

KEMI-TORNION AMMATTIKORKEAKOULU

FE-SEM- ja EDS-laitteiden käyttöönotto

Jaana Kauppi

Tietotekniikan koulutusohjelman opinnäytetyö

Insinööri (AMK)

KEMI 2011

ALKUSANAT

Tätä työtä tehdessäni havaitsin kuinka laaja-alaista insinöörin työ voi käytännössä olla. Työn valmistumiseksi täytyi perehtyä moniin käytännön asioihin ja opiskella elektronimikroskopiaa teoriassa. Aihealue on niin laaja, että pystyin käsittelemään vain perusteet. Jatkossa saan onneksi uppoutua aiheeseen lisää käytännön työn merkeissä.

Kiitokset testauslaboratoriolle mahdollisuudesta tehdä opinnäytetyö kiinnostavasta ja hyödyllisestä aiheesta. Kiitokset kaikille laitteen asennuksiin ja koulutuksiin osallistuville henkilöille, joita oli toistakymmentä. Kiitokset kotiväelle ymmärryksestä työaikojen venymiseen ja viikonloppujen tietokoneelle uppoamiseen.

Keminmaassa 2.5.2011

TIIVISTELMÄ

Kemi-Tornion ammattikorkeakoulu, Tekniikan ala	
Koulutusohjelma	Tietotekniikka
Opinnäytetyön tekijä	Jaana Kauppi
Opinnäytetyön nimi	FE-SEM- ja EDS-laitteiden käyttöönotto
Työn laji	Opinnäytetyö
päiväys	02.05.2011
sivumäärä	52 +32 liitesivua
Opinnäytetyön ohjaaja	Tekniikan lisensiaatti Esko Luttinen
Yritys	Kemi-Tornion Ammattikorkeakoulu T&K laboratorio
Yrityksen yhteyshenkilö/valvoja	Insinööri Petri Ronkainen

Työn tavoitteena oli ottaa käyttöön testauslaboratoriossa FE-SEM-(kenttäemissio-pyyhkäisyelektronimikroskoopi) ja EDS(röntgenanalysaattori) -laitteistot. Ennen vaativien laitteiden asennusta suoritettiin olosuhdemittaukset, joiden perusteella valittiin asennuspaikka. Laboratorion lämpötila, kosteus, magneettikentät, värinä, akustinen värähtely ja ilmavirta mitattiin ja tulokset dokumentoitiin.

Hyväksytyyn asennuspaikkaan tehtiin tarvittavat muutokset ja liitännät. Laitteeseen tarvittiin vaatimusten mukaiset liitännät: sähkö, paineilma, tippikaasu ja internet. Lisäksi laitteen sähkökatkosten varalta asennettiin hälytysjärjestelmä.

Laitteen asennus, käyttöönotto ja koulutus saatiin suoritettua aikataulun mukaisesti. Työn tuotoksena saatiin FEI Quanta FEG450 -elektronimikroskoopin suomenkielinen käyttöohje, jonka avulla voi aloittaa kuvaukset.

Työssä käsitellään elektronimikroskoopin ja röntgenanalysaattorin teoriaa yleisesti ja laitteen näkökulmasta. Tätä dokumenttia voidaan käyttää myös opetusmateriaalina aiheeseen perehdyttäessä.

Elektronimikroskopia on erityinen tutkimusmenetelmä, josta ei suomenkielistä materiaalia ole paljon saatavissa. Työ sisältää käytännönläheisen tietopaketin FE-SEM:n ja EDS:n käytöstä.

Asiasanat: elektronimikroskopia, käyttöönotto, testaus, kuvantaminen.

ABSTRACT

Kemi-Tornio University of Applied Sciences, Technology	
Degree Programme	Information Technology
Name	Jaana Kauppi
Title	FE-SEM and EDS Equipment Introduction
Type of Study	Bachelor's Thesis
Date	02 May 2011
Pages	52 + 32 appendixes
Instructor	Esko Luttinen, MSc, LicSc(Tech)
Company	Kemi-Tornio University of Applied Sciences R&D Laboratory
Supervisor from Company	Petri Ronkainen, BEng

The objective of this project was to introduce FE-SEM (Field Emission-Scanning Electron Microscope) and EDS (Energy Dispersive Spectrometry) equipment. Ambient conditions were measured before installing the advanced equipment. Site for the equipment was selected according to results of the measurements. Laboratory temperature, humidity, electromagnetic fields, vibration, acoustic noise and air velocity were measured and results were documented.

Necessary changes and connections were made to approved installation location. Connections of the electrical, compressed air, nitrogen gas and network were needed for the equipment. In addition the alarm system against electrical outage was installed.

Equipment installation, introduce and training were performed in schedule. The output of the project was the Finnish manual of FEI QuantaFEG450 electron microscope, whereby the imaging can be started.

This work deals with electron microscope and energy dispersive spectrometry in theory and machine standpoint. You can also use this document as an educational material.

Electron microscopy is a special research method of which there is not much Finnish information available. This document deals with hands-on information for use of FE-SEM and EDS.

Keywords: electron microscope, introduce, testing, imaging

SISÄLLYSLUETTELO

ALKUSANAT	1
TIIVISTELMÄ	2
ABSTRACT	3
SISÄLLYSLUETTELO.....	4
KÄYTETYT MERKIT JA LYHENTEET	5
1. JOHDANTO	6
2. FE-SEM- JA EDS-TEORIAA	8
2.1. FE-SEM	8
2.1.1. FEI Quanta FEG450, T&K laboratorion FE-SEM	10
2.2. EDS	13
2.2.1. Thermo, T&K laboratorion EDS	14
3. OLOSUHDEMITTAUKSET.....	15
3.1. Laboratorion lämpötilan mittaus	16
3.2. Laboratorion ilmankosteuden mittaus.....	18
3.3. Laboratorion magneettikenttien mittaus	19
3.4. Laboratorion värinän mittaus	24
3.5. Laboratorion akustisen värähtelyn mittaus	31
3.6. Laboratorion ilmavirran mittaus	33
3.7. Sijoituspaikan valinta olosuhdemittausten perusteella.....	33
4. MUUTOSTYÖT, LIITÄNNÄT JA ASENNUS.....	34
4.1. Fyysinen sijoittelu	34
4.2. Typpikaasuliitäntä	36
4.3. Sähköliitäntä.....	37
4.3.1. Sähkökatkokseen varautuminen.....	37
4.4. Paineilmaliitäntä.....	38
4.5. Verkkoyhteydet ja tietokoneet	38
5. FE-SEM NÄYTTEET.....	40
5.1. Näytteen fyysinen koko.....	40
5.2. Näytteen valmistelu.....	41
5.3. Nappinäytteen valmistus	41
5.4. Näytteen säilytys	41
5.5. Näytteen puhtaus	41
6. PERUSKÄYTTÖ.....	43
6.1. Ennen kuin aloitat	43
6.2. Lopetus	43
7. KOEKUVAUKSET	44
7.1. FE-SEM kuvat.....	44
7.2. EDS kuvat	45
8. HUOLTO	48
8.1. Vakuumpumput.....	48
8.2. Kammio.....	48
8.3. Filamentti	49
9. YHTEENVETO	50
10. LÄHDELUETTELO	51
LIITELUETTELO	52

KÄYTETYT MERKIT JA LYHENTEET

FE-SEM	Field Emission-Scanning Electron Microscope Kenttäemissio-pyyhkäisyelektronimikroskooppi
EDS	Energy Dispersive Spectrometry energiadispersiivinen röntgensädemikroanalysaattori
SDD	Silicon Drift Detector SDD-tyyppinen detektori
T&K	Tutkimus ja kehitys
EMC	Electromagnetic Compatibility Sähkömagneettinen yhteensopivuus
nT_{p-p}	Magneettivuon tiheysyksikkö nanoteslaa huipusta huippuun arvona
TEM	Transmission Electron Microscope Läpäisyelektronimikroskooppi
Mn- $k\alpha$	Yksikkö Mangaani $k\alpha$ puolileveys on teollisuusstandardi, jolla ilmaistaan detektorin suorituskykyä
SED	Secondary electron detector Sekundäärielektronin detektori
BSED	Backscattering electron detector Takaisinsironta elektronin detektori
LTCC	Low Temperature Co-fired Ceramic Elektroniikan keraaminen liitosalusta
RH	Relative Humidity Suhteellinen kosteus
TCP/IP	Transmission Control Protocol/Internet Protocol Reitittyvä verkkoprotokolla
IPX/SPX	Internet Packet Exchange/Secuential Packet Reitittyvä verkkoprotokolla
NetBEUI	Reitittymätön verkkoprotokolla

1. JOHDANTO

Opinnäytetyön tarkoituksena on ottaa käyttöön Kemi-Tornion ammattikorkeakoulun T&K-testauslaboratorioon uudentyyppinen laite FE-SEM (Field Emission – Scanning Electron Microscopy) eli kenttäemissio-pyyhkäisyelektronimikroskoopi ja siihen kuuluva materiaalianalysaattori EDS (Energy Dispersive Spectrometry). Näiden laitteiden käytöstä ei ole talossa juurikaan aiempaa kokemusta. FE-SEM on hollantilaisen FEI:n valmistama Quanta FEG450. Mikroskooppiin liitettävän EDS materiaalianalysaattorin on valmistanut Thermo Scientific ja sen toimittaja on suomen maahantuojana Hosmed Oy. Laitteisto on investoitu Mlab/Hydro+ -projektin hankintana ja suunniteltu asennus oli maaliskuussa 2011.

FE-SEM-laitteen lopullinen fyysinen sijaintipaikka laboratoriossa päätetään opinnäytetyön tulosten perusteella. Fyysisen sijaintipaikan valintaan vaikuttavat monet tekijät, jotka pitää laitetoimittajan vaatimuksesta mitata ja hyväksyttää ennen laitteen toimitusta. Laitteen sijaintipaikan olosuhdevaatimuksina ja mitattavina suureina ovat lämpötila, kosteus, värinä, magneettikentät (EMC) ja akustinen värähtely.

Työn tavoitteena on selvittää laboratorion olosuhteiden sopivuus FE-SEM-laitteelle. Projektin aikana suunnitellaan, mitataan ja dokumentoidaan laboratorion olosuhteita eri kohdissa laboratoriota sekä arvioidaan laitetoimittajan kanssa olosuhteiden sopivuus FE-SEM:lle. Sen jälkeen suunnitellaan ja toteutetaan tarvittavat muutokset. Toiseksi suunnitellaan ja toteutetaan laitteen tarvitsemat vaatimusten mukaiset liitännät kuten sähköliitäntä, paineilmaliihtäntä ja typpiliitäntä. Selvitetään laitteeseen kuuluvien vakuumpumppujen soveltuvien sijaintipaikka ja toteutetaan tarvittavat läpiviennit.

Toisena tavoitteena on laitteen asennuksen jälkeen ottaa laite käyttöön ja kuvata erilaisia näytteitä, joita ovat esimerkiksi nanokomposiittimateriaali, austeniittinen ja ferriittinen ruostumaton teräs sekä elektroniikan LTCC-komponentti. Tähän oleellisena osana liittyy sopivan materiaaliikohtaisen näytteenvalmistustekniikan tutkiminen ja dokumentointi.

Kolmantena tavoitteena on tehdä erittäin monimutkaisten ja paljon mahdollisuuksia omaavien laitteiden selkokiehitys käyttöohjeet suomeksi, joilla pääsee kuvausten alkuun.

Opinnäytetyö sisältää perustietopaketin FE-SEM:stä ja EDS:stä ja niiden käytöstä. Työn sisältöä voidaan käyttää opetusmateriaalina aloitettaessa laitteen käyttö. Työn tarkoitus on olla apuna myös tilanteessa, jos laite siirretään tai harkitaan siirrettävän johonkin toiseen tilaan. Elektronimikroskoopin käyttöikä voi olla 20–30 vuotta.

2. FE-SEM- JA EDS-TEORIAA

FE-SEM on elektronimikroskooppi, joka toimii itsenäisesti. EDS on röntgenanalysointilaitteisto, joka liitetään FE-SEM-laitteeseen kiinteästi. EDS käyttää hyväkseen elektronimikroskoopin näytteestä irrottamaa röntgensäteilyä, joten sitä ei voida käyttää ilman sitä.

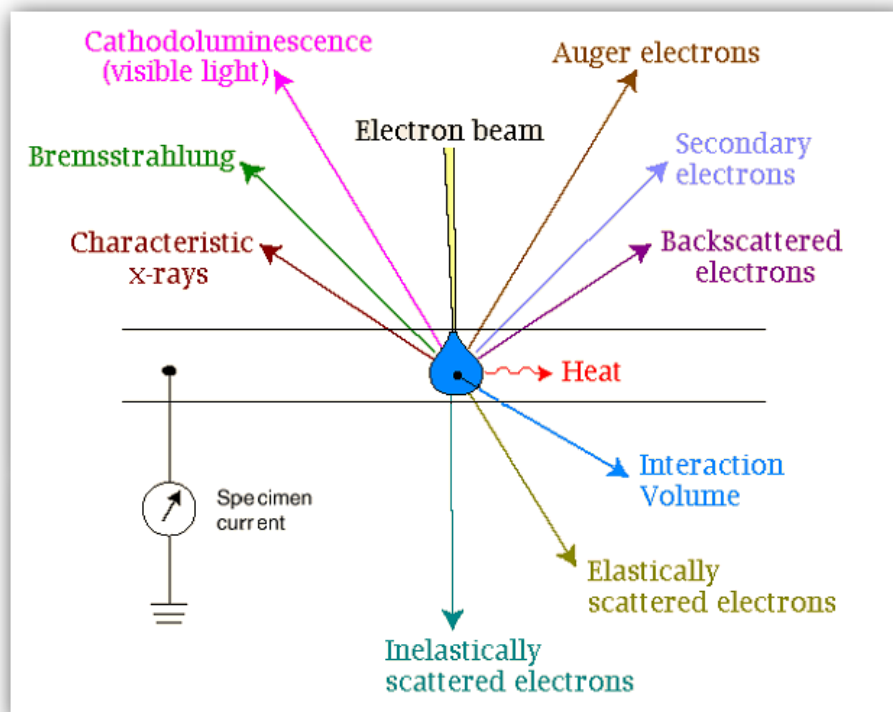
2.1. FE-SEM

Lyhenne FE-SEM tulee englannin kielen sanoista Field Emission-Scanning Electron Microscope eli suomeksi kenttäemissio-pyyhkäisyelektronimikroskooppi. Ymmärrettävästi tätä suomenkielistä sanaa harvemmin näkee missään käytettävän, vaan tieteellisessä tekstissä ja puhekielessä käytetään sanoja FE-SEM tai yleisemmin SEM. FE-SEM on tutkimuslaitte, jota voidaan käyttää kiinteiden ja nestepitoisten materiaalien analysointiin. Laitteella voidaan tarkastella näytteiden pinnan muotoja ja rakenteita mittaamalla sekundääristä säteilyä.

Elektronimikroskooppi on mikroskooppi, jossa näkyvän valon sijaan käytetään elektronisuihkua. Kun mennään tarpeeksi isoihin suurennoksiin, valon aallonpituus ei riitä ja valo korvataan elektroneilla. Valomikroskoopeilla maksimisuurennokset ovat 1000–2000 kertaisia ja elektronimikroskoopeilla päästään jopa yli 200 000 kertaisiin suurennoksiin, joissa on vielä korkea resoluutio eli erottelukyky. Elektronimikroskoopeja on myös muita kuten TEM eli läpäisyelektronimikroskooppi, mutta yleisin on kuitenkin SEM. SEM:n pääosat ovat: tyhjiöjärjestelmä, elektronilähde, pyyhkäisy-yksikkö, linssit ja signaalin detektointijärjestelmä.

Tyhjiössä oleva elektronilähde lähettää elektronisuihkun. Linssien tehtävänä on supistaa elektronisuihku mahdollisimman pieneksi näytteen pinnalle. Korkeaenergiset suihkuelektronit pommittavat näytteen pintaa rasterimaisesti. Elektronien osuessa näytteeseen saadaan erilaisia signaaleja (Kuva 1). Näistä signaaleista erilaisten detektorien avulla muodostetaan kuva näytölle samaan tahtiin piste kerrallaan. SE-detektori kerää sekundääri elektroneja ja sen avulla saadaan kuvannettua näytteen pinta. Osa näistä

sekundäärielektroneista joutuu näytteen ulkopuolelle ja ne vedetään positiivisen varauksen avulla detektoriin. BSE-detektori kerää takaisinsironna elektroneja ja sen avulla saadaan tietoa pinnan alaisista rakenteista. Detektoreissa elektronit kiihdytetään ja annetaan iskeä kipinäinduktorin kalvoon, jossa ne muodostavat fotoelektroneja. Nämä fotoelektronit monistetaan valomonistinputkessa ja muutetaan takaisin elektroneiksi. Näin syntyy vahvistettu sähköpulsssi. Näytteestä irtoavien sekundäärielektronien määrä riippuu pinnan rakenteesta sekä muodoista ja määrien vaihtelu eri kohdissa saa aikaan kuvan kontrastin.



Kuva 1. Elektronisuihkun näytteestä irrottamat signaalit /5, s. 5/

2.1.1. FEI Quanta FEG450, T&K-laboratorion FE-SEM



Kuva 2. FEI Quanta FEG450 ja näytekammion sisältä

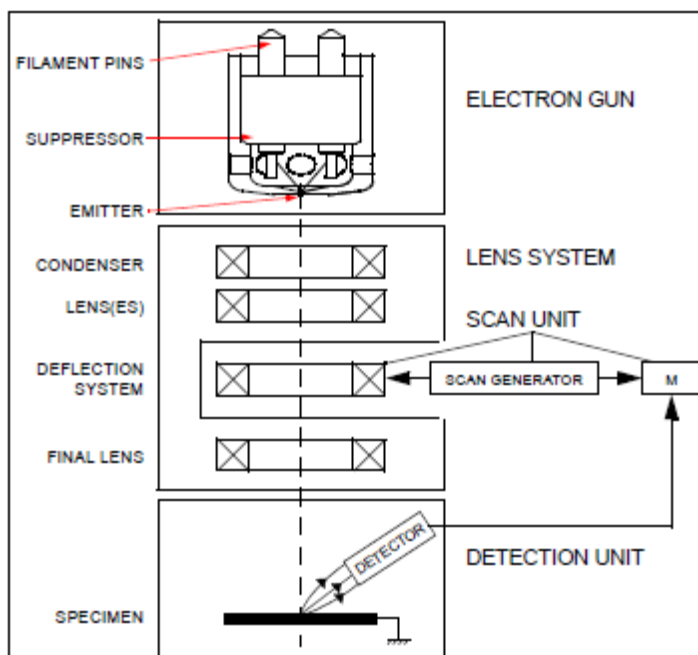
T&K-laboratorion FE-SEM on hollantilaisen FEI:n valmistama ja toimittama Quanta-sarjan FEG450 elektronimikroskooppi (Kuva 2).

Quanta FEG450 FE-SEM:n teknisiä tietoja:

Suurennos:	6-100000x	
Erottelukyky:	3nm 30kV	
	10 nm 3kV	
Kiihdytysjännite:	200V-30kV	
Detektorit:	Everhardt Thornley SED (Secondary electron detector)	
	Large Field Low vacuum SED	
	BSED (Back scattered electron)	
	IR kamera näytekammiossa	
Näytekammio	284 mm	
Kammion alipaine	High Vacuum-moodi	$< 6e^{-4}$ Pa
	Low Vacuum-moodi	$< 10-130$ Pa
	ESEM-moodi	$< 10-2600$ Pa
	vakumointiaika	$\leq 150-270$ s

Quanta FEG450 -elektronimikroskoopilla pystytään kuvantamaan erilaisia näyttemateriaaleja korkealla resoluutiolla. Kuvattavia materiaaleja voivat olla esimerkiksi metallit, metallien murtopinnat, pintojen korroosiot, keraamit, komposiitit, muovit, polymeerit, paperit, kasvit ja geologiset materiaalit. Suurennoissa päästään yli 100000-kertaisiin suurennoksiin.

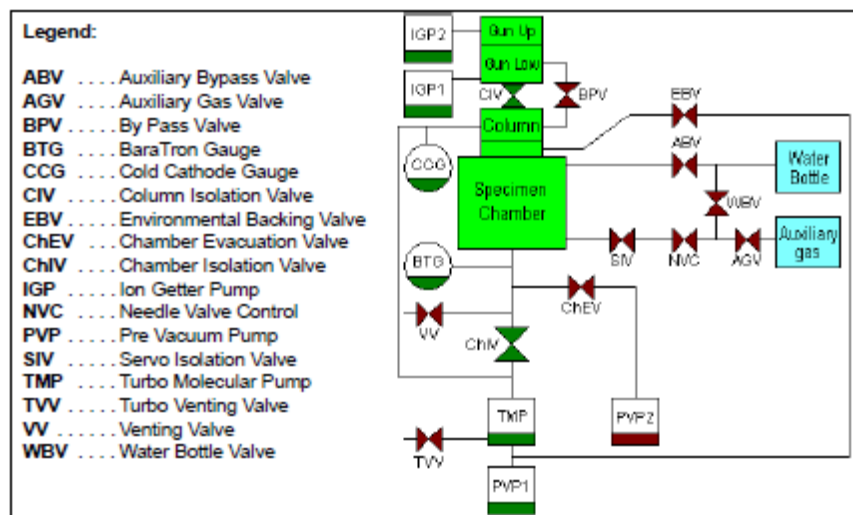
Quanta FEG450:n pääkomponentit ovat: elektronilähde, linssijärjestelmä, pyyhkäisy-yksikkö ja detektori-yksikkö (Kuva 3). Elektronilähde tuottaa valitun energian (200V-30kV) mukaisen elektronisuihkun. Elektronisuihku menee useiden elektromagneettisten linssien läpi näytteen pintaan. Pyyhkäisygeneraattorin signaali siirretään poikkeutussysteemiin, jolla siirretään elektronisuihku rasterikuviona näytealueen yli. Sähköjännite vaihtelee skannauksen aikana, joka antaa sarjan tietoa näytteen pinnasta. Tämä signaali moduloituna detektorijärjestelmään saadulla signaalilla tuottaa kuvan näytölle. Elektronien pommituksen vaikutuksesta näytepinnan reaktio tuottaa kolmenlaista perussignaalia: takaisinsironta (backscattered) elektroneja, sekundaarisia (secondary) elektroneja ja röntgensäteilyä (x-rays) (Kuva 1). Detektorijärjestelmä kerää näitä signaaleja, muuntaa ne vahvistetuksi sähköiseksi signaaliksi ja lähettää ne ohjaustietokoneelle. /1, s.2-1/



Kuva 3. Quanta FEG450 kaaviokuva /1, s.2-2/

Tärkeä osa elektronimikroskooppien toimintaa on tyhjiöjärjestelmä (Kuva 4). Elektronisuihkun täytyy kulkea koko matka elektronilähteestä näytteeseen tyhjiötilassa. Quanta FEG450:ssa on kolme erillistä tyhjiöosaa. Elektronilähteen, kolonnan ja näytekammion tyhjiöpumppujärjestelmät toimivat täysin automaattisesti tarpeen mukaan. Elektronilähteen tyhjiötilassa pysyminen on varmennettu vakuumpumppujen akkujen avulla sähkökatkojen varalta. Akkujen varassa ei voida kuitenkaan olla kuin enintään 12–48 tuntia. Elektronilähde yleensä vaurioituu, mikäli tyhjiö pääsee löysäämään.

Näytekammion ja kolonnan alipaine määräytyy käytettävän moodin mukaisesti. Tavanomaisissa näytteissä käytetään High Vacuum-moodia. Low Vacuum- ja ESEM-moodissa kolonna on alhaisemmassa paineessa kuin näytekammio. Näissä molemmissa moodeissa voidaan käyttää näytekammiossa vesihöyryä tai apukaasua, joiden avulla voidaan näytteestä riippuen saavuttaa parempi kuva. Tällä hetkellä laitteeseen on kytkettyä typpikaasu, mutta apukaasuna voidaan käyttää myös esimerkiksi heliumia, argonia tai hiilidioksidia. Typpikaasu valittiin, koska laitteeseen tulee typpikaasu muutenkin ja typpilinja oli valmiiksi olemassa. Typpikaasu on myös turvallisempi käyttää kuin esimerkiksi argon tai helium.



