

# Kratka navodila za Quanto 650 –v9

## OPOZORILA

- ESC vstavi premik mize!
- Pri vstavljanju nosilcev pazi, da so pritrjeni. Še posebej prah! Če ni fiksno lahko poškoduješ črpalko ali osvinjaš zaslonke – torej ne gre v SEM!!!
- Pazi z veliko mizico, omejen s nagibom, da ne poškoduješ detektorjev. Ne ustavi se sama, prav tako ni varovala za BSE detektor.
- Če ni montirana miza BD («Beam Deceleration») ga NE prižigaj! Nevarno, ko je montirana v postaji. Če jo ni je prav tako nevarno, ker ni zaščite za dotik?
- Nav-Cam vedno UMAKNI preden zapreš vrata! Lahko jo razbiješ!
- Ko preklapljaš vakuumske načine vedno izklopi filament!!
- Pomagaj si z F1 manual. Če ne veš vprašaj CEMM.

## Shranjevanje slik

- Slike shranjuješ (M-PC): Computer \ Shared Data (\OXFORD... \USERS\...
- Slike (S-PC): D\Shared Data\USERS \ ...
- Iz EDS/S-PC v mapi **USERS EDS** prenese na USB ali boksit

Shranjaj vedno kot TIFF (16 bitno, barvna 24 bit).  
Photo F2 za eno sliko, Shift+F2 vse slike, II odmrzne eno, Shift +II odmrzne vse.

Pazi: vedno označena oba - databar in merila

## Začetne nastavitve

- Mikroskop gor zelena lučka
  - XT server prižgan in UI on, gori okno za log-on
  - EDS detektor vstavljen in ohlajen
- Pogoji na SEMu: mag: 100x, 10kV, spot 3.  
Quads 1: ETD (SE), 2: CBSD (All), 3: Nav-Cam, 4: IR

Hitrost skeniranja: Scan – preferences – klikni Default (Photo 60µs) in **Apply!**

Preveri, da je »default« na post procesing parametrov za sliko (digital brightness, contrast, gamma)

## Priprava vzorcev

- Vstaviš vzorce, ki so spihani (pupica, ki ne posesa zraka nazaj pri vzorcu).
- Za lažje delo naj bodo vsi vzorci na enaki višini. Če ne gre se vedno orientiraj na najvišjega! Ne razbit CBSD!

## Začetek dela (M-PC)

- Logiraj se v xT (U: user G: user)
- Preveri komoro (IR kamera), če kak detektor manjka javi CEMM ekipi
- Preveri stanje **vakuuma**  $<1,8 \cdot 10^{-3}$  Pa (vpiši v zvezek)
- če so kakršnekoli napake – takoj javi [cemm@ijs.si](mailto:cemm@ijs.si)

## Vstavljanje vzorcev v komoro

- Vakuum zelen, beam off - pritisni VENT na UI.
- Vstavi vzorce v mizico.
- Zapri komoro (NE klikni pump) ampak nastavi najvišji vzorec na 10 mm, sicer ni prav Nav-Cam slika.
- Odpri komoro.
- Rotiraj roko za Nav-Cam in počakaj minuto, da se stabilizira. Klikni za zajem slike (ugasni luč). Ko konča obvezno popravi roko!!
- Počasi **zapri** vrata (LE če je **Nav-Cam pospravljen**) in preveri, da se ne zaletiš v kakšen detektor z vzorci.
- Klikni PUMP na UI (pazi kateri način je izbran- večinoma HiVac, če nisi kak detektor vstavljal! Če so vzorci neprimerni za vakuum ne pumpaj na HiVac, govori z CEMM ekipo). Vedno **umakni od objektne leče**, če se le da.

## HiVac mode

Preveri da je CBSD montiran in pazljivo, da ga ne poškoduješ!! Pazi velika mizica ni namenjena visokim nagibom in delu nad 8 mm (z CBS detektorjem). Tilt je max 60° vendar pazi kakšni so vzorci, če niso iste višine lahko razbiješ kaj. Uporabljal druge mizice!

## Slika iz ETD (HiVac)

- počakaj, da je tlak  $< 1,8 \cdot 10^{-3}$  Pa (zeleno)
- klikni **Beam ON** (obarva rumeno) – prižge filament
- Spremeni povečavo
- AutoContrastBrightness (F9)
- Nastavi **FOKUS**
- klikni »**link Z to focal plane**« (offset!) Pazi: Vedno linkaj najvišji vzorec! Ko linkaš se obrne Z koordinatni sistem!

