

文件编号：Q/WU FLHA19080036R012

版本号：V1.4

受控状态：

分发号：

物质科学公共实验平台

质量管理文件

高分辨冷场发射扫描电镜 Hitachi Regulus 8230 标准操作规程

2020 年 4 月 10 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

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. 高分辨冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 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
5.5. 物质科学平台致谢格式	4
6. 高分辨冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 标准操作步骤	4
6.1. 介绍	4
6.2. 样品准备	6
6.3. 系统检查	7
6.4. 进样前检查	8
6.5. 载样	10
6.6. 样品观察	12
6.7. 结束观察	19
6.8. 取出样品	20
7. 能谱仪的操作步骤	22
7.1 能谱开机	22
7.2 能谱探头操作	23
7.3 关机	28
8. 真空转移盒	29
9. PD-BSE 使用操作	30
10. 记录	32
10.1Q/WU FLHR001 文件编写规范	32
10.2Yale MCC SEM SOP v1_10 参考资料	32
11. 相关支撑性文件	32
11.1 高分辨冷场发射扫描电镜 Hitachi Regulus 8230 使用记录表 V1.0	32

1. 目的

建立高分辨冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 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冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 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. 高分辨冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 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。

高分辨冷场发射扫描电镜 Regulus 8230（以下简称冷场 SEM）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、冷场 SEM 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（Regulus 8230 Series / 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；独立操作冷场 SEM 进行常规探头（SE-Top/Upper/Lower）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：用户独立操作扫描电镜除初级操作外，进行 STEM、PD-BSE 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，电镜实验室制定了冷场 SEM 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。

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 ≥ 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 ≥ 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，加重处理；
- (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) 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，内容包含：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，培训者需在一周内进行至少一次自主上机练习，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。个别因为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两周内完成（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) 熟悉冷场 SEM 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) 熟练掌握冷场 SEM 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、测试磁性样品导致样品被吸入镜筒等问题（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。

5.5. 物质科学平台致谢格式

The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Physical Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) SEM measurement/data interpretation.

6. 高分辨冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 标准操作步骤

6.1. 介绍

基本信息：冷场发射扫描电镜 Regulus 8230 主机（包括真空系统、电子光学系统、检测器系统）；检测器包括 Top（带能量过滤功能）/Upper/Lower 三个二次电子（SE）探测器、背散射电子检测器（PD-BSE）、STEM 检测器；样品交换舱配备等离子清洗装置（Plasma XEI），配备牛津无窗能谱仪（EDS，Ultim EXTREME）。

仪器主要技术参数：

SE 分辨率： 15 kV @ 0.6 nm（工作距离 4 mm）；1 kV @ 0.7 nm（工作距离 1.5 mm，减速模式）

BSE 分辨率： 15 kV @ 3 nm

STEM 分辨率： 30 kV @ 0.8 nm，加速电压：0.01 ~ 30 kV

放大倍数： 20 ~ 2000000 倍

电子枪类型： 冷场发射电子枪

电子探测器： 具有 Top（带能量过滤功能）、Upper 和 Lower 三个二次电子探测器，用于收集二次电子信号，也可以收集背散射电子信号，用于观察形貌和成分衬度；伸缩式背散射电子检测器（PD-BSE），收集背散射电子信号，用于观察成分衬度；STEM 检测器，收集透射电子信号，可以提供 BF/DF/HAADF 三种模式成像，用于观察样品的透射相。

能谱探测器： 无窗型斜插电制冷能谱仪，收集 X 射线信号，用于元素分析，分析范围为 Be₄ ~ Cf₉₈，元素分析下限：Li₃。Regulus 8230 高分辨冷场发射扫描电镜主要组成部分如图 6-1 所示：

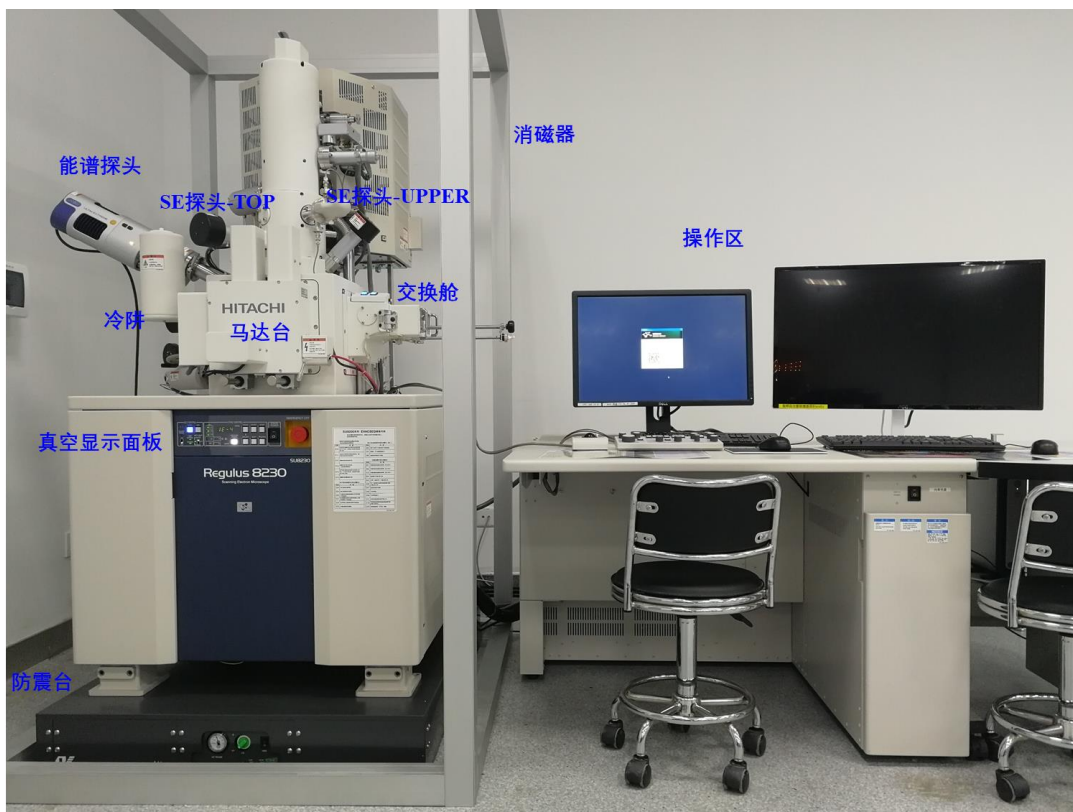


图 6-1 Regulus 8230 高分辨冷场发射扫描电镜系统图示

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，根据样品尺寸选择合适大小的样品台，样品的大小需小于样品台尺寸；

(2) 使用导电胶带将样品固定在样品台上；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；

(3) 将固定好样品的样品台安装在样品托上，调整样品台的高度，使样品最高处的上表面与量高规下底面齐平、或略低 1-2 mm（如图 6-2 所示），并顺时针旋紧锁环；

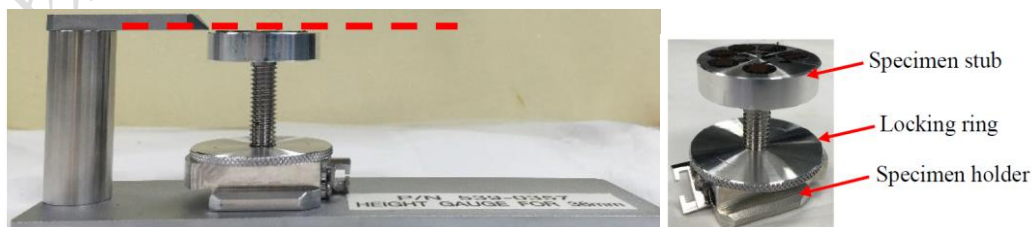


图 6-2 样品台及调节高度示意图

警告：1. 制样高度超过量高规（红色虚线上方）的样品，将会撞击镜头系统或探测器（EDS、STEM），维修费用将由用户课题组承担。

2. 冷场 SEM 不适用于测试磁性样品（如必须测试请联系技术员）；

6.3. 系统检查

测试前请逐项完成如下检查：

（1）开机前先确认主机面板上样品舱的真空度为 $\leq 2E-4$ Pa，若高于此示数，请报告给技术员。



图 6-3

（2）开机前请于设备间检查冷却循环水是否正常运行：Pump、Run/Stop 指示灯亮；循环冷却水温度示数： $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 。



图 6-4

（3）检查并确保 EDS、PD-BSE、STEM 探头是否处于待机（Standby）状态：

EDS 探头：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 探头后再更换样品。



图 6-5

PD-BSE 和 STEM 探头：外部探头指示标志远离样品舱，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，禁止装样并联系技术员。



图 6-6

6.4. 进样前检查

注意：冷场 SEM 大部分时间都处于开机状态，用户可以按照下面步骤直接开始，如果遇到设备关机时，则需操作开机步骤（见后文），再从下面的步骤开始。

（1）冲洗（Normal Flashing）

通过账号登录仪器系统，进入软件后或者使用过程中，若出现如下弹窗，提示清洗电子源，点击 OK，执行本步骤操作（Normal Flashing）；若无此弹窗，则不执行。