Kuva 4. Quanta FEG450:n tyhjiöjärjestelmän kaaviokuva /1, s.3-2/

2.2. EDS

EDS tulee englanninkielisistä sanoista Energy Dispersive Spectrometry, jonka suomenkielisiä termejä röntgenanalysaattori tai alkuaineanalysaattori käytetään jonkin verran, mutta yleisesti käytetään termiä EDS. EDS on aina yhdistettynä SEM-laitteeseen, mutta se on erillinen laitekokonaisuus ohjausyksikköineen ja tietokoneohjelmistoineen. EDS-laitteita on ollut käytössä noin 30 vuotta, mutta viimeisen 5 vuoden aikana laitteissa on tapahtunut suuria edistysaskelia tehokkaiden tietokoneiden ansiosta.

EDS on spektrometri, joka käyttää hyväkseen SEM-kuvauksen elektronien pommituksessa irtoavaa röntgensäteilyä. EDS-laitteiston toiminta perustuu kolmeen erilliseen yksikköön: detektoriin, analysaattoriin ja ohjelmistoon. Detektori muuntaa röntgensäteilyn fotonin energian jännitepulssiksi. Parhaan mahdollisen resoluution saavuttamiseksi ja kevyidenkin alkuaineiden havaitsemiseksi detektoria jäähdytetään nestemäisellä tyypellä tai peltier-elementillä erillisen jäähdytysyksikön avulla. Analysaattori ottaa vastaan jännitepulssit ja laskee sekä käsittelee signaaleja digitaalisilla signaalinkäsittelyprosessoreilla. Ohjelmistolla voidaan muodostaa signaaleista erilaisia visuaalisia käyriä, kuvia ja karttoja sekä käsitellä niitä. /5, s.38/

EDS:llä voidaan nopeasti analysoida halutun pinnan alkuainejakauma. EDS:llä voidaan tehdä pinnan kvantitatiivinen eli määrällinen ja kvalitatiivinen eli laadullinen alkuaineanalyysi. Kvantitatiivinen alkuaineanalyysi on aina suuntaa antava EDS-menetelmällä, erityisesti jos alkuainetta on pieninä pitoisuuksina. Kvantitatiivista alkuaineanalyysiä ei kannata tehdä epähomogeeniseltä pinnalta, koska tulos riippuu siitä, mistä kohden rakeita pinta on satuttu kiillottamaan. /5, s. 53/

2.2.1. Thermo, T&K-laboratorion EDS

T&K-laboratorion FE-SEM:ssä on Thermon valmistama ja Hosemed:n toimittama EDS-laitteisto. Laitteistoon kuuluu SDD-tyyppinen UltraDry-detektori. SDD (Silicon Drift Detector) on piidetektori, joka on sähköisesti jäähdytetty peltier-elementin avulla. Thermo Noran analysaattorissa on 32 bittinen mikroprosessori, kaksisuuntainen nopea tiedonsiirtotekniikka ja digitaalinen signaalin prosessointi. EDS:n teknisiä tietoja:

- Resoluutio: 138eV (Mn- α)
- Ikkuna pinta-ala: 30 mm²
- Max mittausnopeus: 1000000 counts/s

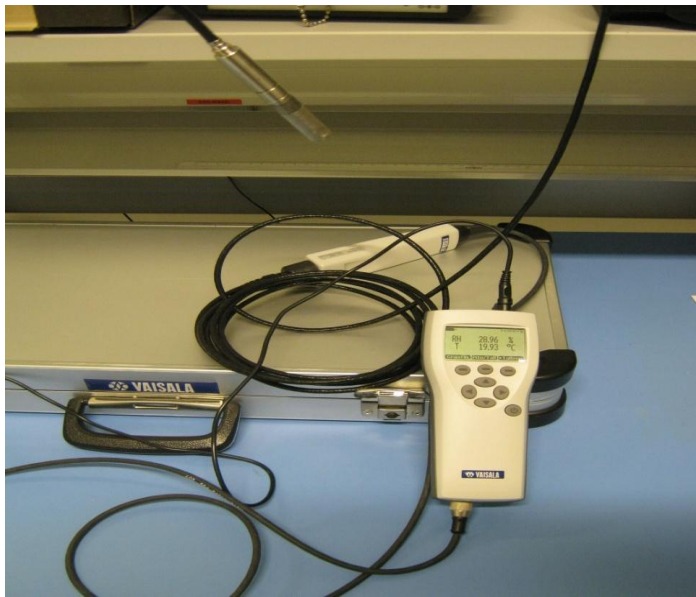
3. OLOSUHDEMITTAUKSET

FE-SEM-laitteen toimintaan ja kuvausten laatuun vaikuttaa voimakkaasti ympäristön olosuhteet. Laitteen sijoituspaikkaan kiinnitetään erityistä huomiota jo sijoituspaikan suunnitteluvaiheessa. T&K-laboratorion suunnitteluvaiheessa vuonna 2006 on jo otettu huomioon mahdollisuus SEM-laitteen sijoituspaikaksi. Laitevalmistaja FEI:n vaatimukset laitteen sijoituspaikalle hyväksytetään toimittajalla ennen asennusta. Laitevalmistaja antaa omat vaatimuskriteerinsä olosuhteille, jotka tulee täyttää. Laitevalmistaja ei toimita laitetta, elleivät olosuhteet ole kunnossa.

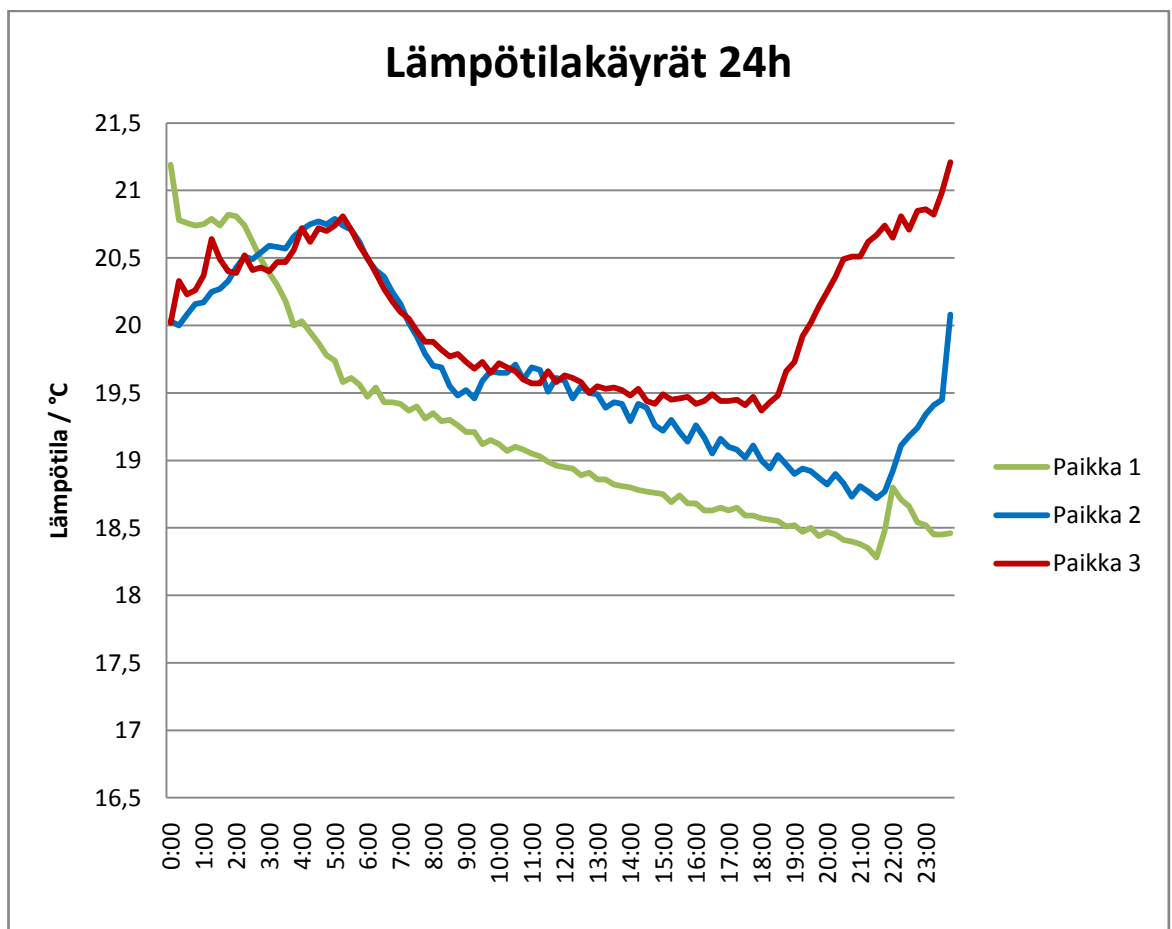
FE-SEM:n tuleva sijaintipaikka on T&K-laboratoriossa, jossa on jo elektroniikan testausten vaatimusten vuoksi ilmastoinnin automaation avulla säädetyt olosuhteet lämpötilan ja kosteuden osalta. Käytännössä laboratoriotilassa säädetään laboratorion lämpötilaa todellisen reaaliajassa mitatun lämpötilan mukaisesti. Laboratorion kosteutta mitataan reaaliajassa ja säädetään ilmastoinnin kostutusyksikön avulla. Laboratoriossa on kolme mahdollista sijoituspaikkaa (Kuva 5), joihin laite voidaan asentaa. Sijaintipaikan valintaan vaikuttaa oleellisesti myös kuvassa näkyvä sinisellä viivalla merkitty rakennuksen liikuntasäily. FE-SEM-laitteen lopullinen fyysinen sijaintipaikka laboratoriossa päätetään laboratorion olosuhteiden mittaustulosten perusteella. Mahdollisesti laboratorioon joudutaan lisäämään ainakin väliseiniä ja lattiaan kiinnitysankkurit koneelle.

Fyysisen sijaintipaikan valintaan vaikuttavat monet tekijät, jotka pitää laitetoimittajan vaatimuksesta mitata ja hyväksyttää ennen laitteen toimitusta. Laitteen sijaintipaikan olosuhdevaatimuksina ja mitattavina suureina ovat: lämpötila, kosteus, ilmavirtaus, ilmavirtauksen lämpötila, värinä, magneettikentät (EMC) ja akustinen värähtely.

Laboratorion lämpötilan ja kosteuden mittaaminen voitiin suorittaa laboratorion omilla mittalaitteilla. Magneettikenttien, värinän ja akustisen värähtelyn mittaukseen tarvittiin niin erikoisia ja erityisen tarkkoja mittalaitteita, ettei niitä voitu omatoimisesti mitata. Alkuvaiheessa mittausmahdollisuuksia selvitettiin ja todettiin, ettei omalla laboratorion tai yhteistyökumppaneilla ole tarvittavan tarkkoja mittalaitteita. Paikalle saapui FE-SEM:n



Kuva 6. Vaisala HM70-mittalaite ja HMP77-anturi

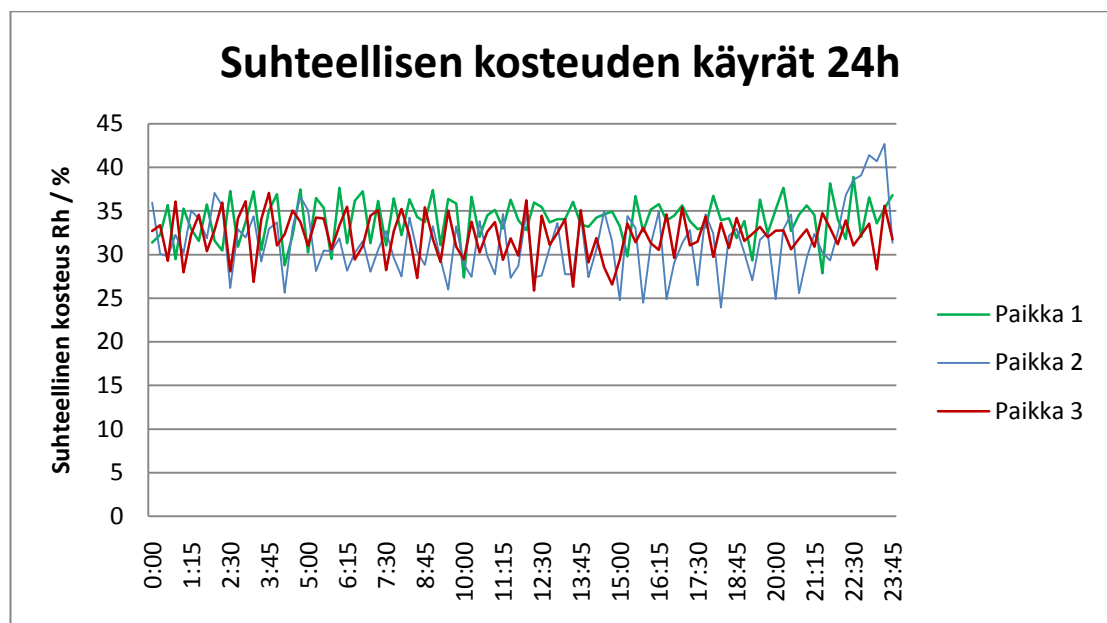


Kuva 7. Paikkojen 1-3 lämpötilan mittaus vuorokauden ajalta.

3.2. Laboratorion ilmankosteuden mittaus

Laitetta ympäröivän tilan hyväksyty suhteellinen kosteus RH 20°C:ssa on < 80%. Kosteutta ei saa tiivistyä pinnoille. /2, s.3-1/

Laboratorion suhteellista kosteutta mitataan ilmastointijärjestelmässä jatkuvasti ja lisätään tarvittaessa, jotta se pysyy 30-70% välillä. Laboratorion henkilökunta mittaa laboratorion kosteutta lähes päivittäin, eikä yli 80% kosteusarvoja ole havaittu. Suhteellinen kosteus mitattiin Vaisala HM70-mittalaitteella, jossa anturina käytettiin HMP77-probea. Mittalaite mahdollistaa rekisteröivän mittauksen ja mittarilukema talletettiin 15 minuutin välein vuorokauden ajan. Suhteellisen kosteuden mittauskäyrästä (Kuva 8) voidaan todeta laboratorion kosteusalueen täyttävän laitevalmistajan vaatimukset kaikissa kolmessa mahdollisessa sijoituspaikassa. Pinnoille ei ole havaittu tiivistyvän kosteutta. Paikkatietojen värit ja numeroinnit vastaavat layoutkuvan sijoituspaikan värejä ja numeroita.



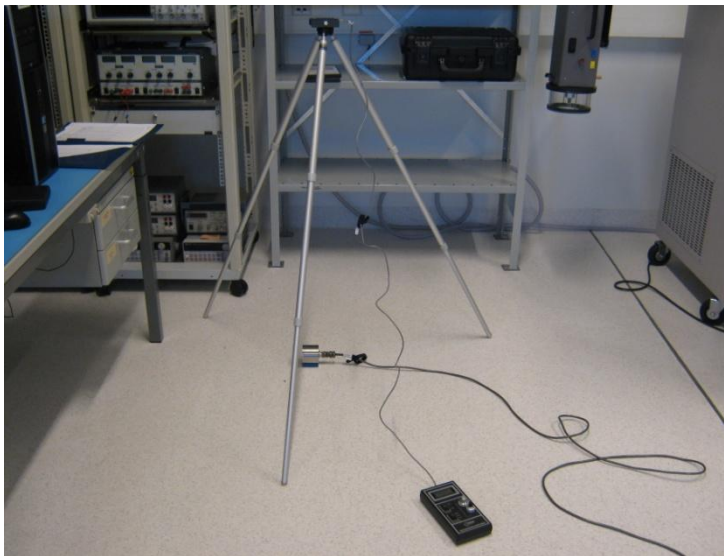
Kuva 8. Paikkojen 1-3 suhteellisen kosteuden mittaus vuorokauden ajalta.

3.3. Laboratorion magneettikenttien mittaus

Päätettäessä FE-SEM-laitteen sijoituspaikkaa laboratoriossa on vältettävä paikkaa, jossa on voimakkaita magneettikenttiä. Häiritseviä magneettikenttiä voivat aiheuttaa esimerkiksi sähkölinjat, sähkökeskukset, muuntajat ja moottorit. Eniten häiriöitä mittaukseen aiheuttavat vaakatason hajakentät. Laite itsessään ei aiheuta magneettikenttää ympäristöönsä.

FE-SEM:n erottelukykyyn vaikuttaa kiihtyvyydjännite, työskentelyetäisyys sekä ulkoiset pysty- ja vaakasuuntaiset magneettikentät. Magneettikentän vaikutus näkyy erityisesti mitattaessa suurilla elektronijännitteillä. Suurin hyväksyttävä vaaka- tai pystysuuntaisen magneettikentän voimakkuus, jossa laitteen voidaan taata toimivan on $300 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ taajuusalueella 50/60Hz ja $400 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ muilla taajuusalueilla. Magneettikenttien mittaukseen laitetoimittaja käyttää LDS Dactron-mittalaitteistoa, jolla pystytään mittaamaan alhaisiakin taajuuksia aina tasajänniteeseen saakka. /2, s.3-2/

Magneettikenttien mittaukset testauslaboratoriossa suoritettiin FEI:n toimesta LDS Dactron-mittalaitteella kahdesta paikasta. Paikkojen 2 ja 3 katsottiin olevan magneettikenttien suhteen niin lähekkäin, ettei kahta erillistä mittausta tarvittu. Mitattiin kolmeen eri suuntaan vaikuttavat magneettikentät 150 cm:n korkeudesta (Kuva 9). Korkeus valittiin laitteen elektronilähteen sijaintikorkeuden mukaan.



Kuva 9. Magneettikenttien mittaus.

Ylös-alas-suuntaan vaikuttavat magneettikentät eivät vaikuta niin pahasti elektronimikroskoopin toimintaan kuin sivusuuntaiset magneettikentät.

Sijoituspaikan 1 magneettikentän amplitudi eteen-taakse-suunnassa on $38 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ (Kuva 10).

Sijoituspaikan 2 magneettikentän amplitudi eteen-taakse-suunnassa on $54 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ (Kuva 11).

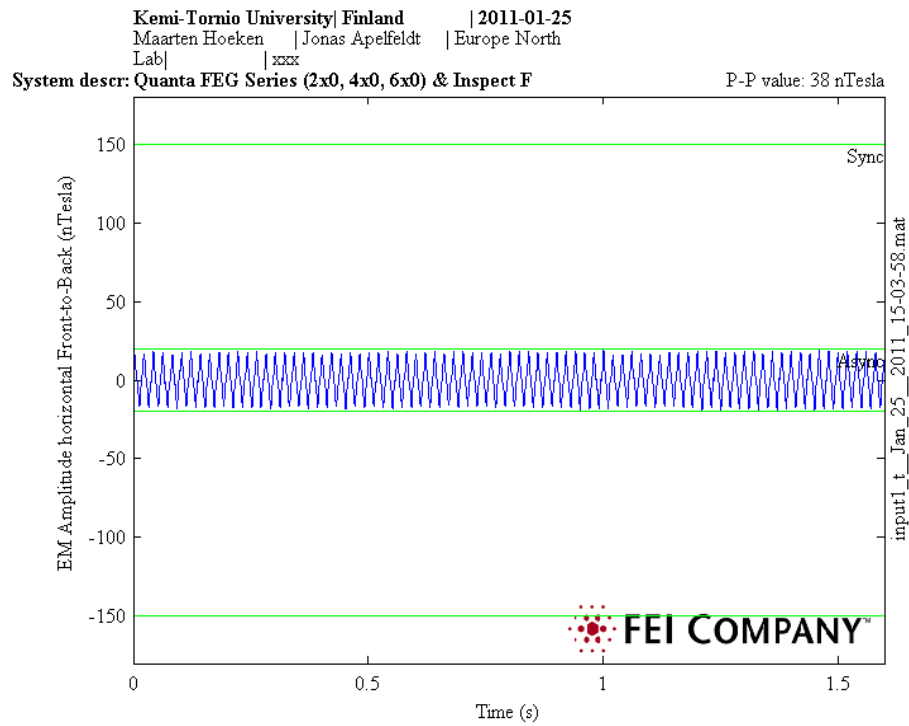
Sijoituspaikan 1 magneettikentän amplitudi vasen-oikea-suunnassa on $27 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ (Kuva 12).

Sijoituspaikan 2 magneettikentän amplitudi vasen-oikea-suunnassa on $309 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ (Kuva 13).

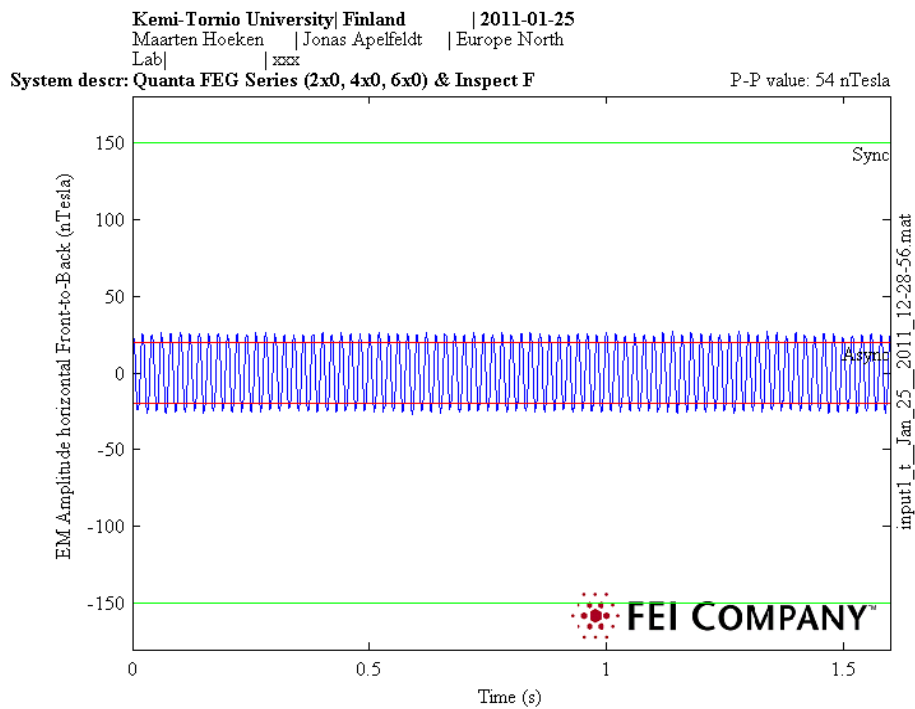
Sijoituspaikan 1 magneettikentän amplitudi pystysuunnassa on $131 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ (Kuva 14).

Sijoituspaikan 2 magneettikentän amplitudi pystysuunnassa on $401 \text{ nT}_{\text{p-p}}$ (Kuva 15).

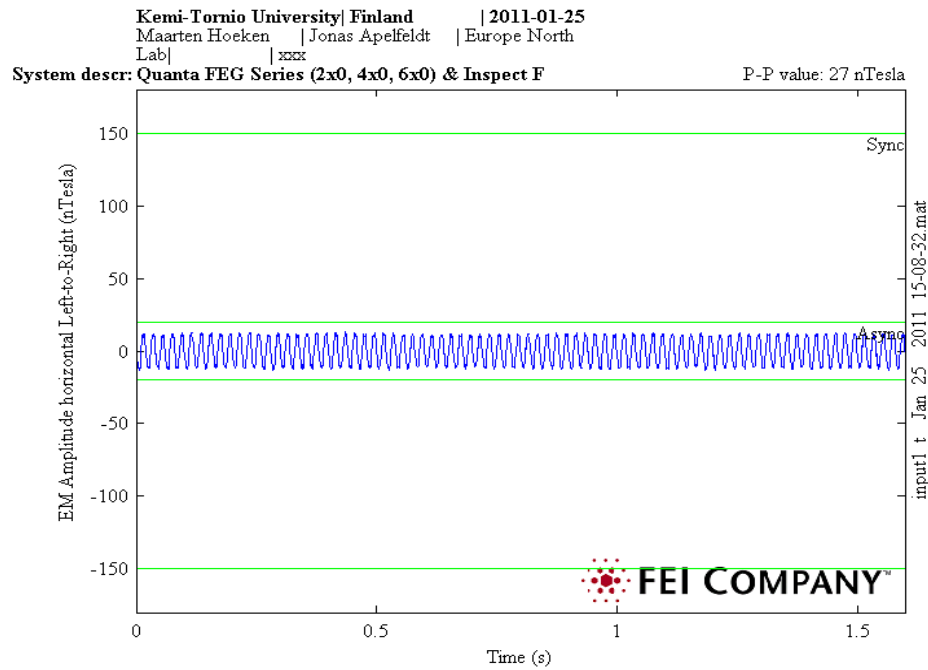
Mittaustuloksista voidaan havaita, että magneettikenttien puolesta sijoituspaikka 1 on huomattavasti parempi kuin sijoituspaikka 2. Sijoituspaikka 2:ssa magneettikenttien raja-arvot ylittyvät vasen-oikea-suunnassa ja pystysuunnassa.



