

# 扫描电子显微镜及能谱仪开放实验指导书

## 一. 实验目的

扫描电镜及能谱仪是固体物质的形貌、组成和元素分析的微区分析的大型仪器，它样品制备相对简单，操作简易，是常用的一种工具，如果在使用中，能够理解其基本的工作原理，对于分析结果和操作是大有益处的。本实验的目的是使学生能够了解扫描电镜及能谱仪的应用和工作原理，并培训学生能够对扫描电镜及能谱仪进行熟练操作。

## 二. 扫描电镜及能谱仪工作原理

本开放实验的电子显微镜是由日本电子（JEOL）生产的 JSM-5900，其最高加速电压为 30kV，分辨率为 3nm，能谱仪为 NORAN 公司的 VANTAGE DSI 型。

扫描电镜是由电子枪发射的能量为 5~35keV 的电子，以其交叉斑作为电子源，经二级聚光镜及物镜的缩小形成具有一定能量、一定束流强度和束斑直径的微细电子束，在扫描线圈驱动下，于试样表面按一定时间、空间顺序作栅网式扫描。聚焦电子束与物体相互作用由于形貌的不同产生不同数量的二次电子，由于原子序数的不同产生不同的数量的背散射电子，由于元素的不同而产生不同能量的特征X射线，二次电子和背散射电子分别成为扫描电镜获得二次电子像、背散射电子像最基本的信号，它们分别被不同的的探测器收集，转换成电讯号再经视频放大成像。特征X射线经能谱探测器转换为电信号，再经A/D转换，以及多道分析器，获得以能量值为横坐标，计数为纵坐标的能谱图，这些图像和谱图就是我们分析样品的依据。

## 三. 扫描电镜的基本构造

本开放实验的电子显微镜是由日本电子（JEOL）生产的 JSM-5900，其主要性能指标：分辨率 3nm，最大加速电压 30KV。由真空系统、电子控制系统和电子光学系统组成。其外型如图 1 所示，电子光学系统如图 2 所示。

#### 四. JSM-5900 型扫描电镜操作规程

- (1) 打开总电源，开循环冷却水；
- (2) 主机钥匙由 OFF-START-ON，仪器启动；
- (3) 启动计算机，运行 main program，主程序操作界面如图 3 所示；
- (4) 真空显示为 READY 时，可以逐级加高压至 15kV 或 20kV，移动样品到所需位置，选择放大倍数，调整焦距，消除像散使图像清晰，用 SCAN3 或 SCAN4 均可得到可以保存的图像，存入相应的文件夹即可；
- (5) 点击 Signal，可以改变成像电子信号，获得二次电子像或背散射电子像。图 4 和图 5 分别为扫描电子显微镜的二次电子像和背散射电子像(包括阴影像、成分像和形貌像)；
- (6) 关闭主程序及计算机，主机钥匙由 ON-OFF，待扩散泵冷却半小时后关循环冷却水及主电源。

