



中国人民大学化学与生命资源学院
SCHOOL OF CHEMISTRY AND LIFE RESOURCES, RENMIN UNIVERSITY OF CHINA

理化分析测试中心
INSTRUMENTAL ANALYSIS CENTER (IAC)

[扫描电子显微镜 SU8010] 操作指南

制作团队：安尧，苏怡，朱江洲

指导老师：关丽

中国人民大学化学与生命资源学院

一、仪器基本信息



- 1) 仪器型号：Hitachi SU8010 扫描电子显微镜
- 2) 生产厂家：日立高新技术公司
- 3) 核心功能：材料科学上：可用于金属合金、陶瓷以及高分子材料等的分析；纳米技术上：可用于观察纳米材料的形貌、尺寸分布、分散状态等；半导体上：可用于观察芯片电路结构，进行缺陷与元器件截面分析等；生物学上：可观察细胞、细菌、病毒、花粉以及动植物组织等的超微结构；矿物学上：可用于观察矿物颗粒的形貌，进行成分分析等；工业检测上：可用于纤维、粉尘以及失效产品的微观分析。
- 4) 关键参数：电子枪类型：冷场发射；分辨率：1.0 nm（加速电压 15 kV）、1.3 nm（加速电压 1 kV）；加速电压：0.5 kV-30 kV；放

大倍数：x20-2000000；探针电压：1 pA-200 nA；样品室尺寸：直径230 mm；样品台移动范围：X/Y：0-100 mm。

5) 放置位置：理工楼 115 实验室<

6) 责任人：关丽 13811296961

二、操作前准备

- 确认样品的尺寸和高度在 SU8010 样品台的承载范围内，高度也有一定限制；
- 样品表面及样品台必须清洁，避免引入粉尘、油脂等污染物。污染物在电子束轰击下会分解，严重污染样品室；
- 对样品严格除水和挥发性溶剂再进样，否则溶剂挥发会粘在电子枪上看不清，如生物样品脱水后再测试；
- 样品必须与样品台有良好的电接触。使用导电胶带将样品牢固地粘在样品台上，确保导电通路；
- 样品必须牢固地固定在样品台上，防止在抽真空或样品台移动时脱落，一旦样品脱落掉入样品室，需要破真空进行清理，非常麻烦且存在风险；
- 粉末类样品先取少量于导电胶带上，用洗耳球吹掉表面没有粘牢的粉末再进样，防止样品污染舱体和探头；
- 能被磁化的样品不可测试，否则会飞上磁靴，如含钴、镍类的物质；
- 对于非金属类、绝缘样品，要先在表面进行喷金操作，金层的厚度不能太薄。详情见样品准备部分。

2.1 人员要求

- 操作人员需完成 [场发射扫描电子显微镜] 专项培训并通过考核，持“仪器操作资格证”预约使用；

- 操作人员接触样品前应清理手部皮肤和接触工具，必要时戴 PE 手套，防止手上的汗液或油脂接触到样品。

2.2 仪器检查

- 环境检查：确认扫描电镜仪器室的室温在 20°C 以下，检查空调温度设置，若高于 20°C，应调节空调温度等待室温稳定后再进行操作；
- 外观检查：确认仪器外壳无破损、接口无松动，电源线/数据线连接牢固；
- 仪器状态检查：确认仪器每个部件的初始状态为关闭状态，如 EDS 电子发射源；确认舱室内样品台的 Z 轴为 80 mm 高度；确认进样舱密封，推拉杆的末端在进样舱内。



三、标准操作流程

3.1 开机前准备

3.1.1 样品准备

剪取适用于待测样品宽度的一截导电胶紧密粘贴在载物台上，样品牢固贴在导电胶之上，固定待测面朝上。粉末状样品必须经过洗耳球吹掉表面未粘牢的一层，方可进入样品仓。

对于金属样品，确保其在导电胶上粘牢。

对于非金属样品，首先将样品做喷金处理，处理时间以喷金设备达到真空状态开始计时 40-50 秒左右，时间不宜过长，否则设备过热。

喷金设备使用操作如下：

首先将喷金设备的开关电源打开，待电源稳定后将样品放入舱室内底盘正中间，将舱室的盖子严丝合缝地盖上，将时间设置为一分半（指针约在中间位置），按下开关，待听到放气声音，方可打开舱室盖取出样品。取出样品后，切记关闭开关电源按钮。