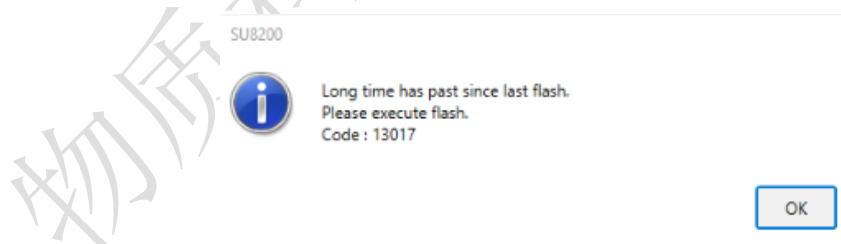
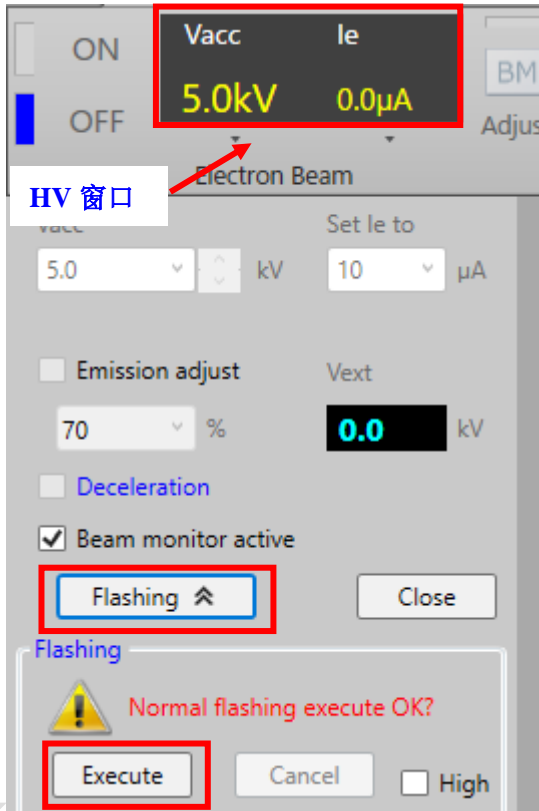
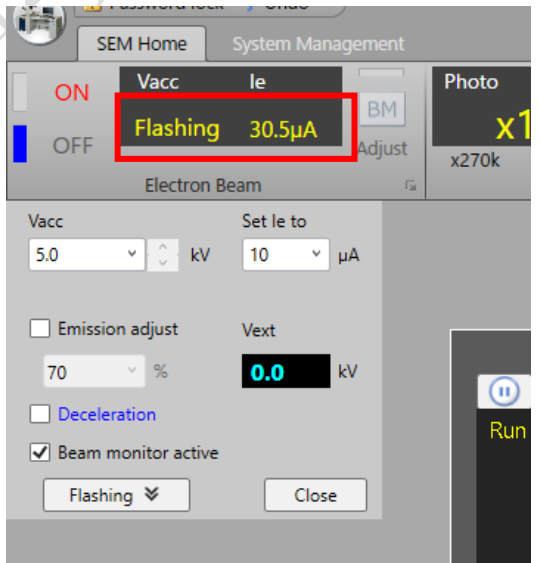
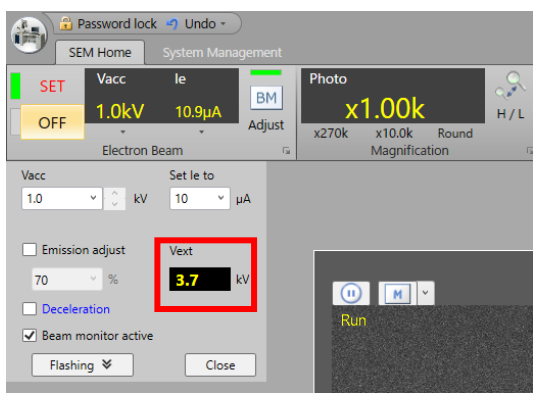
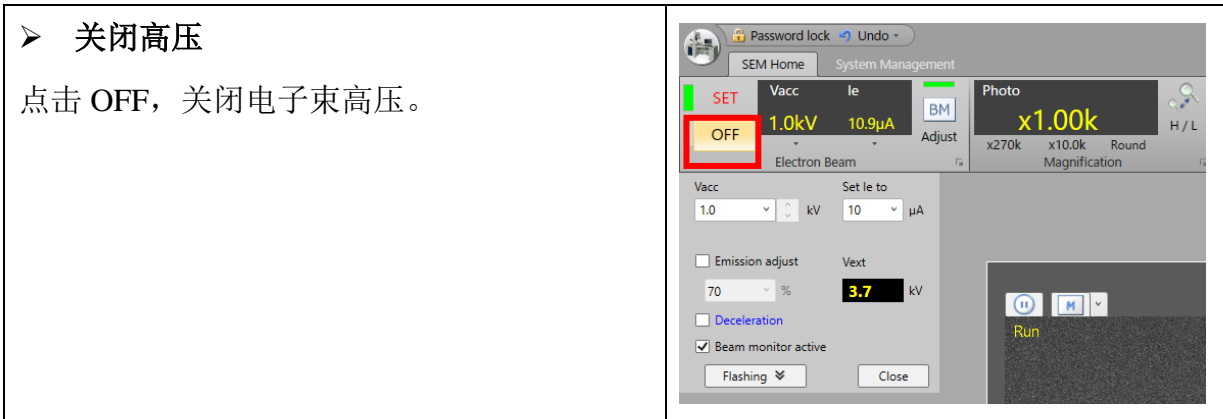


图 6-7

<p>清洗</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 点击“Flashing”（如果该对话框没有出现，左键点击一下 HV 窗口即可）； 2. 点击“Execute”； 	
<p>➤ 记录电流值</p> <p>在 HV 窗口出现 Flashing 和电流示数（显示时间只有 5s），在使用记录本备注栏中记录“Ie”值；</p>	
<p>➤ 记录电压值</p> <p>加高压条件：1.0kV 10µA</p> <p>“Vacc”选择 1.0kV 电压；</p> <p>“Set Ie to” 选择 10µA；</p> <p>点击“ON”；</p> <p>记录 Vext 数值；</p>	



(2) 检查 SEM 的电压状态：

打开样品舱前应关闭加速电压，如下图所示，蓝色灯亮，表示加速电压关闭，否则请点击 OFF 按钮，等待蓝色灯常亮之后再操作。

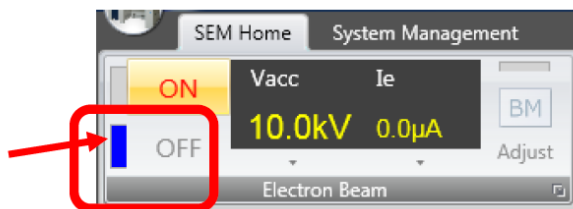


图 6-8

6.5. 载样

(1) 冷场 SEM 样品交换舱部分构造如下：

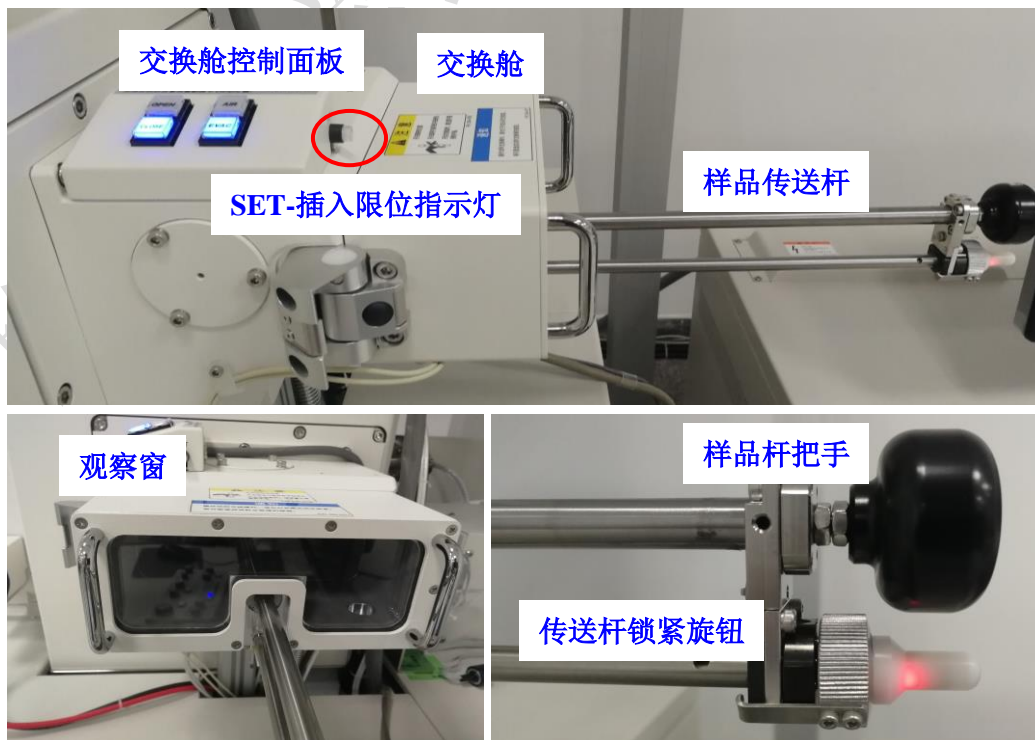


图 6-9

(2) 载样操作步骤如下：

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。

注意：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。

<p>➤ 移动样品台至 EXC 位置</p> <p>在 SEM 软件界面中，点击软件右上角 Stage 菜单栏处的“EXC”按钮，此时样品舱内样品台被移至靠近交换舱门处，“EXC”常亮为绿灯；</p> <p>说明：若样品台已处于 EXC 位置可忽略此步骤</p>	
<p>➤ 交换舱充气</p> <p>点击交换舱操作面板上“AIR”按钮，交换舱会充入空气，待滴声响起，“AIR”黄灯亮，充气完成，即可打开舱门；</p>	
<p>➤ 开交换舱门</p> <p>双手扶住门把手，右手用力拉开舱门；</p>	
<p>➤ 装样品台</p> <p>将样品台插入传送杆尾端样品夹，并逆时针旋转传送杆前端把手，由 UNLOCK 旋至 LOCK；</p> <p>警告：载样时，样品托需插入准确的位置，并且传送杆把手须旋至 LOCK 锁定位置。否则会导致转移失效和零件损坏。</p>	

