



扫描电子显微镜 Scanning Electron Microscope System

1.0 设备、工艺概述 Process Summary

- 1.1 扫描电子显微镜主要用于材料科学、金属材料、半导体材料、陶瓷材料、化学材料等领域，可进行材料的微观形貌、组织分析，可对磁性样品和不导电样品进行高分辨成像和分析。
- 1.2 Zeiss GeminiSEM 300 扫描电子显微镜 Scanning Electron Microscope System SEM 主要用作各种材料的微观形貌的观测和分析，有多种探测器可以满足实验要求。本设备配置 0.02 KV—30 KV 的加速电压，优异的低电压性能，可以满足观察导电性能较差的样品。



图 1. GeminiSEM 300 整体外观

2.0 材料控制 Material Controls & Compatibility

- 2.1 配置有单样品台、九孔样品台和多目的样品台等，可以满足截面测量的需求。
- 2.2 加速电压 0.02 KV---30 KV。
- 2.3 配置有五轴马达驱动样品台，倾斜范围-1 ~ 70°，连续旋转 360°。

3.0 培训流程 Training Procedure & Applicable Documents

- 3.1 用户可在中心的网站上下载相关培训资料，先自行学习了解 SEM 设备管理规定与基本操作流程。



- 3.2 向 SEM 工程师领取考核表，观摩 SEM 工程师使用 3 次，请 SEM 工程师签名，收集 3 次签名后，即可申请上机考核。
- 3.3 联系 SEM 工程师预约上机考核时间。
- 3.4 通过上机考核后，请 SEM 工程师在考核表上签名。
- 3.5 递回考核表，待使用权限开通。
- 3.6 培训考核周期：一周。
- 3.7 SEM 设备用户若 6 个月内无设备使用记录，需要重新进行培训考核，否则将取消用户资格

4.0 名词定义 Definitions & Process Terminology

- 4.1 背散射电子探测器：EsB
- 4.2 二次电子探测器：SE2
- 4.3 加速电压：EHT
- 4.4 聚焦：Focus
- 4.5 主腔体：Main Chamber
- 4.6 工作距离：Work Distance

5.0 安全规范 Safety

- 5.1 使用电镜时要注意用电安全；
- 5.2 在移动、升降和倾斜载物台时，一定要在 TV 模式下进行，以免碰撞到物镜和探测器；
- 5.3 换样过程中要使用无尘橡胶手套操作，切不可用手直接接触载物台和样品；
- 5.4 放置样品台时一定要卡到位，否则载物台此时将会报警，严重时载物台会卡住舱门；
- 5.5 在拷贝数据时，建议使用光盘来拷贝数据，严禁使用 U 盘、移动硬盘等；
- 5.6 不要在扫描电镜专用的电脑上私自安装其他软件，以防电脑系统崩溃；
- 5.7 不要在电镜主机台面上放置尖锐小物件（如螺丝、螺丝刀等），以防破坏气垫；
- 5.8 在中途不使用电镜过程中，可以在 Stage Navigation 里面勾上 Joystick Disable，防止误碰摇杆而撞坏物镜和探测器。电子枪需要高真空状态，样品固定在样品座后，一定要确保样品的稳固性，利用 N2 枪进行吹扫，确保样品的洁净度。
- 5.9 不得在 SEM 设备旁切割样品，更换样品时佩戴洁净手套。

6.0 参考数据 Process Data

- 6.1 加速电压：0.02---30 KV
- 6.2 分辨率：≤0.7 nm@15 KV(二次电子)，≤1.2 nm@1KV（二次电子，无需样品台减速模式）
- 6.3 放大倍率：12---2,000,000 倍
- 6.4 探针电流：最大电流不小于 20 nA



- 6.5 工作距离：0.1---50mm
- 6.6 倾斜范围：-1 ~ 70°，连续旋转 360°
- 6.7 样品尺寸：□10mm、□15mm、□20mm、□30mm

7.0 工艺原理 Process Explanation

- 7.1 扫描电子显微镜主要用于材料科学、金属材料、半导体材料、陶瓷材料、化学材料等领域，可进行材料的微观形貌、组织分析，可对磁性样品和不导电样品进行高分辨成像和分析。

