

Kratka navodila za JEOL JSM-7600F

OPOZORILA

- Pri vstavljanju vzorca pazi, da so **vijaki priviti**.
- **Previdno s palico!!!** Če pride do vdora zraka lahko uničiš turbomolekularno črpalko! Če zlomiš palico pa do nedelovanja mikroskopa, popravilo lahko traja več dni.
- **Za spreminjanje zaslonk kontaktirajte CEMM, da vam povemo pogoje za elektronsko centražo.**
- Preberi navodila proizvajalca.


Začetne nastavitve

- Zaslonka #3
- Probe current: LC 8
- R- filter: SB
- EDS detektor vstavljen

Priprava vzorcev

- Vzorci pripravljeni en dan prej (posušeni in spihani!)
- Vzorce montiraš v nosilec in ga **poravnaj z robom**. Če ne gre **izmeri višino (offset)**!
- Preveri, da kaj ne pade ven (vzorec, vijaki).
- **Če se vzorec lahko namagnetni je min WD 15mm!!**

Začetek dela

- Zaženi program PC-SEM → Guest. 
- Preveri, da je elektronski snop prekinjen – OFF.
- Prižgan EVAC in EXCH (X,Y,T,R=0,Z=38).

Vstavljanje vzorca

- Vklopi **VENT**.
- Odpri in vstavi vzorec v sanke.
- Očisti o-ring in zapri predkomoro.
- Vklopi **EVAC**.
- Počakaj, da se predkomora zvakuumira.
- S palico vstavi nosilec v komoro. Palico premakni iz navpične v vodoravno lego ter jo potisni v mikroskop tako, da zasveti gumb **HLDR**. **Izvelci dokler ne slišiš KLIK!!!**
- V programu izberi ustrezen nosilec (12,5 ali 26 mm).
- Vpiši **Specimen Surface Offset** – višina vzorca nad nosilcem.
- Vklopi IR kamero in detektor kamere (daljinec: Power).
- Izberi **WD=15 mm** in pritisni **OK** v pop up oknu.
- Izklopi IR kamero in detektor kamere.

Mapa za shranjevanje slik

- Naredi novo mapo (server - boksit).
- Poveži mapo z SEM shranjevanjem slik:
 - Image File – Browse.

Slika iz sekundarnih elektronov (SEI, LEI)

- Počakaj, da je tlak $< 5 \cdot 10^{-4}$ Pa (okno »observartion«).
- Odpri izolacijski ventil za snop ON.
- Najdi vzorec z LM + klikni ACB (pomoč: navigator).
- Izklopi LM (»low mag«).

- Fokusiraj sliko tako, da **premikaš po višini** (preveri, da je ZFC on – če uporabljaš kroglo »trackball«).
- Popravi višino »offset« (WD=Z). Če se premikaš po vzorcu ponovno nastavi pravilno višino »offset«!

PORAVNAVA SNOPA

- Povečavo (MAG) na ~100.000X – 300.000X.
- Klikni Shift 0.
- Popravi zaslonko (»WOBB«). Pazi: zaslonko se elektronsko popravlja! MEHANSKO jo ne premikat sicer elektronski shift ne dela pravilno!
 - Klikni »Reset all values« (da se postavi na prednastavljene vrednosti).
- Popravi fokus.
- Popravi astigmatizem.
- Popravi fokus.

Za optimalne slike spreminjaj WD (pri napetosti 15 keV je min razdalja 4,5mm), pospeševalno napetost, tok in detektorje (**LEI** dela samo na WD = 15).

Slika s povratno sipanimi elektroni (BEI)

- Poravnaj snop z SEI ali LEI.

»RIBE« – in lens detektor v objektivi leči:

- Izberi detektor – COMPO2 (RIBE).
- Klikni ACB (FINE scan).

»RBEI« – detektor, ki ga vstaviš NAD vzorec:

- **Vzorec mora biti VEDNO na WD = 15 mm ali več, nikakor pa NE manj!**
- Izberi BSE detektor – COMPO (RBEI).
- Klikni ACB (FINE scan).

Za zajemanje več slik hkrati uporabi: »Comparison«.

Slikanje

- Pritisni **PHOTO** ali **FREEZE**
- Ko shranjuješ sliko **označi EXPORT** zato, da boš imel na sliki skalo in podatke o parametrih slikanja.
- Za popraviljanja kontrasta in svetlosti: **Edit/Display LUT**.
- Ko je slikanje končano odmrzni – **FREEZE**.
- Preveri hitrosti slikanja: Setup – Operation settings – Image/Scan: Load: STANDARD, po potrebi dodaj integracijo.

Odstranitev vzorca

- Zapri ventil – **OFF**.
- Minimalna povečava, vrni na začetne nastavitve.
- Postavi vzorec v »exchange position«.
- S palico premakni vzorec v predkomoro.
- Vklopi **VENT**.
- Odpri predkomoro in vzemi vzorec.
- Zapri predkomoro in vklopi **EVAC**.

Konec dela

- Izklopi vse programe.
- Vpiši se v zvezek (vpiši tok emisije!).

Kratka navodila za JEOL JSM-7600F

- Pospravi za sabo!