➤ 传送样品

① 关闭交换舱门。双手扶住门把手，轻轻关闭舱门。

警告:不要拿着传送杆关闭舱门，这样会导致传送杆弯曲损坏。

② 交换舱抽真空。点击 EVAC 按钮后，蓝灯指示灯闪烁，等待指示灯常亮且滴声后，进行后续操作；

③ 打开舱间门。点击 OPEN 按钮，指示灯闪烁，直至指示灯常亮且出现滴声后，此时样品舱与样品交换舱间门打开；

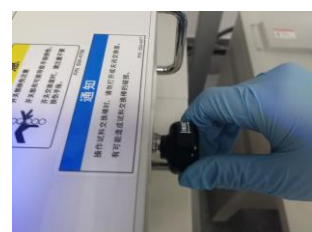
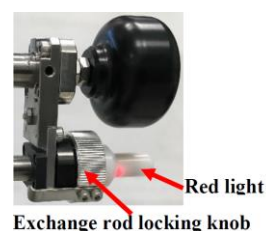
④ 逆时针旋转传送杆锁紧旋钮，松开传送杆，并将传送杆推进样品舱，直至插入检测灯“SET”亮；

⑤ 逆时针旋转传送杆把手由 LOCK→UNLOCK；

⑥ 将传送杆拉出，顺时针旋转传送杆锁紧旋钮，固定传送杆；

警告:在推动传杆送样时需始终握住旋钮，以防止传送杆意外滑入样品舱，任何时候请勿用手碰触样品杆，操作时仅握住黑色旋钮。

⑦ 点击控制面板 CLOSE 按钮，指示灯常亮且滴声响起，此时舱间门关闭，进样完成。



6.6. 样品观察

(1) 点击软件 Stage 菜单栏中“HOME”键，此时样品台由 Exchange 位置移动到样品舱中心，可以在软件左下角 Stage 界面查看样品台移动情况。

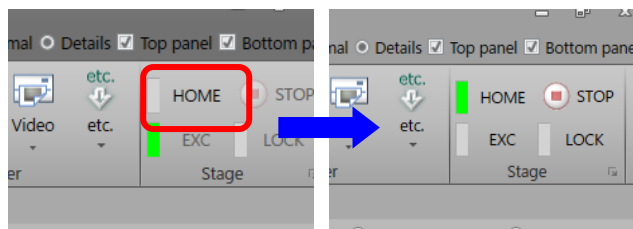


图 6-10

(2) 进入软件 Stage 界面，点击 Set 按钮，设置样品台 Size 和 Height;

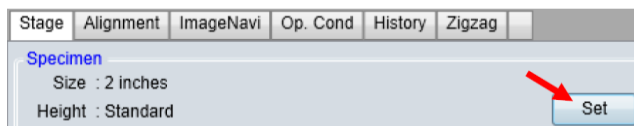


图 6-11

➤ Size 根据样品台尺寸选择

根据使用样品台的直径选择正确的尺寸值 (1 inch = 25.4 mm)。(截面样品台选择 2 inches)

➤ Height 选择 Standard;

➤ 若使用 PD-BSE 或 STEM 探头，需要勾选相应选项。一般情况下 EDX 处于选中状态。

警告：样品台设置错误或者高于量高规可能会对镜头系统造成严重损害；用户帐户将被撤销，维修费用将由用户课题组负责。

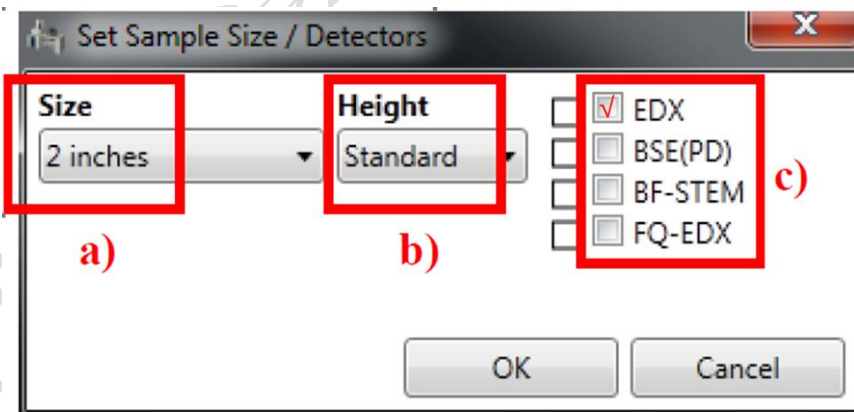


图 6-14

(3) 设置加速电压、电流

a) 检查并确认仪器主机控制面板样品舱 (SC, 绿灯闪烁) 真空度 $\leq 1E-4$ Pa, 如下所示。如果真空度没有达到这个状态, 请稍等片刻, 请勿立即加高压打开电子束, 否则会污染电子枪。

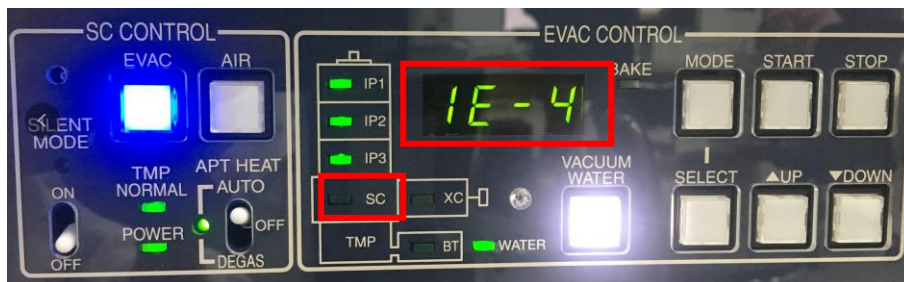


图 6-15

b) 左键点击加速电流电压黑框 (HV 窗口), 在下拉窗口中设置加速电压和电流, 点击 HV 窗口中的按钮 “ON”, 稍等十几秒直至加高压提示弹窗自动消失, 加压完成。

注意: 常用加速电压为 1kV、3kV、5kV、10kV 或 15kV, 不要输入其它的任意数字; 一般电流 I_e 选择 $10\mu A$, 如果对样品条件尚不确定, 建议从较小的电压开始尝试, 避免样品表面损坏。

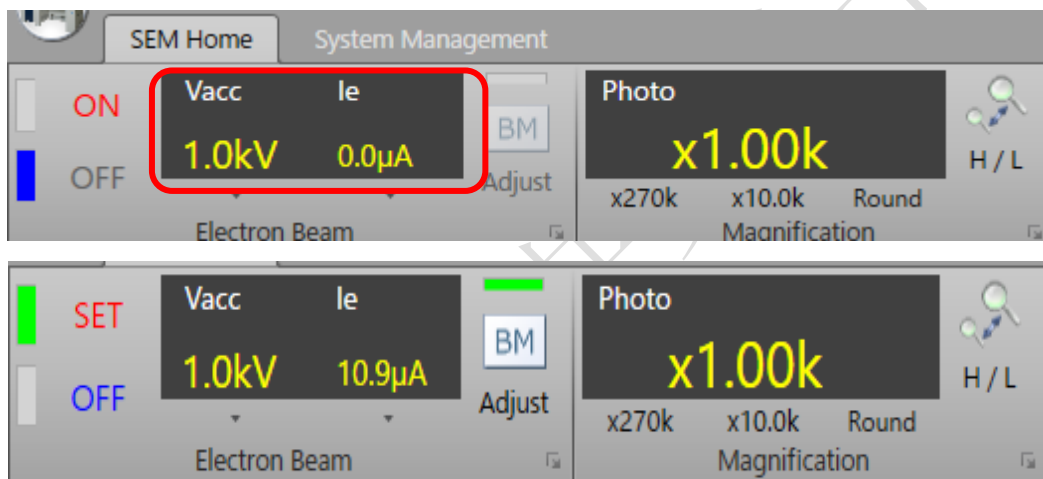


图 6-16

(4) 观察拍照

a) 手动操作面板说明:

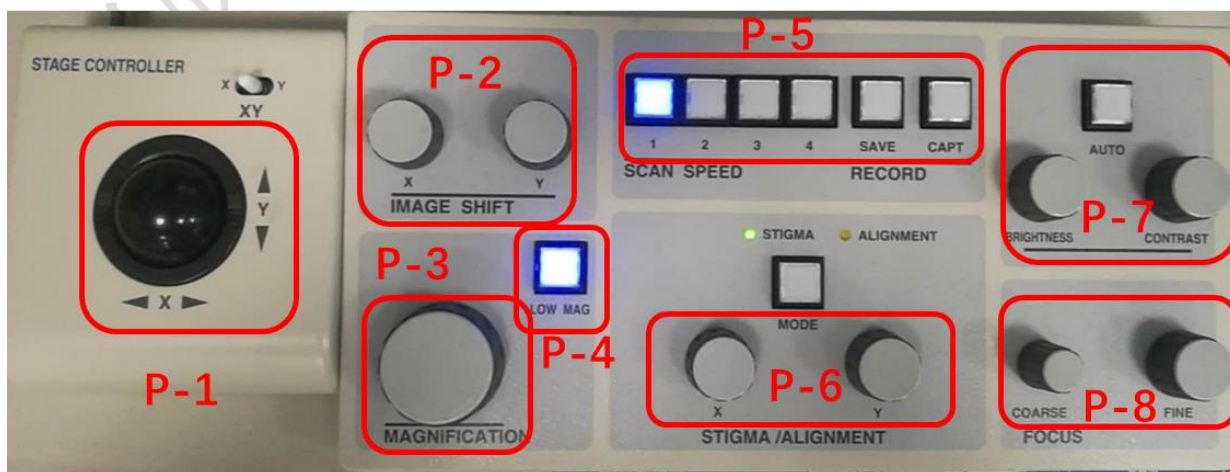



图 6-17

- P-1: 轨迹球，用于移动样品台，寻找样品及感兴趣的区域；
- P-2: 在 X/Y 方向上移动电子束，进而改变观察区域；
- P-3: 放大倍数调节旋钮，改变观察倍数；
- P-4: 高/低倍切换按钮，指示灯亮，表示目前在低倍数下，视野大，适合快速寻找样品位置；指示灯灭，表示目前在高倍下；
- P-5: 扫描速度及拍照保存，同软件上按钮；
- P-6: X/Y 方向调节像散和对中；
- P-7: 亮度和对比度的自动/手动调节；
- P-8: 焦距调节，粗调/细调；

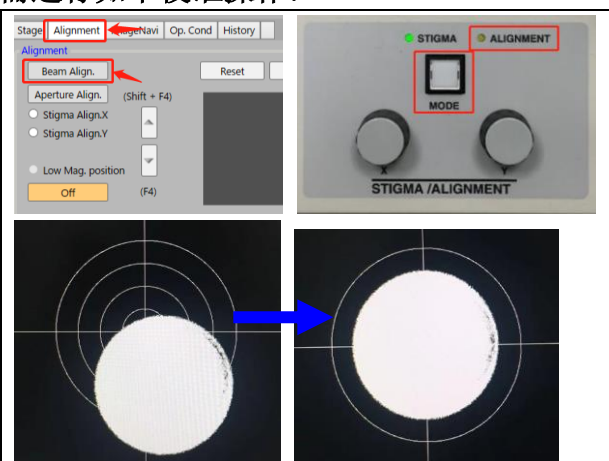
b) 点击手动操作面板上“LOW MAG”（Low Magnification）键（P-4），指示灯亮，通过控制轨迹球（P-1），改变放大倍数（P-3）和调节焦距（P-3）（粗调为主），在低倍下找到样品位置或感兴趣的观察区域；

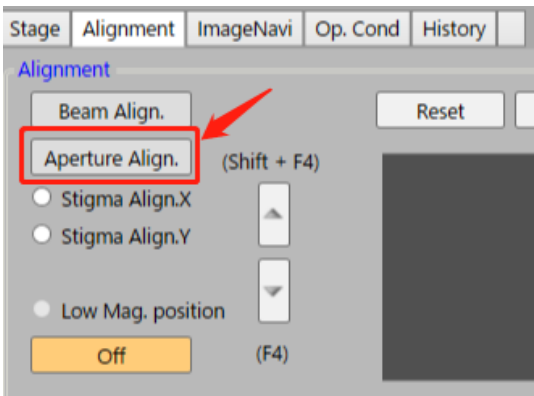
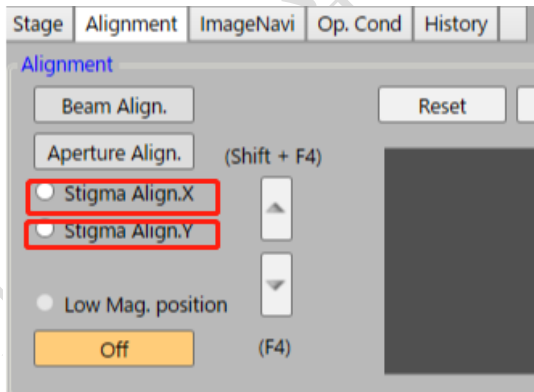
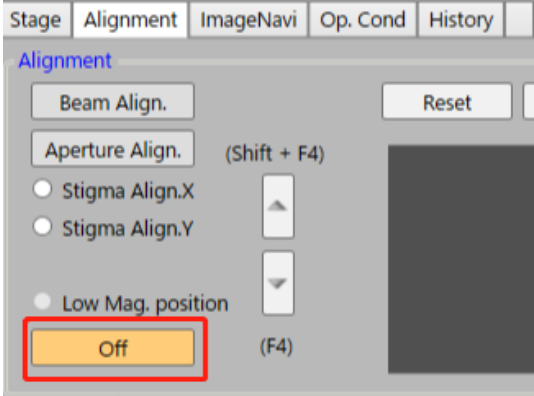
c) 确定位置后，再次点击“LOW MAG”（P-4），或者菜单栏中的 ，转变为高倍观察模式（HM）；通过手动操作面板中“MAGNIFICATION”（P-3）、“FOCUS”（P-8）（细调为主）以及“STIGMA X/Y”（消像散）（P-6）三组按钮进行放大倍数和清晰度的调节。

d) 观察过程中，随时可以根据实际需求，改变图像的明亮度和对比度（P-7）；

● 聚焦时若图像漂移（摇摆或者起伏）则需进行如下校准操作：

➤ **电子束校正 Beam Alignment**
 点击软件中 Alignment 标签，点击 Beam Align 按钮；
 手动操作面板中 ALIGNMENT 指示灯以及 MODE 灯亮；
 调整面板上的 X/Y（P-6）旋钮，将圆形图像置于图像区域的中心。



<p>➤ 光阑校准 Aperture and Stigma Align</p> <p>点击 Aperture Align 按钮；</p> <p>手动操作面板中 ALIGNMENT 指示灯以及 MODE 灯亮；</p> <p>调整面板上的 X/Y 旋钮，减小图像抖动。</p> <p>说明：图像类似心脏前后跳动，或者图像稳定即可。若此步骤时调整图像达到稳定，可以不进行像散校正。</p>	
<p>➤ 像散校正 Stigma Align X 及 Stigma Align Y</p> <p>点击 Stigma Align X 按钮，调整 X/Y 旋钮，使图像稳定。点击 Stigma Align Y 按钮重复以上操作，使图像稳定。</p> <p>注意：将此步骤的放大倍数降低到 50k 以下便于观察和调整。</p>	
<p>➤ 退出校准</p> <p>点击 Off 按钮，退出校正，此时手动操作面板上 ALIGNMEN 指示灯灭，校正模式关闭。</p>	



Tips:

- 消像散调节：如果图像失真（拉伸或变形），则需要进行像散调节。手动操作面板上的 STIGMA 指示灯常亮（可以按 MODE 键进行转换），此时调节 STIGMA/ALIGNMENT X/Y (P-6) 旋钮可以有效调整图像清晰度；
- 消像散要与调焦交替操作，最终得到满意的图像，建议略低倍数下调节像散，略高倍数下调节聚焦，逐步放大倍数；
- 如果条件允许，在更高的倍数下尽量调清晰图像，在需要的倍数下拍照，可获得更

清晰的图片结果。

(5) 保存图片

a) 调整好目标区域图像后，可以选择不同的扫描速度，获得预览图像，通常采用慢速扫描；

<p>➤ 扫描速度</p> <p>Freeze 冻结目前观察视图</p> <p>Rap1/2 快速扫描（分两种不同速度）</p> <p>Slow1/2 Slow3/4 慢速扫描</p> <p>Red1/3 小窗口视图，便于聚焦</p>	
<p>手动操作面板中 SCAN SPEED 区域 4 个按钮对应以上不同扫描速度</p>	

b) 获得预想图片效果后点击  Capture，拍照结束后会弹出保存对话框，选择路径、文件命名，点击“Save”按钮后即完成图像保存，保存路径为 D 盘/User image/PI 课题组/用户姓名/日期（每天新建）。