将样品台放在比高器上进行对比，确保样品的最高点和高度规的下边缘精确齐平，并确认样品台与调节螺杆、紧固盘片与样品台座上拧紧。



3.1.2 设备准备

务必在打开减震台上的控制台总开关前，先打开循环水，待循环水温度低于 20-25°C，才可进行开机操作。

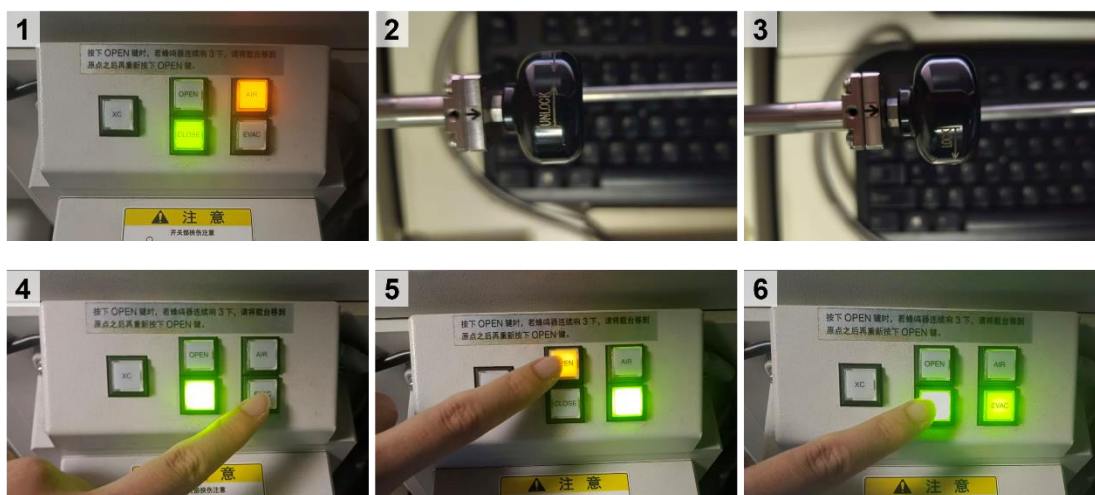
3.2 开机

打开显示单元“DISPLAY”开关。

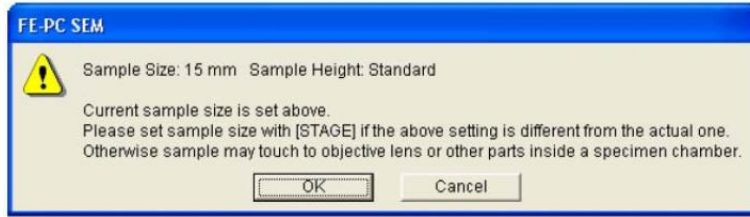
电脑启动后，口令为空，进入系统；口令为空，进入程序。

3.3 放置样品

- 1) 检查软件界面上“HOME”键是否常绿（原位坐标（25，25））；若非原位，点击“HOME”键待复原后进行以下操作；
- 2) 按样品交换仓上“AIR”按钮至闪烁，待蜂鸣器响应；
- 3) 蜂鸣器响后，拉开样品仓，当样品杆在“UNLOCK”位置时插入样品台，再转至“LOCK”位置；
- 4) 合上样品仓，按一下“EVAC”按钮至闪烁，随后听到样品仓吸合的声音，待蜂鸣器响应；
- 5) 蜂鸣器响后，按一下“OPEN”按钮至闪烁，待蜂鸣器响应；
- 6) 蜂鸣器响后，交换门打开，推入样品杆到底，此时往里看，可以看到样品台被推至槽内，XC 键变蓝，将样品杆从“LOCK”位置转回“UNLOCK”位置后抽出；
- 7) 按“CLOSE”按钮至闪烁，待蜂鸣器响应；蜂鸣器响后，交换门关闭。



