

# Kratka navodila za JEOL JSM-7600F

## OPOZORILA

- Preveri vzorce z magnetom!


## Začetne nastavitve

- Zaslona #3
- R- filter: SB
- EDS detektor vstavljen

## Priprava vzorcev

- Vzorce primerni za v vakuum, posušeni in spihani, dovolj trdni in prevodni
- 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 **namagneti** je min WD 15mm!!

## Začetek dela

- Program PC-SEM mora bit vklopljen → U:Guest, G:/ 
- Preveri, da je elektronski snop prekinjen – OFF.
- Prižgan EVAC in EXCH (X,Y,T,R=0,Z=38).

## Vstavljanje vzorca

- Vklupi **VENT**.
- Odpri, vstavi sanke, očisti o-ring in zapri predkomoro.
- Vklupi **EVAC**.
- Počakaj, da se predkomora zvakuumira (cca 3 min).
- Če gori EXCH. POS lahko s palico vstaviš nosilec.
- V programu izberi ustrezen nosilec (12,5 ali 26 mm).
- Vpiši **Specimen Surface Offset**
- Vklupi IR kamero in detektor kamere (Power - Video).
- Izberi **WD=15 mm** in pritisni **OK** v pop up oknu.

## Mapa za shranjevanje slik – vse na BOKSIT

- Naredi novo mapo (server - boksit).
- Poveži mapo z SEM shranjevanjem slik:
  - Image File – Browse.
- Kdor **nima** dostopa do serverja, se mu lahko uredi link.

## Slika iz sekundarnih elektronov (SEI, LEI\*)

- Počakaj, da je tlak  $< 5 \cdot 10^{-4}$  Pa (okno »observation«).
- Odpri izolacijski ventil za snop ON.
- Najdi vzorec z LM + klikni ACB (pomoč: navigator).
- Fokusiraj sliko v SEM modu tako, da **premikaš po višini** (preveri, da je ZFC on).
- Vpiši pravilni »offset« (Z-WD). Če se premikaš po vzorcu ponovno nastavi pravilno višino »offset«!

\*LEI dela WD  $\geq$  8 mm

### Elektronska PORAVNAVA SNOPA

- Klikni »Shift 0«
  - Nastavi fokus
  - Popravi WOBB, da diha
  - Nastavi fokus
  - Popravi STIGmator

- V kolikor slika skače med popraviljanjem astigmatizma, odpri zavihek Alignment in nastavi stigmatorje v center:
  - STIG. CENTER X – vrtilj gumba X in Y
  - STIG. CENTER Y – vrtilj gumba X in Y
- Nastavi fokus

### Mehanska PORAVNAVA SNOPA

- **WD 4,5 mm; 15 kV; 4#; PC 6**
- Klikni »Shift 0«.
- Odpri tretji zavihek: Alignment window
  - Klikni »Reset all values«
  - Klikni »Lens Clear« (OL Stigmator)
- Popravi fokus, astigmatizem.
- Mehansko centriraj zaslonko (min povečave 150kx)

NAMIGI <sup>SE,LEI</sup> ACCV	WD, zaslonka, tok
Visoke povečave <sup>1</sup> GB 0,5-1 kV	2 - 4,5 mm, 4#, PC 6
Visoke povečave SEM 5 kV	2 - 4,5 mm, 4#, PC 6
Visoke povečave <sup>2</sup> SEM 15 kV	4,5-15 mm, 4#, PC 6-8
Standardno SEM 15 kV	15 mm, 3#, PC 8

<sup>1</sup>Slabo prevodni vzorci

<sup>2</sup>Prevodni vzorci

**Magnetni vzorci:** delat v LM modu ali v SEM-WD  $\geq$  15 mm

### Slika s povratno sipanimi elektroni (BEI)

- Poravnaj snop z SEI ali LEI
- Izklopi IR kamero

»RIBE« – in lens detektor v objektivi leči:

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

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

- **VEDNO WD  $\geq$  15 mm (če je offset pravilno določen)**
- Izberi BSE detektor – COMPO (RBEI).
- Klikni ACB (FINE scan).

NAMIGI ZA RBEI	ACCV	zaslonka, tok
Nizke $\Delta Z$	SEM 10-20 kV	1-4#, PC 8-16
Standardno	SEM 15 kV	3#, PC 8

TRIK: Če slikaš LEI, SEI, COMPO slike, uporablaj: »Comparison« in si skrajšaš čas na pol ali več.

### Slikanje

- Pritisni **PHOTO** ali **FREEZE**
  - Preveri nastavitve: 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«.
  - 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**.

# Kratka navodila za JEOL JSM-7600F

## Odstranitev vzorca

- Zapri ventil – **OFF**.
- Minimalna povečava, vrni na začetne nastavitve (3# zaslonka, EDS detektor vstavljen)
- 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

- Pusti **prižgam program PC-SEM**, ker se vpisujejo podatki v LOG file!
- Vpiši se v zvezek (vpiši tok emisije!).
- Pospravi za sabo!

## 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

\*NAVODILA ZA WDS in EBSD so v predalu pri mikroskopu.

NAMIGI	ACCV	zaslonka, tok
analiza EDS	SEM 20 kV	1- 3#, PC 8-16
EDS <sup>1</sup>	SEM 7 kV	4#, PC 8

<sup>1</sup> Če je potreben nižji interakcijski volumen (odvisno od elementov).

## Napotki za EDXS

**WD = 15 mm**, 5-30 kV, 1-4#, izklopi IR kamero

- Odpri INCAOperator, 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.

### KORAKI:

- 1) Opiši vzorec (spoliran, napršen, Dodatno: Ctrl+Y)
- 2) Nastavi **pogoje EDS zajemanja** (Lifetime, Process time, Spectrum range, kanali)
- 3) **Nastavi mikroskop** (1-3#, PC 8-16) da bo Deadtime na Co/Cu okrog 30% (max. 45%). Acquisition rate naj bo 3000 – 4000 cts.
- 4) Če imaš Co/Cu za 20kV greš na Quant Optimization in posnameš spekter ter klikneš Measure element (če ne normaliziraš je napaka ± 2% super, ± 5% OK).
- 5) Posnameš **sliko** (razen če si v Analyzer-ju) in označiš **željena območja za EDS analizo**. Lahko klikneš večkrat in bo naredil »TO DO list«
- 6) **Preveri elemente** v »Confirm elements«, kjer ti posneti spekter (rumeni) prilagodi s teoretičnim spektrom (rdeči) glede na izbrane elemente. Pri predpostavki, da je vzorec raven, spoliran, homogen na mestu zajema.
- 7) »Quant«: preveri nastavitve (Thesholding 3 sigma v Options, Pile up correction: enabled ✓) nato izbereš na kakšen način naj ti preračuna vrednosti »Setup«: npr: All Elements. Pazi kaj imaš nastavljeno za Elements list: ✓cuurent spectrum
- 8) V analyzerju lahko dodaš nov standard (Add element, izberes element in linijo (večinoma K). Pazi, da kaj ne povoziš... Klikneš Standardize

### POMOČ za EDS zajemanje:

- Znotraj »Acquisition Setup« si nastavi »Lifetime« po želji, »Process time« za X-Max (naš detektor): Oxford priporoča:

PT 3 Quantitative Analysis

PT 3 Mapping

PT 5-6 for light elements or low Kv peaks

»Spectrum range« in »Number od channels« (1 – več cps ali 2 – boljše resolucija).

### POMOČ za EDS mapping:

- »SmartMap Setup« in nastavi »Map« ali »Linescan« resolucijo (256x192) – resolucija ne more biti boljše kot resolucija slike!

### Zaključek:

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