8.0 操作流程 Process Procedure

- 8.1 使用前、后在使用记录本上登记，确认上一个使用人使用后设备有无故障
- 8.2 开启 SEM 工作界面
 - 8.2.1 确认各项无报警显示
 - 8.2.2 电脑桌面点击 SmartSEM 图标并登录，开启 SEM 工作软件；

公共账户：SNL

密码：snl



图 2. SmartSEM 工作软件示意图

- 8.2.3 电脑桌面点击 Gun Monitor 图标，开启电子腔实时监测程序；



图 3. Gun Monitor 工作软件示意图



8.3 放置样品并抽真空

8.3.1 更换样品前如果样品腔室里面为真空状态，先要在 SEM Control 下 Vacuum 面板里点击 **Vent** 按钮，样品腔室开始充气，恢复至大气压。（注：Vent 前确保 EHT 处于 Off 状态，N2 阀门开启）

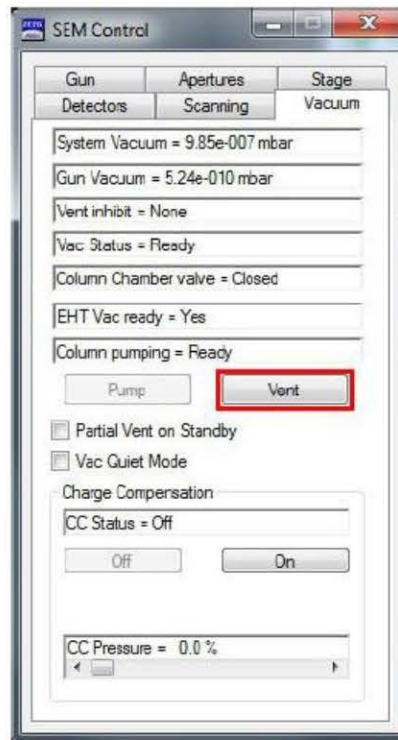


图 4. **Vent** 腔体

8.3.2 等待几分钟后，更换洁净手套，打开样品腔室舱门，放入样品。放入样品时要水平方向移动，不得上下移动，确保样品台卡在燕尾槽中，确认样品台卡紧。

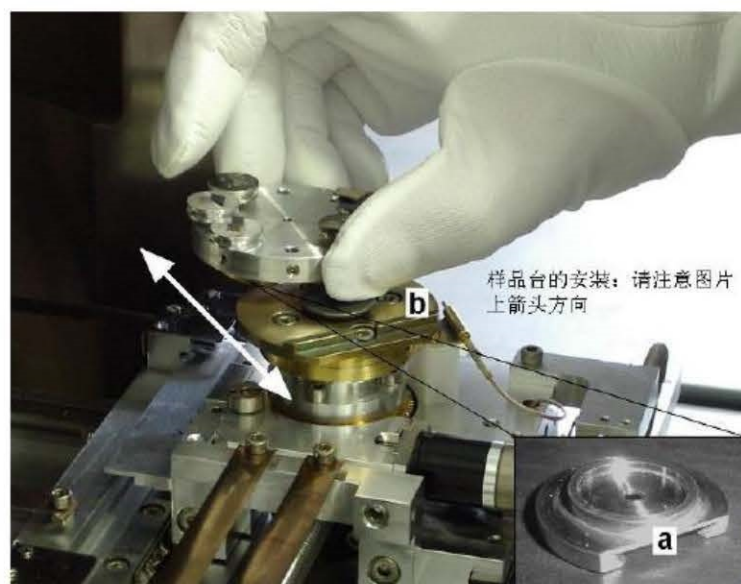


图 5. 安装样品台示意图



8.3.3 确保 TV 模式下观察样品台进出，防止撞到物镜或探测器。

8.3.4 缓慢关上舱门，在 SEMControl 下 Vacuum 面板里点击 **Pump** 按钮，开始抽真空（抽真空时用手推一下舱门）；

8.4 移动样品台，调节样品和物镜之间的工作距离

8.4.1 在 SEM Control 面板下 Stage 中确认是否勾选了 **Joystick disable** 和 **Stage Disable**，如果已经勾选，取消勾选该选项；