跳出样品台大小高度确认对话框，点击“OK”确认。



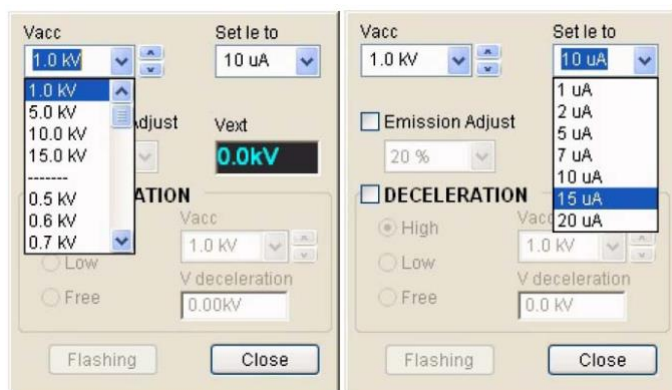
3.4 测试样品

3.4.1 发射电子

点击高压显示窗口（黑色框），打开高压控制对话框，点击“Flashing”，在强度“Intensity”中选择 3 档，再点击“Execute”，执行 Flashing。Flashing 后的电流要大于 30 μA ，否则重新 Flashing。



根据不同的样品以及观察需要，在高压控制对话框 V acc 下拉列表中选择合适的加速电压，一般选择 3-5 kV，做 EDS 扫描时要选择 15 kV；在 Set Ie to 下拉列表中选择合适的发射电流，一般不需要改动，正常为 10 μA 。



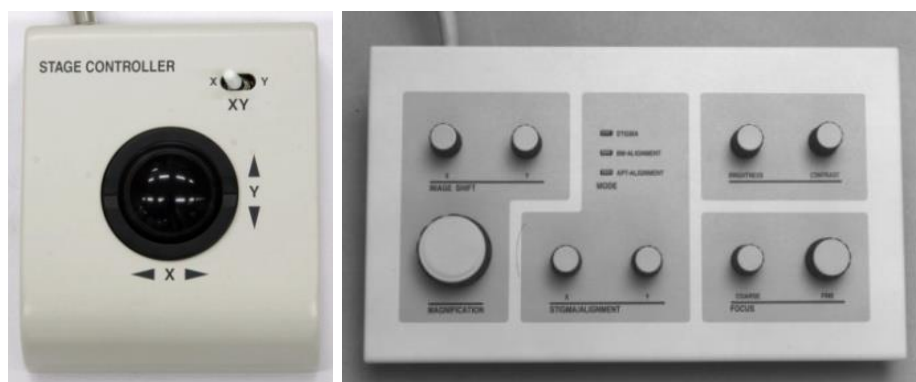
点击“ON”加高压，观察到 HV 灯亮起。

3.4.2 视角和视图切换

单击 H/L 切换高低倍镜，低倍镜放大倍数的范围为 350-2k 倍，高倍镜放大倍数的范围为 2k+;

单击 ABC 调节视图亮度;

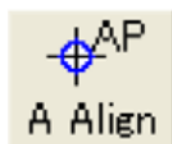
调节轨迹球和旋钮板，实现视角的平移、聚焦、像散。



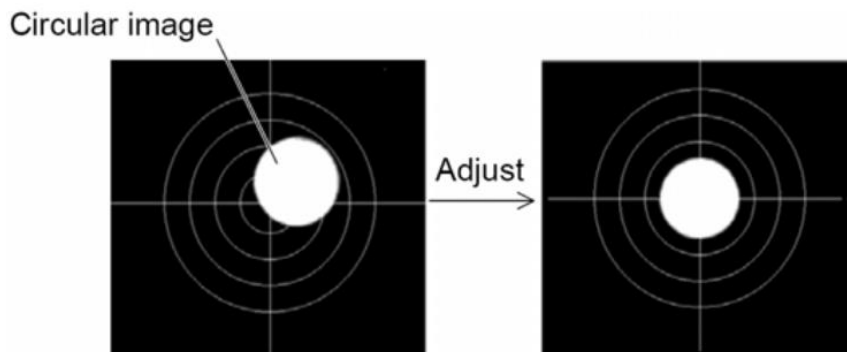
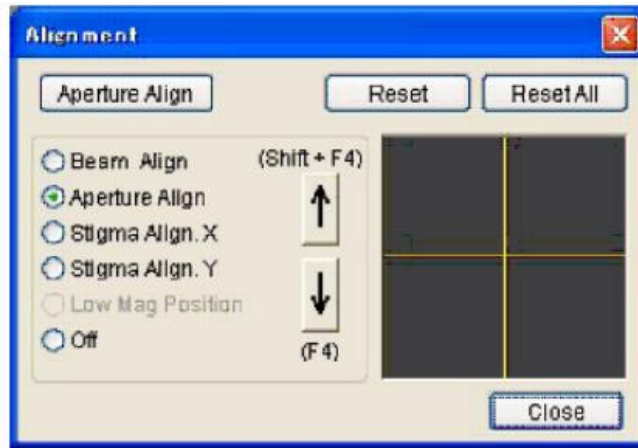
3.4.3 对中、聚焦、消像散