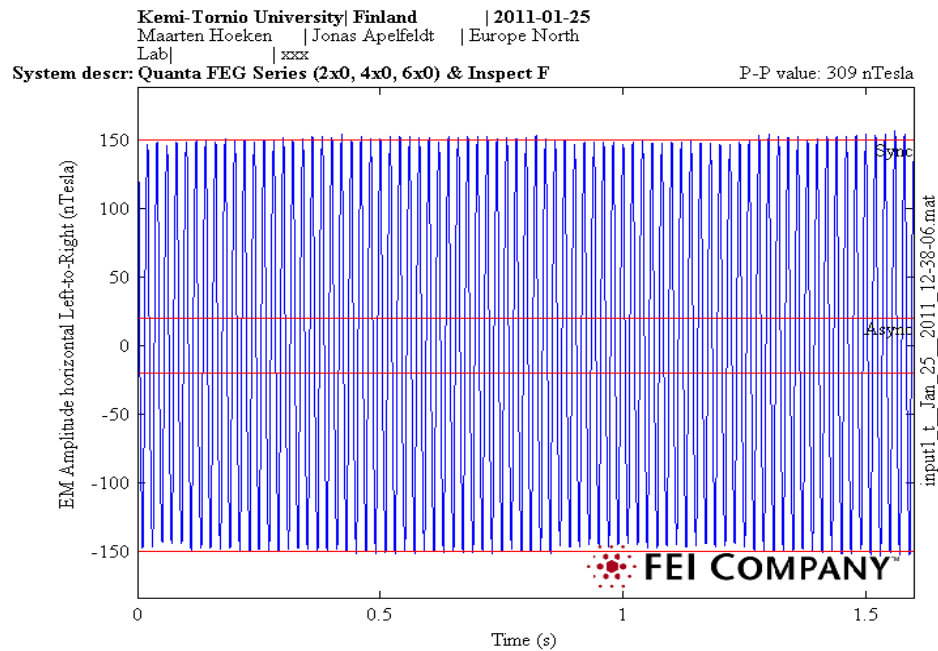
Kuva 10. Magneettikentän amplitudi eteen-taakse-suunnassa paikassa 1 /3, s.7/



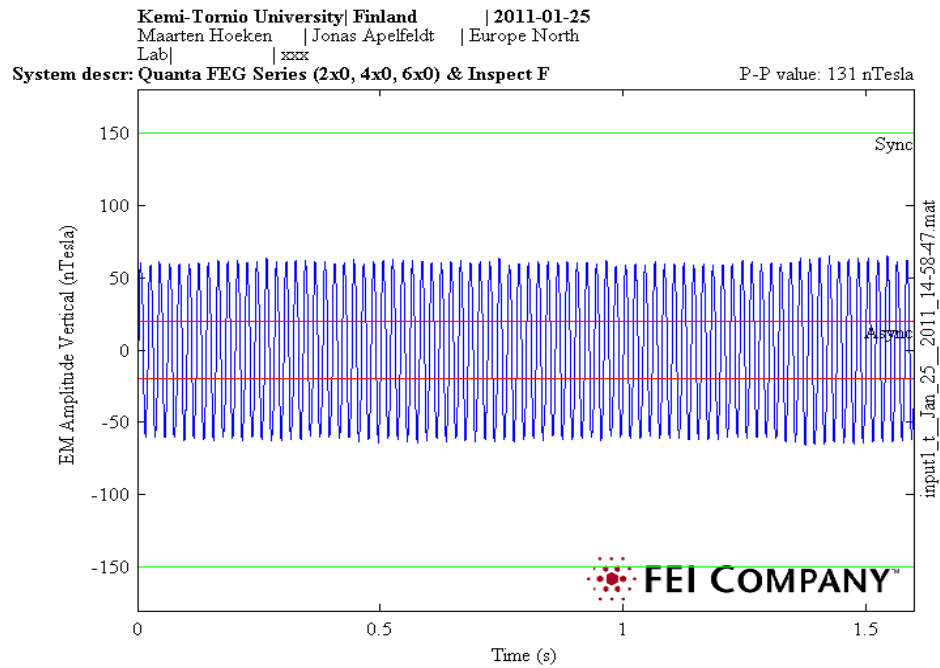
Kuva 11. Magneettikentän amplitudi eteen-taakse-suunnassa paikassa 2 /4, s.7/



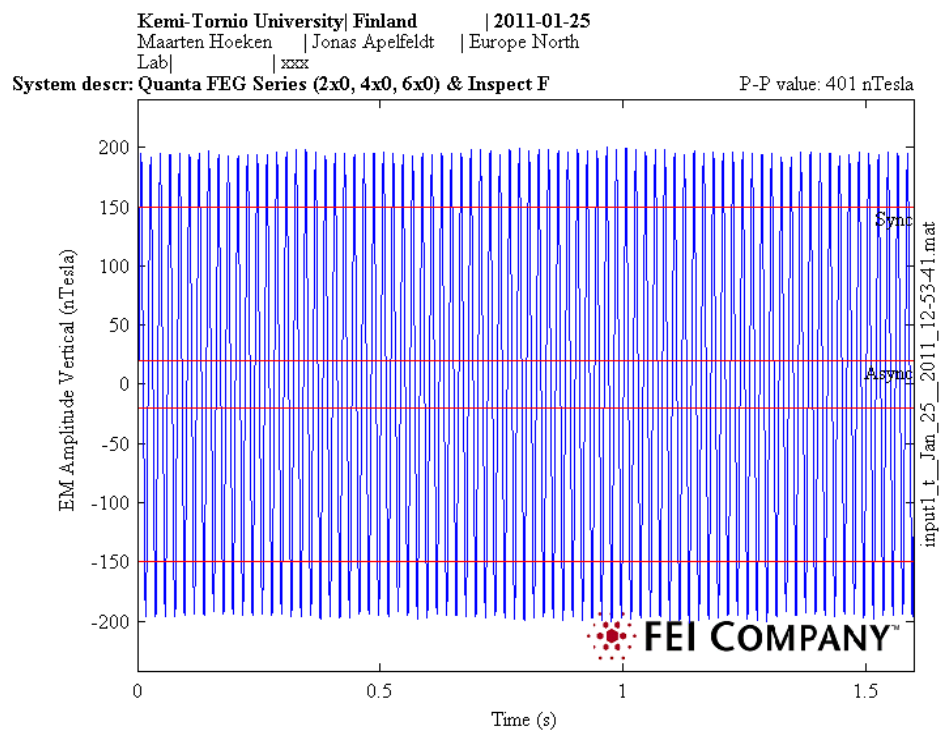
Kuva 12. Magneettikentän amplitudi vasen-oikea-suunnassa paikassa 1 /3, s.8/



Kuva 13. Magneettikentän amplitudi vasen-oikea-suunnassa paikassa 2 /4, s.8/



Kuva 14. Magneettikentän amplitudi pystysuunnassa sijoituspaikassa 1 /3, s.9/



Kuva 15. Magneettikentän amplitudi pystysuunnassa sijoituspaikassa 2 /4, s.9/

3.4. Laboratorion tärinän mittaus

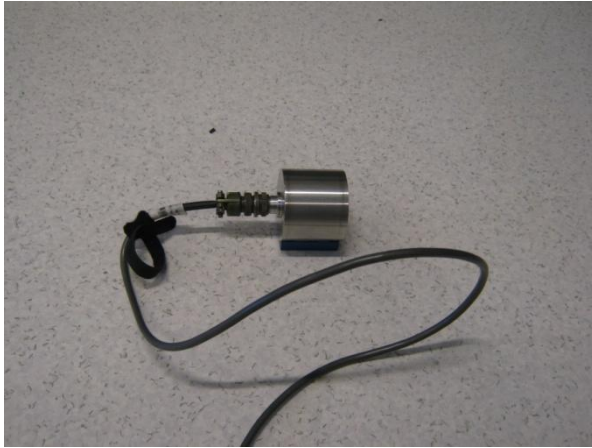
Liiallisen tärinän vaikuttaessa mikroskoopin suorituskykyyn on valittava sijoituspaikka niin, ettei tämällyppistä jatkuvaa häiriötä normaalisti ilmene. Kuvauksien aikana hetkellisesti tapahtuvat tärinät tai iskut aiheuttavat vain uusintakuvausten. Laitetoimittaja ilmoittaa kahdenlaisia spesifikaatioita tärinän osalta. Vaatimukset ovat lievemät, jos kyseessä on laite ilman STEM-detektoria ja kovemmat, jos laitteessa on STEM-detektori. Mikroskoopin paikkaa valittaessa käytetään laboratoriossamme varalta tiukempia kriteereitä. Tällöin tulevaisuudessa on mahdollisuus liittää mikroskooppiin myös korkeamman erottelukyvyn omaava STEM-detektori.

Tärinää mitataan kolmeen eri suuntaan: Z pystysuuntaan, X vasen-oikea-suuntaan ja Y eteen-taakse-suuntaan. Tärinän mittaukseen käytetään lattiaan eri asentoihin kiinnitettävää erittäin herkkää kiihtyvyyssanturia (Kuva 16). Tarkoituksena on mitata ensin 1/3 oktaavin tärinän spektri riittävän pitkältä ajalta yhteen suuntaan, jotta saadaan tarpeeksi matalan taajuuden informaatiota. Laitetoimittajan määrittelemää graafista spektrin kuvaa verrataan sitten tähän mittaustulokseen. Laitetoimittajan määrittelemistä suuntaviivoista saadaan raja-arvot hyväksyttävälle tärinälle (Kuva 17- Kuva 19). Laitetoimittajan uusimmassa 2011 käyttöön otetussa mittalaitteessa tietokoneohjelmisto suorittaa vertailun automaattisesti ja hyväksyy tai hylkää paikan. Vertailusta voidaan tehdä seuraavat johtopäätökset:

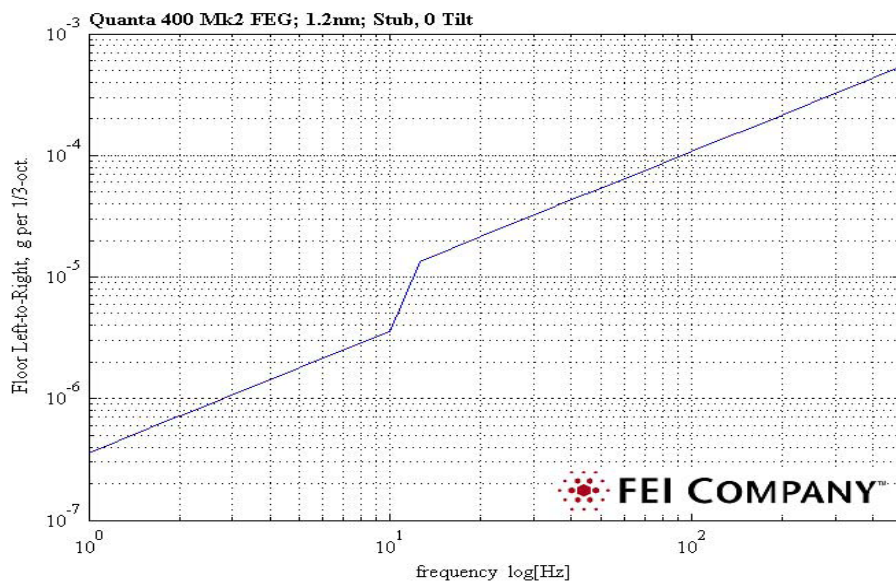
- Jos kaikissa kohdissa mitattu taso on selvästi määriteltyä alempana, sijoituspaikka on sopiva.
- Jos yhdessä kohdassa mitattu taso on juuri määritellyllä rajalla, mutta muut kohdat ovat vähintään kolme kertaa alempana kuin määritelty taso, sijoituspaikka on sopiva.
- Jos kaksi kohtaa tai enemmän on määrittelyn rajan yläpuolella tarvitaan asiantuntijan konsultaatiota, monenkaan kohdan ei tarvitse olla rajan yläpuolella aiheuttaakseen laitteelle sopimattoman paikan.
- Jos yksi tai useampi kohta on selvästi määriteltyjen rajojen yläpuolella, paikka on sopimaton laitteelle.

Sijoituspaikassa 3 havaittiin jo mittauksen alkuvaiheessa raja-arvot ylittäviä tuloksia tärinän osalta. Sijoituspaikka ei ollut hyvä myöskään magneettikenttämittausten

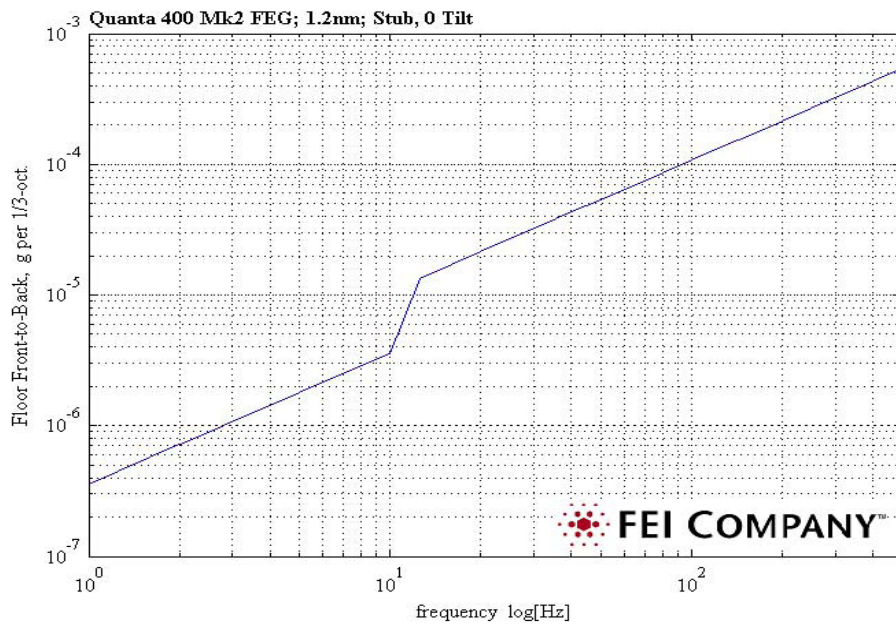
perusteella. Lisäksi sijoituspaikka olisi sijainnut ihan oven välittömässä läheisyydessä. Näiden syiden perusteella sijoituspaikka 3 päätettiin jättää pois lopullisista sijoituspaikkavaihtoehdoista ja siihen ei tehty kaikkia mittauksia.



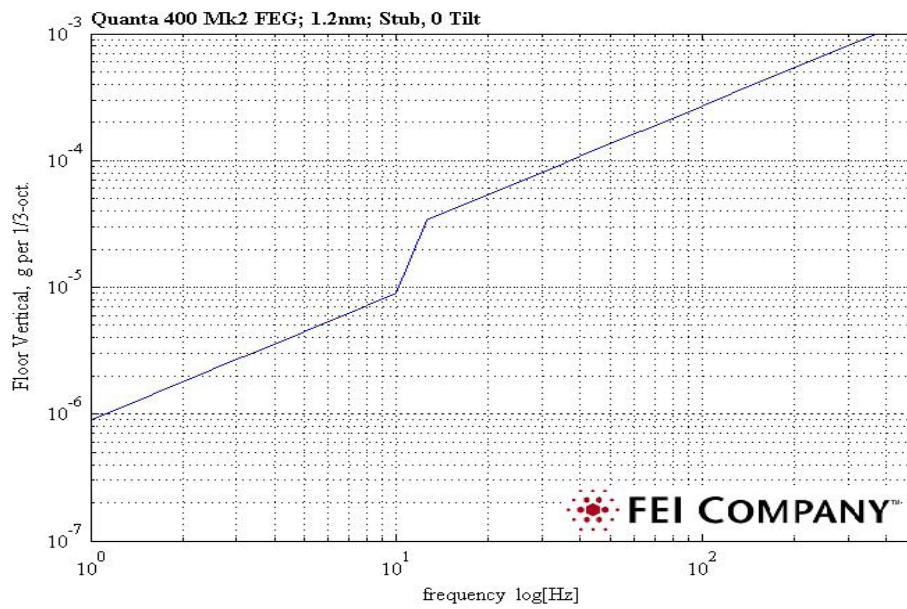
Kuva 16. Tärinän mittauksen kiihtyvyyssanturi



Kuva 17. Tärinämittauksen vasen-oikea-suuntaviiva /2, s.3-5/

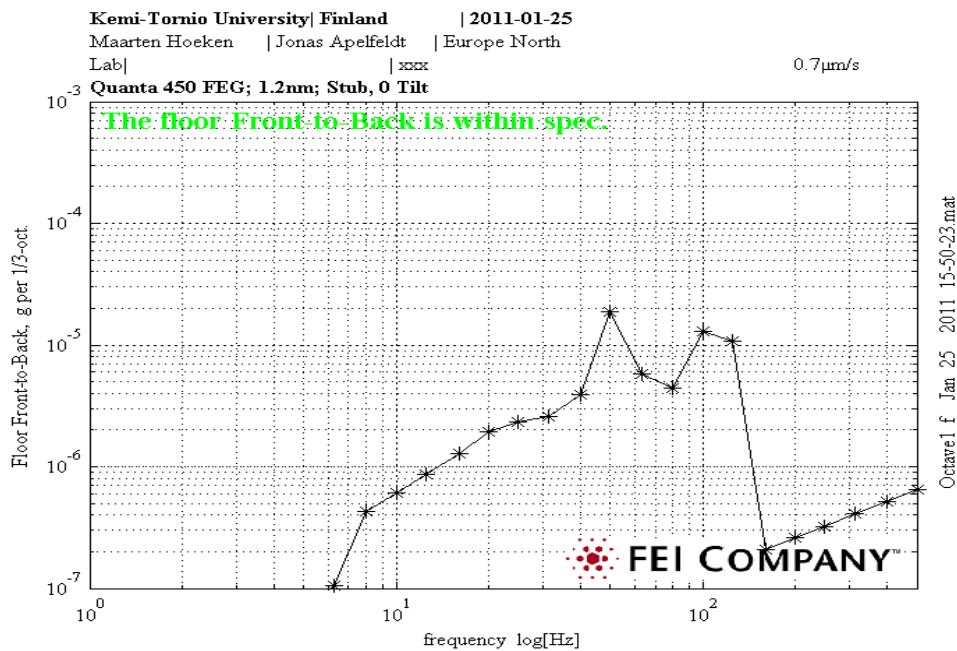


Kuva 18. Tärinämittauksen eteen-taakse-suuntaviiva /2, s.3-5/

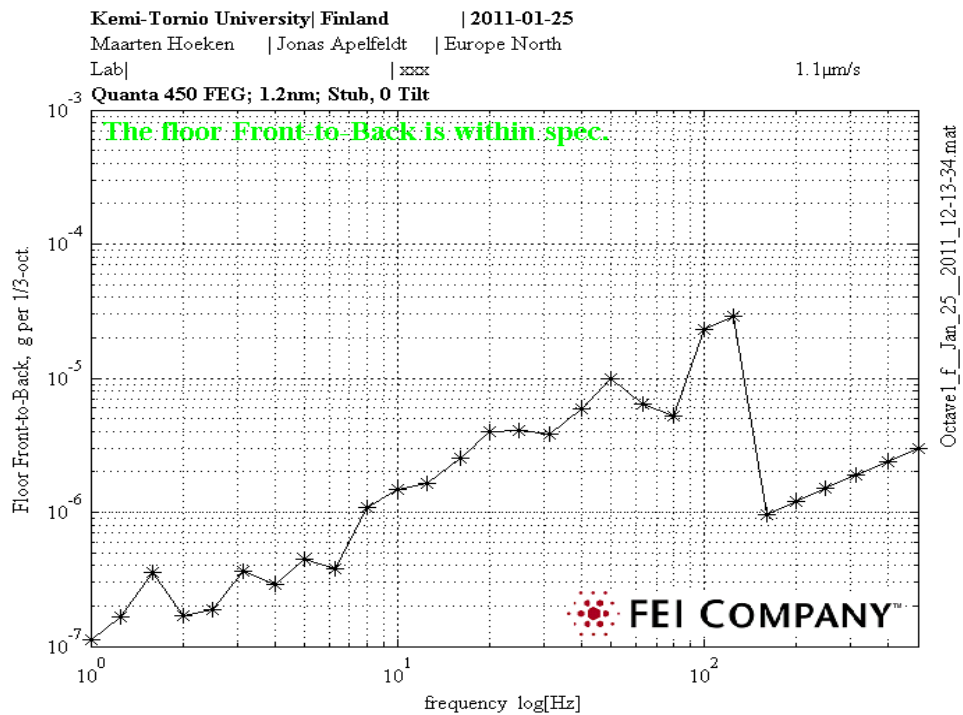


Kuva 19. Tärinämittauksen pystysuuntaviiva /2, s.3-4/

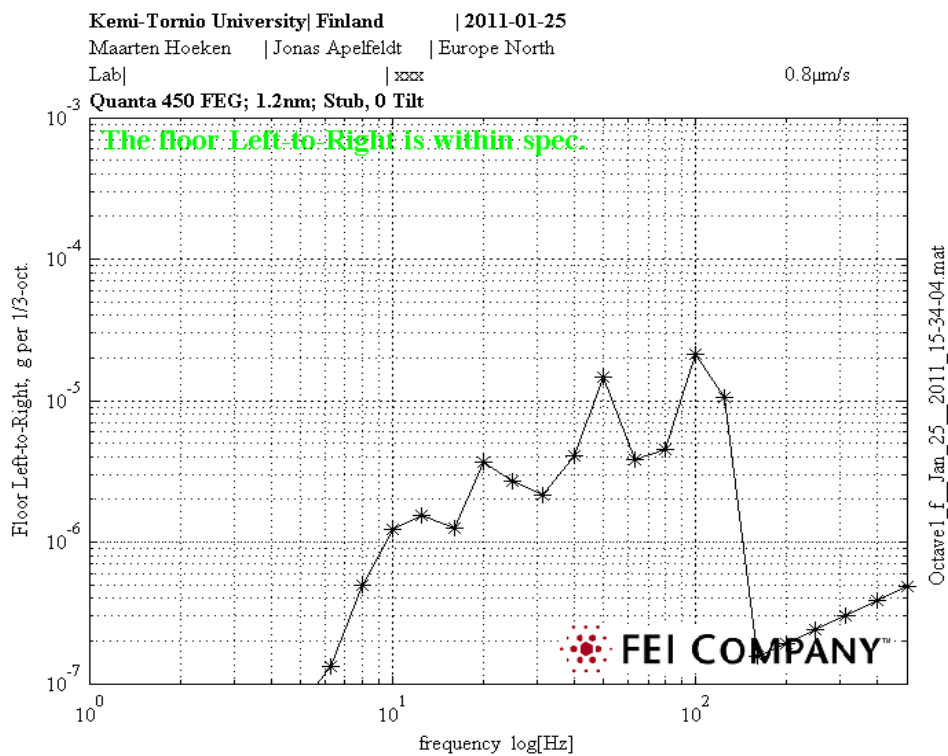
Kolmensuuntaista tärinää mitattiin samalla anturilla eri mittauskerroilla. Jotta pystytään mittaamaan rakennuksen ominaistärinä ilman ihmisestä aiheutuvia häiriötekijöitä, liikkuminen laboratoriossa ja käytävällä sekä oven aukaisu oli estettävä mittausten ajaksi. Eteen-taakse- ja vasen-oikea-suuntaisissa tärinämittaustuloksissa havaitaan hieman eroavaisuuksia sijoituspaikan 1 (Kuva 20 ja Kuva 22) ja sijoituspaikan 2 (Kuva 21 ja Kuva 23) välillä. Sijoituspaikassa 2 havaitaan enemmän matalien taajuuksien tärinää. Pystysuuntaisten tärinämittausten tulokset sijoituspaikassa 1 (Kuva 24) ja sijoituspaikassa 2 (Kuva 25) ovat lähes samanlaiset. Tärinämittauksen mittaustuloksista voidaan todeta paikan 1 ja paikan 2 soveltuvan molempien tärinän puolesta FE-SEM-laitteen sijoituspaikaksi. Sijoituspaikka 1 on kuitenkin hieman parempi paikka vähäisemmän tärinän perusteella.



