

热场发射扫描电镜 Apreo S 的部分故障排查与维护

田娜娜¹, 刘士新¹, 方舟¹, 邹少兰¹, 靳凤民¹, 王红²

(1.天津大学化工学院, 天津 300350; 2.东营职业学院石油与化学工程学院, 东营 257091)

摘要: 热场发射扫描电镜因具有电子束稳定, 束流大, 分辨率高, 样品适用性广泛等诸多优势, 目前广泛地应用于各种材料的微观形貌观测, 并可对样品微观区域进行定性定量分析。本文总结了赛默飞公司型号为 Apreo S 的热场发射扫描电镜在近几年的使用中出现的几种仪器故障及排查处理方式, 希望为同行提供仪器维护的参考。

关键词: 热场发射扫描电镜; Apreo S; 真空度异常; 极靴污染; 样品台移动报错

1 引言

扫描电子显微镜简称扫描电镜, 英文缩写为 SEM (Scanning Electron Microscope) 是利用细聚焦电子束在样品表面扫描时激发出来的二次电子、背散射电子等信号来调制成像, 其可以获取样品的表面形貌以及成分等信息, 可对材料进行形貌分析, 断口分析以及晶体结构分析。根据电子枪的阴极材质和三级结构设计不同主要分为热发射(钨灯丝、六硼化镧)与场发射(热场、冷场)两种。其中, 热场发射电子枪灯丝尖部的单晶钨经过磨制暴露出(100)晶面, 在其表面涂覆一层氧化锆以降低拔出电子的功函数, 提高发射效率, 并且采用较高的工作温度(1200 K), 其优势在于束流强度大并且稳定, 对微区分析十分有利^[1, 2]。

扫描电镜 Apreo S 作为赛默飞公司扫描电镜 Apreo 系列的第一代产品(仪器图片见图 1), 功能强大且丰富, 不仅能够满足常规的形貌与成分测试需求, 还可以获得晶体结构与取向信息(EBSD)、不同角度的背散射电子的成分衬度(DBS)、样品内部结构信息(STEM)等。正因为仪器功能的多样性及仪器的复杂性从而在仪器使用过程中需要操作人员规范并细心, 本文将总结自负责本台仪器以来仪器使用过程中出现的几种典型的故障以及解决方案, 为后续同类型仪器的管理人员提供仪器维护的参考。

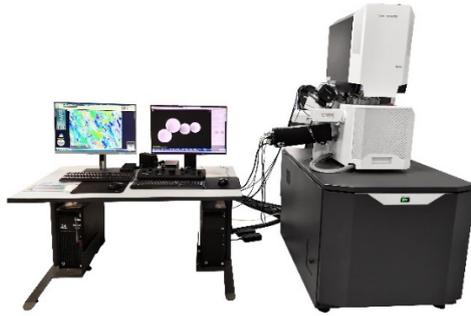


图 1 热场发射扫描电镜 Apreo S 的仪器图片

2 仪器故障汇总

2.1 样品仓真空度不达标

大型仪器在工作使用时一般都要求处于高真空的状态，尤其是电镜类设备，一旦真空度不达标将直接影响到仪器的状态和使用。针对热场发射扫描电镜而言，通常要求其 IGP1 达到 $e-7$ Pa，IGP2 达到 $e-8$ Pa，CHVG $< e-3$ Pa 才能保证仪器状态正常。然而，在使用过程中突然发现样品仓真空 CHVG 降到了 $e-3$ Pa 甚至 $e-2$ Pa，并且当 $TMP1 > 90\%$ 后点 Beam on 时 IGP1 的真空度也会下降 1-2 个数量级。