选择合适的光阑孔聚焦样品。每次更改电压、束流、聚光镜线圈电流强度、工作距离等参数后，便需要进行对中。

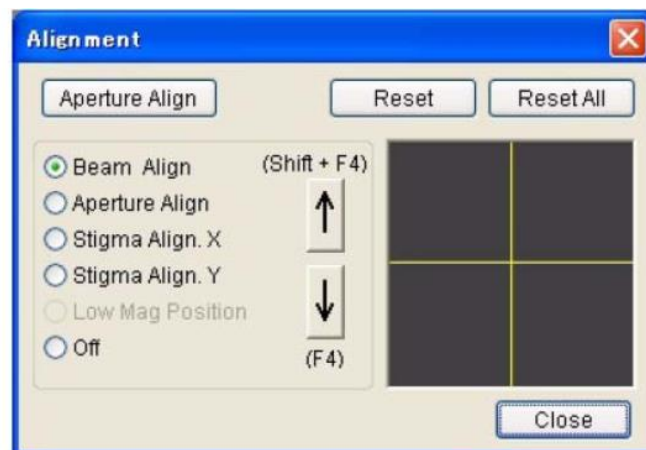
1) 单击操作界面上的“Align”键，出现“Alignment”对话框。



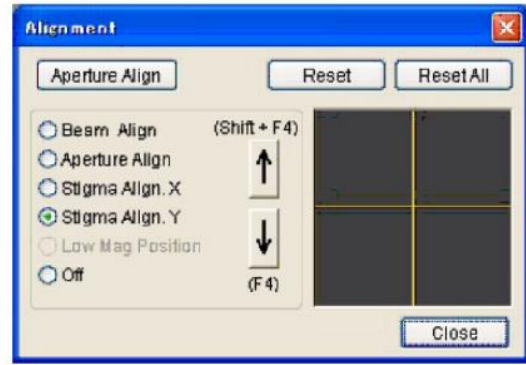
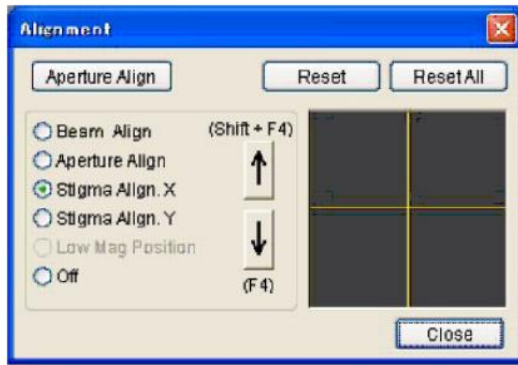
2) 选中“Beam Align”，调节旋钮盘 STIGMA / ALIGNMENT 的 X 和 Y 旋钮，使圆斑落在靶环正中。



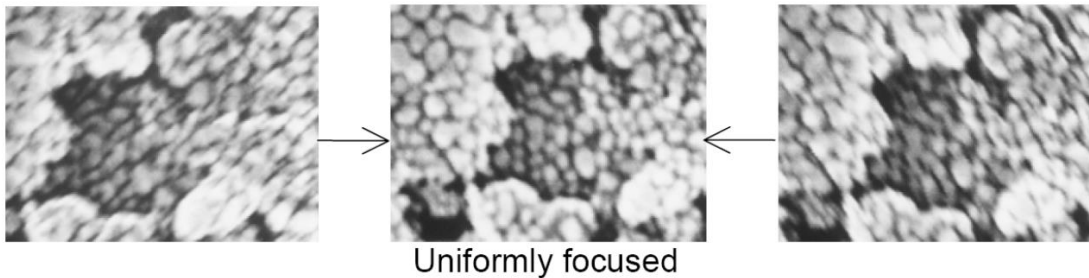
- 3) 选中“Aperture Align”，调节旋钮盘 STIGMA / ALIGNMENT 的 X 和 Y 旋钮至图像不再摇摆。