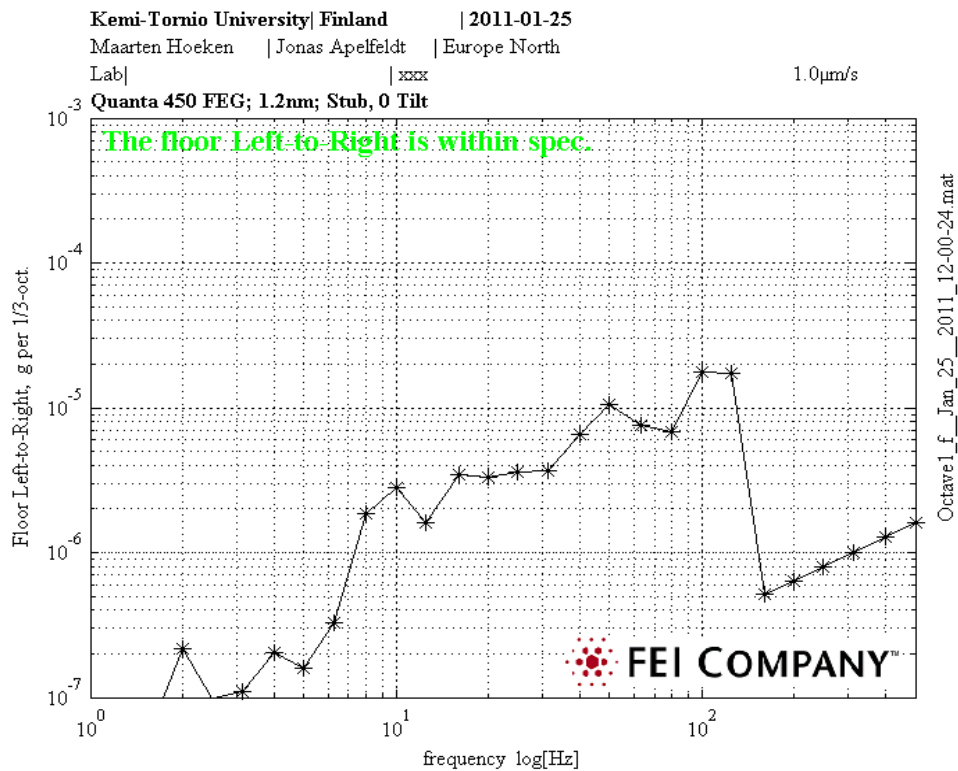
Kuva 20. Lattian tärinä eteen-taakse-suunnassa sijoituspaikassa 1 /3, s.3/



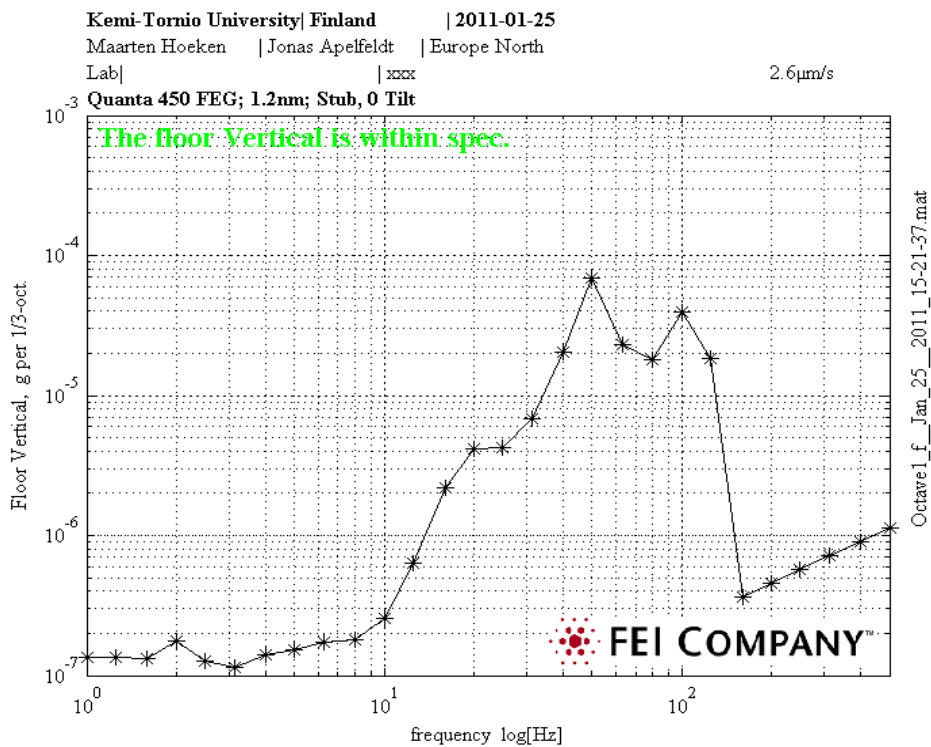
Kuva 21. Lattian tärinä eteen-taakse-suunnassa sijoituspaikassa 2 /4, s.3/



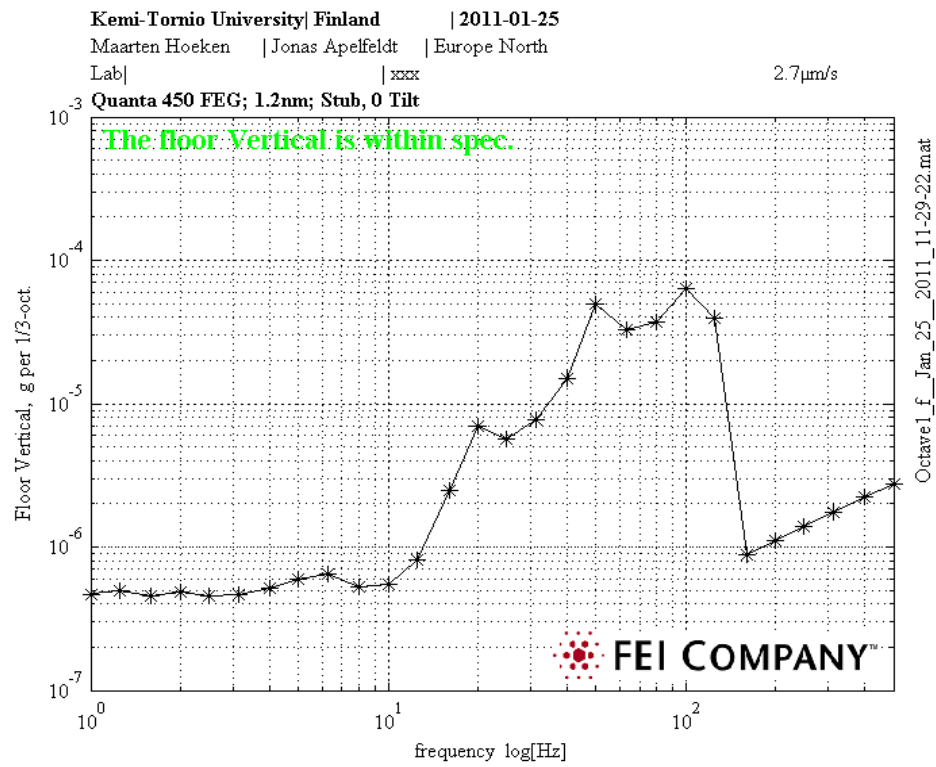
Kuva 22. Lattian tärinä vasen-oikea-suunnassa sijoituspaikassa 1 /3, s.4/



Kuva 23. Lattian värinä vasen-oikea-suunnassa sijoituspaikassa 2 /4, s.4/



Kuva 24. Lattian värinä pystysuunnassa sijoituspaikassa 1 /3, s.5/



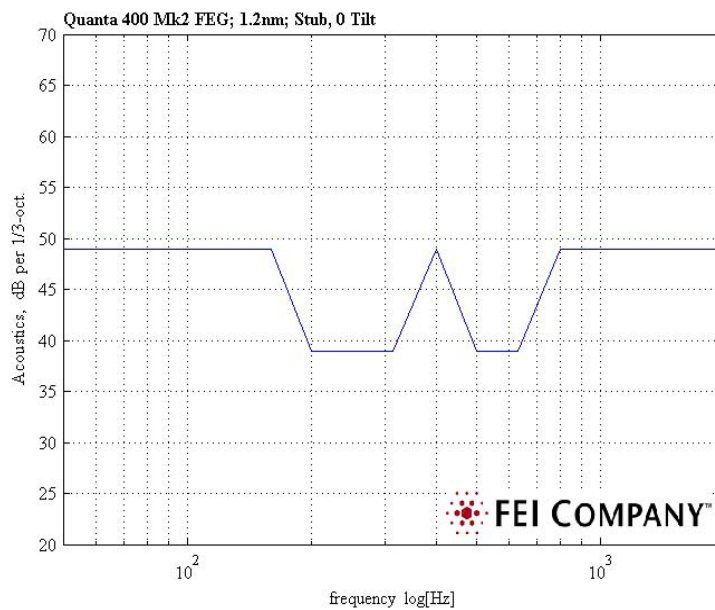
Kuva 25. Lattian tärinä pystysuunnassa sijoituspaikassa 2 /4, s.5/

3.5. Laboratorion akustisen värähtelyn mittaus

Akustisen melutason pitää olla mahdollisimman alhainen. Seuraavat suositukset auttavat saavuttamaan mahdollisimman hiljaisen tilan.

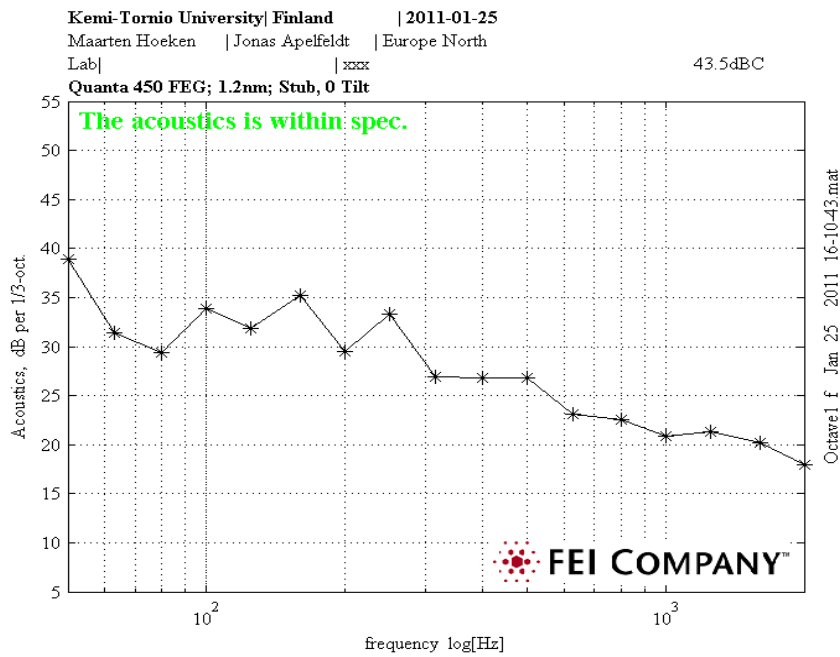
- Päällystetään lattia ja tarvittaessa myös seinät lyhytnukkaisella matolla, joka on öljyä ja kemikaaleja läpäisemätön, palamaton ja helppo puhdistaa.
- Yksi tai kaksi vastakkaista seinää päällystetään akustisesti vaimentavalla materiaalilla.
- Ilmanvaihdon pitää olla hiljainen

Akustisen värähtelyn mittaus suoritetaan erityisellä mittalaitteella. Laitetoimittajan määrittelemää graafista spektrin kuvaa (Kuva 26) verrataan sitten tähän mittaustulokseen.

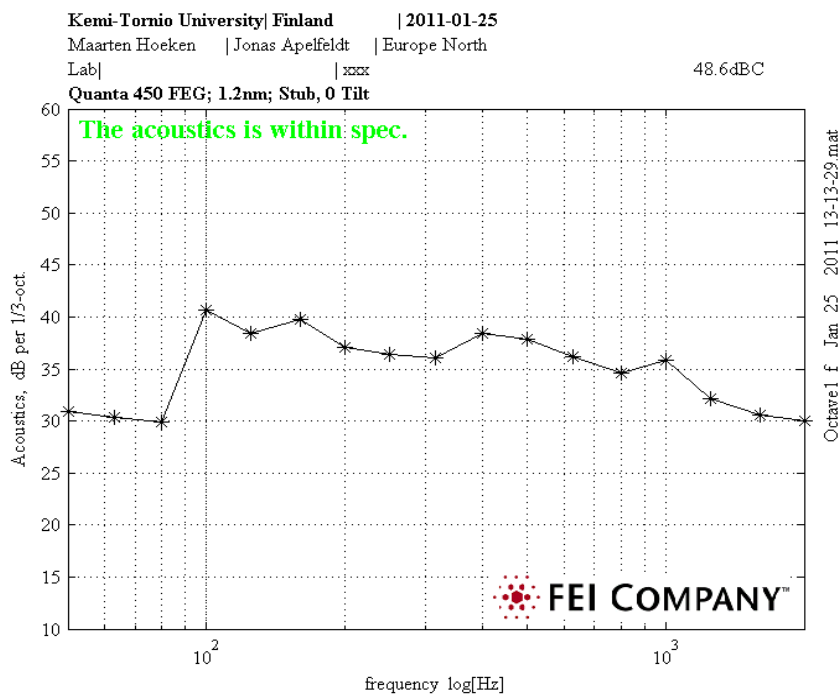


Kuva 26. Akustisen kohinan suuntaviiva /2, s.3-8/

Laitetoimittajan uusimmassa 2011 käyttöön otetussa mittalaitteessa tietokoneohjelmisto suorittaa vertailun automaattisesti ja hyväksyy tai hylkää paikan. Vertailusta voidaan todeta sijoituspaikkojen 1 ja 2 olevan akustisen kohinan suhteen raja-arvojen alapuolella (Kuva 27 ja Kuva 28).



Kuva 27. Mitattu akustinen kohina sijoituspaikassa 1 /3, s.6/



Kuva 28. Mitattu akustinen kohina sijoituspaikassa 2 /4, s.6/

3.6. Laboratorion ilmavirran mittaus

FEI:n elektronimikroskooppi on suunniteltu toimimaan ilman jäähdytysvettä. Kuitenkin paikassa, jossa on määriteltyä suurempi ilmavirtaus, tarvitaan vesijäähdytys eliminoimaan objektiivin liike. Vältetään sijoittamasta mikroskooppia suoraan ilmavirtauksen kohdalle, esimerkiksi avattavan ikkunan tai ilmanvaihtokanavan kohdalle. Jos epäillään ilmavirtauksen olevan mikroskoopilla liian suuri, mitataan ilmavirtaus mikroskoopin objektiivin ympäristöstä kaikkiin suuntiin. Sopiva ilmavirtausmittari on TESTO 405-V1. Ilmavirtauksen rajaksi on määritelty mikroskoopin objektiivin vieressä $< 5\text{m/min}$. Jos ilmavirtaus on suurempi kuin $> 5\text{m/min}$ tarvitaan vesijäähdytys, joka pitää objektiivin liikkeen $< 20\text{nm/min}$. Ilmavirta on testauslaboratoriossa $< 5\text{m/min}$, joten vesijäähdytystä ei tarvita.

3.7. Sijoituspaikan valinta olosuhdemittausten perusteella

Kaikkien mittausten suoritusten jälkeen voitiin todeta laboratorion soveltuvan erittäin hyvin FE-SEM:n sijoituspaikaksi. Laite voidaan asentaa kahteen mahdolliseen sijoituspaikkaan 1 ja 2, mutta magneettikenttien mittausten perusteella laitetoimittaja suosittelee sijoituspaikkaa 1. Sijoituspaikka 3 hylättiin jo mittausvaiheessa, eikä siihen tehty kaikkia olosuhdemittauksia. Laitetoimittajan mukaan laitetta ei ole tarpeen ankkuroida lattiaan. Kiinteitä väliseiniä ei tarvita, mutta päädytään asentamaan siirrettävät väliseinät erottamaan tila muusta laboratoriosta. Päädytään myös purkamaan sijoituspaikan tieltä pois laboratoriossa sijaitseva vetokaappi ja vesipiste tiskipöytineen. Nämä ovat käyneet tarpeettomaksi, näytteenvalmistuksen siirryttyä eri tilaan.

4. MUUTOSTYÖT, LIITÄNNÄT JA ASENNUS

Testauslaboratorion suunnitteluvaiheessa on jo huomioitu, että FE-SEM-laite voidaan tulevaisuudessa hankkia. Tämän varautumisen vuoksi muutostöiden osalta selvittiin melko pienin muutoksin ja kohtuullisin kustannuksin verrattuna moneen muuhun paikkaan. FE-SEM-laitteen sijoituspaikaksi valittiin paikka 1 (Kuva 29), jossa sijaitsee Leican materiaalimikroskooppi lisälaitteineen. Lisäksi sijoituspaikan nurkassa on vetokaappi ja vesipiste tiskialtaineen. FE-SEM tarvitsee toimiakseen sähköliitännän, paineilmailiitännän ja typpikaasuliitännän. Muutostöiden ja liitännöjen osalta laboratoriossa jouduttiin käyttämään monenlaista ammattimiestä paikanpäällä.



Kuva 29. Sijoituspaikka ennen ja jälkeen asennuksen

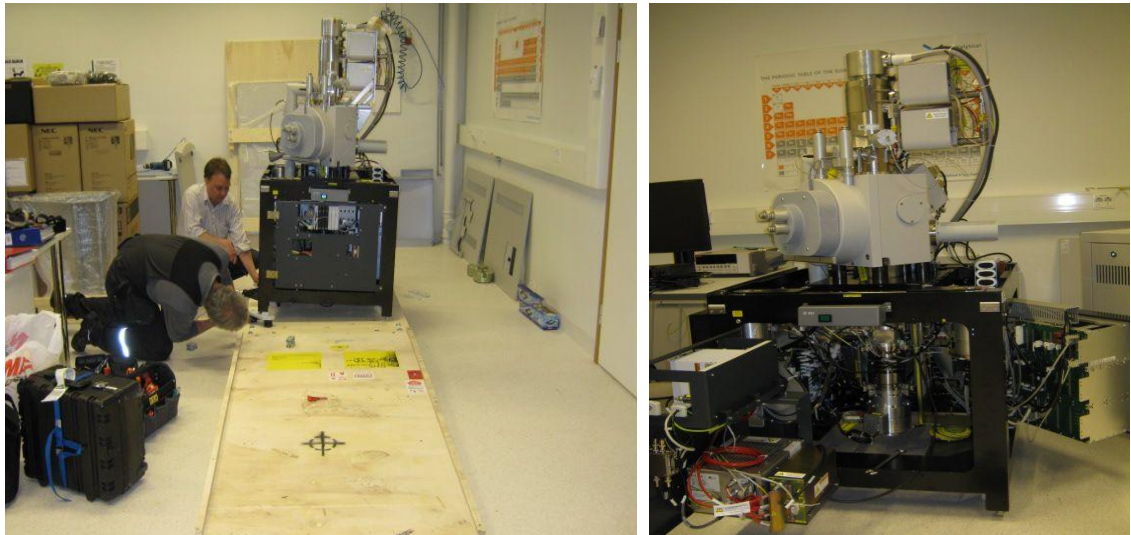
4.1. Fyysinen sijoittelu

FE-SEM-laitteen kuljettaminen sisään laboratorioon vaatii vähintään 1150 x 2000 mm aukon. Laboratoriossa on varauduttu isojen laitteiden siirtoon ja ulkoseinällä on tätä varten tarpeeksi isot pariovet. Laboratorion laitteiden sijoitteluun suunniteltiin muutoksia FE-SEM:n tulevan sijoituspaikan mukaisesti. FE-SEM:n fyysiset mitat ovat mikroskoopin osalta 870x1030x1690 mm ja paino 530 kg. Erillisen sähköyksikön mitat ovat 800x650x900 mm ja paino 139 kg. Lisäksi FE-SEM-laitteiston yhteydessä on kaksi erillistä vakuumpumppua. EDS tarvitsee myös oman tilansa ohjainyksikölle ja erilliselle

tietokoneelle. Valmistajan ohjeiden mukaisesti täytyi varata mikroskoopille ja EDS:lle yhteensä 3500 x 3300 mm suuruinen tila.

Leican materiaalmikroskooppi siirrettiin eri kohtaan laboratoriotilaa. Vetokaappi purettiin ja siirrettiin toiseen laboratoriotilaan näytteenvalmistuksen käyttöön. Vesipiste tiskialtainen purettiin kokonaan pois käytöstä. Testauslaboratoriossa on ulkoseinällä isot pariovet, joten laitteistolähetys saadaan siirrettyä rekasta laboratorioon trukin ja pumppukärkyjen avulla kohtuullisella vaivalla (Kuva 30).

Mikroskooppilaitteisto, ohjauspöytä ja sähköyksikkö sijoitettiin metrin irti seinästä, jotta taakse jää kulkutila huoltoa varten. Vakuumpumpuista lähtee käytössä jonkin verran ääntä. Vakuumpumput sijoitettiin tämän vuoksi seinän takana olevaan valmiiksi äänieristettyyn tilaan. Äänieristetyssä tilassa sijaitsee ennalta olosuhdekaappi ja varastohyllyt. Tässä tilassa ei yleensä työskennellä pitkiä aikoja. Seinään tehtiin kaksi läpivientireikää sopivalle kohdalle vakuumiletkuja ja pumppujen sähköliitäntöjä varten. Vakuumpumpuille tehtiin koroke, jonka päällä sijaitessaan öljyt on helpompi vaihtaa. Vakuumpumppujen poistoilmaletku kytkettiin ilmastoinnin poistoventtiiliin.



Kuva 30. Quanta FEG450 asennusvaihe

4.2. Typpikaasuliitäntä

FEI suosittelee käytettävän typpikaasua kammion alipaineistukseen. Typpikaasun vesipitoisuus saa olla korkeintaan 10ppm eli 0,001%, joten käytetään puhtausluokaltaan 99,999%:n typpikaasupulloa. Testauslaboratorioon on asennettu valmiiksi jo rakennusvaiheessa typpikaasulinjasto, joka ei kuitenkaan ole ollut käytössä. Testauslaboratoriossa oli kuitenkin vain yhden typpikaasun liityntäpiste, joka sijaitsi liian kaukana FE-SEM:n sijoituspaikasta. Typpilinjasta vedettiin uusi putkihaara FE-SEM:ä varten, johon asennettiin myös sulkuventtiili, paineensäädin ja painemittari.

Typpilinjan ongelmaksi havaittiin vuotaminen. Ensimmäinen typpipullo tyhjeni muutamassa päivässä ja vuotokohtia korjattiin. Lisäksi koko typpilinja käytiin läpi vuodonilmaisimella. Toinen typpipullo tyhjeni kahdessa viikossa, joten typpilinjaa jouduttiin korjaamaan toisen kerran. Normaalisti typpipullo kestää 3-6 kk. Painemittarin tulee osoittaa painetta nollasta 1-2 bar:n saakka 0,1 bar:n tarkkuudella. Kaasupullo sijaitsee kaasukeskushuoneessa, johon pääsee vain ulkokautta. Kaasulinjan lähtöpainetta kaasukeskukselta ei voida säätää, joten linjassa on pullon antama paine. Laitteelle tulevan typpikaasun paineeksi säädetään paineensäätöventtiilillä 0,1 bar. Käytettävissä oleva paineensäädin todetaan liian karkeaksi 0,1 bar:n säätöön, joten päätetään vaihtaa tilalle herkempisäätöinen paineensäädin. Suuremmilla paineilla detektorien lasit voivat rikkoontua.