c) 点击  Run 或者手动操作面板上点击 SCAN SPEED 中按钮 1  继续进行形貌观察；

● 出现图像失真、有条纹、漂移等情况：

对于导电性差、存在荷电现象的样品，拍照时会出现图像失真、有条纹、漂移等情况。针对以上样品为获得更好的图像可进行如下操作：

(1) 选择CSS（电荷抑制扫描）模式：

a) 点击扫描窗口中右下角小框 ，弹出扫描按钮设置窗口；



图 6-18

勾选 CSS，然后点击 Apply 按钮，最后关闭该窗口；

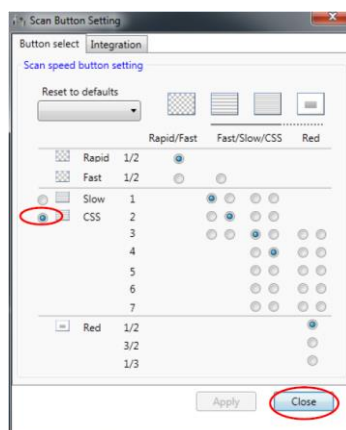


图 6-19

c) 设置成功后在 Scan 菜单栏中显示 CSS 模式如下，扫描及保存方式同上：

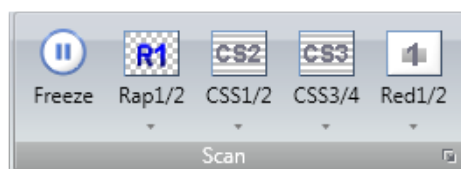


图 6-20

d) 使用完该模式后，请按照如上操作调整回 Slow 模式。

(2) 如果样品表面的荷电现象仍然很强，可将扫描模式从线扫模式改为帧扫模式：

a) 点击Capture窗口右下角小框



图 6-21

b) 弹出Capture/Save Setting窗口，在Capture中选择Rapid / Fast，然后关闭窗口；

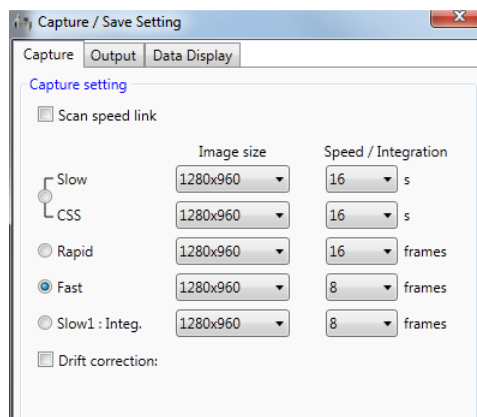



图 6-22

c) 使用完该模式后，请按照如上操作调整回 Slow 模式。

(3) 如果在使用 (1) 和 (2) 操作后，样品荷电现象依然存在 (图像中出现条纹、模糊)，可以点击 Scan 窗口中的 R1 按钮一次，以切换到 R2 模式，等待几秒钟直到图像对比度可以接受，然后点击  保存按钮保存图像。

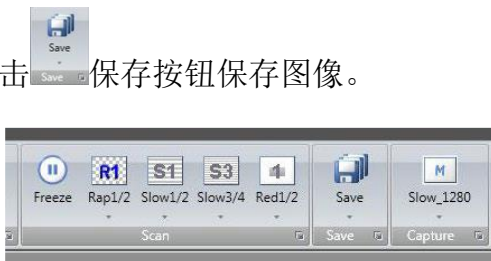


图 6-23

6.7. 结束观察

(1) 点击软件上 HV 视窗左边的“OFF”，关闭高压；

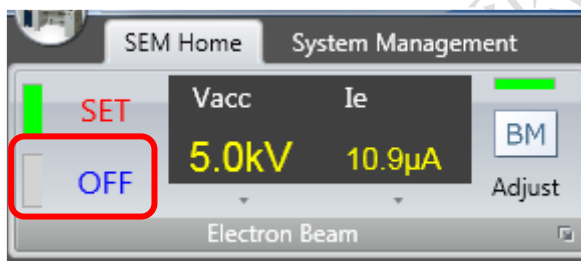



图 6-24

(2) 点击  或者在手动操作面板点击“LOW MAG”，将成像模式切换到低倍放大 (LM) 模式；(方便下一次寻找样品)

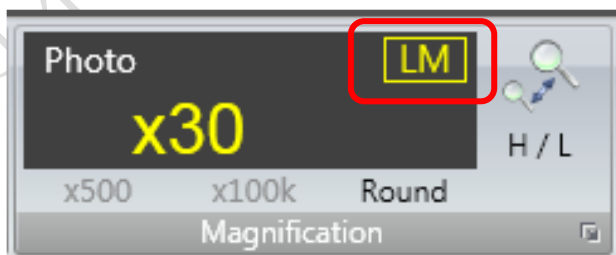


图 6-25

(4) 点击“Home”按钮常亮后，点击“EXC”按钮，直至“EXC”按钮常亮，可在 Stage 窗口看到样品台移至样品舱与样品交换舱交界处。

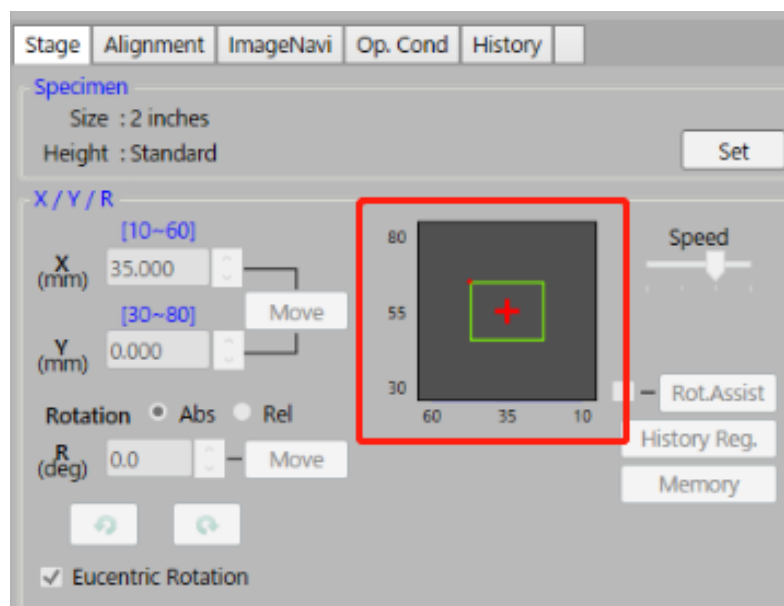


图 6-26

6.8. 取出样品

戴手套将样品台从样品舱中取出：按照样品装入时的逆序操作，可参照 6.5 载样步骤。

简单提示如下：

- (1) 点击交换舱上“Open”，打开样品舱与样品交换舱间的阀门，直至听到“滴—”响声；
- (2) 松开样品传送杆底部的锁紧旋钮，将传送杆缓推至尽头，此时样品交换舱上 SET 警示灯亮起；
- (3) 将样品传送杆旋至“Lock”后再退出，沿轨道将样品传送杆缓拉回轨道尾部，并锁住样品传送杆底部的锁扣，此时轨道尾部亮灯；
- (4) 点击交换舱上的“Close”按钮，直至听到“滴—”响声；
- (5) 点击样品交换舱上的“Air”按钮，直至听到“滴—”响声，将样品交换舱充气；
- (6) 打开样品交换舱舱门，取出样品。
- (7) 点击 EVAC 按钮，使样品交换舱处于真空状态。

● 开机步骤（一般仪器已处于待机状态，此步骤可不执行）

- (1) 开启冷却循环水

<p>➤ 开启电源</p> <p>Power: Off → On;</p>	
<p>➤ 开启水泵</p> <p>点击面板蓝色 Pump 按键，Pump 指示灯亮；</p>	
<p>➤ 设定循环冷却水温度</p> <p>点击面板中 Set 键后数字闪烁，此时点击 ▲ ▼ 键按钮设置冷水机温度：20 °C，再次点击 Set 键，数字常亮即表示温度设置完成；</p>	
<p>➤ 开启制冷</p> <p>点击面板中 Run/Stop 键，Run/Stop 指示灯亮； 此时冷却循环水开启完毕。</p>	

(2) 开启 Display 电源

点击显示控制单元 Display 电源开关（如下图所示）启动电脑，电脑启动后首先登陆预约账号（普通用户）。



图 6-27

(3) 打开软件

解锁屏幕后进入电脑主界面，自动弹出如下窗口，直接点击 **Start**，等待软件界面打开。

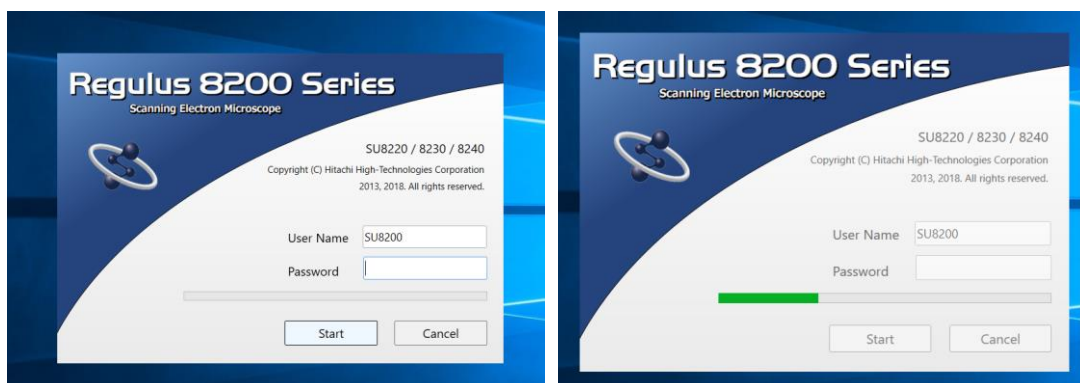


图 6-28

7. 能谱仪的操作步骤

7.1 能谱开机

(1) 打开能谱主机电源（只有在电镜 Display 开启后才可以打开能谱主机电源）。

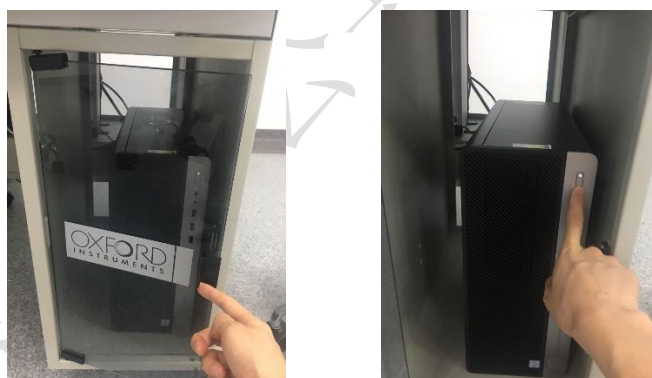


图 7-1

(2) 开启 AZtec 软件




电脑解锁密码：oxford；在电脑桌面点击 ，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

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  ;

