

扫描电镜附 EDS 能谱仪的使用与维护

冯善娥, 高伟建

(苏州大学 分析测试中心, 江苏 苏州 215123)

摘要: 简单描述了扫描电镜中几种样品的制备方法以及操作中需要注意的事项, 例如参数的选择、和峰和逃逸峰的处理等, 并结合实例进一步简述了如何进行日常保养和维护。

关键词: 扫描电镜; 能谱仪; 制备; 注意事项; 维护

中图分类号: O657.62

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2014)02-0115-03

我单位于 2005 年购进了日立 S-4700 型扫描电子显微镜, 至今已使用近 9 年。此仪器平时、周末和晚上持续开放使用, 工作状态一直良好, 除了今年更换一次灯丝外, 还没有大的维修记录, 这与日常的精心维护和保养密不可分。本文就平时的样品制备和检测以及日常的维护保养作一些阐述。

1 扫描电镜及 X 射线能谱仪样品的制备

1.1 固体样品的制备

样品制备的好坏直接影响表面微观形貌的观察效果。要获得高质量扫描电镜 (SEM) 图像, 样品应具备以下条件: 良好的导电性、热稳定性以及高的二次电子产率。最常见的固体块状样品可以直接用机械方法或导电胶带固定于样品台上, 粉末样品可以通过直接分散法和超声分散法来制备, 对于小粒径样品通常超声分散法效果更好。为了较准确地进行粉末样品 X 射线能谱仪 (EDS) 的测试, 制样时可以先将样品用红外光谱样品压片机进行压片制样, 这样可以使样品表面光滑, 避开空洞吸收, 只需粗测时则可以用镊子压平压实以备测。

1.2 断面分析样品的制备

有些样品需要观察断口及膜厚等, 例如负载在玻璃片及硅片上的膜、陶瓷薄片等, 可以用玻璃刀在背面切割, 瞬间掰断从而获得新鲜断口。当然, 有些样品需要借助液氮等低温冷冻来达到脆断的目的,

例如一些塑料、丝织品等。还有些样品特定部位的断口可以通过超薄切片来完成, 一些不易脆断的样品可以通过环氧树脂来包埋, 金相抛光甚至腐蚀的方法进行, 然后喷金放入电镜观察^[1]。

1.3 生物样品的制备

大多数生物样品水分较大, 易被破坏, 不能直接用 SEM 观察, 一般需要戊二醛固定、双蒸水或磷酸缓冲液清洗、锇酸固定、乙醇梯度脱水、干燥并喷金待测。用戊二醛前固定, 仅凝固组织细胞中的蛋白成分, 对稳定细胞膜结构较差, 使脂类及其他一些微细结构在脱水时易流失。使用锇酸固定, 一方面对糖元以外的所有细胞成分几乎都有凝固作用, 它是唯一能保存脂类的固定剂, 另一方面经锇酸固定后, 金属锇被结合在细胞表面, 起到电子染色的作用, 增强导电性, 提高图片质量^[2]。

2 测试过程中的注意事项

2.1 参数的选择与调节

要得到理想的扫描电镜图像, 必须对其重要的操作参数加以控制, 如加速电压和束流等。

2.1.1 加速电压的选择

加速电压越大时, 电子束斑尺寸越小, 图像的分辨率越高, 但也不可过大, 以免样品缺少细节、图像不稳定、试样损坏等。对于导电性不良的样品加速电压要低一些, 在经过喷镀导电层处理后, 加速电压可适当增加。不便喷金的样品可以在低加速电压如 3 kV 下观测, 可以达到 2 万倍的观测效果。除此之

收稿日期: 2014-03-04; 修订日期: 2014-05-21.

作者简介: 冯善娥 (1984-), 女, 硕士, 实验师, 主要从事扫描电镜和透射电镜分析测试工作。

Tel: 0512-65880389. E-mail: fengshane@suda.edu.cn

外,观察时快速扫描和缩短记录时间也可以避免上述现象的发生。

2.1.2 探针电流的选择

探针电流的选择应适度,电流越大电子束的束斑直径越小,分辨率和景深越大。对于不导电的样品若探针电流过大,放电现象严重,难以得到高质量的形貌图片;如果探针电流过小,会由于二次电子的信号较弱,分辨率会下降,在高倍率下影响严重,因此探针电流选择需适度^[3]。使用EDS测试时 also 需适当增加束流至合适的计数率,若计数率过低可以选用较大的物镜光阑(应注意光阑过大像差加剧)来增加束流。此外,工作距离缩短能加大入射角,提高图像分辨率,但要首先考虑不能触及镜头,在使用背散射探头时需尤为注意。

2.2 和峰和逃逸峰的处理

有时分析某些元素时会出现和峰,造成和峰附近的背底变形,如果恰好又与其它谱峰重叠,扣除背底后计算结果都不会令人满意,这是由于模拟法不考虑和峰对背底的影响,这时只能改变采谱条件,减小计数率,增加采谱时间,尽量减小和峰对背底的影响。计数率可通过改变束流、束斑大小(或光阑大小)及探测器与样品间距离来调节。逃逸峰是探测器在检测过程中产生的,出现在入射谱峰(母峰)左边1.74 kV处。逃逸峰产生的机率随母峰能量的增加而减少,其强度相对母峰有一定的比例。因此能谱中若有原子序数15(P)到28(Ni)的强谱峰,应识别是否有逃逸峰。有的元素L谱峰同样产生逃逸峰,容易被忽略。