Typpikaasun loppuminen ei estä laitteen käyttöä, vaan typpiliitäntä voidaan irrottaa. Tätä ei kuitenkaan voida suositella, koska se lyhentää filamentin toiminta-aikaa. Typpikaasun loppuminen havaitaan siitä, ettei kammion luukku avaudu vent-toiminnosta huolimatta. Kammio ei saa korvauskaasua tyhjiön purkamiseksi.

Typpikaasun vuotaminen linjassa tapahtui monessa eri huoneessa ja hyvin pieninä määrinä, eikä siitä ollut ihmisille haittaa. Laboratoriotilat ovat isot ja hyvin ilmastoidut, joten pienistä määrästä laitteesta vapautuvaa typpikaasua siitä ei aiheudu haittaa terveydelle.

4.3. Sähköliitäntä

Laitetoimittaja FEI toimittaa laitteen ilman pistotulppaa, koska eri maissa on erilaiset sähköliitäntäasiat. Laitteen käyttöjännitteen vaatimuksena on $230\text{ V} \pm 10\%$ ja 50/60 Hz. Sulakekooksi määritellään 15-20A, joten päädytään käyttämään 16A automaattisulaketta. Laitteen kytkennässä käytetään 3-johdin pistotulppaa, jota ei ole mahdollista kytkeä rasiaan eri päin eli normaali maadoitettu pistotulppa ei käy. Nolla- ja vaihejohdin on oltava kytkettynä oikein päin, jotta vakuumpumput pyörivät oikeaan suuntaan. EDS-laitteiston komponentit saavat käyttöjännitteensä FE-SEM:n jännitteenjakopisteestä. On huomioitava, että kaikki laitteet tietokoneineen tulisi olla kytkettynä samaan sähköryhmään häiriöiden estämiseksi. Laitteeseen täytyy kytkeä myös erillinen maadoitusjohdin. Tämä johdin on oltava kytkettynä aina. Erityisesti se on tarpeellinen sähkökatkostelessa.

4.3.1. Sähkökatkokseen varautuminen

Laitteessa on akkuvarmenteinen sisäinen vakuumpumppu, joka pitää elektronitykin kammion alipaineistettuna myös sähkökatkostelessa. Tämä akku riittää pitämään vakuumpumppua päällä 12-48 tuntia. Sähkökatkostelessiin varauduttiin järjestämällä hälytys sähkökatkoksista kiinteistöhuollon matkapuhelimeen ja tekemällä selkeä ohje uudelleenkäynnistystä varten. Sähkökatkoksen havainnoimiseksi asennetaan ryhmäkeskukseen laitteen automaattisulakkeen yhteyteen lisälaite, jolla saadaan hälytys kiinteistön automaatiojärjestelmään. Tämä järjestelmä antaa hälytyksen kiinteistöhuollon päivystäjälle tekstiviestinä ”mikroskooppi sähkökatko”. Päivystäjä lähettää viestin eteenpäin laboratorion henkilökunnalle ja käynnistää tarvittaessa laitteiston uudelleen ohjeiden avulla (Liite 1). Kiinteistöautomaatiojärjestelmän uusimisen jälkeen tekstiviestit saadaan suoraan hälytystelessa laboratorion henkilökunnalle.

4.4. Paineilmaliitäntä

Testauslaboratoriossa on valmiina paineilmaverkosto, ja paineilmaliitäntä FE-SEM-laitteeseen saadaan valmiiksi asennetusta paineilmaliitäntäpisteestä. Laitteeseen kytketään paineilma 8 mm:n letkulla. Paineilman öljypitoisuus ei saa ylittää 0,08 mg/m. Paineen syötön laitteelle tulee olla säädettyä 4,5–5,5 bar:n. Paineilman avulla pidetään elektronimikroskooppia eräänlaisen ilmapatjan päällä. Paineilmaverkostossa satunnaisesti ilmenevistä paineilmakatkoista ei ole haittaa. Laitetta ei kuitenkaan voida käyttää ilman paineilmaa. Laitetta ei myöskään suositella pidettävän sellaisessa paineilmaverkostossa, jossa paineilmakompressori sammutetaan öisin ja viikonloppujen ajaksi. Paineilmaliitäntäpisteessä oli kytkettynä myös paineilmapistooli. Se jouduttiin kuitenkin poistamaan, koska paine aleni hetkellisesti sitä käytettäessä niin paljon, että paineen alenemisen vuoksi mikroskooppille ei riittänyt tarpeeksi painetta. Tästä aiheutui turhaan hälytyksiä ja räsitusta laitteelle.

4.5. Verkkoyhteydet ja tietokoneet

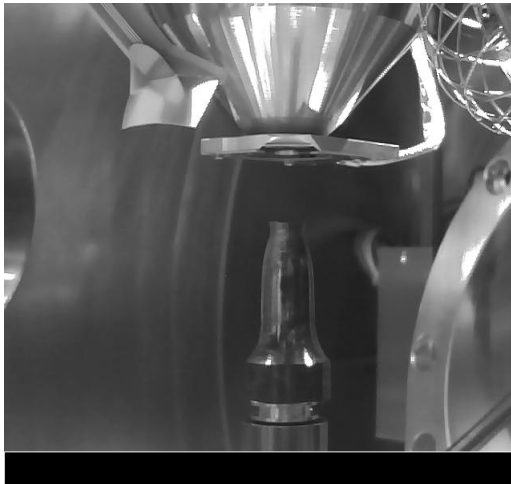
Elektronimikroskoopin yhteydessä on kaksi erillistä tietokonetta. Toinen tietokone toimii mikroskoopin ohjaintietokoneena ja toinen tukitietokoneena kuvien talletusta sekä raportointia varten. Ohjaintietokone voidaan liittää tukitietokoneeseen vain tietyin ehdoin. Yhteysprotokollaksi hyväksytään vain TCP/IP, IPX/SPX tai NETBEUI. Ohjaintietokoneeseen ei saa asentaa mitään ohjelmistoja, kuten antivirusta, Microsoft Officea jne. Kaikki automaattiset päivitykset ovat estettyinä ja windows-päivityksen tekee vain FEI:n edustaja.

Ohjaintietokoneen pääkäyttäjäoikeuksia ei ole asiakkaalla eikä sen IT-tuella. Tukitietokoneelle tallennetaan suoraan mikroskooppiohjelmistosta saatavat kuvat. Tämä tukitietokone on liitettynä normaalisti verkkoon. Testauslaboratoriossa oli valmiina vaatimuksiin sopiva verkkoyhteys. Ohjaintietokoneen käytössä on kaksi näyttöä ja tukitietokoneen käytössä yksi näyttö. Lisäksi järjestelmään kytketään vielä kolmanneksi EDS:n erillinen tietokone näyttöineen. Nämä tietokoneet saadaan kuitenkin toimimaan

erityisen yhdistelmäpalvelimen avulla siten, että ne toimivat yhdellä hiirellä ja näppäimistöllä. Hiiren kursori voidaan siirtää suoraan toisen tietokoneen näytölle.

5. FE-SEM NÄYTTEET

FE-SEM- ja EDS-laitteilla tutkittavat näytteet täytyy valmistella kuvauksia varten. Näytteenvalmistuksella on tärkeä rooli kuvausten ja materiaalianalyysin onnistumisessa. Näyte pyritään saamaan johtavaksi, jotta se ei varaudu elektronien pommituksessa. Lisäksi on huomioitava näytteen fyysinen koko, materiaalin sopivuus mikroskoopille ja kontaminaation välttäminen. Näytteeseen jäävä lika irtoaa elektronien pommituksessa ja aiheuttaa filamentin toiminta-ajan lyhentymistä ja kammion likaantumista. Näytteet asetetaan näytekammioon erilaisten näytepitimien avulla (Kuva 31). FE-SEM-näytteet valmistellaan materiaalienkohtaisten näytteenvalmistusohjeiden mukaisesti.



Kuva 31. Murtopintanäyte kammion sisällä näytepitimessä

5.1. Näytteen fyysinen koko

Quanta FEG450:n näytepöydän maksimi liike on $-50...+50$ mm, joten tutkittava alue kannattaa asetella mahdollisimman keskelle. Näyte voi olla hieman isompi kuin näytepöytä, mutta silloin ei ole mahdollista liikuttaa maksimiliikettä. Näytteen maksimipaino on 2000g. Näytepöytä liikkuu X- ja Y-suuntaan $-50...+50$ mm, Z-suuntaan $0...+60$ mm, sitä voidaan pyörittää 360° ja kallistaa $-5...+70^\circ$. Näytepöytää voidaan liikuttaa ohjelmiston kautta tai manuaalisesti pyöritettävistä ruuveista.

5.2. Näytteen valmistelu

Joitakin näytteitä kuten metallien murtopintoja voidaan tutkia sellaisenaan ilman varsinaista näytteenvalmistusta. Tutkittaessa näytekappaletta sellaisenaan on näyte puhdistettava huolellisesti alkoholilla ja puhallettava kuivaksi lämpöpuhaltimella. Näytteen puhdistuksessa suositellaan käytettävän ultraäänipesuria. Näyte kiinnitetään näytepitimeen kaksipuoleisen hiiliteipin avulla johtavuuden saavuttamiseksi.

5.3. Nappinäytteen valmistus

FE-SEM:llä tutkittava näyte on oltava pinnaltaan mahdollisimman tasainen ja kiiltävä. Näyte valetaan tarkoitukseen sopivaan johtavaan valuaineeseen, esimerkiksi Struers Polyfast. Näytteen korkeuden on oltava mahdollisimman matala 5-10 mm johtavuuden takaamiseksi pinnasta pohjaan. SEM-näytteet hiotaan ja kiilloitetaan materiaalikohtaisten näytteenvalmistusohjeiden mukaisesti. Näytteet voidaan pinnoittaa johtavuuden saavuttamiseksi kulta-, palladium- tai hiilikerroksella.

5.4. Näytteen säilytys

FE-SEM-näytteet on säilytettävä typpikaapissa tai eksikaattorissa likaantumisen ja oksidoitumisen estämiseksi. Poikkeustilanteessa voidaan näyte kääriä folioon tai säilyttää folioidussa näyterasiassa.

5.5. Näytteen puhtaus

Näytteiden ja näytteenpitimien puhtaus vaikuttaa suoraan filamentin käyttöikään. Näytekammioon vältetään joutumasta mitään epäpuhtauksia. Näytteitä käsiteltäessä ja vaihdettaessa käytetään aina puhtaita puuterioimattomia nitrilikäsineitä. Näytteet puhdistetaan alkoholissa ultraäänipesurilla ja huuhdellaan vielä alkoholilla ennen kammion asettamista. Näytteet puhalletaan kuivaksi lämpöpuhaltimella tai typpikaasulla. Paineilmaa

ei saa käyttää. Näytteenpitimet säilytetään typpikaapissa ja niitä käsiteltäessä käytetään puuterioimattomia nitrilikäsineitä.

6. PERUSKÄYTTÖ

Laitteen peruskäyttöön on laadittu suomenkielinen ohje (liite 4), jonka mukaisesti pystyy kuvaamaan perusnäytteet. Perusohjeen ja lyhyen opastuksen avulla voidaan aloittaa laitteen käyttö turvallisesti. Herkkä laite voi rikkoontua helposti virheellisestä käytöstä johtuen. Perusohjeen avulla pystyy käyttämään mikroskooppia pitkänkin tauon jälkeen.

6.1. Ennen kuin aloitat

Elektronimikroskooppia pidetään käynnissä koko ajan, joten sitä ei tarvitse erikseen käynnistää. Laitteeseen liitetyt ulkopuoliset vakuumpumput toimivat automaattisesti tarpeen mukaan. Näiden vakuumpumppujen öljymäärä ja väri on kuitenkin tarkastettava ennen jokaista käyttökertaa. Tyypilinja avataan venttiilistä ja tarkastetaan onko paineilmaverkostossa painetta.

6.2. Lopetus

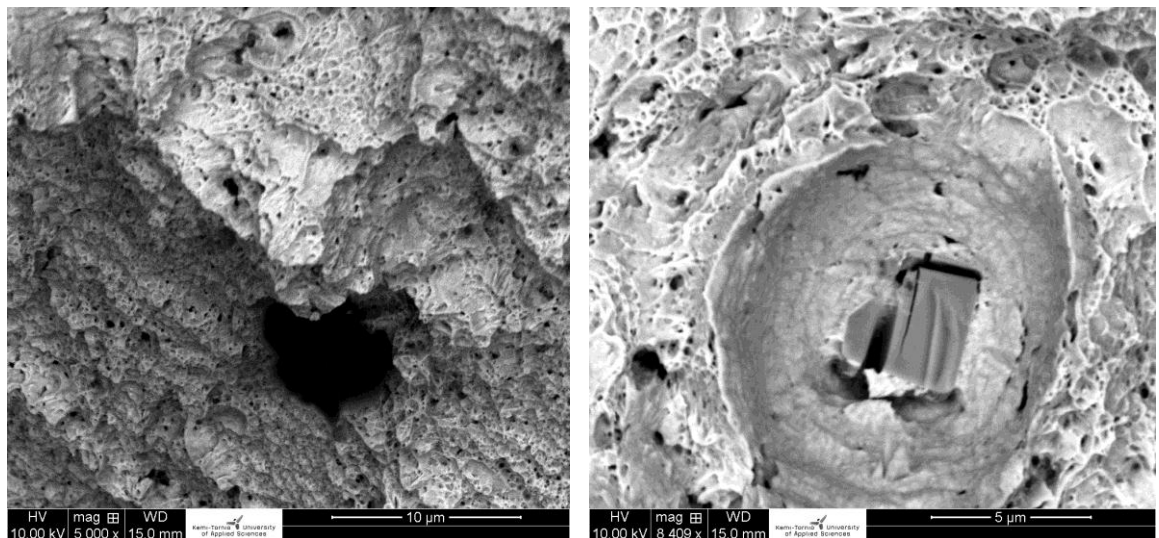
Laitetta ei koskaan sammuteta vaan se on päällä jatkuvasti ympäri vuoden. Lopetettaessa työt laitetaan ”beam” pois päältä, ajetaan näytepöytä ala-asentoonsa ja näyte poistetaan kammioista. Suljetaan kammio työntämällä kansi kiinni ja pumpataan takaisin kammioon alipaine. Tietokoneet ohjelmiseen jätetään myös päälle, jolloin näytöt menevät näytönsäästötilaan. EDS-ohjelmisto NSS sammutetaan, jotta detektori menee pois päältä. EDS-analysointia ja jäähdytysyksikköä ei tarvitse sammuttaa. Jos laitteisto joudutaan sammuttamaan tilapäisesti jostain syystä, toimitaan erillisen sammutusohjeen mukaisesti (Liite 3).

7. KOEKUVAUKSET

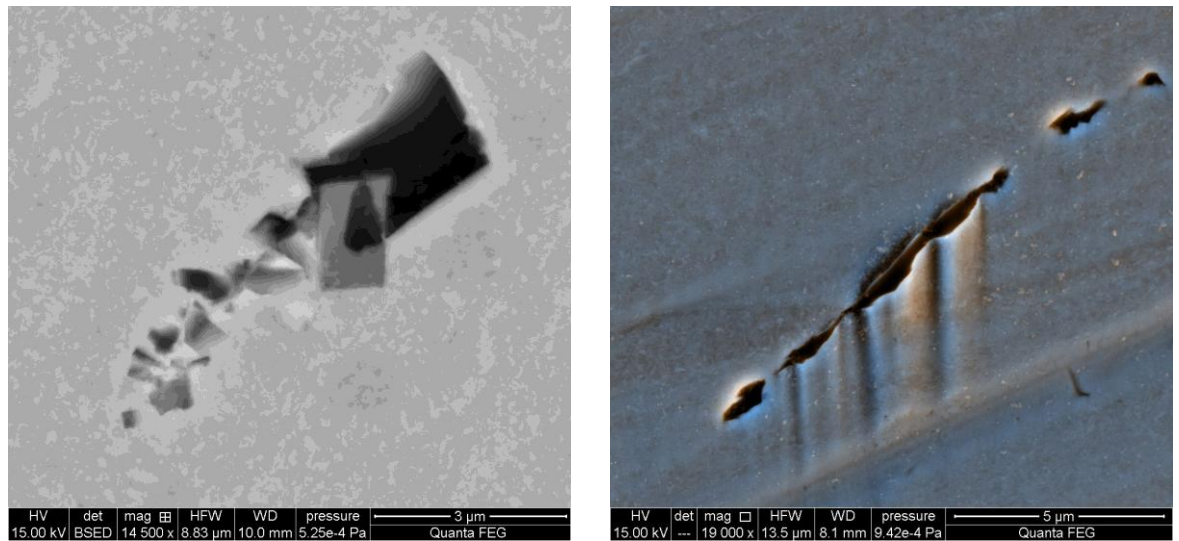
Quanta FEG450 FE-SEM:n ja Thermo EDS:n käyttöönoton yhteydessä tehtiin laiteasentajan toimesta koekuvauksia standardinäytteillä. Näillä varmistettiin laitteen vaatimusten mukainen toiminta. Lisäksi tehtiin kuvauksia omilla testinäytteillä ja asiakasnäytteillä.

7.1. FE-SEM kuvat

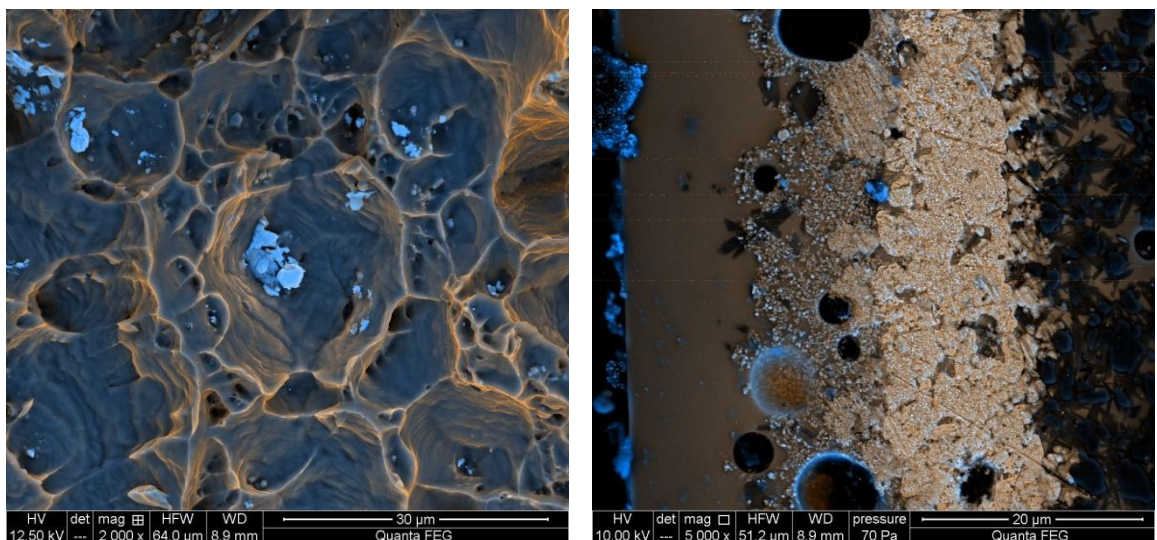
FE-SEM:llä saadaan kuvattua erilaisia pintoja ja pinnan rakenteita erittäin suurilla suurennoksilla. Valomikroskoopilla pystytään kuvaamaan korkeintaan 2000-kertaisilla suurennoksilla. Kun halutaan nähdä pintojen rakenteita tätä tarkemmin turvaudutaan elektronimikroskopiaan. Elektronimikroskopian avulla pystytään esimerkiksi toteamaan murtumapinnasta (Kuva 32) murtuman tyyppi tai nähdään materiaalin rakenteen muodostuminen ja poikkeamat (Kuva 33). Materiaalissa kiinnostaa kuvauksen lisäksi usein myös pinnan alkuaineet sekä niiden jakautuminen ja sekoittuminen materiaalissa (Kuva 34).



Kuva 32. Teräksen murtopinta



Kuva 33. Ruostumattoman teräksen sulkeumat

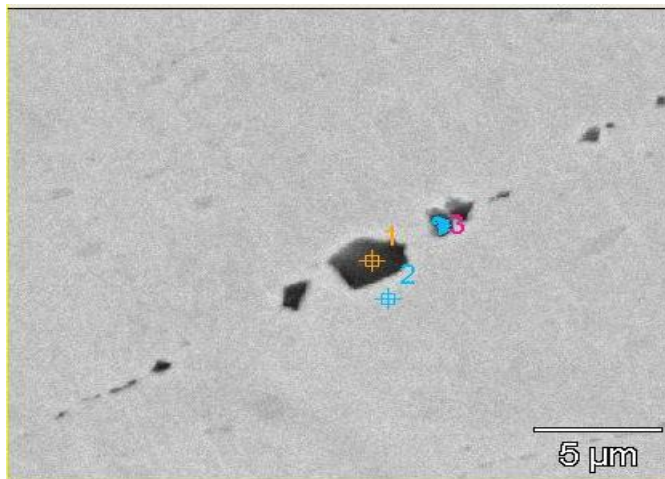


Kuva 34. Alumiinin murtumapinta ja LTCC-materiaalin poikkileikkaus

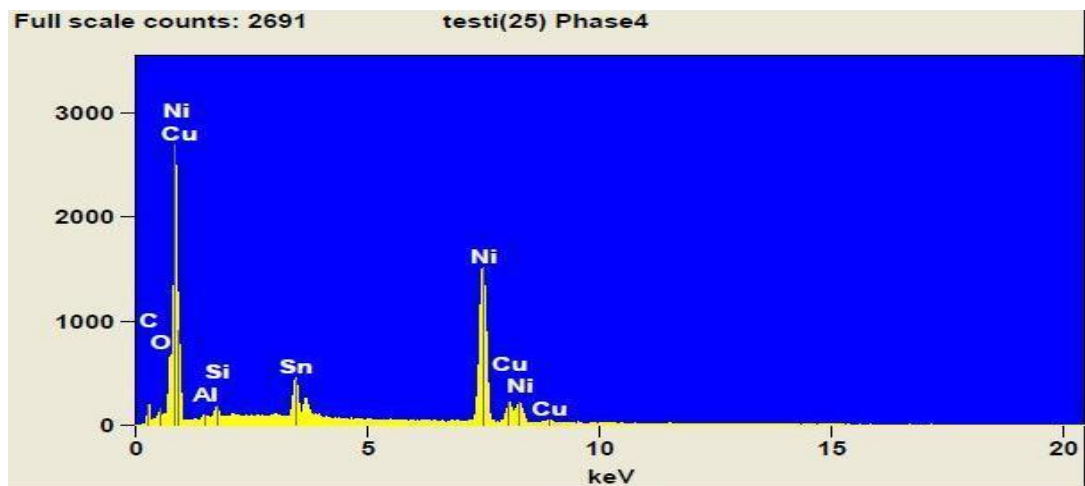
7.2. EDS kuvat

FE-SEM kuvauksen avulla haetaan haluttu kohta ja suurennos alkuaineanalyyysiin. Tämän jälkeen EDS:n ohjaustietokoneen avulla saadaan automaattisesti sama kuva alkuaineanalyyysiä varten NSS-ohjelmistoon. Kuvasta voidaan nyt valita työkalujen avulla analysoitavat pisteet tai alueet (Kuva 35). Alkuaineanalyyysin jälkeen saadaan tulokseksi kvalitatiivinen alkuainejakauma (Kuva 36) ja kvantitatiivinen alkuainejakauma (Kuva 37). Ohjelmiston antamaan kvantitatiiviseen alkuainejakaumaan tulee aina suhtautua kriittisesti

ja on osattava tulkita tuloksia oikein. Luotettavin tulos saadaan kun countseja eli laskettuja yksiköitä on mahdollisimman paljon. Tuloksia voidaan myös visualisoida alkuainekarttojen avulla (Kuva 38).



