压。

(2) 检查 SPECIMEN STAGE 指向 FREE。

(3) 检查样品台控制旋钮 X, Y, R, T, Z 位于以下位置（见样品台外部的标注）：

X——40mm, Y——25mm, Z——15mm, R——0° , T——0°

X、Y 用电镜界面上 Home 自动复位，Z、R、T 需手动调节。

(4) 打开样品室阀门 MV1，即 MV1 逆时针旋至 0。

(5) 对准样品台螺孔插入交换螺杆，旋紧后水平取出样品台至交换室，并将交换螺杆水平向后拉至弹簧处。

(6) 关闭样品室阀门 MV1，即 MV1 顺时针旋至 C。

(7) 在 S. C. /S. E. C 旋钮指向 S. E. C 的情况下，按下 AIR 键放气。

(8) 当交换室有空气进入时将自动打开，将交换螺杆水平向前推出，把样品台从螺杆上旋下并取出。

(9) 用手水平方向扶住交换室，将交换螺杆水平向后拉至弹簧处。（注意应给交换室一个水平方向的力，千万不要向下压交换室）

(10) 关闭交换室，按下 EVAC 键。

## 八、关机：

1、关闭能谱计算机。

2、关闭电镜计算机，待黑屏后关闭控制面板上 Display。