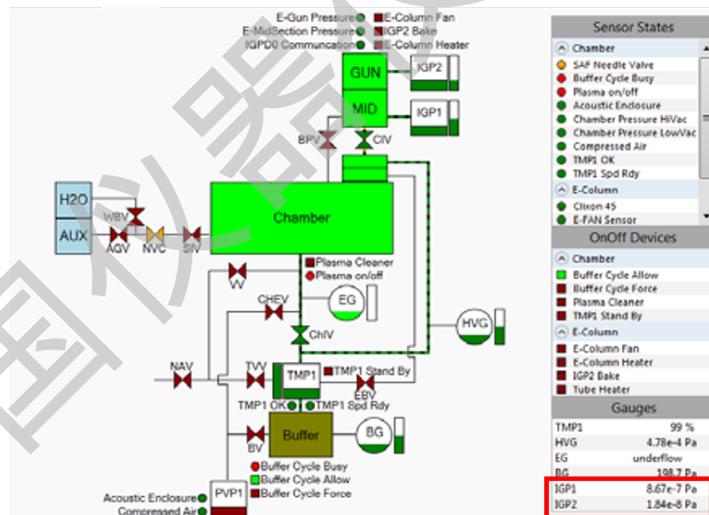


图 2 真空度指示界面

排查发现 IGP1 真空度下降的原因是由于当 Beam on 打开时，连接 Chamber 与 ICP1 的 CIV 阀是开通的，因此会拉低 ICP1 的真空值，最终还是归结于样品仓的真空度影响。所以，还是应该先排查引起样品仓真空度降低的可能原因。

1) 排查所有样品仓的盲板位置是否漏气。将样品仓的所有探测器的安装位置拆除，将备用的盲板安装上重新抽真空发现真空度没有改善，说明盲板位置不存在漏气现象。

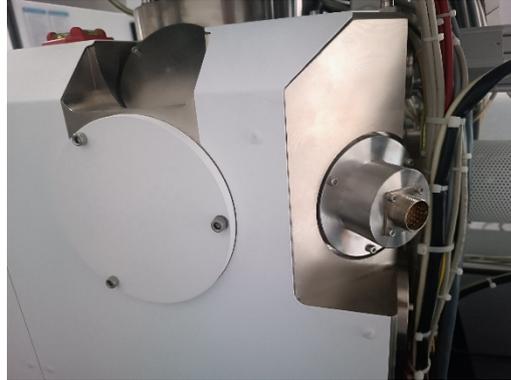


图3 样品仓外侧盖板

2) 样品仓漏气排查。借助于赛默飞专业的检漏仪，将样品仓在抽真空的状态下用高纯氦气吹扫样品仓门的密封圈周围，发现样品仓门的左侧存在微漏气现象，需要更换舱门的密封圈。

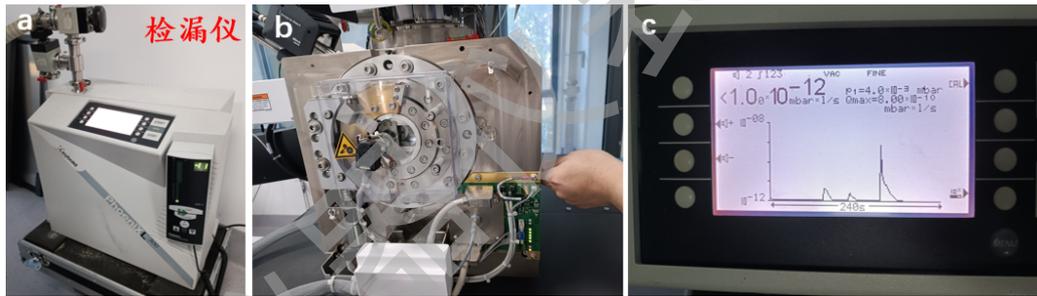


图4 检漏仪及指示界面

更换样品仓门的密封圈后发现其真空度略有改善，但还是不能达到装机时的状态。

3) 机械泵密封圈老化更换。进一步排查由于机械泵长期未更换导致其老化可能会引起仓室的真空度变差，因此更换其内部密封圈。更换后，真空度改善不明显，因此可以判定这不是引起真空度下降的主要原因。

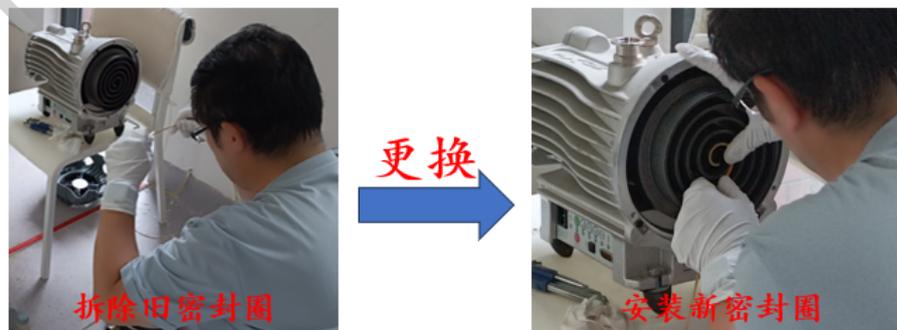


图5 更换密封圈

4) 波纹管微裂导致真空度变差。经多次多方位的检查排查最终发现样品仓的真空度降低是由于连接仓室和泵组的波纹管一端有细微裂纹导致的，更换新的波纹管后，样品仓的真空度明显改善，可上升 1-2 个数量级。