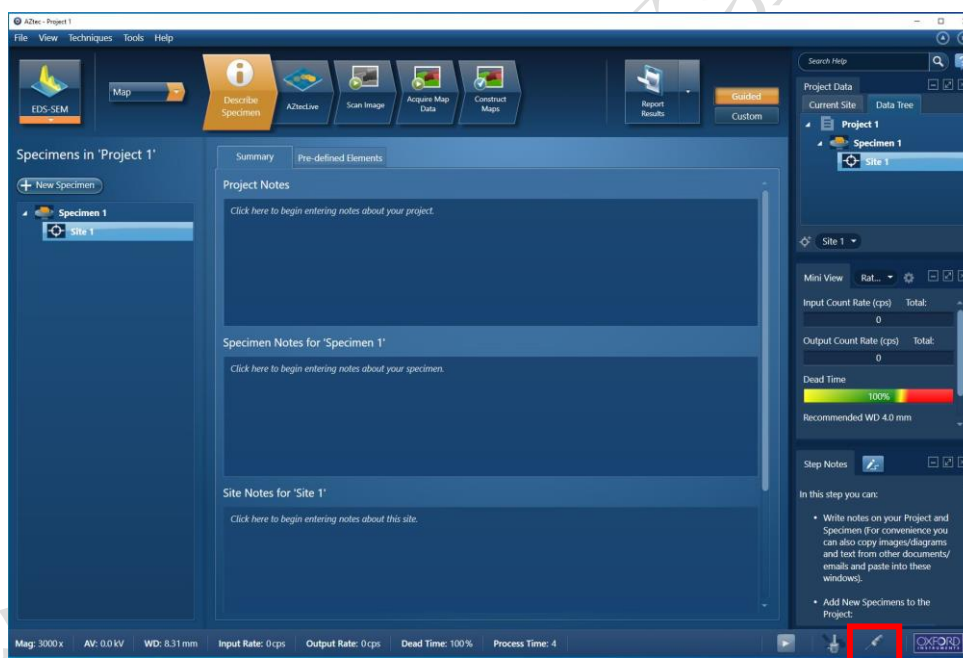


图 7-3

b) 在弹出窗口上点击“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 5min 左右；

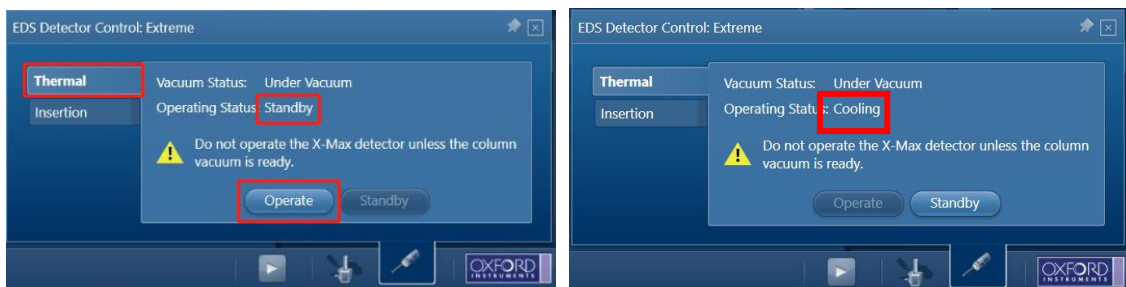


图 7-4

c) 当蓝色指示灯常亮，且“Operating Status”显示为“Cold”，即表示降温完毕。

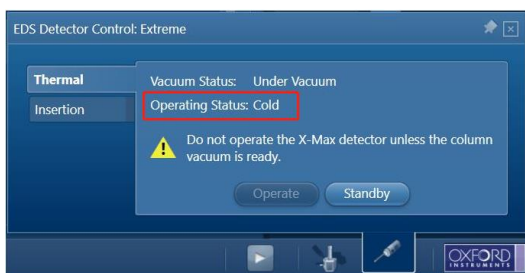


图 7-5

(2) EDS 探头插入使用

在探头窗口中点击“Insertion”→“In”，此时探头缓慢插入电镜样品舱中，直至 In 按钮变成灰色，Activity 状态为 Not Moving，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。

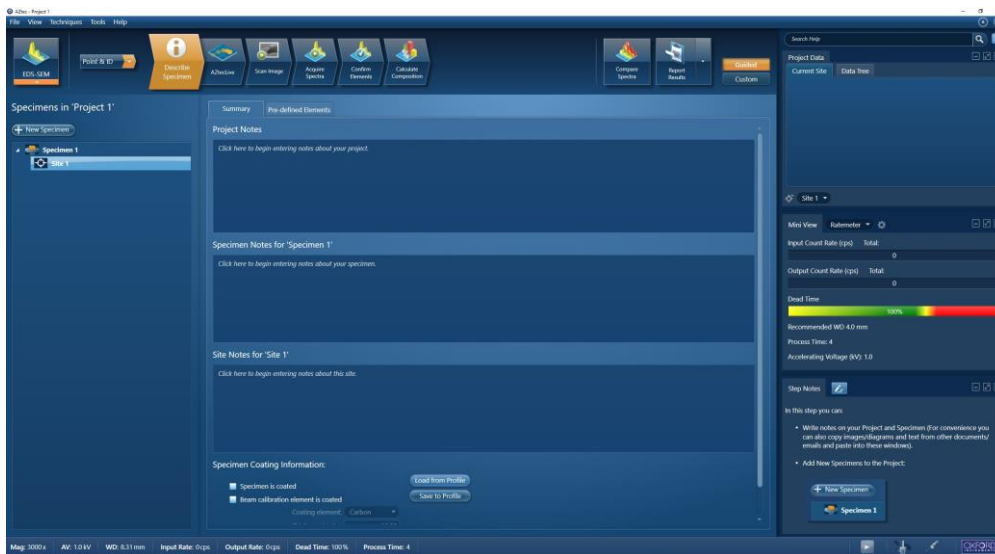


图 7-8

(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，调整好聚焦、像散后，点击能

谱软件上“Scan Image” ，点击  获取目标区域的 SEM 图像，**点击 START 前确保扫面电镜窗口为 Run 的状态。**




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 “Aquire 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。

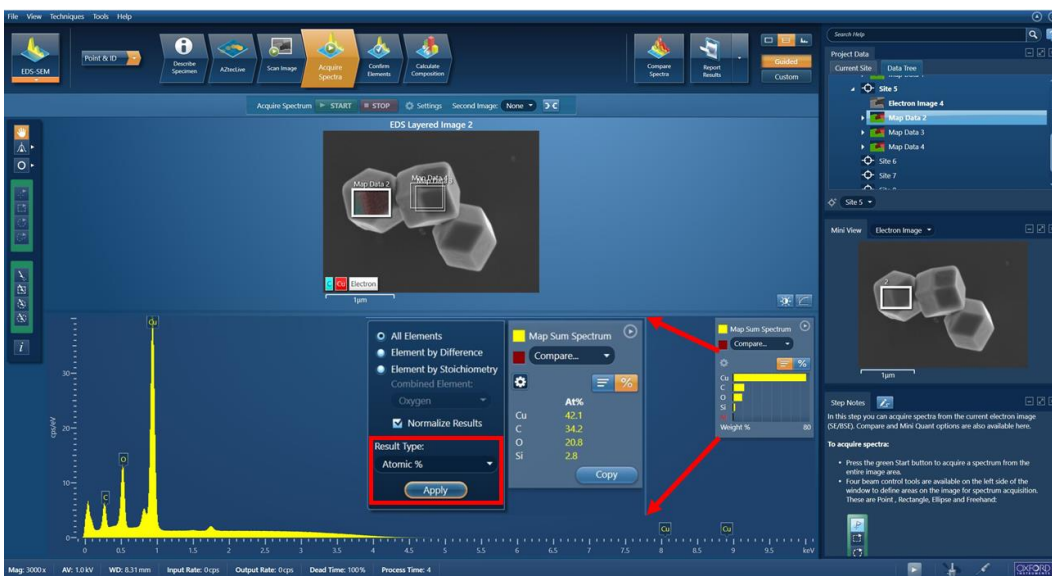


图 7-10

说明：使用能谱时，系统推荐 $WD = 4.0\text{ mm}$ ，即需要调整样品台高度使 $Z = 4.0\text{ mm}$ ， WD 接近 4.0 mm 。

注意：Map 和 Line Scan 模式中信号采集需要手动停止，即点击软件中 STOP 按钮变为 Stopping，待采集完这一帧后变为 STOP，即表示停止信号采集。