Centraža, ko nastaviš pogoje (voltaža, spotsize, WD)

Preveri, da je beam shift na zero (desni klik na miški)

- Nastavi **crossover (gun tilt)**
- Ponovi dokler ni zadovoljivo: FOKUS in STIG.
- Po potrebi spremeni pogoje (0,2 – 30kV; Spot 1-10, WD min višina 8 mm (pazi CBSD).

## Slika povratno sipanimi elektronov

- Detektorji: **ETD (nastavljeni bias) ali CBSD**
- Nastaviš pogoje na sliki za SE in izbereš bias (negativni ali CBS detektor).
- CBSD ima 4 obroče, ki jih lahko prilagajaš.

## Zaključek HiVac

- izklopi snop e-, obarva se sivo.

## LoVac mode

Preveri, da je vstavljen LFD in CBSD

**OBVEZNO IZKLOPI FILAMENT, ko premikaš med vakuumskimi načini!**

**Max tlak (priporoča serviser) do 120 Pa.**

# Kratka navodila za Quanto 650 –v9

**\*pazi, če je vzorec vakuumsko primeren vedno prvo črpaj v HiVac in potem preklopi na LoVac. Če niso primerni za visok vakuum glej na koncu ESEM\***

- Lahko preveriš količino DI vode
- Vzorec vedno premakni stran od objektne leče! (ročno znižaj, če imaš linkano vnosi Z 30mm)
- Klikneš Mode: Low Vacuum (izbrani tlak 70 Pa)
- Sistem te vpraša katero PLA imaš (No Accessory)
- Sistem ti pove, da odpreš ventil!
- Začni na sredini – 70 Pa tlak, spreminjaš biasing LFD.
- Lahko narediš: Tools - Preference – ESEM – Purge (Custom!)
- Dvigni ročno mizo nazaj na 10mm
- Pazi LFD je počasen!
- **Beam ON**
- Spremeni povečavo
- AutoContrastBrightness (F9)
- Nastavi **FOKUS**
- klikni »**link Z to focal plane**« (offset!) Pazi: Vedno linkaj najvišji vzorec! Ko linkaš se obrne Z koordinatni sistem!

Centraža, ko nastaviš pogoje (voltaža, spotsize, WD)

Preveri, da je beam shift na zero

- Nastavi **crossover**
- Ponovi dokler ni zadovoljivo: FOKUS in STIG.
- Po potrebi spremeni pogoje (0,2 – 30kV; Spot 1-10, WD min višina 8 mm (pazi CBSD) ter tlak in bias na LFD.

## **Zaključek LoVac**

- izklopi snop e-, obarva se sivo.
- Če je vzorec vakuumsko kompatibilen, preklopi na HiVac (umakni vzorec od objektne leče!)
- Sistem ti pove, da zapreš ventil EB
- Potem počakaš malo (vidiš da tlak v komori pade)

---

## **Odstranitev vzorcev**

- Znižaš višino (sredinska tipka na miški in CCD kamera) Enaka razlaga – vzorec stran ker vse skup ventilira in da ne zasvinjamo objektne leče.
- klikneš **VENT**
- odstrani vzorce
- počasi **zapri** vrata in enakomerno pritisni
- klikni **PUMP** ter da je na HiVac načinu
- vedno počakaj, da je pod vakuumom preden zapustiš mikroskop

## **Konec dela**

- **File – Log Off user**
- pospravi za sabo, vpiši se v zvezek
- če si zadnji v dnevu ugasni monitor (desni za oba)

OPOMBE:

F12 = Compucentric rotation

Shift +F12 = scan rotacija (imaš tudi bližnico da povlečeš ravno črto in poveš ali bo to horizontala ali vertikalna)

Shift + F1 = image properties

Ctrl + Shift + S = save all

NAMIGI za opazovanje:

High resolution Mag > 50kx, Spotsize 1,2

Standard imaging Spotsize 3,4,5 (SE, CBSD, LFD, GSED)

EDS ali večji kontrast BSE Spotsize >5

Voltažo prilagajaj od 0,2 do 30kV, BD do 4kV (ravni vzorci).

## **Premikanje po Z osi:**

- Odmrzni sliko na CCD
- Link Z to FWD
- Imaš več vrst premikov:
  - Vpišeš Z (pazi na puščice gor in dol)
  - miška (sredni gumb in gor) na CCD sliki
  - kurzorji (pazi, da klikaš na puščice)

## **Napotki za ESEM\***

V kolikor vzorec ne sme bit v HiVac režimu – glej fazni diagram.