从实际操作来说，我们应该知道样品的摆放和移动，图像的调焦、成像和能谱的实现。

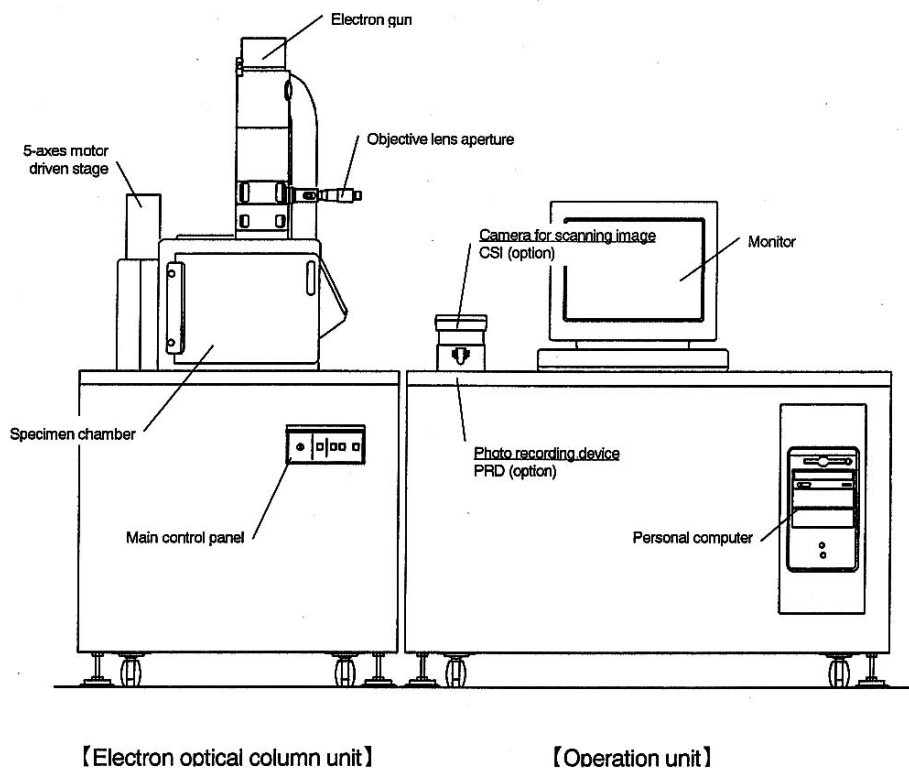


图 1 JSM-5900 型扫描电子显微镜外型图

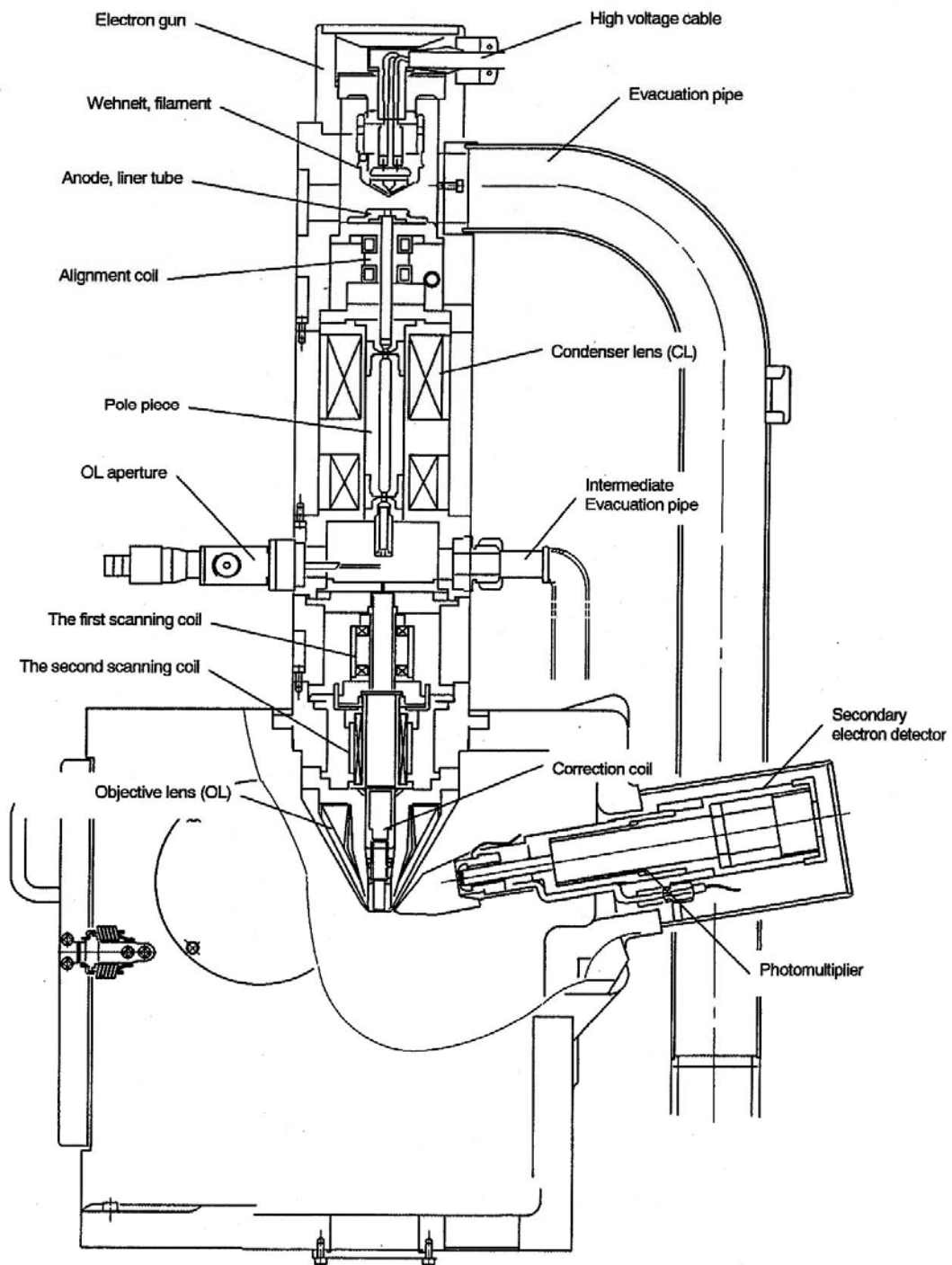


图 2 JSM-5900 型扫描电子显微镜电子光学系统结构图

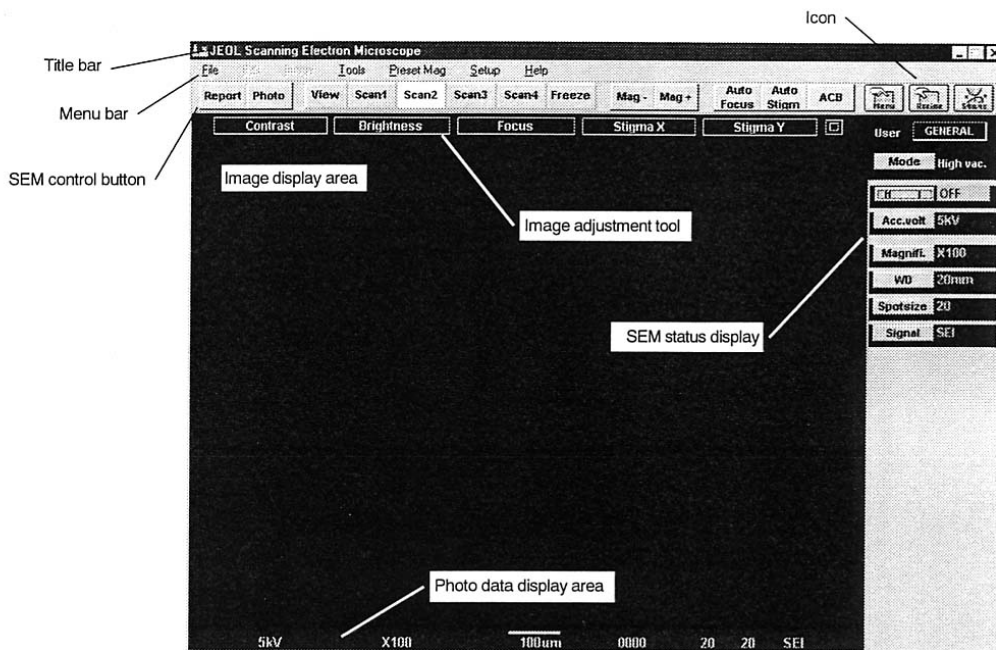


图 3 扫描电子显微镜主程序操作界面

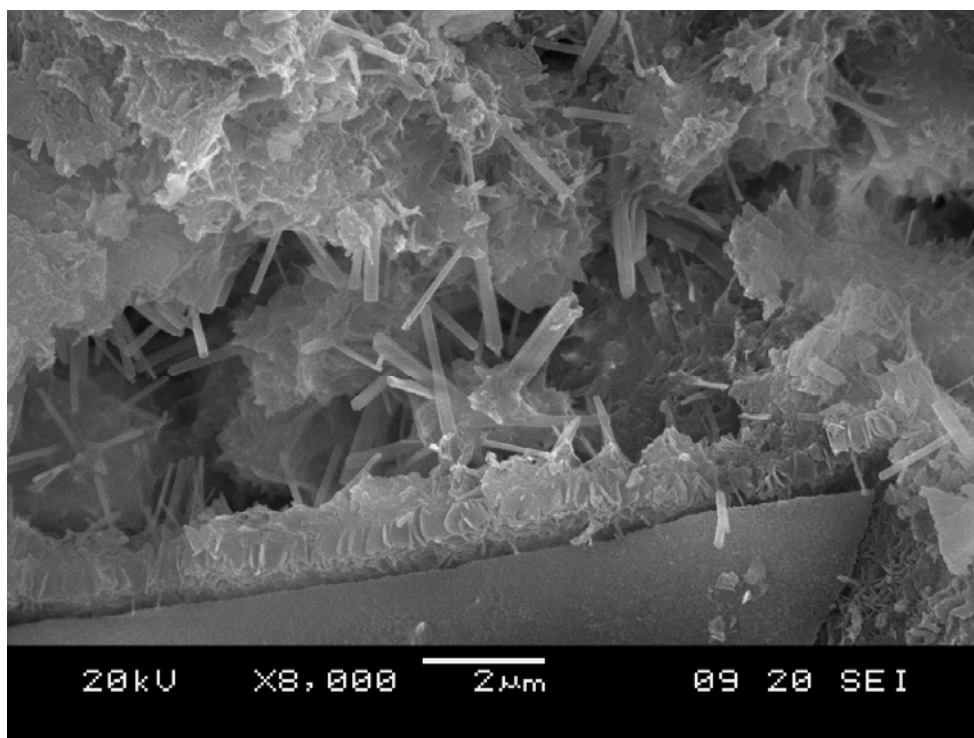