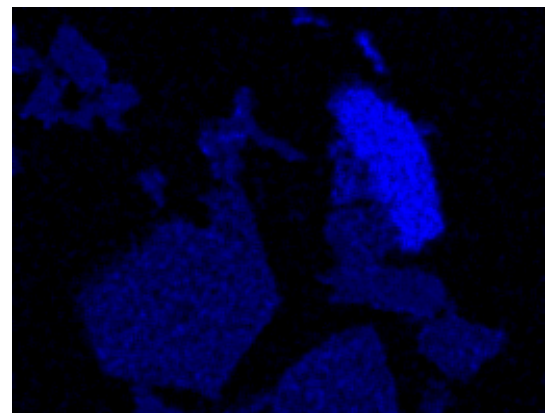
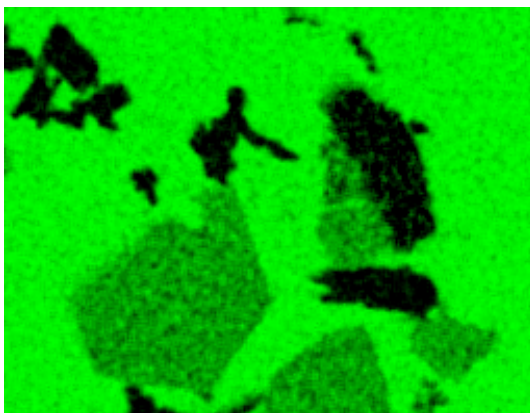
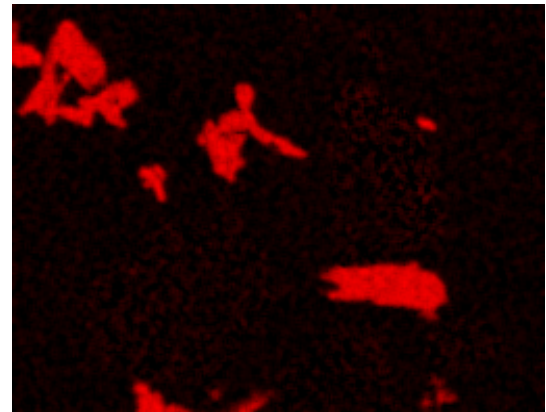
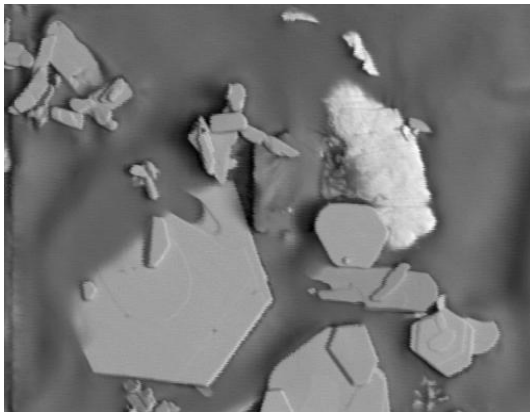
Kuva 35. Analysoitavaksi valitut pisteet ja alue



Kuva 36. EDS-alkuaineanalyysin kvalitatiivinen tulos

<i>Element Line</i>	<i>Weight %</i>	<i>Weight % Error</i>
<i>C K</i>	14.79	+/- 0.55
<i>O K</i>	2.69	+/- 0.22
<i>Al K</i>	0.53	+/- 0.08
<i>Si K</i>	1.28	+/- 0.13
<i>Si L</i>	---	---
<i>Ni K</i>	60.40	+/- 0.69
<i>Ni L</i>	---	---
<i>Cu K</i>	8.89	+/- 0.59
<i>Cu L</i>	---	---
<i>Sn L</i>	11.42	+/- 0.47
<i>Sn M</i>	---	---
<i>Total</i>	100.00	

Kuva 37. EDS-alkuaineanalyysin kvantitatiivinen tulos



Kuva 38. EDS-alkuaineanalyysin tuloksena alkuainekartat

8. HUOLTO

FE-SEM:n takuuajan huollot tekee ensimmäisen kahden vuoden aikana FEI:n edustaja. Vuosihuollon yhteydessä tehdään suurin osa huolloista tulevaisuudessakin, mutta joitakin manuaalin mukaisia huoltoja ja toimenpiteitä voidaan tehdä jatkossa itse.

8.1. Vakuumpumput

Elektronimikroskooppilaitteistoon kuuluu kaksi ulkopuolista vakuumpumppua, jotka toimivat automaattisesti tarpeen mukaan. High vacuum-moodissa toimii yksi pumppu ja Low vacuum-moodissa kaksi pumppua. Näiden pumppujen öljynpinta ja öljyn väri tarkastetaan ennen jokaista käyttökertaa. Mikäli öljyn pinta on vajaa, lisätään öljyä. Mikäli öljyn väri on muuttunut kirkaankeltaisesta ruskeaksi, vaihdetaan öljyt pumpuista. Vakuumpumppujen öljyt vaihdetaan joka tapauksessa noin puolen vuoden välein. Öljynvaihto suoritetaan aina vuosihuollon yhteydessä huoltoinsinöörin toimesta ja toisen kerran käyttäjän toimesta. Vakuumpumpuissa voidaan käyttää vain tietyntyyppistä vakuumpumppuöljyä Edwards Ultra Grade 19 OIL.

8.2. Kammio

Näytekammioon näytteitä laitettaessa ja poistettaessa käytetään aina puhtaita nitriliikäsineitä. Näytteissä tai näytepitimissä ei saa olla mitään epäpuhtauksia. FE-SEM:llä työskennellessä käytetään laboratoriotakkia. Näillä toimenpiteillä vähennetään huomattavasti kammioon joutuvien epäpuhtauksien määrää. Likaantumisen estäminen on aina helpompaa kuin puhdistaminen. Kammiota voidaan puhdistaa puhdistaliliinoilla, joista ei irtoa hiukkasia. Myös näytekammion luukkua ja siinä olevaa tiivistettä puhdistetaan säännöllisesti. Yksi hius näytekammion luukun tiivisteessä aiheuttaa vuodon ja estää tyhjiön muodostumisen kammioon. Kammion likaantumisen estämiseksi

kammioon syötetään automaattisesti typpeä, kun alipainetta löysätään. Muuten alipaineen vaihtuessa normaali ilmanpaineeksi paine-ero vetäisi pölyistä huoneilmaa kammion sisään.

8.3. Filamentti

Filamentti eli elektronilähde joudutaan vaihtamaan noin kahden vuoden välein. Filamentin vaihto on huomattavan iso kustannus , noin 20 000€, ja vaihtoväli riippuu laitteen käytöstä sekä näytteiden puhtaudesta. Käytettäessä paljon suurta spottikokoa ja jännitettä filamentti kuluu nopeammin. Filamentin virta näkyy ruudussa ja se on asennusvaiheessa 194 μ A. Virran noustessa käytön myötä pikkuhiljaa 250 μ A on aika vaihtaa filamentti. Filamentin vaihdon suorittaa FEI:n huoltoinsinööri.

9. YHTEENVETO

FE-SEM:n ja EDS:n toimitukseen, asennukseen ja käyttöönottoon liittyy monia huomioitavia asioita. Vaikka testauslaboratoriossa oli valmistauduttu moniin asioihin etukäteen, ei kaikkiin asioihin pystytty varautumaan. Työaika meni asennuksineen ja koulutuksineen kaikkiaan yhteensä noin kuukausi kahden kuukauden aikana. Asennuksissa ilmeni joitakin ongelmia liitännöiden ja tietoliikenneyhteyksien osalta. Asennuksien aikana testauslaboratorion asiakastöissä oli ruuhkaa ja lisäksi laboratoriossa kävi paljon ulkopuolisia vierailijoita. Tämä aiheutti laboratorioon melkoisen epäjärjestyksen ja ihmispaljouden asennusviikkojen aikana. Laitteet saatiin kuitenkin toimimaan ja käyttökuntoon aikataulun mukaisesti.

Olosuhdemittausten ja asennusten välissä olisi saanut olla pidempi ajanjakso, jotta lopullisesta sijoituspaikasta riippuvat asennukset ja purkutyö olisi saatu tehtyä ennen asennuksia. Lisäksi aikaa FE-SEM:n toimintaan ja käyttöön perehtymiseen ennen syventävää koulutusta olisi pitänyt olla enemmän.

Elektronimikroskopia on erityinen tutkimusmenetelmä, josta ei suomenkielistä materiaalia ole juurikaan saatavissa. Tämä opinnäytetyö liitteineen sisältää tietopaketin asennetuista laitteistoista ja niiden toimintaperiaatteista. Näiden avulla voidaan perehdyttää tulevaisuudessa muut käyttämään FE-SEM:iä ja EDS:ää. Liitteiden mukaisia ohjeistuksia päivitetään jatkossa käyttökokemusten ja tiedon karttuessa.

10. LÄHDELUETTELO

- /1/ Dufek, Martin, FEI Company, The Quanta FEG 450 User Operation Manual, FEI, 2010.
- /2/ FEI Company, Quanta FEG Mk2 Pre-installation, FEI, 2006
- /3/ Hoeken, Maarten, FEI Company, Site survey report position 1, FEI, 2011.
- /4/ Hoeken, Maarten, FEI Company, Site survey report position 2, FEI, 2011.
- /5/ Hurmalainen, Arto, Mikroanalytiikka esitys, Hosmed Oy, 2011.

LIITELUETTELO

- Liite 1 FE-SEM käynnistysohje kiinteistöhuollolle
- Liite 2 FE-SEM käynnistysohje henkilökunnalle
- Liite 3 FE-SEM sammutusohje
- Liite 4 FEI Quanta FEG450 ja Thermo EDS käyttöohje peruskäyttöön

LIITE 1.

Kemi  Tornion
ammattikorkeakoulu

TEKNIIKAN KOULUTUSYKSIKÖ



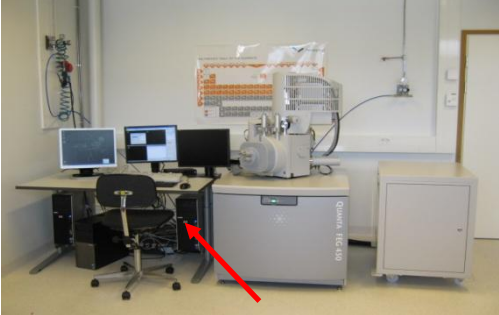
T&K TESTAUSLABORATORIO

FEI Quanta FEG450 käynnistysohje kiinteistöhuollolle



Kemi-Tornion ammattikorkeakoulu / tekniikka, T&K
Tietokatu 1, 94600 Kemi

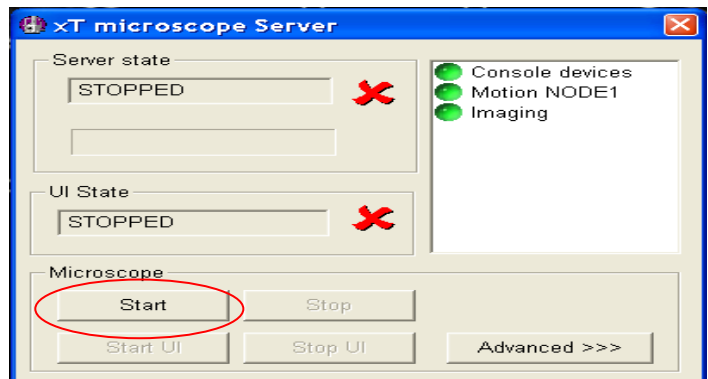
MIKROSKOOPIN KÄYNNISTYSOHJE SÄHKÖKATKOSTILANTEESSA

<p>LABORATORION HENKILÖKUNNALLTA SAA PUHELINTUKEA, JOS LAITE EI KÄYNNISTY.</p> <p>Laitteen sähkökatkon kestäessä yli 9 tuntia, laitteen kallis osa todennäköisesti vaurioituu.</p> <p><u>Ilmoita</u> myös laboratorion henkilökunnalle <u>aina</u> <u>sähkökatkoksesta</u>.</p>	<p>YHTEYSTIEDOT:</p> <p>Jaana Kauppi: *****</p> <p>Petri Ronkainen: *****</p>
<p>1. Tarkasta sähkökaapista RK1.5, että sulake ja vikavirtasuojakytkin 42 ovat yläasennossa.</p>	
<p>Kytke mikroskooppiin virta pääkytkimestä</p>	
<p>2. Käynnistä MICROSCOPE PC tietokone Tietokoneen tunnukset: USER: **** PASSWORD: ****</p>	

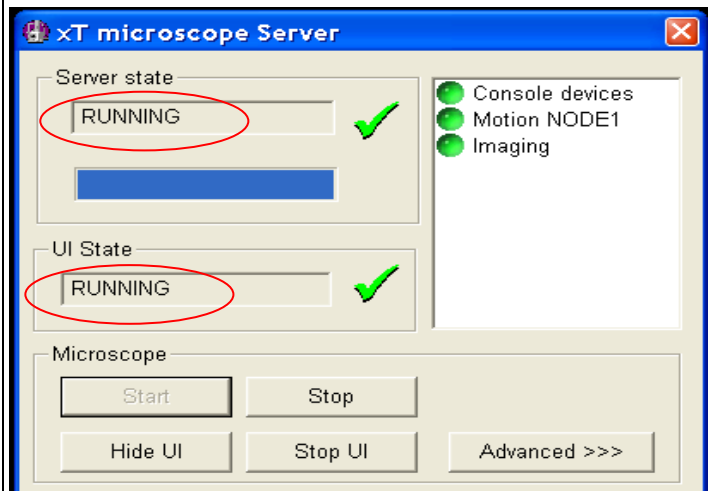
3. Käynnistä ohjelma XT
microscope server kuvakkeesta



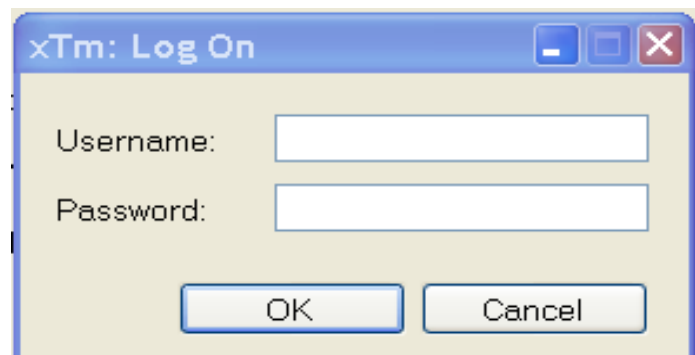
4. Käynnistä serveri painamalla
xT microscope Server taulun
Microscope Start painiketta.
Kaikki oikealla olevat vihreät
pallot tulee olla vihreitä.



5. Odota kunnes kaikki toiminnot
ovat käytettävissä **RUNNING**
tilassa eli EI harmaita.

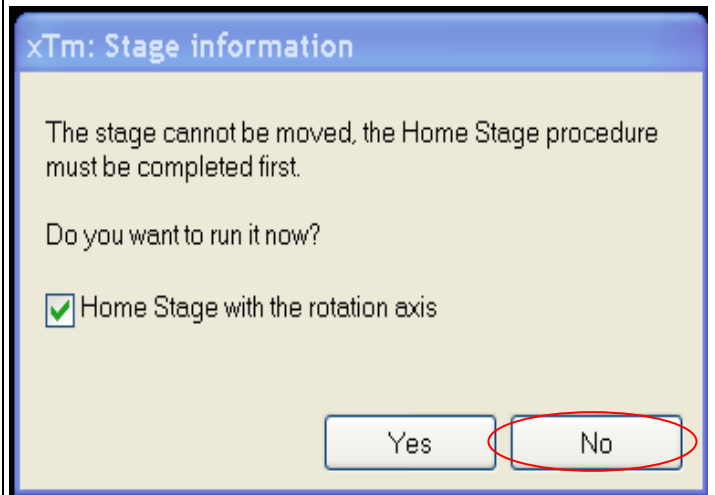


6. Näyttöön ilmestyy XTUI Log
On taulu. Kirjaudu sisään:
Username: ****
Password: ****



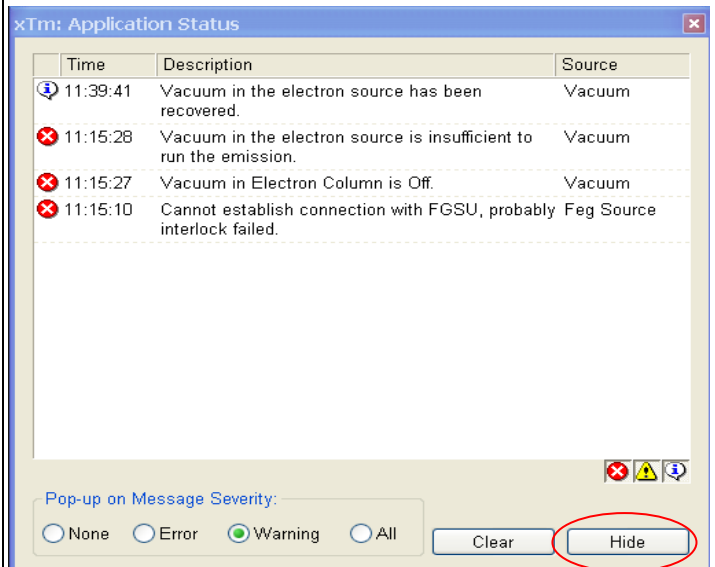
7. Ilmestyy Stage information taulu: Do you want to run it now?

Paina No

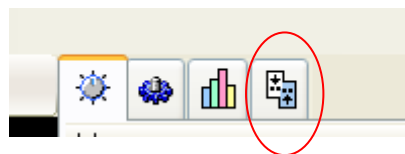


8. Ruutuun voi ilmestyä varoitustaulu xTm: Application Status, niistä ei tarvitse tässä vaiheessa välittää.

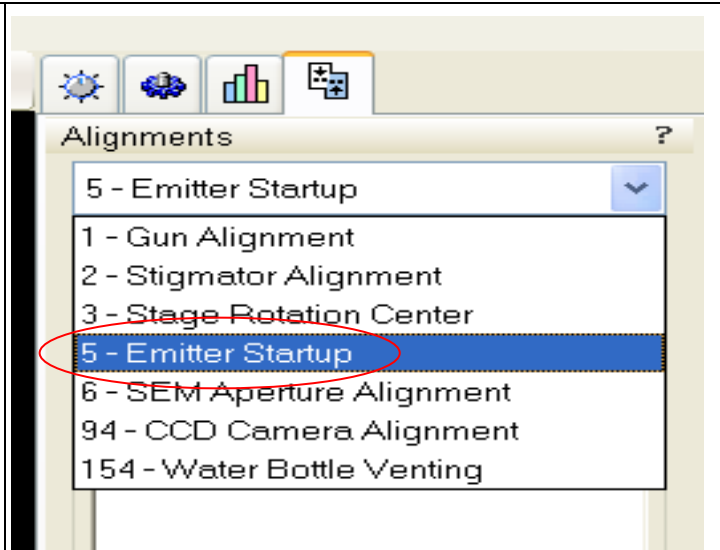
Paina Hide



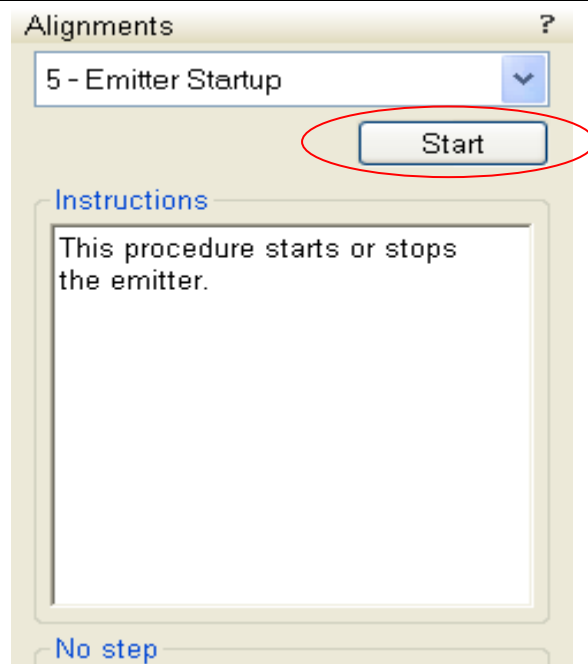
9. Valitse oikean yläkulman valikosta Alignments kuvake



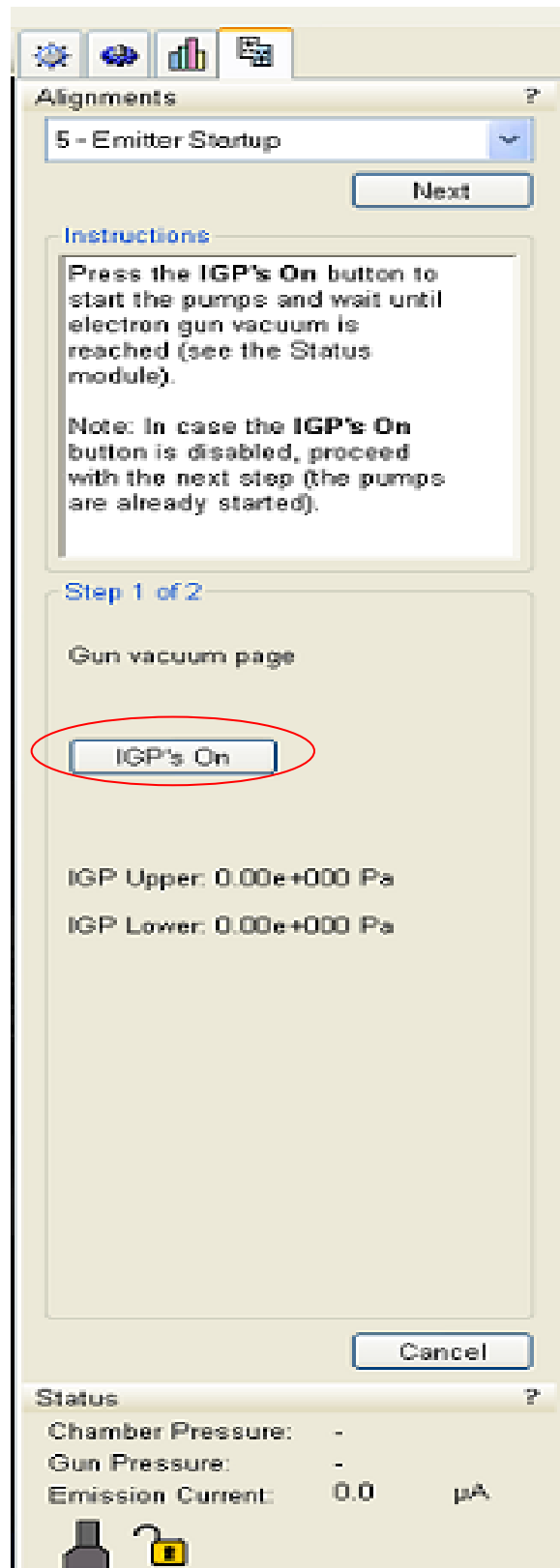
**10. Valitse alavetovalikosta
5- Emitter Startup**



11. Paina Start

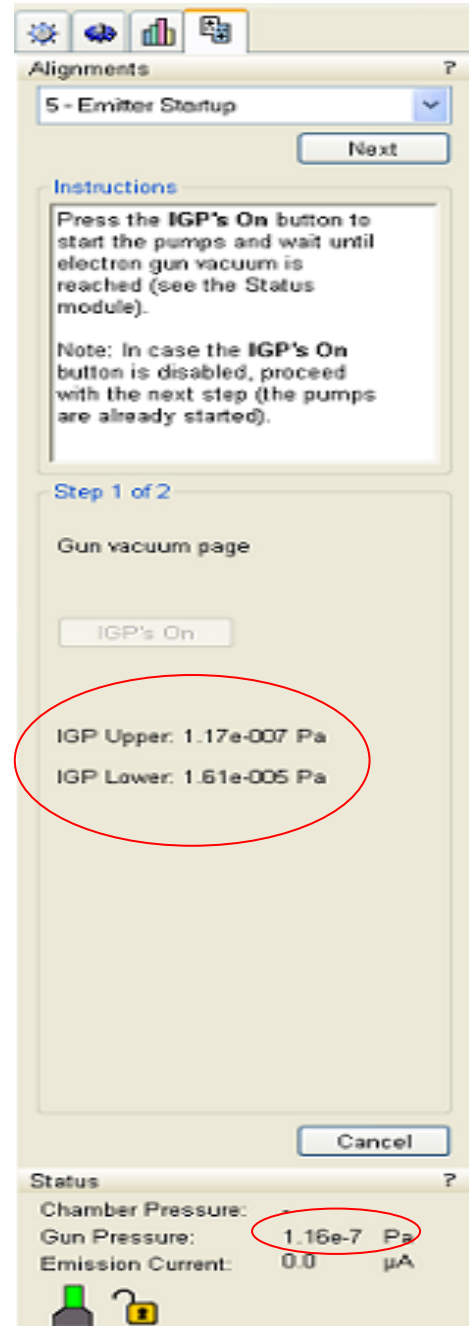


12. Paina IGP's On painiketta.
HUOM: Jos IGP-pumput ovat käynnistyneet automaattisesti IGP's On painiketta ei voi painaa ja IGP Upper ja IGP Lower paineissa näkyy 0:n tilalta jokin lukema, tällöin siirry kohtaan 14.