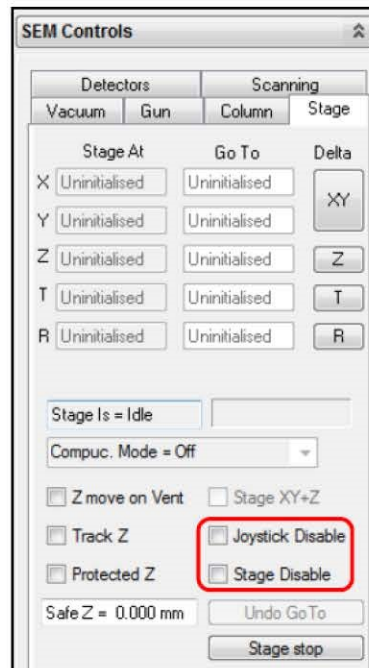


图 6. Stage 面板示意图

8.4.2 确保观察模式为 TV-CCD 模式。



图 7. 观测模式更换按钮示意图

8.4.3 根据样品实际的高度和尺寸，在 **Setting** 选项里设置安全的高度和直径值，并且勾选 **Safe Navigation** 选项，保证物镜安全。

8.4.4 通过摇杆将样品台移动到合适的工作距离。

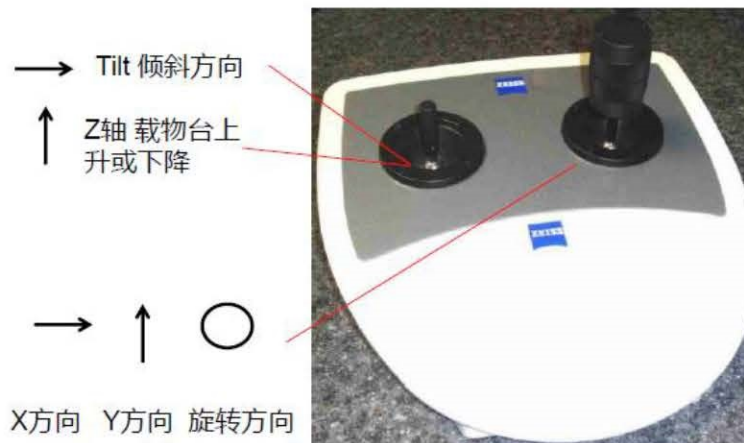


图 8. 样品台操纵杆

8.5 选择合适的加速电压 (EHT)

8.5.1 在 SEM Control→Vacuum 面板中, 确认真空状态许可 (EHT Vac Status=Ready)。

8.5.2 在状态栏中点击 Gun, 选择 Gun On 开电子枪 (若 Gun 已经开启, 则跳过此步骤)。

8.5.3 在 SEM Control→Gun 面板中, 在 EHT Target 中输入加速电压数值, 例如 10kV。

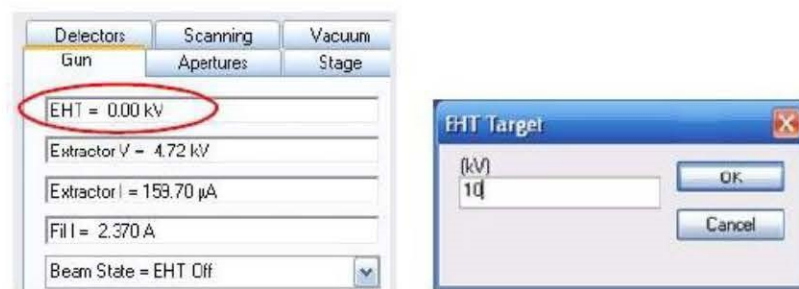


图 9. 设置 Gun EHT 数值

8.5.4 在 Beam State 的下拉菜单中选择 EHT on; 或者在状态栏中点击 EHT 选择 EHT On

8.6 选择合适的光阑 (Aperture)

8.6.1 在 SEM Control→Aperture 面板中, 选择合适 Aperture Size 光阑。

8.6.2 通常选择中心光阑 (30 μ m 光阑) 即可, 采集能谱信号需要 60 μ m 或 120 μ m 的大光阑, 拍摄荷电样品则选择 7.5 μ m 或 10 μ m 的小光阑