图 4 水泥浆体的二次电子像(SEI)，表明水泥中存在的针状钙矾石晶体

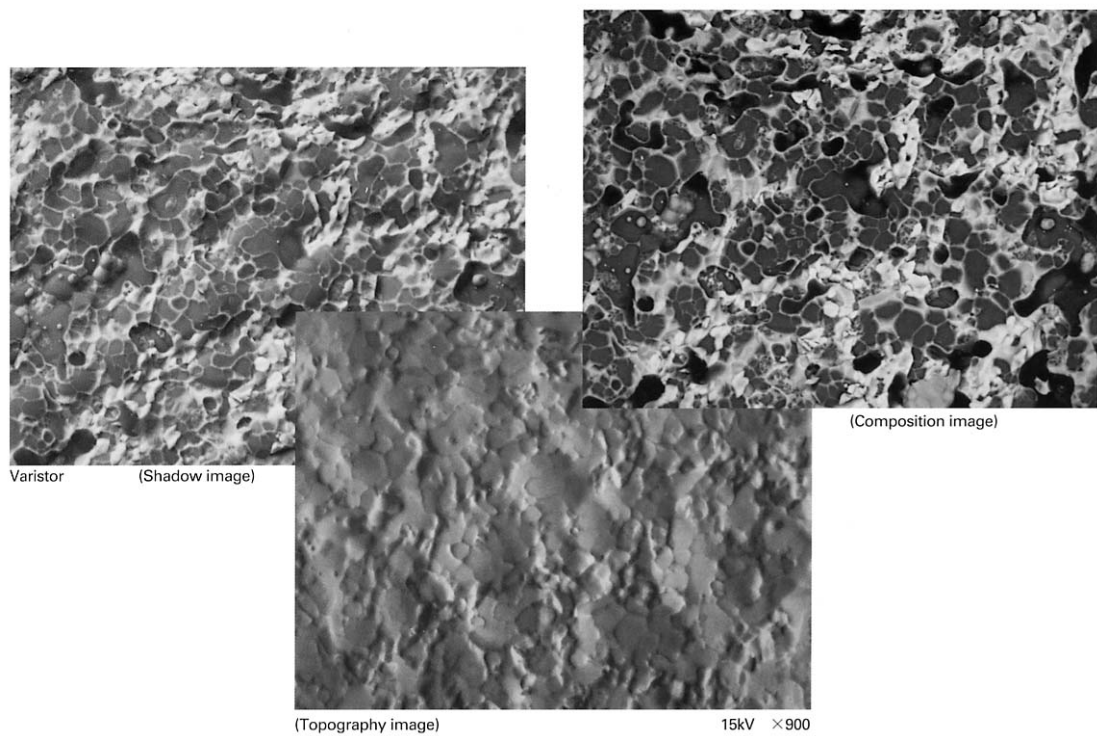
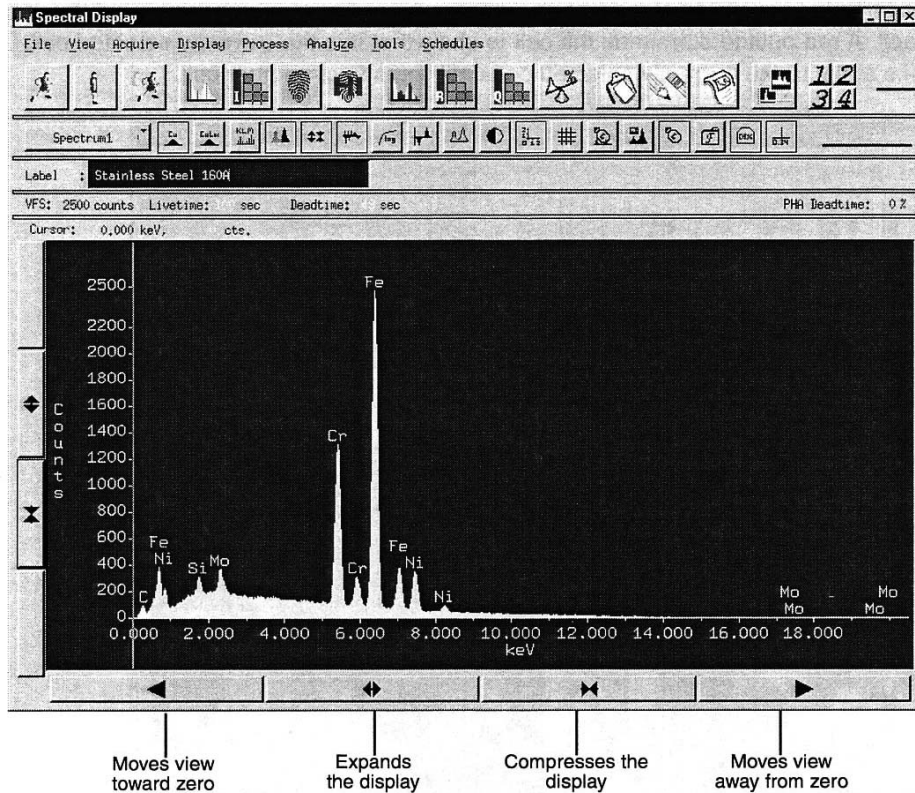


图 5 背散射电子像(BEI)

## 五. VANTAGE DSI 能谱仪操作规程

### 定点和区域的能谱分析：

- (7) 打开电源，启动数据采集引擎，运行 SPECTRUMDISPLAY，如图 6 所示；
- (8) 用扫描电镜选择能谱分析的区域或定点，改变 SPOTSIZE 使得 X 光子的计数率为 500cps；
- (9) 采集能谱图到自动采集结束，填入相应的标注，并存入相应的文件夹中；
- (10) 对能谱图进行峰的元素鉴定，设置鉴定的元素，对将要定量的元素进行选择，定量元素；
- (11) 选择报告的模式，并进行 WORD 文档的编辑，保存或打印。



QuickClick icons access commonly-used

ViewPoint buttons show or hide peak labels, the cursor or other features.

图 6 能谱采集图形界面

### 面分布和线分布分析：

- (1) 运行 SPECTRUMIMAGE;
- (2) 选择要分析区域的图像，操作同扫描电镜；
- (3) 设置欲分析的元素及线系，按下数据采集引擎的 SCAN,此时仪器的控制权交给了数据采集引擎，点击 START，并将文件名存入相应的文件夹中，采集电镜扫描图像的面分布图；
- (4) 到一定的计数后，按下 STOP；
- (5) 打开文件，可对图上的任意点间进行线分布分析；
- (6) 硬拷贝屏幕到新打开的 WORD 文档，进行剪切编辑，保存该 WORD 文档。

执笔人：施书哲