



KEMIJSKI INŠTITUT


*Mini-simpozij o nedavnih infrastrukturnih pridobitvah v okviru Infrastrukturnega programa KI
RAZISKOVALNA INFRASTRUKTURA NA KEMIJSKEM INŠTITUTU*

HR-SEM Apreo 2S, Thermo Fisher Scientific



Gregor Kapun (Goran Dražič) maj 2024


Tehnične lastnosti

- **FEG SEM** izvor (Schotky thermal field emission)
- Pospeševalne napetosti: **200V do 30 kV**
- Nastavljivi tokovi el. snopa: **3.1 pA do 50 nA** pri vseh pospeševalnih napetostih
- Trije načini delovanja elektronske kolone:
 - Standardni (brez prednapetosti na koloni)
 - **Optiplan** (elektrostatski način objektne leče)
 - **Immersion** (magnetni način objektne leče)
- Dva delovna režima SEM
 - Delo v **visokem vakuumu**
 - Delo v **nizkem vakuumu** (20 – 500 Pa)
- Infrardeča CCD kamera v komori
- Navigacijska kamera za pomik po vzorcih
- 5 osna motorizirana eucentrična mizica
 - 360° kontinuirna rotacija, nagib -15 do + 90°
 - Omogoča vstavitev do **18 nosilčkov** z vzorci
 - Omogoča vstavitev **TEM mrežic** (2 x 6)

 KEMIJSKI INŠTITUT

- **Detektorji**
 - Trije v kolono integrirani detektorji (T1, T2, T3), ki omogočajo simultani zajem različnih energij SE in BSE elektronov
 - Standardni ETD detektor v komori
 - SE detektor za delo v variabilnem vakuumu
 - Segmentiran visoko ločljivostni detektor povratno sipanih elektronov (motorizirano vstavljanje/izvlek)
 - Segmentiran STEM detektor za vrstično presevno elektronsko mikroskopijo z možnostjo simultane zajema BF, DF in HAADF (motorizirano vstavljanje/izvlek)
 - Zmogljiv EDS detektor **Ultim Max 100** z napredno programsko opremo procesiranja signalov in avtomatizmi
- **Clean connect** sistem za prenos vzorca v argonu ali visokem vakuumu direktno v komoro SEM
- **Plazemski čistilec** za čiščenje komore ali vzorcev

 KEMIJSKI INŠTITUT

Ločljivosti

Visoki vakuum:

• 30 kV (STEM)	0,7 nm
• 15 kV (BD način)	0,5 nm
• 15 kV (6,4 nA, WD 10)	1,9 nm
• 1 kV	0,9 nm
• 1 kV (BD način)	0,8 nm
• 1 kV (BD, WD 10)	1,0 nm
• 500 V (BD način)	0,8 nm
• 200 V (BD način)	1,2 nm

Variabilni vakuum:

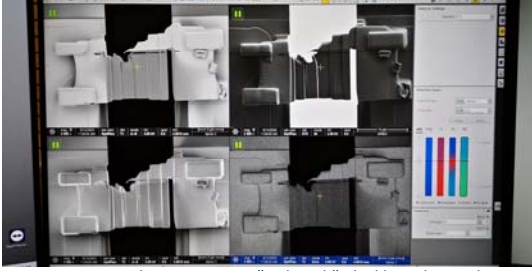
• 3 kV (30 Pa)	1,8 nm
• 15 kV (30 Pa)	1,2 nm

Integrirane avtomatizirane funkcije (uporabnik)

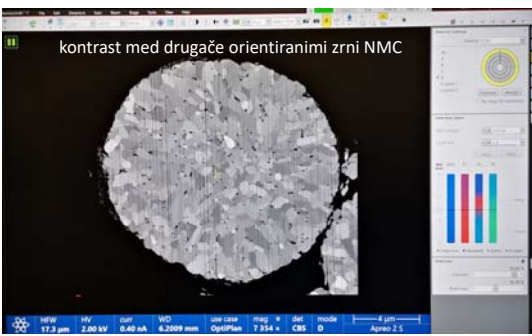
- Avto funkcija svetlobe/kontrasti
- Avto funkcija fokusa
- Avto funkcija astigmatizmov
- Avto funkcija centriranj žarka
- Avto funkcija centriranja objektna leče

Avtomatizirano centriranje el. kolone (skrbnik)