Vedno se posvetuj z CEMM ekipo, sploh če zahteva montažo PLA ali drugega detektorja!! Lahko se poškoduje EDS.

Preveri nivo vode.

- Normalno vstaviš vzorec, narediš NavCam sliko
- preden začneš črpanje: UMAKNI vzorec stran od objektne leče (po X,Y in Z).
- Nastavi si režim (LoVac ali ESEM) in klikni PUMP.
- Sistem te vpraša po PLA – izberi pravo, vidno na CCD
- Odpri EBV, ko se pojavi okno!
- Po potrebi naredi čiščenje (»purging«)
- Normalno delo\*
- Zaključek – izklopi beam
- Odmakni vzorec stran od objektne leče
- Ventiliraj
- Ko odstraniš vzorce, zapreš komoro
- Klikneš HiVac in PUMP
- Zapri EBV, ko ti sistem naroči!

ESEM se dela po predhodnem dogovoru z CEMM. Delo v LoVac in ESEM se priporoča v popoldanskem času, da sistem črpa čez noč.

# Kratka navodila za Quanto 650 –v9

## Napotki za EDXS

- Pospeševalna napetost 5-30 kV (za lahke elemente: 5-10 kV in težje: 10-20 kV, važno da je 2,5 nad najvišjo karakteristično linijo)
- Tok primerno visok (spot od 4 do 10)
- Vzorec naj bo na WD **10 mm**
- Na dnu zaslona preveri ali so enake vrednosti kot na mikroskopu (npr: Mag)
- Preberi navodila proizvajalca (na namizju)

## Začetek:

- Če ni prižgan PC (geslo: supervisor)
- Odpreš AZtec (verzija 4.3), gorita obe lučki (zelena – ON, modra – ohlajen) in EDS vstavljen.
- Izbereš »New Project« in se odpre novo okno:
  - napišeš ime in izbereš lokacijo mape USERS EDS (vedno shrani projekt, pozneje lahko ponovno obdeluješ podatke).
  - izberi svoj ali »Default profil«

## EDS-SEM:

Znotraj programa lahko delaš:

- Analyser (samo EDS) -4)
- Point & ID (slika ter EDS): najbolj uporabno -1)
- Linescan (linijsko podani elementi) -3)
- Map: drugo najbolj uporabno -2)
- Optimize (semi ali full quant) -5)

## Kvalitativna ali kvantitativna (»standardless«)

### 1) Point & ID + quant in report

Po korakih:

- **Describe Specimen:** opiši vzorec in dodaš oznake, slike... Pametno označiti, da je napršen z C.
- **AZtecLive:** brez ustavitve sistema se premikaš in iščeš željeno območje. Če veš kaj iščeš preskoči!
- **Scan Image:** lahko posnameš do dve sliki (settings), pazi BSE mora biti v 1 KVADRANTU (na ESEM), sicer dobiš dve SE sliki! Območje bo označeno na obeh. Lahko dodaš teks, oznake, meritve...
- **Acquire Spectra:** Nastavi pogoje zajemanja (ni potrebe, če imaš svoje standardne nastavitve). Sicer greš v Settings izbereš energijsko območje, število kanalov, čas procesiranja, čas zajemanja spektra (avto, live time, counts), odkljukan pulse pile up korekcija. Vedno preveri na desni strani: Mini View da vidiš, koliko cps in dead time. Označi območje. Lahko označiš več in dela v zaporedju, to si pogledaš v Data View zgoraj desno, tam jih lahko tudi ustaviš, izbrišeš. Pri posnetem spektru lahko dodaš teks in puščice. Lahko exportiraš sliko – settings lahko nastaviš točne dimenzije slike.
- **Confirm Elements:** Če hočeš pogledati bolj detajlno spekter in vrhove. Označiš elemente (izbran ? in dvakrat klikneš na vrh v spektru, ti pokaže prekrivanja/ujemanja). Greš v settings in obkljukaj Show Fitted Spectrum. Če se ti ujema

potem so pravilno izbrani elementi. To je posebej pomembno, ker se elementi prekrivajo.