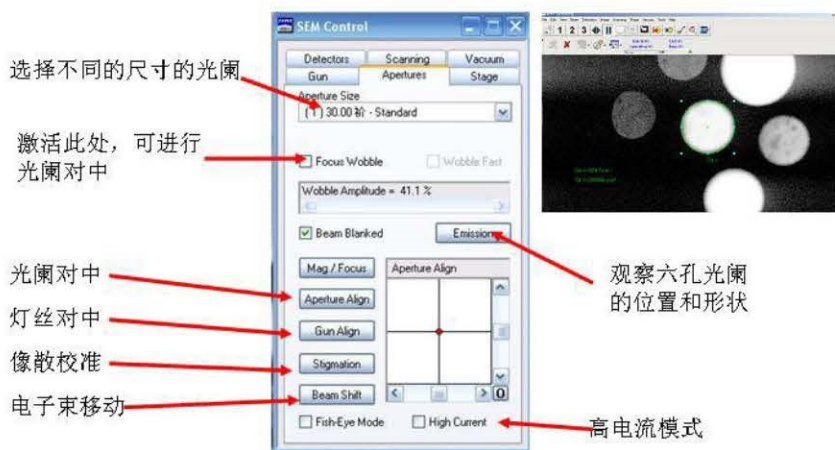


图 10. Aperture 选择界面示意图

8.7 选择 SE2 探头成像

8.7.1 找样时通常用 SE2 探头观察，找到感兴趣区域后，再选用合适的探头、电压和光阑。

8.7.2 SE2 探头的最高加速电压为 30kV，Collector Bias 偏压为 300V 左右，拍出的图像更具有立体感；当样品放电严重或者需要大景深、强立体感时可选用 SE2 探头。

8.7.3 在 SEMControl→Detectors 面板中，选择 Signal A=SE2 探头，Collector Bias = 300V；



图 11. 探测器选择界面

8.7.4 根据下表来选择合适的 EHT、WD 和光阑来优化图像



EHT	Typical WD	Detector Settings
500 V - 5 kV	2 - 8 mm	<ul style="list-style-type: none"> ■ Collector bias adjustable from -250 V to + 400 V. ■ Standard applications: +300 V ■ Pseudo BSE image: -250 V to -50 V
5 kV - 30 kV	min. 6 mm	

图 12. SE2 探头参考数值

8.8 选择 Inlens 探头成像

8.8.1 InLens 探头最高加速电压为 20kV, 图像分辨率更高一些; 当需要高倍成像及观察样品表面细节时可选用 Inlens 探头

8.8.2 在 SEM Control→Detectors 面板中, 选择 Signal A=Inlens 探头;

8.8.3 根据下表来选择合适的 EHT、WD 和光阑来优化图像

EHT	Typical WD	
20 V - 10 kV	0 - 5 mm	Preferred are short WDs for good detection efficiency
10 kV - 20 kV	2 - 5 mm	

图 13. Inlens 探头参考数值

8.9 选择 BSD 探头成像

8.9.1 BSD 背散射探头主要反映样品的元素衬度, 要看成分衬度时选择 BSD 探头来成像

8.9.2 在 SEM Control→Detectors 面板中, 比如选择 Signal A= BSD4 探头。

8.9.3 先向下移动样品台, 确保有安全距离, 在 SmartSEM 菜单栏依次选择 Detection→BSD Control, 点击 BSD in, BSD 探头会自动伸到物镜极靴下方, 选择 BSD Gain = High。

8.9.4 一般使用 30 μm 或者更大的光阑, 保证足够多的背散射电子发射; EHT 设定在较高值, 如 10KV; 工作距离: 5-10mm; 扫描速度 Scan Speed=3~6。

8.9.5 根据下表来选择合适的 EHT、WD 和光阑来优化图像。

EHT	Typical WD	Information
>5kV	5-10mm	Z-Contrast
	2-5mm (material dependent)	Channeling contrast (crystallographic information, strain, deformation)