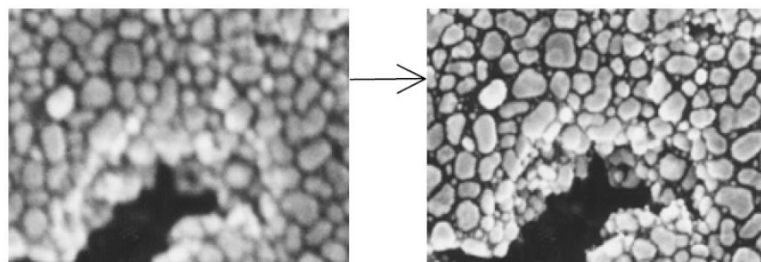
- 4) 选中“Stigma Align. X”，在所需要的放大倍率上，调节调节旋钮盘 STIGMA/ALIGNMENT 的 X 和 Y 旋钮，至图像不再摇摆，而是以十字线中心为中心周期性地放大缩小，然后选中“Stigma Align. Y”，同样操作。



- 5) 单击“Close”关闭对话框。
- 6) 使用旋钮盘“FOCUS-COARSE”粗聚焦，“FOCUS-FINE”细聚焦。若在聚焦过程中图像出现位移，则需重复第 3 步；进行物镜可动光阑对中。
- 7) 聚焦和像散校正是相互关联的，需要交替重复进行。推荐在消像散的时候使用“Red1”扫描模式。当没有像散时，在最佳聚焦点上就可以获得清晰的图像；当存在像散时，在欠焦或过焦条件下，图像呈某一方向拉长。



- 8) 在最佳聚焦点上聚焦，交替调节调节旋钮盘 STIGMA / ALIGNMENT 的 X 和 Y 旋钮，调节像散以获得清晰的图像。若在消像散过程中图像发生位移，则需重复步骤 5)，进行像散基准对中。

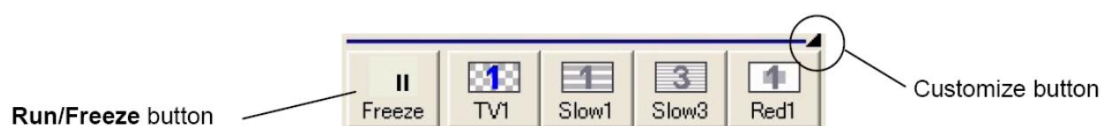


9) 再次聚焦，并检查图像的位移、拉伸状态和清晰度。

10) 重复步骤 9 和 10 直至调节完成。

3.4.4 选择扫描模式

单击“Run / Freeze”键，屏幕轮换改变运行和冻结画面的状态。此时可以单击扫描控制选择区右上角的黑色三角，出现下拉菜单可供选择。若勾选“Use CS Scan”后，扫描控制内可选择“TV1”或“TV2”；“Fast1”或“Fast2”；“CSS1”至“CSS6”“Slow1”至“Slow5”；“Reduce1”至“Reduce3”。各扫描选项功能如下：

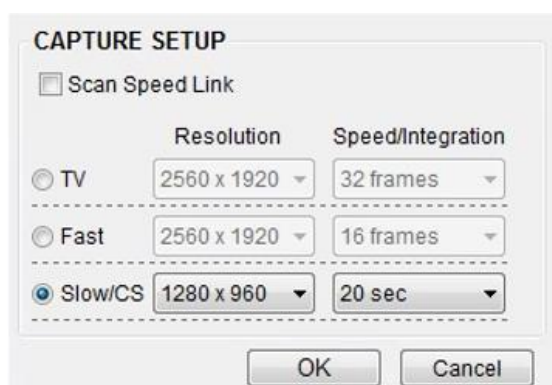


- 1) TV 扫描 TV1、TV2。TV 模式图像平滑流畅，无闪烁，主要用于寻找样品，对观察区域进行初步聚焦。
- 2) 快扫 Fast1、Fast2。快扫与 TV 模式相似。在 Fast 扫描模式下，可以进行全屏（Full）观察。
- 3) 线平均扫 CSS1 至 CSS6。线平均扫模式对于有轻微荷电的样品非常有效，扫描图像清晰度介于 TV 模式和 Slow 模式之间。
- 4) 慢扫 Slow1 至 Slow5。Slow1 到 Slow5 的图像刷新率逐渐下降，图像信噪比和质量依次提高；Slow3 至 Slow5 主要用于确认图像质量（亮度及对比度）。
- 5) 小面积扫描 Red1、Red2、Red3。一般使用 Red 1，用于观察、细调、聚焦及消像散。为了移动扫描区域先将鼠标的光标放在扫描区窗口的边界上，当光标变成移动标志（交叉箭头）按左键就可将扫描区域拖拉到想看的区域。