13. Odota kunnes IGP Upper ja IGP Lower alipaineet lähtevät laskemaan ja alhaalla oleva Gun Pressure laskee (kyseessä on miinusmerkkiset arvot, joten lukuarvot kasvavat). Kone voidaan jättää nyt tähän tilaan. Ilmoita onnistuneesta käynnistyksestä laboratorion henkilökunnalle.

14. Jonkin ajan kuluessa alipaineen merkki muuttuu harmaasta vihreäksi, mutta tätä ei tarvitse jäädä odottamaan.



15. Jos käynnistyksessä tulee ongelmia voidaan Cancel ja X painikkeilla sammuttaa kaikki ruudut sekä ohjelma ja aloittaa alusta.

LIITE 2.

Kemi  Tornion
ammattikorkeakoulu
TEKNIKAN KOULUTUSYKSIKÖ



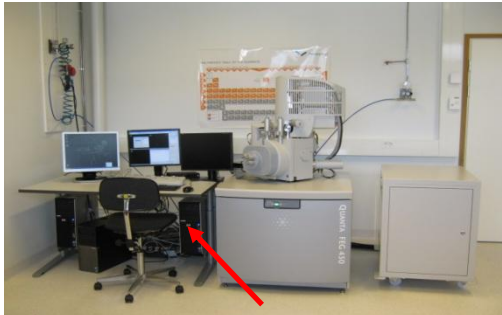
T&K TESTAUSLABORATORIO


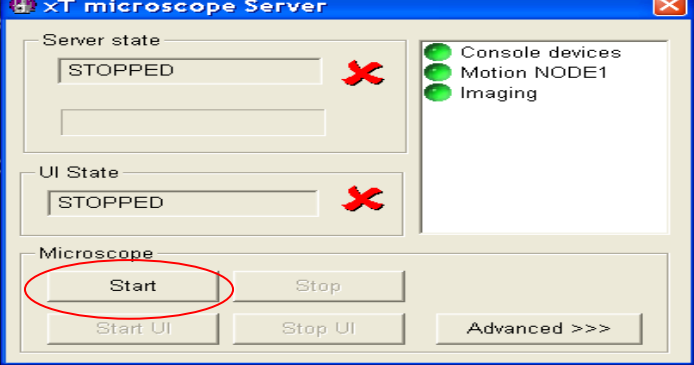
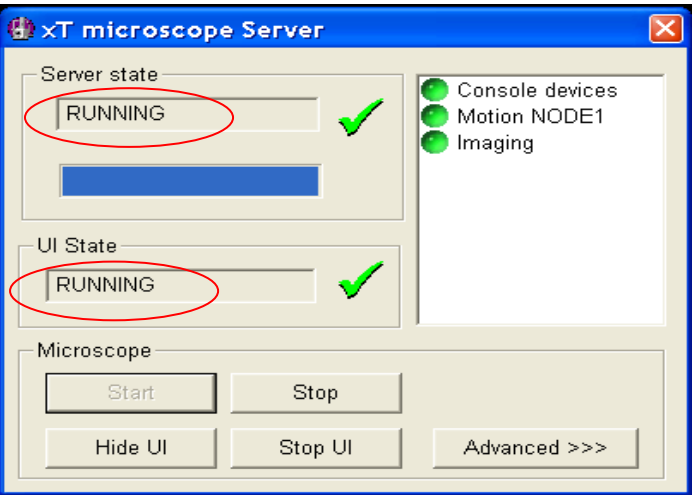
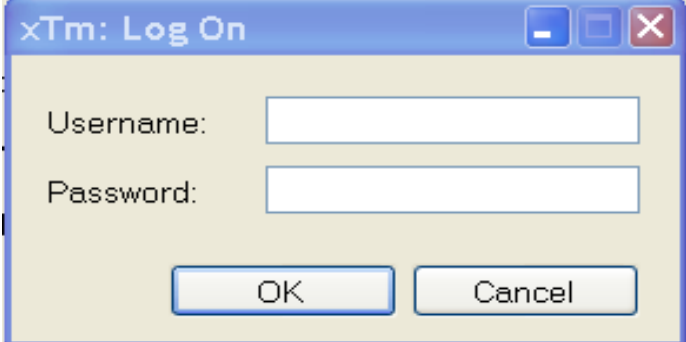
FEI Quanta FEG450 käynnistysohje henkilökunnalle



Kemi-Tornion ammattikorkeakoulu / tekniikka, T&K
Tietokatu 1, 94600 Kemi

MIKROSKOOPIN KÄYNNISTYSOHJE SÄHKÖKATKOSTILANTEESSA

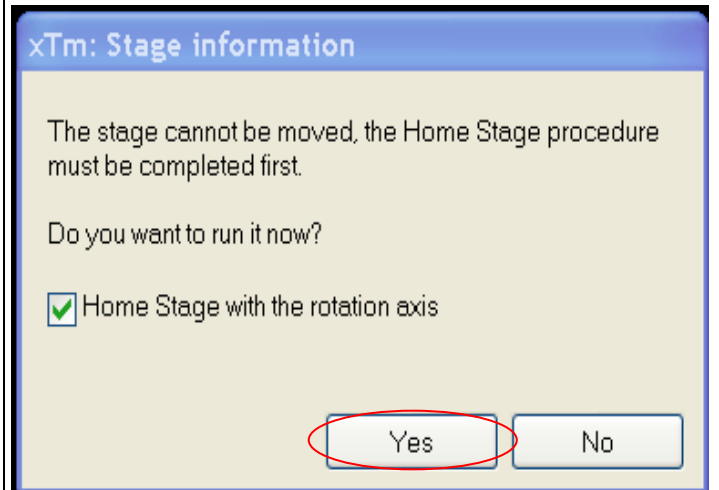
<p>LABORATORION HENKILÖKUNNALTAA SAA PUHELINTUKEA, JOS LAITE EI KÄYNNISTY.</p> <p>Laitteen sähkökatkon kestäessä yli 9 tuntia, laitteen kallis osa todennäköisesti vaurioituu.</p> <p><u>Ilmoita myös laboratorion henkilökunnalle aina sähkökatkoksesta.</u></p>	<p>YHTEYSTIEDOT:</p> <p>Jaana Kauppi: *****</p> <p>Petri Ronkainen: *****</p>
<p>1. Tarkasta sähkökaapista RK1.5, että sulake ja vikavirtasuojakytkin 42 ovat yläasennossa.</p>	
<p>2. Kytke mikroskooppiin virta pääkytkimestä</p>	
<p>3. Käynnistä MICROSCOPE PC tietokone Tietokoneen tunnukset: USER: **** PASSWORD: ****</p>	

<p>4. Käynnistä ohjelma <u>XT microscope server</u> kuvakkeesta</p>	
<p>5. Käynnistä serveri painamalla xT microscope Server taulun Microscope <u>Start</u> painiketta. Kaikki oikealla olevat vihreät pallot tulee olla vihreitä.</p>	
<p>6. Odota kunnes kaikki toiminnot ovat käytettävissä RUNNING tilassa eli EI harmaita.</p>	
<p>7. Näyttöön ilmestyy XTUI Log On taulu. Kirjaudu sisään: <u>Username: ****</u> <u>Password: ****</u></p>	

8. Ilmestyy Stage information taulu: Do you want to run it now?

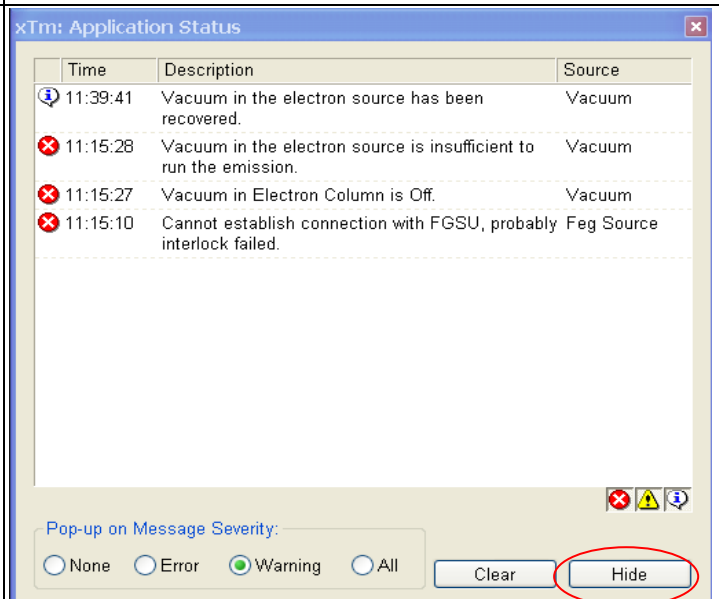
Varmista CCD-kamerasta tai fyysisesti, ettei näytepöytä ole liian ylhäällä osuakseen yläpuolen rakenteisiin.

Paina Yes

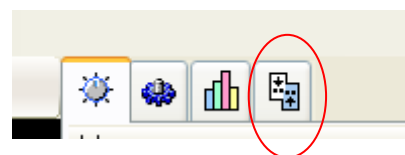


9. Ruutuun voi ilmestyä varoitustaulu xTm: Application Status, niistä ei tarvitse tässä vaiheessa välittää.

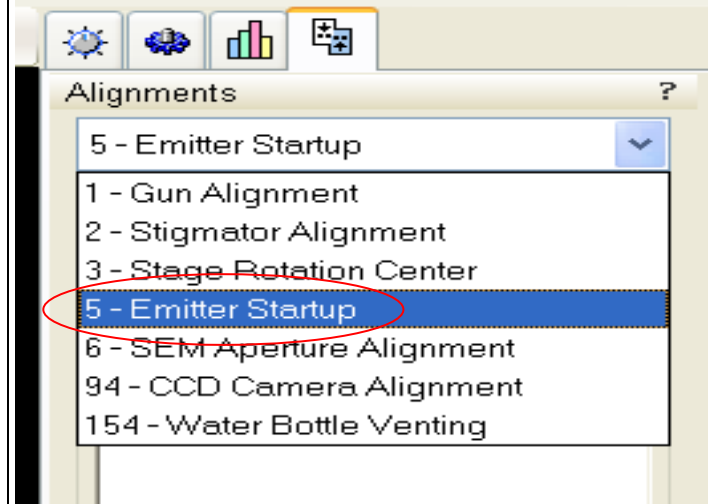
Paina Hide



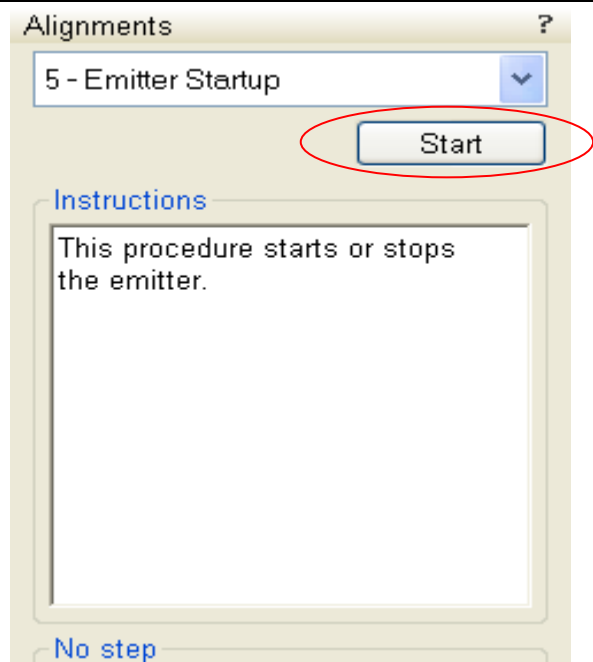
10. Valitse oikean yläkulman valikosta Alignments kuvake



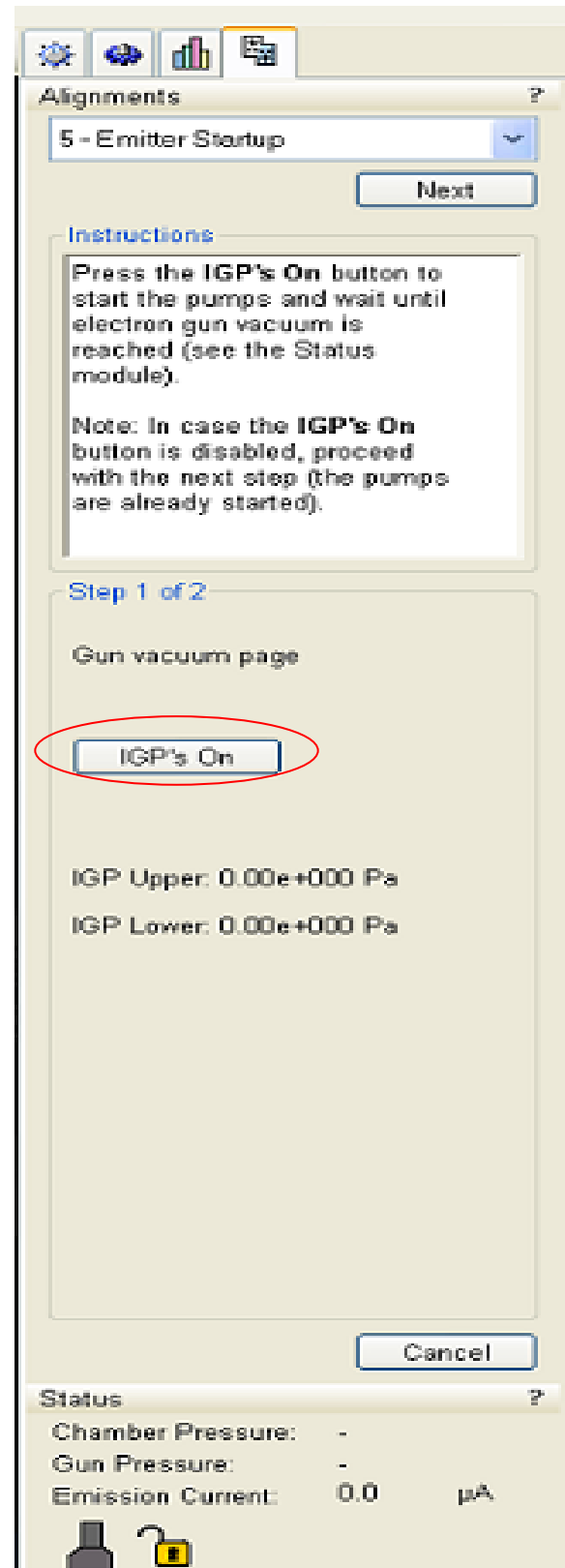
**11. Valitse alaspöytävalikosta
5- Emitter Startup**



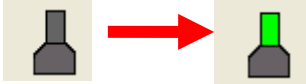
12. Paina Start



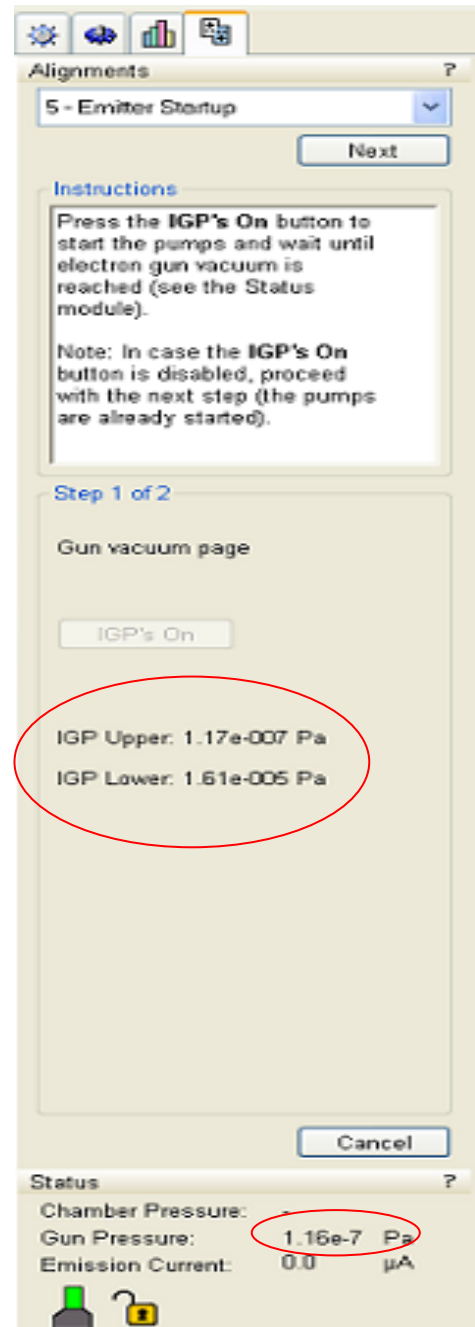
13. Paina IGP's On painiketta.
HUOM: Jos IGP-pumput ovat käynnistyneet automaattisesti IGP's On painiketta ei voi painaa ja IGP Upper ja IGP Lower paineissa näkyy 0:n tilalta jokin lukema, tällöin siirry kohtaan 14.



14. Odota kunnes IGP Upper ja IGP Lower alipaineet lähtevät laskemaan ja alhaalla oleva Gun Pressure laskee ja alipaineen merkki muuttuu harmaasta vihreäksi.



15. Paina Next


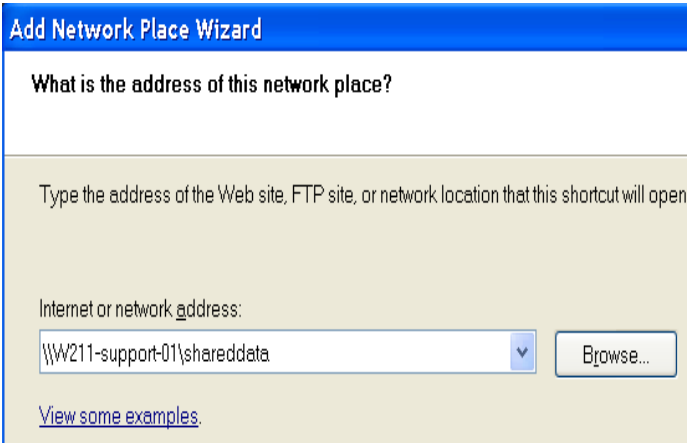


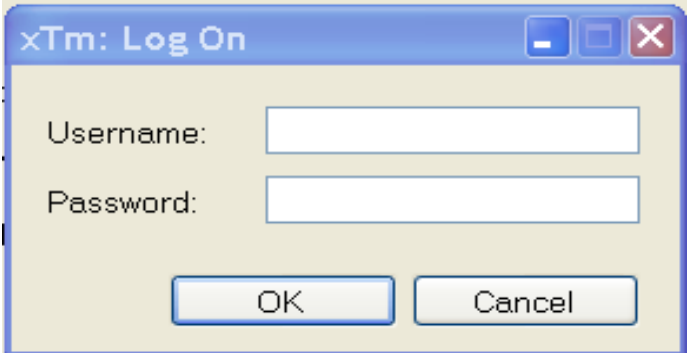
16. Paina **Emitter On** käynnistääksesi emitterin. Mikäli **Emitter On** kuvake on harmaa, emitteriä ei voi käynnistää. Sammuta ohjelma ja yritä uudelleen.

Emission Current alkaa pikkuhiljaa nousta 0.0 μA :sta ylöspäin

17. Odota **Remaining time**:n osoittama aika



<p>18. Jos käynnistyksessä tulee ongelmia voidaan <u>C</u>ancel ja <u>X</u> painikkeilla sammuttaa kaikki ruudut sekä ohjelma ja aloittaa alusta.</p>	
<p>19. Käynnistä SUPPORT PC tietokone. Kirjautu sisään tunnuksilla: User: <u>*****</u> Password: <u>*****</u> Odota jonkin aikaa, koneet linkittyvät toimimaan keskenään automaattisesti.</p>	
<p>20. Tarkista näkykö MICROSCOPE PC:llä SUPPORT PC:llä sijaitseva jaettu kansio W211-support-01\shareddata.</p> <p>21. Saat haettua kansion näkyville valitsemalla työpöydältä My Network Places/Add Network Place ja lisäämällä: <u>\\W211-support-01\shareddata</u></p> <p>22. Kysy käyttäjätunnukset: User: <u>*****</u> Password: <u>*****</u></p>	

<p>Kun laite on käynnistetty kirjautu ulos MICROSCOPE PC:n käynnistys-tunnuksilla File/Log out.</p> <p>23.Näyttöön ilmestyy XTUI Log On taulu. Kirjautu sisään: Username: <u>*****</u> Password: <u>*****</u></p>	
<p>Laite on nyt käyttövalmiina, jossa tilassa se pidetään jatkuvasti.</p>	

LIITE 3.



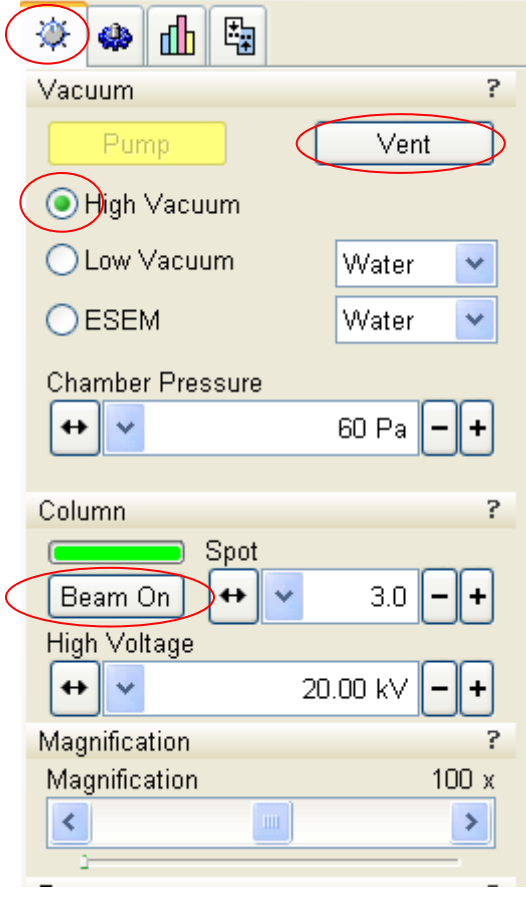
T&K TESTAUSLABORATORIO

FEI Quanta FEG450 sammutusohje hätätilanteissa



Kemi-Tornion ammattikorkeakoulu / tekniikka, T&K
Tietokatu 1, 94600 Kemi

MIKROSKOOPIN SAMMUTUSOHJE HÄTÄTILANTEESSA

<p>LABORATORION HENKILÖKUNNALTA SAA PUHELINTUKEA, JOS SAMMUTUS EI ONNISTU NORMAALISTI.</p> <p>Laitteen sähkökatkon kestäessä yli 9 tuntia, laitteen 20000€ osa todennäköisesti vaurioituu.</p> <p><u>Ilmoita</u> myös laboratorion henkilökunnalle <u>aina</u> <u>sammutuksesta.</u></p>	<p>YHTEYSTIEDOT:</p> <p>Jaana Kauppi: *****</p> <p>Petri Ronkainen: *****</p>
<ol style="list-style-type: none"> Sammuta elektronisuihku <u>Column</u> välilehden <u>Beam On</u> napista. Muuta laite <u>High Vacuum</u> moodiin. Odotaa tarvittaessa Paina <u>Vent</u> painiketta ja odota kunnes menee vented tilaan. Poista tarvittaessa näyte ja jäähdytysalusta kammiosta. 	