- **Calculate composition** ti da kvantitativne rezultate glede na settings (normalized). Pazi, če spremiš elemente klikni Requantify! Imaš veliko templates in izbiraš med wt% na at% (Pazi, če imaš wt% ti bo v reportu dalo to, sicer nastavi at%). Kopiraš lahko tako, da označiš in kopiraš ali greš v report results.
- **Compare Spectra:** lahko primerjaš več spektrov iz različnih območij (site, to v INCI ni bilo mogoče).
- **Report Results:** izvoz v wordu/excelu. Imaš več možnosti, vse shrani v mapo projekta. Če želiš posebnega se posvetuj z CEMM ekipo, da ti pomaga.
  - »Srečo« (spekter in Quant z at%)
  - Če dodajaš v isti word, klikni APPEND namesto save as.

Če želiš te korake združiti lahko narediš Custom pregled, kjer so koraki Scan Image, Acquire Spetra, Confirm Elements, Quant results združeni. Zapomni si pa da vedno vrneš v STANDARDNE nastavitve!

### 2) Mapping

Po korakih:

- **Describe Specimen:** opiši vzorec in dodaš oznake, slike... Pametno označiti, da je napršen z C. Pri mapah je super nastaviti spot nad 5, če vzorec dopušča. Potem preveri Ratemeter in nastavi pravilni proces time, da je dead time pod 50% ampak več countov. Pri putput Count Rate 100 kcps pokaže pravo moč SDD 45 mm<sup>2</sup> X-max detektorja.
- **AZtecLive:** brez ustavitve sistema se premikaš in iščeš željeno območje. Če veš kaj iščeš preskoči!
- **Scan Image:** lahko posnameš do dve sliki (settings), pazi BSE mora biti v 1 KVADRANTU (na ESEM), sicer dobiš dve SE sliki! Območje bo označeno na obeh. Lahko dodaš teks, oznake, meritve...
- **Acquire Map Data:** Označi željeno območje in ko spustiš začne delati. Pojavijo se barvne mape na desni strani. Če imaš prekrivanja z določenimi spektri pazi, ker da nepravilni kontrast – tu je prava moč TruMap! To popravi za ozadje in prekrivanja vrhov! SEM slika z overlaid image lahko izvozimo da kliknemo z desnim klikom na miški na Export in settings.
- **Construct Map:** ker imamo spekter shranjen v posameznem pixlu lahko skonstruiramo spekter iz posameznega področja, kjer smo mapirali. Rekonstrukcija spektra je shranjena v Data View. Potem lahko v MiniView izberemo Compare in vidimo primerjavo v histogramu ali %.
- **Analyze Phases:** tu lahko vneseš faze ali pa izbereš predlagane za lažjo predstavitev vzorca, kjer so razlika v sestavi elementov ena faza...
- **Report Results:** izvoz v wordu/excelu. Imaš več možnosti, vse shrani v mapo projekta. Če želiš posebnega se posvetuj z CEMM ekipo, da ti pomaga.

## Kratka navodila za Quanto 650 –v9

### 3) Linescan

Po korakih:

- **Describe Specimen:** opiši vzorec in dodaj oznake, slike... Pametno označiti, da je napršen z C. Pri mapah je super nastaviti spot nad 5, če vzorec dopušča. Potem preveri Ratemeter in nastavi pravilni proces time, da je dead time pod 50% ampak več countov. Lahko klineš zavitek Pre-defined Elements, ker ko gledaš linijo te večinoma zanimajo le določeni elementi in odkljukaj Auto ID. Vedno lahko še dodaš elemente pozneje. Pazi to si shrani v svoj profil in pusti standardne nastavitve!
- **AZtecLive:** brez ustavitve sistema se premikaš in iščeš željeno območje. Če veš kaj iščeš preskoči!
- **Scan Image:** lahko posnameš do dve sliki (settings), pazi BSE mora biti v 1 KVADRANTU (na ESEMu), sicer dobiš dve SE sliki! Območje bo označeno na obeh. Lahko dodaš teks, oznake, meritve...
- **Acquire Line Data:** Označi željeno območje (klik and drag) in klikni start. Pojavi se izsek SEM slike kjer je potegnjena linija ter elementi (ki smo jih izbrali) v liniji z različno barvo. Če imamo nastavljeno da snema Until stop, snemamo toliko časa da še vidimo izboljšanje v statistiki, potem ustaviš. Lahko pa si nastaviš čas. Linijski profili so lahko Stacked ali Vertical Tiles. Lahko zoomiraš in z desnim klikom Export ali pa reset scales
- **Construct Map:** ker imamo spekter shranjen v posameznem pixlu lahko skonstruiramo spekter iz posameznega področja kjer smo mapirali. Rekonstrukcija spektra je shranjena v Data View. Potem lahko v MiniView izberemo Compare in vidimo primerjavo v histogramu ali %.
- **Report Results:** izvoz v wordu/excelu. Imaš več možnosti, vse shrani v mapo projekta. Če želiš posebnega se posvetuj z CEMM ekipo, da ti pomaga.