3.4.5 选择拍照模式

单击拍照键右上角的黑色三角，出现下拉菜单，可选择拍摄照片的像素及大小。在 TV、Fast、CSS、Slow 模式下，点击拍照键，就可保存图像。在“Setup”操作面板“Image”菜单“CAPTURE SPEED/INTERGRATION”选区中，通过各下拉列表可更改每种扫描模式与拍照对应的帧平均数或拍照时间。扫描模式与拍照图像质量关系如下：

- 1) TV/Fast 模式：可在 64（帧平均）至 1024（帧平均）之间选择帧数，使用帧平均模式进行图像生成。帧数越多，生成图像的时间越长。主要用于拍摄不耐高压、荷电强以及经过慢扫会发生变形的样品。
- 2) Slow 模式：使用单帧慢扫描模式拍照，可在 20（秒每帧）至 320（秒每帧）之间选择扫描速度。



3.5 保存图片

拍摄的照片将临时存放在屏幕下方弹出的窗口中（可选择横向或纵向显示），如下图。

保存图片时，单击该窗口中的图片。选中的图片背景将变成黄色。可用 Ctrl 键多图选择，或 Shift 键连续选择。单击窗口左侧的“Save”按钮，出现“Image Save [Captured Area]对话框，可选择路径、文件名、保存信息和图像类型。在“Setup”操作面板的“Record”菜单

栏中，可选择照片下方的信息栏所显示的信息。每张照片在完成保存以后，图像右上角都将显示“Saved”红色字样。

3.6 取出样品

所有操作结束后，单击操作界面右上角“HOME”键，等待绿色指示条停止闪烁，样品台恢复至初始位置。



单击操作界面左上角“OFF”键关闭高压，再将样品按照与进样相反的顺序进行操作：将样品杆从“LOCK”位置转回“UNLOCK”位置，按“OPEN”按钮至闪烁，待蜂鸣器响应；蜂鸣器响后，交换门打开，推入样品杆到底，观察到XC键亮；待样品杆插入样品台的孔后，从“UNLOCK”位置转回“LOCK”位置，然后再把样品杆抽出至进样舱，按“CLOSE”按钮至闪烁，待蜂鸣器响应；蜂鸣器响后，交换门关闭。