- Popolnoma avtomatizirano nastavljanje kolone v vseh treh načinih delovanja pri vseh napetostih in tokovih
- Izvaja se 1x tedensko ponedeljek popoldan do torek zjutraj



Primer simultane zajema štirih različnih slikovnih signalov





kontrast med drugače orientiranimi zrnji NMC




Energijska ločljivost EDS detektorja

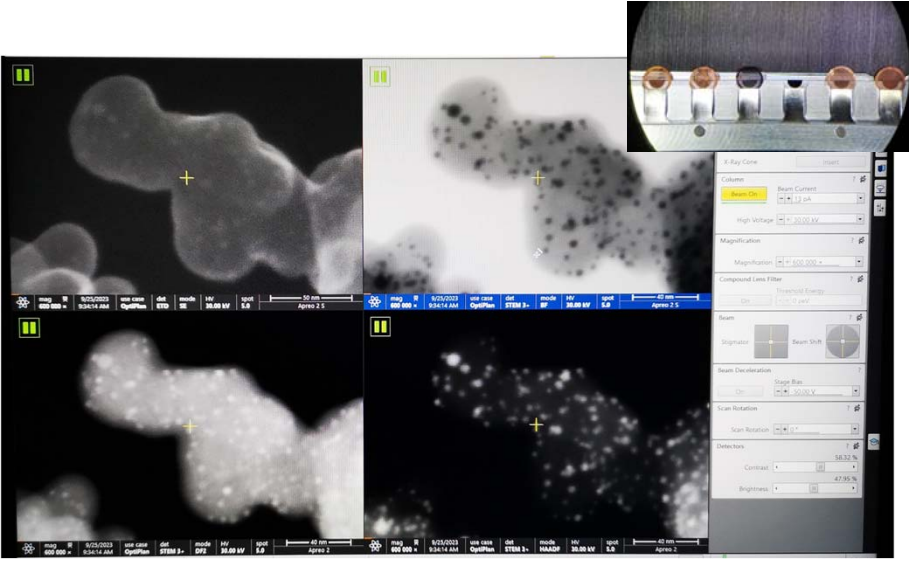
- 124 eV* za mangan (Mn K α energijski vrh)
- 48 eV* za ogljik (C K α energijski vrh)
- *pri 100.000 cps na izhodnem signalu


Primer low kV EDS mapping (4kV @ 0.8 nA) → EDS analiza na nanometriškem nivoju



Primer vrstična presečna elektronska mikroskopija – STEM (simultan štirikanalni zajem)





Časovnica

Inštalacija

- Preizkus **tehničnih lastnosti** (ločljivosti dosežene)
- Odprava nepravilnosti
- **Preizkus performans II** (vse OK)
 - Temeljiti preizkus vseh funkcionalnosti
 - Konfiguriranje HW, nadgradnje SW
 - Optimalna konfiguracija HW in SW za interaktivno več-zaslonsko delo

Zasnova sistema šolanja

- Prva izvedba šolanja **treh operaterjev**
- Praktično delo in treniranje*
- Optimizacija sistema šolanja*
- Izvedba šolanja **naslednjih 3 operaterjev***
- Preizkus delovnega procesa s 6 operaterji, praktično delo in treningi **6 operaterjev**

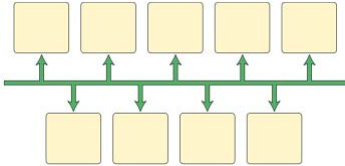
Zasnova rezervacijskega sistema


- Zagon **rezervacijskega sistema** za Apreo 2 S
- Redni delovni proces s 6 operaterji
- V planu izvedbe šolanja so naslednji 3 operaterji po sistemu da najprej od vsakega solastnika zobrazimo po enega
- ... naslednji cikel šolanja...

• V **garancijskem roku** je še v planu:

- predčasna zamenjava **FEG** izvora da rešimo težave s potekom avtomatskega centriranja kolone
- **nadgradnja XT** kontrolnega programa na višjo verzijo (odprava bug-ov)
- **nadgradnja EDS** SW na višjo verzijo (odprava bug-ov za delo s profili)

**V Februarju/Marcu smo imeli velik izpad v procesu šolanja zaradi okvare SEM Supra 35. V obdobju do popravila se je SEM Apreo 2 S poleg treningov uporabljal kot „rešilni čoln“ za vse nujne vzorce na strani Supre 35.*






Šolanje

- **Šolanje SEM** operaterjev za Apreo 2S zahteva večjo pripravljenost operaterja v primerjavi s SEM Supre 35
- Potek in trajanje šolanja je močno odvisno od **SEM predznanja in pripravljenosti operaterja**.
- Nekatere napredne funkcije Apreo 2S zahtevajo najprej **popolno osvojitve vseh osnovnih funkcij** in dobro utrjeno samostojno delo z Apreo 2S, na to podlago pa potem še dodatna specifična šolanja.