(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；

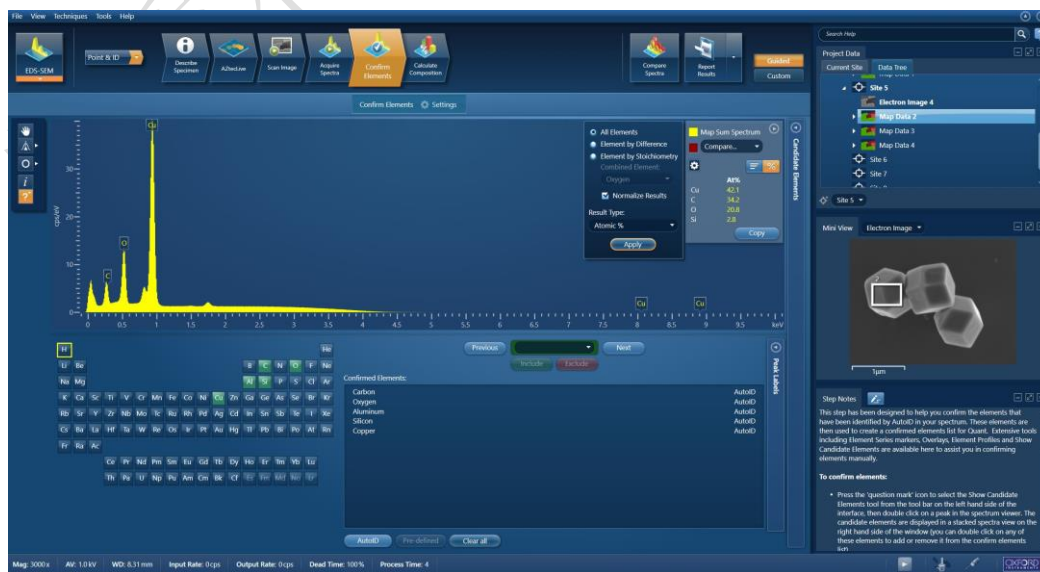


图 7-11

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。

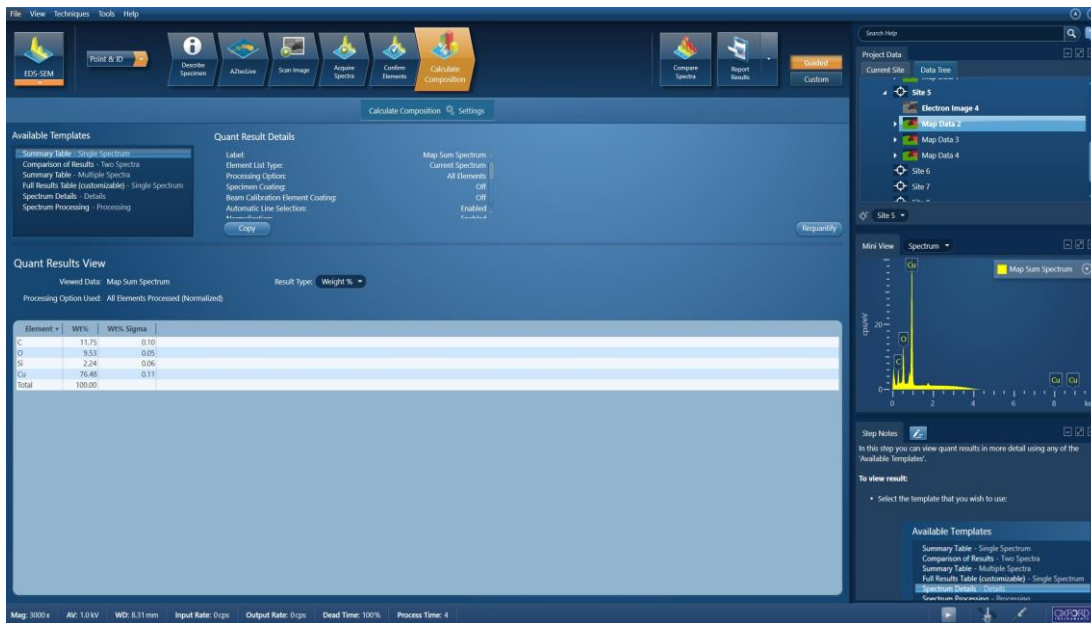


图 7-12

(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）

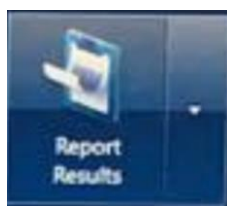


图 7-13

b) 点击能谱软件工具栏上的“**File**” → “**Save project as**”来保存整个 project；

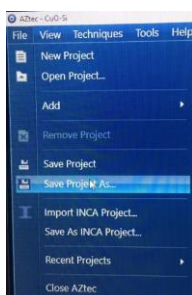


图 7-14

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——**一键 Standby**

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。**探头拔出后需要等待 3 min 后才能够打开样品舱更换样品。**

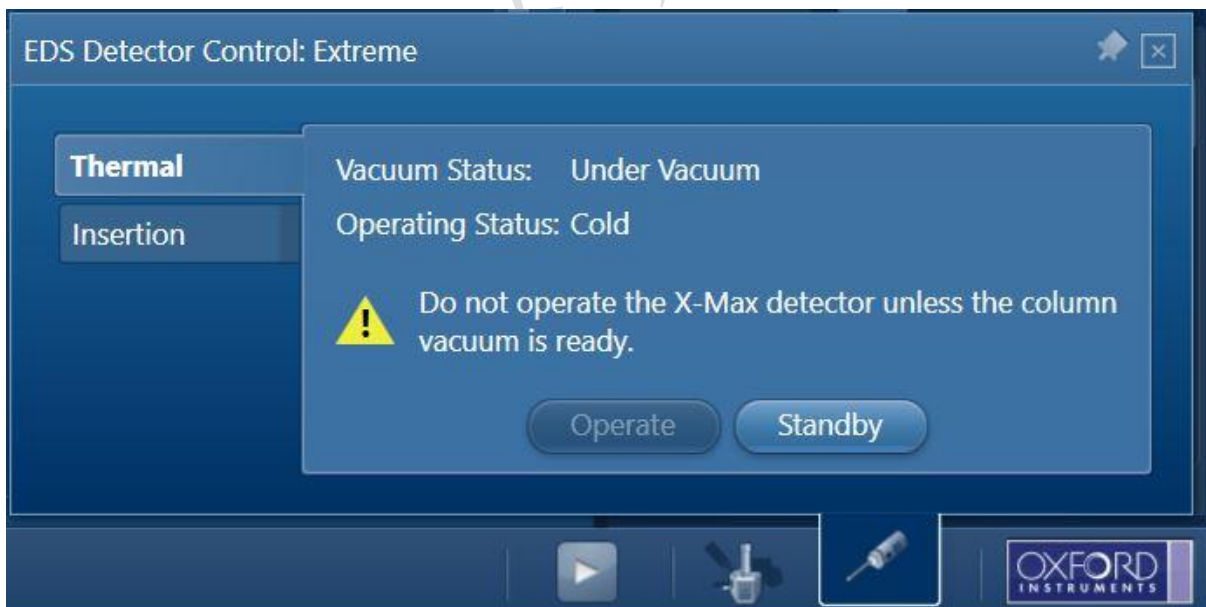


图 7-16

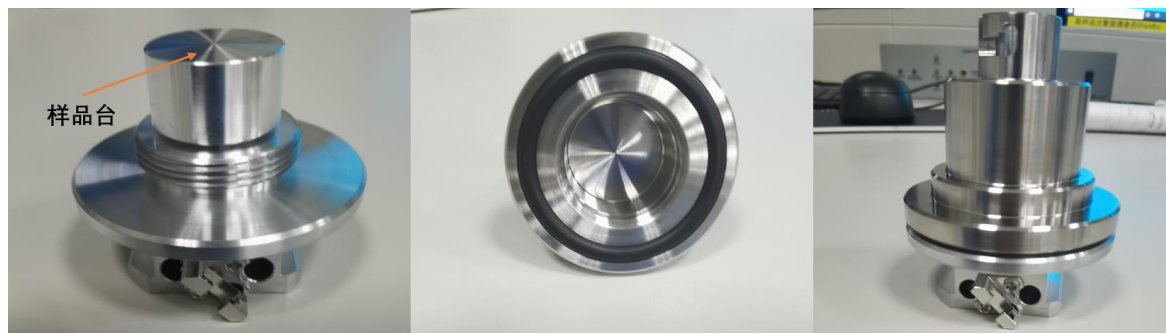
7.3 关机

以上步骤操作完后直接关闭 AZtec 软件，然后参照 6.7、6.8 操作关闭扫描电镜程序、取出样品。

8. 真空转移盒

真空转移盒结构如下图所示：

其样品台高度可以通过六角螺丝调节



操作步骤如下：

于惰性气氛中在上图中样品台制备完样品并封闭后，传样过程同普通样品台操作步骤相同，在样品进入样品仓前需要去除真空转移盒上盖，操作如下：



1. 样品杆停留在此限位处

2. 旋转螺杆使上下刻度线平行，螺杆自动下降

3. 旋转中心旋钮并下按，逆时针旋转螺母

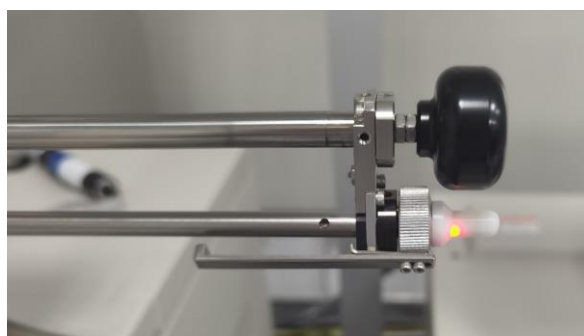


4. 真空转移盒上部分被旋出

5. 螺杆提出使上下刻度线不平行此次螺杆固定

之后按送样操作步骤如下：

(1) 将样品杆返回至限位处，红色灯亮；



(2) 点击控制面板 OPEN 按钮，将样品送至样品仓，之后操作同普通送样一致。

观察结束取出样品时，按照相同步骤操作螺纹杆，将真空转移盒上盖旋紧，并取出。

注意：只有 Nob 处于原始位置（红灯常亮），样品仓和交换仓的仓门才可以打开，否则仪器报错。

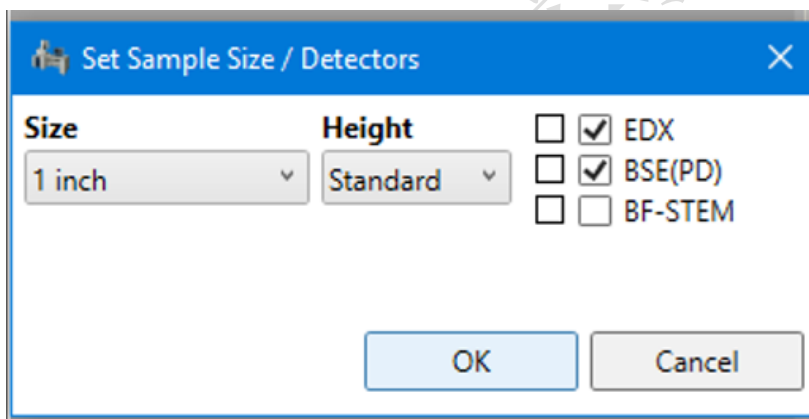
备注：真空转移盒借用时做好借出/归还登记和检查，送样前必须先登录预约系统，取样完成后方可退出系统。