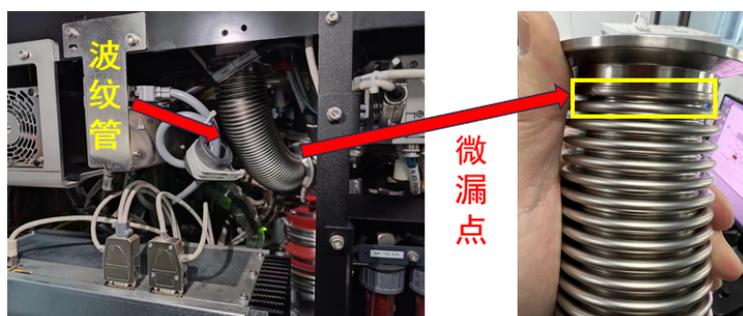


图 6 波纹管的微漏点

2.2 更换电源控制单元 ATI

使用过程中 Beam on 打开后，如果选择 OptiPlan 与 Immersion 两种工作模式时，Beam on 会自动关掉，并出现“E-beam has been switched off because of unexpected behavior in the column.”的报错信息。



图 7 电源控制单元 ATI

排查发现如果直接连接电子枪而不通过 ATI 时 Beam on 可以正常打开，而经过 ATI 后就不能正常打开了，这说明 ATI 电源控制单元出现问题，需要更换，更换后可以正常使用。

2.3 极靴污染

1) 测试过程中突然发现在使用静电透镜工作模式时 T1 探头成像成白屏，而 T2 成像时出现异常的交替黑条纹。检查发现 T1 探头周围有污染物导致其成像异常，需要清理。



图 8 极靴污染引起的异常成像

2) 在 OpitPlan 工作模式下如果污染严重会导致在点击 Beam on 时出现“The E-beam has been switched off because of unexpected behavior in the column”报错，高压加不上的情况出现。

以上两种情况都是因为极靴内吸入了污染物所导致的，需要对极靴进行清理。使用专业的吸尘器，一端接到机械泵上，另一端卡到样品仓内极靴的最下方，清理完后成像恢复，仪器正常使用。

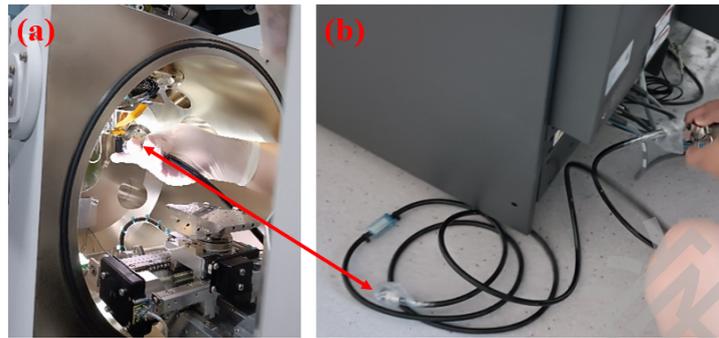


图 9 清理极靴

2.4 使用过程中 CCD 相机窗口无图像

通过排查 UI 界面发现 image 之前正常的绿色图标呈灰色，故障原因为电镜主机接口电路板 CLDET., IR, NavCam, R-PORT 有问题，需要更换，更换完成后显示正常，仪器故障。

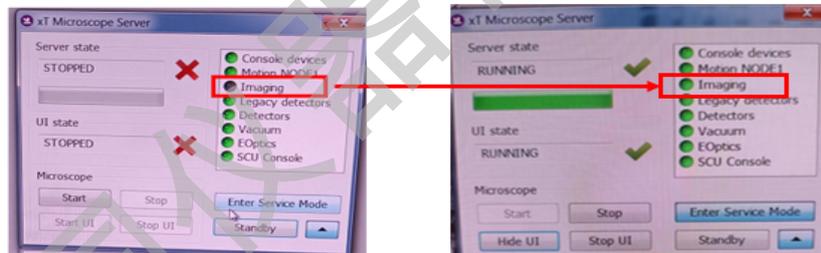


图 10 UI 界面指示图

2.5 移动样品台报错的几种情况

1) 拍导航图片的时候样品台移动过去后回不来，并出现以下报错信息：Stage failed to move to desired to destination，样品台的三维坐标有的会变灰，这时需要进入 Service mode，进入 TAD，选择 monitor，点击 stage，选择 control 110OcMk1，之后会出现整个 holder 的坐标状态及电极的步进情况，如下图所示。