Nov način prijave za šolanja

- Bodoči operaterji se **prijavijo s prijavnim obrazcem** preko katerega podajo informacije:
 - **Podatki prijavitelja**, odsek, status (podiplomski študent, strokovni sodelavec, znanstveni sodelavec...)
 - **Utemeljitev SEM šolanja**, preiskovani materiali, pričakovani rezultati...
 - Pričakovana **pogostost dela** na SEM opremi
 - Pričakovano **obdobje dela** na SEM opremi
 - Informacije o **predznanju** s področja SEM ali obstoječi licenci za delo na SEM opremi
- Prijavni obrazec podpiseta **mentor in vodja odseka** (resnost kandidata in odgovornost)
- Glede na prijavni obrazec se potem kandidata uvrsti v **ustrezno skupino** izvedbe SEM šolanja




SEM delovni proces se bo smotrno razporedil na dva SEM mikroskopa

HR-SEM Apreo 2 S




- **Zahtevnejše SEM delo**
- Potreba bo naprednih SEM funkcijah
 - Zelo **visoke povečave**
 - Simultan zajem **več slikovnih signalov**
 - Visoko ločljivostna **BSD analiza**
 - Korelativna mikroskopija
 - Presevna elektronska mikroskopija (**STEM**)
- Potreba po večjih tokovih (npr. za analitiko)
- Prenos vzorca v komoro v **zaščitni atmosferi**
- Zahtevani **čisti vzorci** in profesionalna priprava
- Zahtevana **visoka usposobljenost operaterjev**
- **Omejeno število operaterjev na max. 15**

FE-SEM Supra 35



- **Rutinska SEM analiza**
 - Vse rutinske SEM analize pri pogojih 1-20 kV
 - Vse rutinske BSD analize pri pogojih 5-20 kV
- **Rutinska EDS analiza**
 - Vse rutinske EDS analize pri pogojih 5-20 kV
- **Primarni SEM za analizo**
 - Pogojno dopustnih vzorcev za SEM
 - Večjih vzorcev, ki lahko **kontaminirajo** (obrusi)
 - Stisnjenih tablet ki lahko kontaminirajo...
 - Vseh vzorcev ki niso dobro definirani
- **Robustnost opreme dopušča možnost večjega števila operaterjev (trenutno 40+)**



Vzdrževanje SEM in skrb za nemoteni delovni proces

HR-SEM Apreo 2S

- **1 leto garancije**
- Po preteku garancije še **4 leta vključeni vsi rezervni deli**, ni vključeno delo serviserjev
- Po poteku garancije predvidena sklenitev **vzdrževalne pogodbe** za delo serviserjev predvideno **5.000 - 8.000 EUR** na letni ravni
- Po **5 letih** predvidena sklenitev polne vzdrževalne pogodbe (vsi rezervni deli + delo serviserjev) razred velikosti **25.000 EUR** na letni ravni

FE-SEM Supra 35

- **20 let stara**, vendar dobro vzdrževana oprema
- Trenutno nimamo sklenjene vzdrževalne pogodbe
- Pred kratkim posodobljeni krmilni vmesniki in programska oprema na zadnjo kompatibilno verzijo
- Povprečni **letni stroški vzdrževanja 8.000 EUR**, niso vključene **izredne ali večje okvare**
- **V bližnji prihodnosti je predvidena zamenjava Supre 35 VP z ekvivalentno novo SEM opremo za rutinsko delo (obstoječi EDS sistem se ohrani)**

Vizija, korak naprej...

Za vzdrževanje nemotenega tekočega delovnega procesa, preverjanje opreme, centriranja opreme, načrtovanja servisnih aktivnosti, šolanja uporabnikov, pomoči uporabnikov... je tu potreben **vsaj en dodaten sodelavec za delo z SEM opremo.**

Trenutno tovrstno delo pokriva D10 iz programov/projektov