NAMIGI	ACCV	WD, zaslonka, tok
Visoke povečave	GB 1kV	4,5mm, 4#, PC6
Visoke povečave	SEM 5kV	4,5mm, 4#, PC6
standard	SEM 15 kV	15 mm, 3#, PC8
analiza	SEM 20 kV	15mm, 3# ali 2#

Napotki za EDXS

- WD mora biti **15 mm**, zaslonka po potrebi.
- Pospeševalna napetost 5-20 kV (odvisno od vzorca)
Za lahke elemente: 5-10 kV in težje: 10-20 kV.
- Odpri INCA Operator, brez gesla (tretji monitor iz leve).
- Zaženi INCO.
- Imaš več opcij pri EDS (ENERGY):

Analyzer – EDS spekter in kvantitativna analiza brez slik.

Point&ID – omogoča zajemanje slike in EDS spekter na določeni lokaciji.

Mapping – omogoča EDS zajemanje linij in map (na vsakem pikslu je shranjen cel spekter).

QuantMap – aplikacija, ki omogoča kvantitativne mape elementov iz SmartMap-a.

- premikaš se po »Navigator« shemi ali po »Data« shemi

Zajemanje slike:

- fokusiraj, nastavi pogoje v Setup-u in zajemi sliko.
- Znotraj »Image Setup« si nastaviš željeno resolucijo (512x384), hitrost (fast), Data (8 bit) in Frames (1).

EDS zajemanje:

- Znotraj »Acquisition Setup« si nastavi »Lifetime«, »Process time« (5 za visoko resolucijo / 3 in 4 za normalni spekter in mapping), »Spectrum range« in »Number od channels« (1 – več cps ali 2 – boljša resolucija).
- Klikneš »Acquire Spectra«. Znotraj **Point&ID** lahko uporabiš točko, kvadrat, magično palico... pri **Analyzer** pa ti posname spekter iz celotnega območja.
- Klikneš na »Confirm Elements« za določitev elementov.

Kvantitativna analiza:

- Uporabi standard (Co – je v predalu).
- Klikni »Quant setup« in nastavi »Processing options« in odkljukaj »Normalize quantitative results«.

EDS mapping:

- »SmartMap Setup« in nastavi »Map« ali »Linescan« resolucijo (256x192) – resolucija ne more biti boljša kot resolucija slike.
- Pogoji: »proces time«, »spectrum range« (0-20keV) in »number of channels« (1k ali 2k).
- Pogoji zajemanja: dokler ne ustaviš – »until stopped«.
- »Element Setup« – izberi elemente
- »Smart Map« – izberi območje in klikni start
- Klikni »Element Map«s ali »Element Linescans« za prikaz rezultatov

Zaključek:

- shrani svoj PROJECT (C:Program files/INCA/Data)
- **log-out, ko končaš z INCO!!**

*Spremeni PC ali zaslonko, da je acquisition rate 3000 – 4000 cts. Seveda, če vzorec to dopušča.

* uporabljalj on-line navodila, ki jih najdeš v Help-u oz. Bubble Help

Nastavitev EDS detektorja – kobalt kalibracija:

- WD mora biti **15 mm**, zaslonka po potrebi.
- Nastavi si pogoje za zajemanje spektra (»Acquisition setup« na Point&ID ali na Analyzer)
- Greš na zavihek »Quant Optimization« in izbereš element za optimizacijo (npr. kobalt, titan ali silicij).
- Posnameš spekter.
- Ko zaključi, klikneš »Measure element«!
- Sedaj lahko odkljukaš »Normalize results« in boš dobil dejanske vrednosti ($\pm 2\%$ super, $\pm 5\%$ OK)

Hitrosti slikanja

- Zavihek Setup (S) – Operation Settings.
- Standardne nastavitve: »Load« – Standard
- Uporabiš lahko povprečenje za izboljšanje S/Š: Integracijo: 64 ali 128 ali 256 (odkljukaj). Uporabljaš gumb »freeze«.

Izdelava poročila v SMileView

- logiraj se kot SEMUser (password SEMUser) – tretji monitor iz leve (INCA)
- odpri SMileView
- klikni File → Open → My Network Places → My Documents on Jeol PC (Magnezij) → uporabniki
- glej navodila za SMileView (prvi predal)

Rotacija

- rotacijo lahko spreminjaš mehansko s tipkama **+R**, **-R** ali elektronsko z rotiranjem elektronskega snopa.

Nagibanje vzorca

- vzorec nagibaj ročno s tipkama **+T**, **-T**. V navodilih proizvajalca je tabela (glej spodaj), ki podaja maksimalni dovoljen nagib vzorca pri določeni WD. Obvezno upoštevaj ta navodila ter uporabi IR kamero za kontrolo.

	Holder 12,5 mm						Holder 26 mm					
60°					✓	✓						✓
55°					✓	✓						✓
50°					✓	✓						✓
45°					✓	✓						✓
40°					✓	✓					✓	✓
35°					✓	✓					✓	✓
30°					✓	✓					✓	✓
25°					✓	✓				✓	✓	✓
20°					✓	✓				✓	✓	✓
15°					✓	✓				✓	✓	✓
10°					✓	✓				✓	✓	✓
5°					✓	✓				✓	✓	✓
0°	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
-5°					✓	✓				✓	✓	✓
WD	1,5	3	6	8	15	25	1,5	3	6	8	15	25