图 14. BSD 探头参考数值



8.10 选择 ESB 探头成像

8.10.1 EsB 探头前加有能量过滤器 (0~1500V), 可以将一部分二次电子排除, 拍出的图像主要反映样品的元素衬度。

8.10.2 在 SEM Control→Detectors 面板中, 比如选择 Signal A= ESB 探头。

8.11 选择感兴趣的区域, 获取高质量的图片

8.11.1 在菜单栏 Stage 的 Navigation 面板, 找到九孔样品台导航示意图, 在放置样品的小钉台相应编号上双击, 将样品移到物镜正下方。勾选 Track Z, 在 TV 模式下缓慢移动样品台 Z 轴至 WD = 5~10mm 左右。

8.11.2 在 SEM Control→Scanning 面板中, 选择 Scan Speed=1~3, Noise Reduction= Pixel Avg。

8.11.3 调节 Mag 旋钮和 Focus 旋钮, 低倍聚焦, 使能看到图像, 然后使用操纵杆移动样品台, 或者使用 Ctrl+双击, 慢慢找到感兴趣区域。

8.11.4 将亮度 (Brightness) 设在 50%左右, 调节衬度 (Contrast) 使图像亮暗合适。

8.11.5 使用 Reduce 小窗口调焦, 提高放大倍数再聚焦。如此类推, 直至需要的放大倍数。

8.11.6 调节操作面板上的两个消像散旋钮, 使模糊边尽量减小, 再调焦。该过程反复进行, 直到图像清晰。

8.11.7 如果发现在调焦过程中图像偏移严重, 需要调节光阑对中。在 SEM Control→Aperture 面板中, 勾上 Focus Wobble, 或者直接按下 Control Panel 操作面板上的 Wobble 按钮, 将 Wobble Amplitude 调整为 50%左右, 勾上选择 Wobble Fast, 使用 Aperture Align 旋钮来调节光阑, 调至图像不再跑动, 同心收缩即可, 再勾掉 Focus Wobble (在放大倍数不是很大的情况下, 可不用调节 Wobble, 如果放大一万倍以上, 必须需要调节 Wobble)。

8.11.7 重复以上过程, 直至图像满意。

8.12 保存图片

8.12.1 在 SEM Control→Scanning 面板中, 选择 Scan Speed=5~6, Line Avg., N=30。

8.12.2 点击 Freeze 键冻结图像 (注意 Freeze 的模式选择 End frame), 在冻结图像上可以输入文本或对特征物进行测量。

8.12.3 保存图片, 右键选择 Send to, 可以选择保存为 TIFF、BMP、JPEG 等格式图片, 一般选择保存 Tiff File 格式。

8.12.4 在弹出的 “Export Tiff” 对话框选择保存目录, 输入图片名字, 点击 Save 即可。

8.13 取样

8.13.1 在状态栏中点击 All, 选择 EHT Off, 确认 EHT 已经关闭。

8.13.2 下降样品台, 切换 CCD 模式

8.13.3 在 SEM Control 的 Vacuum 面板里点击 Vent 泄真空, 打开舱门, 取出样品。



9.0 故障指南 *Troubleshooting Guidelines*

9.1 参考 Elionix ELS-F125G8 电子束曝光机常见故障排除操作规程。

9.2 有问题请及时联系工程师。

10.0 参考图表 *Figures & Schematics*

10.1 EHT 数值参考。

样品成像或成分分析	加速电压 EHT (kV)	说明
低原子序数样品 (C、H、O、N 之类)	5~10	动植物、塑料、橡胶、食品、化工材料等，易受电子束损伤。
中等以上原子序数样品 (Na 以上)	10~20	金属、半导体、矿物、陶瓷、建材等，不导电样品需要镀膜处理。适合常规观察。
高分辨观察	20~30	电子束波长短，像差小，高倍图像清晰。可提供 2 万倍以上图像。
荷电样品	1~3	直接观察不导电样品。
X 射线成分分析	15~20	视所分析元素的种类而异。

10.2 不同的电压值与最大 WD 值的关系如下表

Max. WD as a function of EHT	
EHT	Max. WD
100 V	2 mm
500 V	4 mm
1 kV	7 mm
2 kV	13 mm
3 kV	20 mm
4 kV	30 mm
5 kV	45 mm

11.0 附录 *Appendices*

12.0 版本历史 *Version History*

Version	Date	Prepared by	Approved by
1	2019.11.8	Feifei Yuan	