9. PD-BSE 使用操作

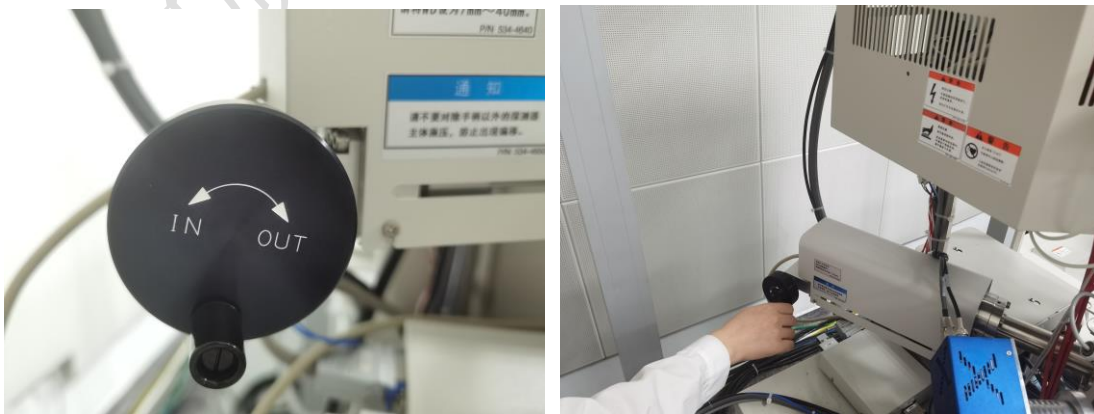
注意：如果要使用 PD-BSE 探头一定要确保 WD 在 7-40mm 范围内，即 Z 轴高度 $\geq 7\text{mm}$ 。

操作步骤如下：

(1) 探头插入前先于 Stage 处勾选 BSE(PD)探头选项；

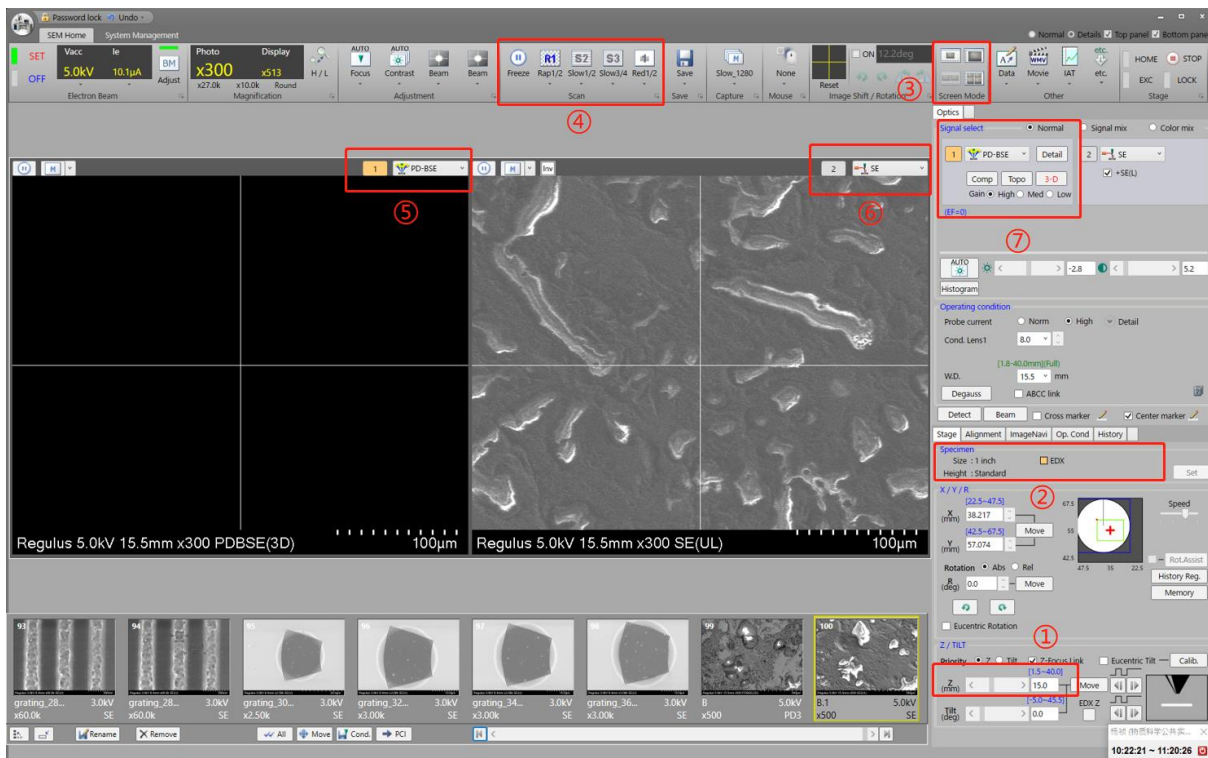


(2) 满足工作距离要求后，插入探头，在探头位置有摇杆，根据标识方向逆时针手动旋转摇杆直至遇到阻力无法旋转，即表示探头已经插入成功，如下图所示；



(3) 探头插入瞬间软件界面有提示，表示 PD-BSE 探头已插入，插入完成后关闭该提示框即可；

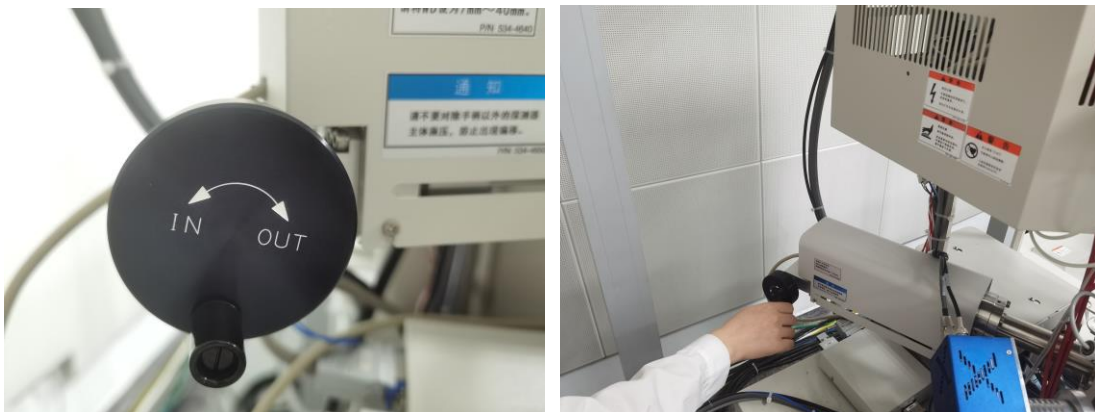
(4) 使用 PD-BSE 探头观察形貌，需要在 Slow 模式下，并且图像调节需要借助 SE 探头，同时在 Scan Speed 为 S2/S3 的情况下才能够呈现背散射图，如下示意图：



- ① 确保 $Z \geq 7\text{mm}$
- ② Stage 处勾选 BSE(PD)探头
- ③ 选择双屏模式
- ④ 使用 PD-BSE 探头成像必须在 Slow 模式下 S2/S3
- ⑤ 选择 PD-BSE
- ⑥ 选择 SE，PD-BSE 成像需要借助 SE 图像聚焦
- ⑦ PD-BSE 不同模式选择

(5) Capture 拍照时会同时保存两张图片；

(6) 探头使用完毕后，在探头位置顺时针(OUT 方向)手动旋转摇杆直至遇到阻力无法旋转，即表示探头已退出，如下图所示；



探头退出后，重新回到单屏模式，勾除 PD-BSE 探头，之后正常关闭高压，下机即可，下机步骤请参照 6.7 和 6.8。

10. 记录

10.1 Q/WU FLHR001 文件编写规范

10.2 Yale MCC SEM SOP v1_10 参考资料

11. 相关支撑性文件

11.1 高分辨冷场发射扫描电镜 Hitachi Regulus 8230 使用记录表 V1.0

仪器使用记录

20__年

日期 月.日	使用人	课题组	样品名称	实验内容 (SEM/EDS/STEM/BSE)	检测方式		样品状态及数量	使用时间	备注
					送样	自主			

请注意：(1) 使用前先检查仪器状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前仪器状况良好；(2) 使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。