2.3 重叠峰和相邻峰的识别

在能谱谱图中,S、Mo和Pb元素是重叠峰,Sb和Sn元素是相邻峰,X射线能谱仪受探头分辨率的限制,不能分离重叠峰和相邻峰。当元素含量较低拟合线区分不明显时,可以通过改变加速电压来区分;当元素重量百分比低于1%时很难区分,此时可以借助X射线波谱仪来做进一步的痕量分析。

3 保养及维护

3.1 日常保养和维护

每日检查:房间保持合适的温湿度,房间内温度(20 ± 2)℃;湿度:不高于60%;冷却水温度:(20 ± 2)℃。

每周检查:EDS探测器需定期加液氮,一星期至少加1次,从而使得探测器中硅锂稳定并且降低

FET的热噪声,持续维持探测器低温能延长能谱寿命和降低故障率。若液氮已经干了,再灌入液氮后不能马上开机,一定要等4 h以后才能开启能谱仪电源。样品交换室真空变差则需每隔一段时间清洗密封圈后涂抹真空酯。样品杆阻力变大需要清洗后涂抹真空酯。

每月检查:检查机械泵油和循环水状况,关注其液面变化并定期更换。定期清理空压机里的积水。易受污染的部件如镜筒内的活动光阑、末极光阑、样品台、电子枪室等,需作定期清洗以确保电子光路正常工作。我们的电镜由于使用较频繁,通常使用3个月光阑就会变脏,高低倍亮度差变大,就需要进行一次清洗。

其它:为了保证仪器随时处于良好状态,在2次仪器检定之间至少对仪器进行1次期间检查。期间检查的主要参数包括:(1)二次电子像分辨率,(2)放大倍率示值误差,(3)X射线能谱分辨率。

3.2 停水停电等突发情况处理

在突遭停电情况下,依次关闭显示单元电源开关、真空系统开关、活动光阑加热、电子枪阀,保持循环水继续运行30 min,来电后按开机顺序开机。如果由于循环水故障导致停水,应立即关闭真空系统电源,最好接自来水冷却扩散泵30 min,并关闭活动光阑加热,同时关闭电子枪阀,保持电子枪和样品室真空。

3.3 维护实例

3.3.1 高倍下图像抖动厉害

刚开始时只是在高倍下聚焦时出现图像轻微抖动,低倍还正常,两天后抖动越来越严重,以致没法拍摄。这种情况在几年前曾经出现过1次,当时联系工程师,对方表示需要更换线路板。我们仔细查阅了说明书上线路图,推测可能是物镜电流不稳定导致,通过示波器针对物镜驱动电流和扫描驱动电流逐级排查后,发现控制物镜电流末级功率放大的1只功率驱动管出现故障,当时只是更换了其中的1个,并又预备了1个。这是第2次出现这种情况,通过针对性的检查,发现是之前更换过的另一侧出现故障,更换好后恢复正常。

3.3.2 不同放大倍率下测量出错

不久前进行仪器检定,我们在做放大倍率示值误差时发现有几个放大倍数下测量值出现错误,再仔细观察,发现测量错误是在继电器转换时发生的。放大倍数范围分为几档,由几组继电器控制,改变切

换点放大倍率时会伴随着继电器吸合的声音,由此判断故障可能与继电器有关。打开后盖,仔细分辨,确定了声音来源。原本打算直接购买更换,考虑到同一型号货源和时间问题,决定先清洗。清洗时主要部位是触点处,由于触点镀金层较薄,只是用细砂纸小心打磨,再用抛光膏抛光处理,更换后问题解决。但继电器毕竟有使用寿命,还需仔细观察并提前做好准备。

4 结语

扫描电镜是大型精密仪器,在我校使用频次较高,样品来源复杂,作为工作人员,只有进一步做好

仪器日常维护和保养工作,才能发挥仪器的最大功效。

参考文献:

[1] 冯善娥,高伟建,陈木子. 扫描电镜在多晶硅电池片焊带分析中的应用[J]. 分析测试技术与仪器, 2013,19(2):114-117.

[2] 崔芳,刘超,杨建民,等. 脂肪组织扫描电镜样品制备方法[J]. 南方医科大学学报,2012,32(3):435-436.

[3] 周广荣. 影响扫描电镜图像质量的因素分析[J]. 使用与维修,2010(6):57-59.

Operation and Maintenance of SEM & EDS

FENG Shan-e, GAO Wei-jian

(Analysis and Testing Center,Soochow University,Suzhou 215123,China)

Abstract: Several preparation methods of samples for SEM were introduced as well as the points for attention during the operation, such as the selection of parameters, the handling of sum peak and escape peak, etc, are briefly described. The daily care and maintenance with examples were also discussed in this paper.

Key words: scanning electronic microscopy;energy dispersive spectrometry;preparation;attention;maintenance

Classifying number: O657. 62