### 4) Analyser

Po korakih:

- **Describe Specimen:** opiši vzorec in dodaj oznake, slike... Pametno označiti, da je napršen z C.
- **AZtecLive:** brez ustavitve sistema se premikaš in iščeš željeno območje. Če veš kaj iščeš preskoči!
- **Acquire Spectra:** Nastavi pogoje zajemanja (ni potrebe, če imaš svoje standardne nastavitve). Sicer greš v Settings izbereš energijsko območje, število kanalov, čas procesiranja, čas zajemanja spektra (avto, live time, counts), odkljukan pulse pile up korekcija. Vedno preveri na desni strani: Mini View da vidiš, koliko cps in dead time. Zajema iz celotne slike na SEMu! Lahko exportiraš sliko spektra – settings lahko nastaviš točne dimenzije slike.
- **Confirm Elements:** Če hočeš pogledati bolj detajlno spekter in vrhove. Označiš elemente (izbran ? in dvakrat klikneš na vrh v spektru, ti

pokaže prekrivanja/ujemanja). Greš v settings in odkljukaj Show Fitted Spectrum. Če se ti ujema potem so pravilno izbrani elementi. To je posebej pomembno, ker se elementi prekrivajo.

- **Calculate composition** ti da kvantitativne rezultate glede na settings (normalized). Pazi, če spremiš elemente klikni Requantify! Imaš veliko templates in izbiraš med wt% na at % (Pazi, če imaš wt% ti bo v reportu dalo to, sicer nastavi at%). Kopiraš lahko tako, da označiš in kopiraš ali greš v report results.
- **Compare Spectra:** lahko primerjaš več spektrov iz različnih območij (site, to v INCI ni bilo mogoče).
- **Report Results:** izvoz v wordu/excelu. Imaš več možnosti, vse shrani v mapo projekta. Če želiš posebnega se posvetuj z CEMM ekipo, da ti pomaga.
  - »Srečo« (spekter in Quant z at%)Če dodajaš v isti word, klikni APPEND namesto save as.

#### Semi- kvantitativna EDS analiza

Poskrbi, da imaš standard! Nastavi vse pogoje za delo in EDS ter greš v Optimize. PAZI: bodi izredno previden/a, ne povozit original standardov!!! Vedno vrni v standarde od Oxforda! Če ne veš kaj delaš ne klikaj!

#### 5) Optimize – standardizacija semi-standard

Po korakih:

- **Calibrate:** izbereš Beam Measurement (nujno če delaš NEnormalizirano) in izbereš element, ki ga imaš v komori (C, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn). Klikneš Start, pazi to dela samo pri nastavitvah, ki jih imaš! Torej je pri vsaki spremembi (napetosti, spot size) je potrebno ponovno pomerit. Ko konča ti pove koliko % od zadnje vrednosti je. Klikneš Yes. Dobro je ponovno naredit, da vidiš stabilnost toka! \*Lahko narediš tudi Energy Calibration (le na standardu!). Ker je stabilen sistem ni potrebe razen, če vidiš, da se vrhovi ne ujemajo. To se lahko zgodi če je sobna temperatura nihala. Ko je končano te vpraša ali shraniš – Yes. PAZI, da je vreden standard!
- **Standardize:** Kvantitativno analizo lahko narediš brez standardnih materialov ker je Oxfordov sistem opremljen z default standardizacijo! V določenih primerih pa bo to pokazalo v izboljšanju kvantitativnih rezultatov. Tu moraš imeti standarde in IZREDNO previdno kaj klikaš, da ne izbršeš Factory standardov! Za postopek kontaktiraj CEMM ekipo.
- **Pile Up Correction:** Če več X žarkov pride istočasno lahko dobimo vsoto in navidezni pik dveh fotonov. Načeloma je nastavljeno na Oxford nastavitve ampak tu ga lahko korigiraš.
- **Report Results:** lahko izvoziš posnete standarde.

#### Konec:

- shraniš Projekt po koncu dela