按样品交换仓上“AIR”按钮至闪烁，待蜂鸣器响应；蜂鸣器响后，打开样品仓，从样品杆上取下样品台，合上样品仓，按“EVAC”按钮至闪烁待蜂鸣器响应。

3.7 关机

样品交换舱抽真空完成后，单击操作界面右上角“关闭”键。出现“FE-PCSEM”显示框。一分钟以后，SEM程序即退出。



按照正常关机流程关闭电脑，关闭显示单元“DISPLAY”开关。

关掉显示单元后再关闭循环水。

四、数据处理

SU8010 通常配备其操作软件，图像处理可以在其自带软件和第三方软件（如 ImageJ、Photoshop 等）中进行。

4.1 基本格式转换与导出

在 SU8010 操作软件中，将图像导出为 TIFF 或 JPEG 格式。

TIFF 格式：首选。它是一种无损或低压缩格式，保留了图像的原始信息，适合后续的科学分析和测量。

JPEG 格式：适用于报告、演示文稿的快速预览，但由于是有损压缩，不适用于精确后续处理。

4.2 图像对比度与亮度调整

软件内调整：在采集图像时，直接使用操作界面上的“ABC”功能。

后期软件调整：使用 ImageJ、Photoshop 或 GIMP 等软件。

4.3 伪彩色处理

使用 Photoshop、ImageJ 等软件。伪彩色处理是主观的，在科学报告中必须明确标注为“伪彩色”。

4.4 能谱数据的处理与分析

元素定性分析：在能谱分析软件中，采集谱图后，使用软件的“自动标识”功能。手动检查峰位是否与标准 X 射线能量匹配，注意重叠峰的解析。

元素定量分析：使用能谱软件内置的“无标样定量分析”程序。

元素面分布分析：在电镜扫描的同时，采集特定元素的 X 射线信号。软件会生成每个元素的分布图，不同颜色代表不同元素的

富集区。调整面分布图的对比度和颜色，使其与形貌图叠加，直观显示元素与形貌的对应关系。

线扫描分析：在软件中划一条线，电镜电子束会沿该线扫描，并记录各点的元素强度。数据处理后得到元素强度（或浓度）与距离的关系曲线。

4.5 尺寸与形貌的定量分析

颗粒/孔隙尺寸测量或表面粗糙度分析：ImageJ 是首选免费工具。

五、常见故障处理

- 1) 图像分辨率变差：首先进行像散校正，在高倍数下（如 50k 倍以上）聚焦图像，然后过焦和欠焦，观察图像是否在相互垂直的方向上拉伸。使用像散校正，直到过欠焦图像均匀对称地变化；确保没有新的震源或磁源（如装修、新设备等）；确认样品制备良好，没有漂移或荷电。
- 2) 图像有污染条纹或“雪花”状：首先加强样品制备，确保样品清洁干燥。前面的问题排除后，再考虑是样品室污染，样品上有有机物或油污，在电子束轰击下分解并沉积在样品表面和其他部件上。
- 3) 操控台圆球空转：及时上报。

六、注意事项

- 1) 关闭高压时，若电压为 3-5 kV，可以直接点击“OFF”关闭，若电压此时为 15 kV(EDS 用)，需要先降到 3-5 kV，再关闭；
- 2) 使用完 EDS 后务必将 Z 轴调回 80 mm；

- 3) 软件界面右侧“ROTATION”键的功能是让样品台转动，一般情况下不使用；若使用，用完应恢复原角度，再点击“HOME”复位；
- 4) 在显示平台的“DISPLAY”开启前先开循环水，其关闭后再关循环水，否则仪器会报警；
- 5) 样品杆推入到真空仓最里面时，保险起见可以肉眼观察是否与样品台扣住，此时XC灯会变蓝，说明没问题，应谨慎操作防止样品杆和样品台没扣稳，样品台掉下去；
- 6) 初始观察时，先将加速电压（一般3-5 kV）设置得低一些。低电压对样品损伤小，并能观察表面细节。高电压（如15 kV）电子束穿透深，适合观察成分衬度或内部结构，但可能加重非导电样品的荷电效应，一般在测EDS时使用。根据样品性质和观察目的灵活调整。
- 7) 在进样前和取出样品之前，务必确认软件界面的“HOME”是否常绿；
- 8) 拷数据务必使用光盘，切忌使用U盘！
- 9) 严格按照操作规程开机，等待仪器自动完成抽真空过程，绝对不要在真空指示灯未就绪时强行进行任何操作（如打开样品室）；
- 10) 测试过程中低电压起步，先低倍寻找视野，再逐步放大观察，勤调焦和消像散；
- 11) 在高倍下），如果发现图像无论怎么调焦都单向模糊，说明存在像散。需要使用像散校正器进行校正（调节X和Y方向），从而获得高分辨图像；
- 12) 不要将电子束长时间聚焦在样品的某个微小区域，尤其是对电子束敏感的物品，会造成样品损伤。

七、维护与保养

7.1 样品制备与清洁

- 1) 确保样品绝对干燥：含有水分的样品会严重污染镜筒和探测器，甚至导致高压放电，损坏设备。
- 2) 样品清洁无污染：样品表面应清洁，无挥发性污染物（如油污、有机物）。对于不导电的样品，必须进行喷金/喷碳处理，以防止荷电效应并减少污染。
- 3) 样品尺寸合适：确保样品尺寸符合样品台的要求，不会与镜筒或探测器发生碰撞。

7.2 样品室操作

- 1) 抽真空时，要等待系统自动完成，达到高真空后再进行加高压等操作。
- 2) 更换样品后，在样品室真空度达到要求之前，切勿施加电子束高压。

7.3 环境控制

- 1) 防震、防磁、防干扰：电镜应安装在稳固的防震台上，远离大型电机、电梯、变压器等强磁场和振动源。
- 2) 恒温恒湿：实验室环境应保持稳定，避免温度波动，过高的湿度会影响真空泵性能并可能引起电路问题。
- 3) 洁净度：保持实验室清洁，减少灰尘。