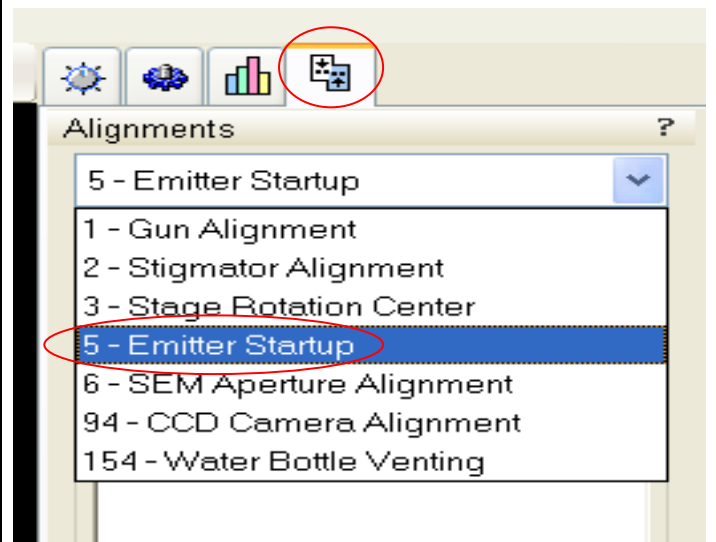
**6. Valitse Alignment valikon
alasetovalikosta
5-Emitter Startup.**

**HUOM. Jos 5-Emitter Startup
ei näy alasetovalikossa niin
kirjaudu ulos File / Log Off ja
sisään**

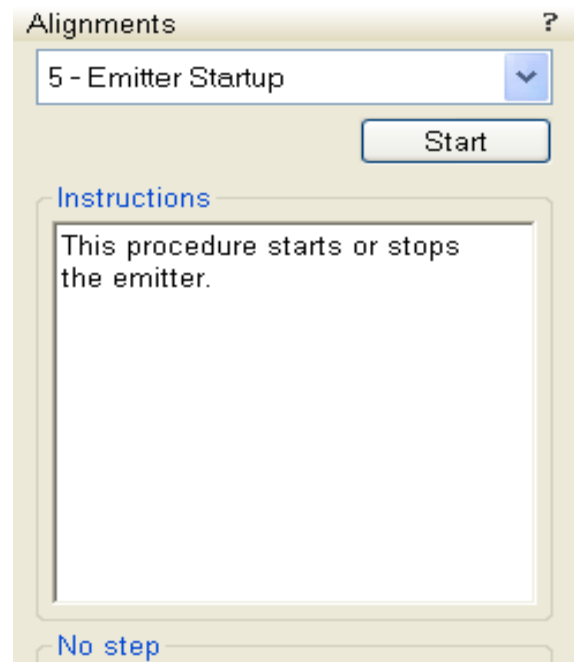
käyttäjätunnuksilla:

Username: *****

Password: *****



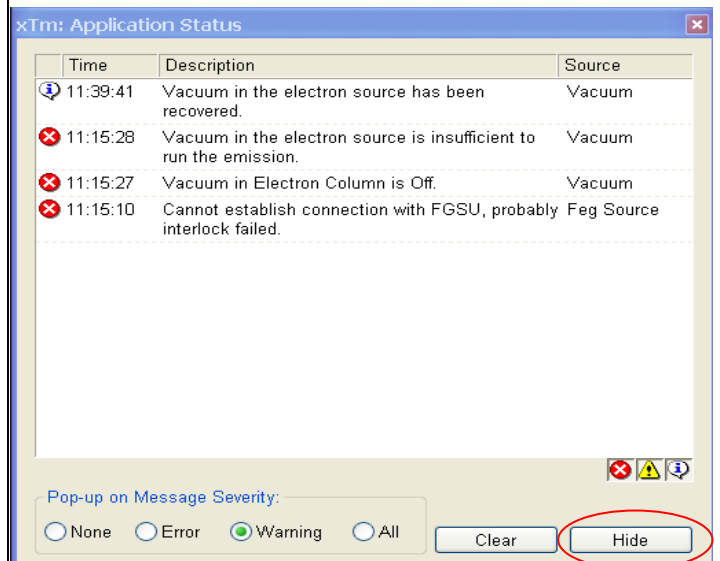
7. Paina START

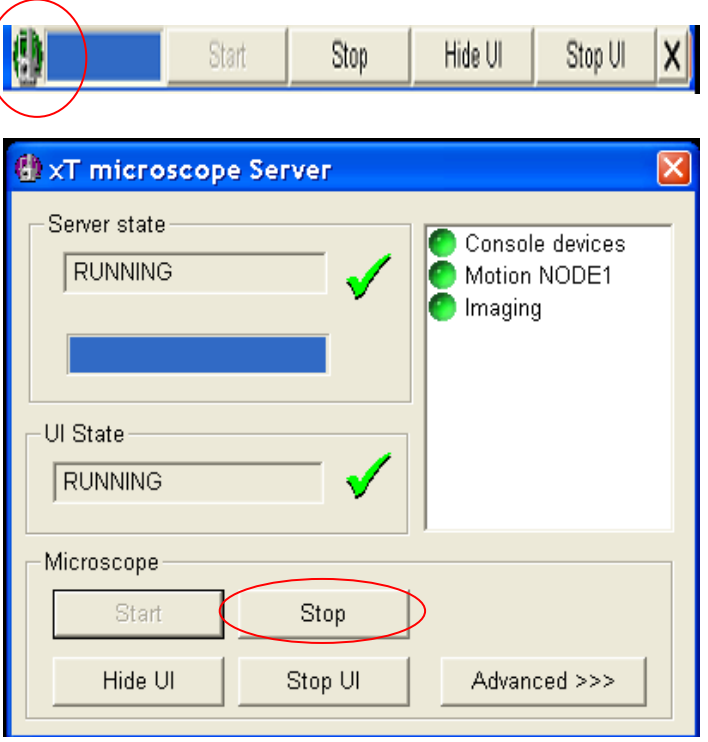


8. Paina tarvittaessa Next.
Sammuta Emitteri painamalla
Emitter Off . Emission virta
laskee -> 0 μ A.



9. Ruutuun voi ilmestyä
varoitustaulu xTm:
Application Status, niistä ei
tarvitse tässä vaiheessa
välittää. Paina Hide



<p>10. Sammuta EDS ja Support PC tietokoneet.</p>	
<p>11. Tuo näkyville käyttöliittymä painamalla kuvaketta ylhäällä.</p> <p>12. Paina <u>Stop</u>.</p>	
<p>13. Sammuta Microscope tietokone.</p>	

LIITE 4.

**T&K LABORATORIO****FE-SEM****FEI Quanta FEG450 käyttöohje peruskäytölle**

Versiohistoria

Versio	Muutospäivä	Tekijä	Muutos
0.1	27.03.2011	Jaana Kauppi	Luotu ensimmäinen versio
0.2	02.05.2011	Jaana Kauppi	Lisätty EDS osuus

SISÄLLYSLUETTELO

SISÄLLYSLUETTELO.....	2
1 NÄYTTEEN VALMISTELU	3
1.1 Sellaisenaan kuvattava näyte.....	3
1.2 Nappinäyte.....	3
1.3 Näytteen säilytys	3
2 FE-SEM KUVAUS	4
2.1 Näytteen asentaminen kammioon.....	6
2.2 Kuvauksen käynnistys	6
2.3 Kuvien tallennus	7
3 EDS ANALYYSI.....	8
3.1 Elektronimikroskoopin asetukset	9
3.2 Mikroanalytiikan valinta	9
3.2 Muita asetuksia	10

1. NÄYTTEEN VALMISTELU

FE-SEM näytteiden puhtaus on erittäin tärkeää laitteen ja kuvaustulosten vuoksi. Elektronien pommituksessa irtoava lika tarttuu kammion rakenteisiin ja linseihin ja lyhentää elektronilähteen käyttöikää huomattavasti. Näytteen pinnalla olevat rasvat ym epäpuhtaudet näkyvät kuvauksessa ja materiaalianalyyssissä. Näytteitä käsitellään puuterioimattomilla nitrilikäsineillä. Näytteet pyritään saamaan sähköä johtavaksi, jotta näytteen varautuminen elektronien pommituksessa estyy. Varautuminen aiheuttaa epäselvää ja kohinaista kuvaa.

1.1 Sellaisenaan kuvattava näyte

Osa näytemateriaaleista voidaan kuvata FE-SEM:llä sellaisenaan, jolloin näytteenvalmistusta ei tarvita. Esimerkiksi murtopintänäytteet, elektroniikan komponentit, pintojen epäpuhtaudet jne. Näytteet on kuitenkin mahdollisuuksien mukaan puhdistettava liasta ja öljystä ennen näytekammioon laittamista. Kaikki metallinäytteet puhdistetaan etanolilla ultraäänipesurissa tai nukkaamattomalla puhdistusliinalla.

1.2 Nappinäyte


Osa näytteistä valetaan mahdollisimman matalaan nappiin (~10 mm) tutkimuksia varten. Kun halutaan kuvata esimerkiksi elektroniikan komponenttien poikkileikkauksia, metallin rakenteita, sulkeumia tms. Kuumavaluaineina käytetään SEM kuvauksiin sopivaa materiaalia kuten Struers Polyfast. Näyte puhdistetaan ennen valua etanolilla ultraäänipesurissa tai huuhtelemalla. Valunäytteet hiotaan ja kiillotetaan normaalin näytteenvalmistusprosessin mukaisesti. Viimeistä kiillotusta kolloidisella piidioksidilla ei tehdä.

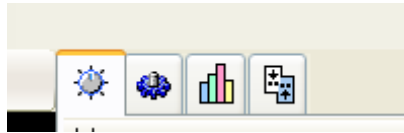
1.3 Näytteen säilytys

Näytteet ja näytteenpitimet säilytetään typpikaapissa. Toinen vaihtoehto näytteen säilytykseen on pitää sitä alumiinifoliolla vuoratussa rasiassa tai kääriä näyte alumiinifolioon. Pöydällä olleita näytteitä ei saa laittaa uudelleen näytekammioon ilman uudelleenpuhdistusta.

2. FE-SEM KUVAUS

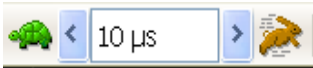

Elektronimikroskooppia pidetään päällä jatkuvasti, eikä sitä sammuteta kuin äärimmäisissä poikkeustilanteissa. Sähkökatkojen varalle on asennettu hälytys kiinteistöhuoltojärjestelmään. Laitteen erilliset käynnistysohjeet löytyvät dokumentista 020511_JaK03_FEI_kaynnistysohje_henkilokunta.docx. Erillinen sammutusohje hätätilanteita varten on dokumentissa 260311_JaK01_FEI_sammutusohje_henkilokunta.docx. Laite ei saa olla ilman sähköä yli 9 tuntia.

Toiminnot valitaan välilehtien (Kuva 39) mukaisista toimintonäppäimistä. Kuvausten aloitustilanteessa valitaan kuvausparametrit Taulukon 1 mukaisesti. Kukin kuva käynnistetään painamalla  näppäimestä kuvaruudun ollessa aktiivinen.




Kuva 39. Välilehdet Beam Control, Navigation, Processing ja Alignments


Taulukko 1. Alkuasetukset

Parametri	Elektronisuihkun asetusarvo
Vakuumi moodi / Vacuum mode	High Vacuum: Johtavat näytteet Low Vacuum: Ei johtavat, seka ja saastuttavat näytteet ESEM: Kosteat näytteet (käytetään vesihöyryä)
Suurjännite / High Voltage	Valitse jännite näytetyypin mukaisesti: Matala jännite: pinnan kuvaukseen, elektroniherkille näytteille ja hieman varautuville näytteille. (Esim muovi 5kV) Korkea jännite: johtaville näytteille, korkeaan resoluutioon ja alkuainemäärittelyyn (esim EDS 20kV)
Spottikoko / Spot size	High Vacuum ja Low Vacuum: 3 tai 4 ESEM: 4
Paine / Pressure	High Vacuum: Alin mahdollinen Low Vacuum: 60 Pa ESEM: 600 Pa
Pyyhkäisy nopeus / Scan rate 	High Vacuum: Nopea 0.1 - 0.3 µs Low Vacuum: Hidas 1-3 µs ESEM: Hidas 1-3 µs
Työskentelyetäisyys/Working Distance 	Aseta näytteen korkein kohta CCD-kameran 10 mm merkin kohdalle ja paina Ctrl+F asettaaksesi työskentelyetäisyyden 10 mm:n.
Suurennos / Magnification	Aseta pienelle: 50x – 200x
Detektori / Detector	High Vacuum: ETD (SE) Low Vacuum: LFD ESEM: BSED
Suodatus / Filtering	High Vacuum: Average (4 kuvaa nopealla pyyhkäisy nopeudella) Low Vacuum: Live ESEM: Live
Kontrasti ja kirkkaus/ Contrast and Brightness	Säädä kontrasti minimiasentoon ja kirkkaus niin, että juuri näet valon voimakkuuden. Lisää kontrastia, jotta saat kuvan näkyviin. Lisäämällä kirkkautta ja pienentämällä kontrastia saa pehmeämmän kuvan ja päinvastoin.

2.1 Näytteen asentaminen kammioon

Painetaan Beam Control välilehdestä Vent toimintoa, jolloin näytekammion alipaine löysää, kuvake muuttuu vented tilaan  ja kammio voidaan avata. Jos kammiota ei saa auki jonkin ajan kuluessa, paina uudelleen Vent.


Näytteitä ja näytekammioon tulevia osia käsitellään aina puhtailla puuteroimattomilla nitrilikäsineillä. Näyte kiinnitetään näytepöytään joko suoraan tai näytteenpitimen eli stub:n avulla. Kiinnityksessä käytetään kaksipuoleista hiilitai kupariteippiä johtavuuden aikaansaamiseksi.

Varmista fyysisesti sekä CCD-kameran avulla, ettei näyte tai näytepöytä osu kammiossa yläpuolen rakenteisiin ja sulje kammio. Paina Pump toimintoa, jolloin kammioon vedetään alipaine. Kun kammion alipaine on riittävä alhaalla oleva kammion alipaineen merkkivalo vaihtuu vihreäksi ja elektronisuihkun käynnistys tulee mahdolliseksi. 

Low Vacuum ja ESEM moodeissa ilmestyy kysymysvalikko PLA Configuration. Valitaan No Accessory, jos et ole asentanut mitään kuvatuista kartioista.

2.2 Kuvauksen käynnistys

Käynnistä elektronisuihku painamalla Beam On. Valitse 4:n kuvaruutuun haluamasi detektorit Detector valikosta. Eri ruuduissa voi olla valittuna eri detektorien kuvia yhtäaikaan. Kuvan säädöt muuttuvat aina aktiivisessa ruudussa. Saat vasempaan näyttöön koko ruudun kokoisen kuvan valitsemalla Window valikosta Large image window. Isossa kuvassa näkyy aina aktiiviseksi valittu kuva. Aseta aloitusparametrit (Taulukko 1) ja etsi kuvattava kohta Navigation välilehden toimintojen avulla. Saat siirrettyä kuvauskohtaa myös klikkaamalla haluamaasi kohtaa aktiivisella ruudulla.

Suurennosta, kontrastia, kirkkautta, focusta ja hajataittoa voidaan säätää manuaalisesta käyttöliittymästä tai ohjelmasta. Fokuksen säädössä voidaan käyttää pienen alueen suurentavaa toimintoa. 

2.3 Kuvien tallennus

Tallenna aktiivinen kuva File + Save as toiminnolla haluamassasi muodossa: TIF8, TIF16, TIF 24, JPG tai BMP. Käyttäessäsi Save toimintoa, kuva tallentuu automaattisesti edellisen kerran käytetyssä muodossa ja nimen perään tulee juokseva numero. Save all toiminnolla saat tallennettua kaikkien 4 lohkon kuvat samalla kerralla eri nimillä valitsemaasi kansioon.

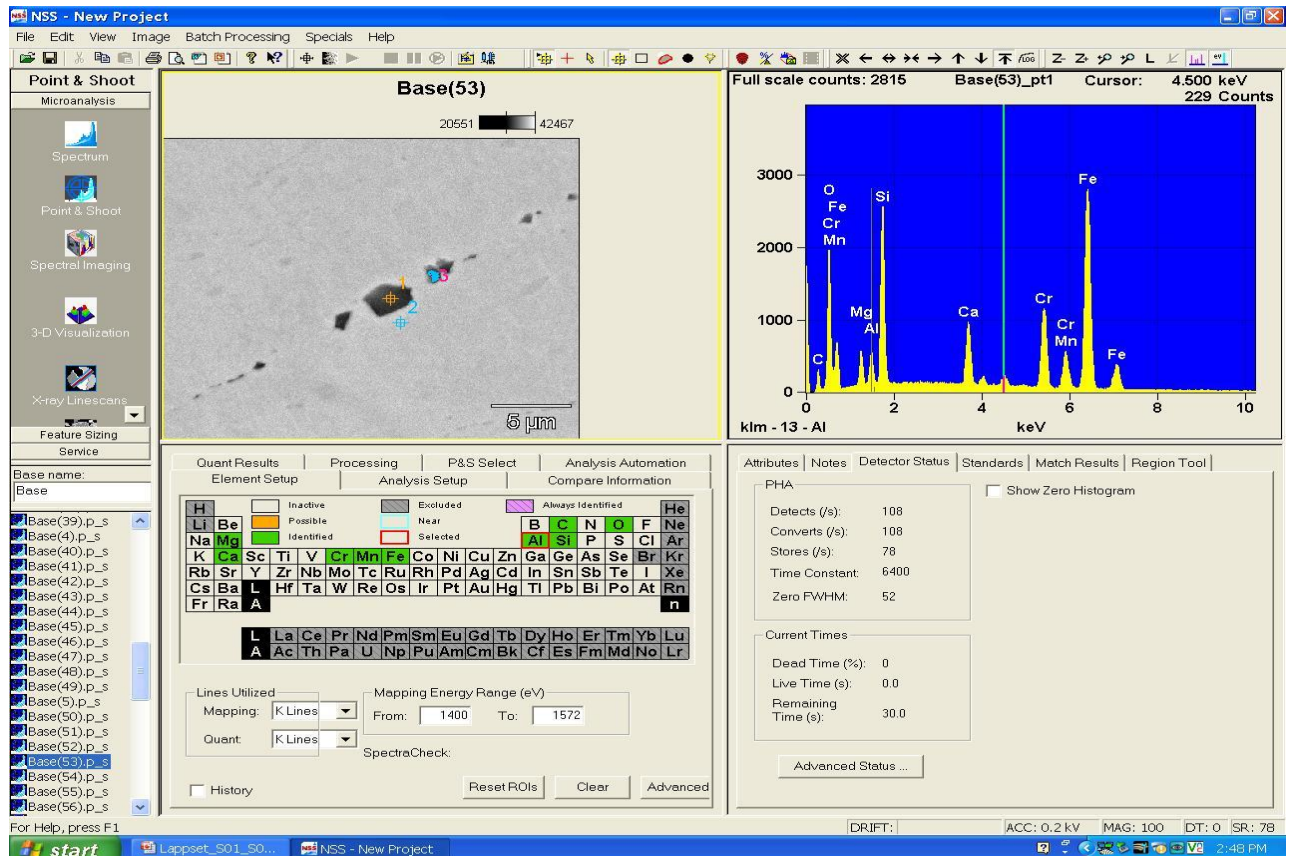
Kuvien tallennuspaikkana käytetään Support PC tietokoneen jaettua kansiota \\W211-support-01\shareddata. Jos kansion ole käytettävissä saat haettua kansion näkyville valitsemalla työpöydältä My Network Places/Add Network Place ja lisäämällä: \\W211-support-01\shareddata.

Kysy käyttäjätunnukset: User: ***** , Password: *****.

Microscope PC:llä ei saa käyttää tikkaa tms, koska sitä käytetään vain mikroskoopin ohjaustietokoneena ja siinä ei ole mitään viruksentorjuntaa tai palomuuria.

3. EDS ANALYYSI

Thermon EDS analysaattoriin kuuluvia laitteita pidetään päällä jatkuvasti, mutta NSS ohjelmisto sammutetaan käytön jälkeen. Ohjelmisto käynnistetään NSS kuvakkeesta. NSS ohjelmiston käynnistyksen yhteydessä luodaan aina uusi projekti, johon ohjelma kysyy projektin nimen. Myös muita tietoja voidaan lisätä aloitustauluun haluttaessa. Tietojen lisäämisellä mahdollistetaan, että voidaan jälkikäteen hakea analyysituloksia hakusanojen avulla. Voidaan myös tehdä template kirjastoja, johon tallennetaan valmiita analysoitavan materiaalin mukaisia asetusarvoja. Projektin luonnin jälkeen ohjelmanäkymä varsinaisesti avautuu (Kuva 2). FE-SEM:ltä valitaan ensin analyysin kohteeksi tuleva alue ja asetetaan terävyys. Tämä FE-SEM:n kuva siirretään sitten EDS analysaattorin käyttöön. Jos tutkitta



Kuva 2. NSS ohjelmiston näkymä

3.1 Elektronimikroskoopin asetukset

FE-SEM:ltä valitaan ensin analyysin kohteeksi tuleva alue ja asetetaan terävyys. Tämä FE-SEM:n kuva siirretään sitten EDS analysaattorin käyttöön.

Myös FE-SEM:n spottikoolla on merkitystä analyysin nopeuteen. Isommalla spottikoolla saadaan mitattua isompi alue kerrallaan. Tässä täytyy kuitenkin huomioida, tarkasteltavan alueen kokoa. Joissain tapauksissa spottikoko voi tulla suuremmaksi kuin tarkasteltavana kohteena oleva pieni alue. Tällöin ei tietenkään saada oikeanlaisia tuloksia.

Jos tutkitaan alkuainetaulukon alkupään keveitä alkuaineita asetetaan elektronimikroskoopin jännite matalaksi esim 5kV. Spektri tulee silloin vain alueelta 0-5 kV. Metallien spektrit alkavat vasta 10kV kohdalta.

Ennen kvantitatiivista EDS-analyysiä, olisi syytä laittaa Beam päälle jo tuntia ennen kuvauksia tarkemman tuloksen saavuttamiseksi.

3.2 Mikroanalytiikan valinta

Valitaan vasemmasta valikosta Microanalysis haluttu mikroanalytiikan tyyppi.

Spectrum toiminnolla saadaan kuvan koko alueesta spektri, josta nähdään mitä alkuaineita materiaalissa yleisesti on.

Point&Shoot toiminnolla valitaan analysoitavia pisteitä eri kohdista materiaalikuvaan, ja muodostetaan erikseen spektri jokaisesta pisteestä.

Spectral Imaging toiminnolla saadaan pistematriisin tavoin spektri jokaisesta pisteestä erikseen. Näitä tuloksia voidaan sitten myöhemmin käsitellä ja tehdä tarvittavia analyyseja vaikkapa omalla koneella.

3-D Visualization toiminnolla saadaan tehtyä kuution alkuaineanalyysi.

X-ray Linescans toiminnolla tehdään viivan mukainen profiili yhdestä tai useasta alkuaineesta.

3.3 Muita asetuksia

Element Setup alkuainetaulukosta voidaan halutessa laittaa joitain alkuaineita pois laskuista. Näitä ovat usein esimerkiksi happi ja natrium, jotka johtuvat yleensä näytteen epäpuhtauksista.


Mittaukselle annetaan aika välillä 1-20 rate, josta 1 on hidas ja 20 nopea. Mitä hitaammalla analyysi tehdään sen parempi resoluutio saadaan aikaiseksi.

Point&Shoot toiminnossa käytetään yleensä 1 rate ja 10 s aikaa.

Imaging resolution , resoluutioksi valitaan yleensä sama kuin FEI:n eli 1024x884 ja Number of frames yleensä 1.

Myös FE-SEM:n spottikoolla on merkitystä analyysin nopeuteen. Isommalla spottikoolla saadaan mitattua isompi alue kerrallaan. Tässä täytyy kuitenkin huomioida, tarkasteltavan alueen kokoa. Joissain tapauksissa spottikoko voi tulla suuremmaksi kuin tarkasteltavana kohteena oleva pieni alue. Tällöin ei tietenkään saada oikeanlaisia tuloksia.

Spectral Imaging toiminnossa Acquisition properties, tyypillinen arvo on 256x220 ja Frametime 50s. Kuvausmäärän voi laittaa esimerkiksi 30 ja keskeyttää, kuvauksen kun kuva näyttää hyvältä. Viimeinen kuva tehdään loppuun.

Hae kuva FEI:n mikroskoopilta Aquire on average toiminnolla  .
Kun halut uuden mittauksen siirrä uusi kuva.

Ota Quick play toiminto pois päältä.



Määritä kuvattavat pisteet kuvasta.



Käynnistä analyysi play toiminnolla.