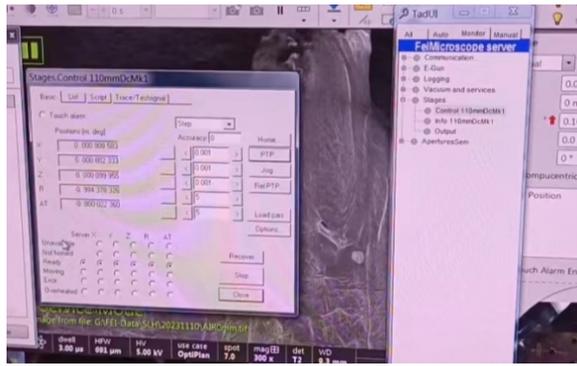


图 11 TAD 界面

然后选择菜单栏 stage 中的 Move Stage to Nav-Cam 选项，会发现样品台移动时 XYZR 四个轴都在移动，如果都是在 moving 中的状态就是正常的，本次是 R 会跳到 error 上，说明 R 轴移动中会有问题，所以停掉了回不来。这时需要点 recover，再点 home，出现以下界面：



图 12 对问题轴做初始化

哪个轴的问题我们就点哪个轴，然后点 start，相当于初始化一下，点 yes，然后把所有的恢复到 ready 的状态就可以了。

2) 拍导航时 Y 轴无法移动复位，出现同上的报错信息。排查发现是由于联动样品台 Y 轴的轴承固定螺丝松动引起的，重新拧紧后仪器恢复正常。

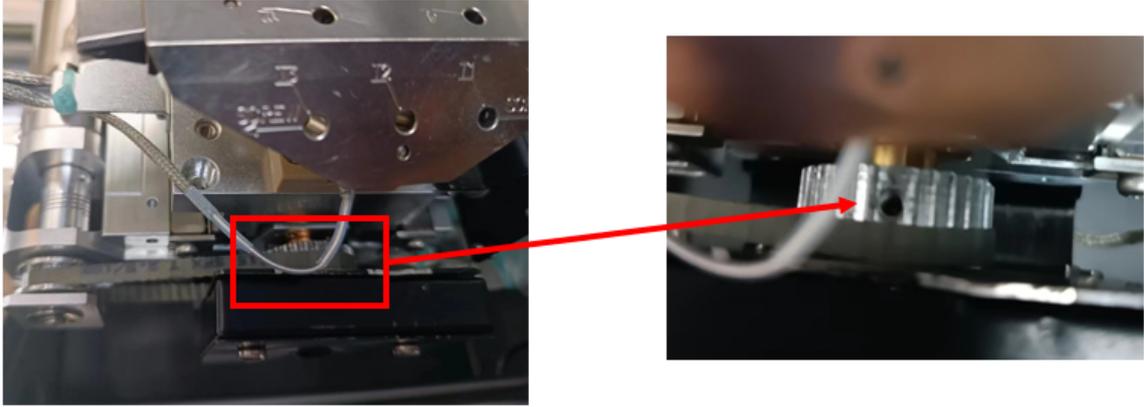


图 13 Y 轴轴承固定螺丝

3 总结

热场发射扫描电镜属于大型精密并复杂的测试仪器，这就需要电镜管理者具备高度的责任心与足够的操作经验来完成日常维护工作，还需在日常使用过程中出现的问题及时总结以减少同类故障的出现概率，对同行而言也是一个简单的借鉴。本文主要总结了热场发射扫描电镜使用过程中出现的几个软硬件问题，主要包括造成真空度不达标的几种可能及应对策略、极靴污染引起的成像异常排查、样品台移动过程中报错的解决方案以及窗口异常的排查，并给出了每种故障的维修与处理方法，希望为同行们提供仪器维护的一点参考。

基金项目：天津大学研究生院研究生创新人才培养项目(YCX2023015, YCX202209, YCX202041)

参考文献：

- [1] 林中青, 李文雄, 张希文. 电子显微学中的辩证法: 扫描电镜的操作与分析[M]. 北京: 人民邮电出版社, 2022.
- [2] 施明哲. 扫描电镜和能谱仪的原理与实用分析技术[M]. 北京: 电子工业出版社, 2015.