

**TUGAS MAGANG PLP**

**DI LABORATORIUM TERPADU UNDIP GUNA PERCEPATAN KOMPETENSI BIDANG-BIDANG STRATEGIS SESUAI ISU TERKINI**

**TUGAS PEMBUATAN SOP PENGOPERASIAN ALAT *FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE* (FESEM)**

**Disusun oleh:**

**Nike Fitayatul Khusnah**

**LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**2020**

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **1 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

**1. Tujuan**

Prosedur ini dibuat sebagai pedoman laboratorium dalam serangkaian kegiatan sebelum, saat, dan setelah menggunakan alat FESEM untuk menjamin peralatan tetap terjaga baik kondisinya.

**2. Ruang Lingkup**

Prosedur ini meliputi tata cara pengoperasian alat FESEM dengan mode operasi *High vacuum* dan *Low vacuum* yang berlaku untuk pengguna antara lain operator/teknisi laboratorium, deputi, atau pengguna bersertifikat khusus.

**3. Definisi Istilah**

3.1 FESEM adalah alat dengan FEG sebagai sumber elektron yang digunakan untuk menghasilkan gambar skala orde mikro hingga nanometer berwarna abu-abu dan beresolusi tinggi dengan cara memindai (*scan*) permukaan atau dekat permukaan spesimen.

3.2 FEG adalah tipe *electron gun* pada perangkat SEM yang mana elektron diemisikan akibat medan listrik sehingga dihasilkan *electron beam* berdiameter kecil dengan

kerapatan tinggi dibandingkan *electron gun* tipe termionik.

**4. Referensi pendukung**

4.1 SNI ISO/IEC 17025 : 2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

4.2 Prosedur Mutu Penggunaan dan Pemeliharaan Peralatan Uji Laboratorium Sentral Ilmu Hayati No. PR/xxxx/LSIH

4.3 FEI Quanta FEG Series User Operation Manual, 2013

**5. Penanggung Jawab**

Manajer Teknis, Deputi, dan Teknisi Laboatorium

**6. Instruksi Kerja Alat**

**Catatan:**

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **2 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

**a. Dokumen ini hanya berisi operasi standar FESEM mode *High vacuum* dan *Low vacuum* untuk akun “supervisor” (operator dan deputi).**

**b. Mesin maupun komputer disimpan dalam kondisi *standby* setiap selesai penggunaan alat. Hanya monitor komputer mikroskop (MPC) dan monitor**

**komputer EDS (EDS PC) yang dimatikan. Serta katup tabung gas Nitrogen**

**disimpan dalam kondisi tertutup.**

**c. AC ruangan hanya dioperasikan satu dengan set suhu 20oC**

**A. Inisiasi Komunikasi Komputer**

1. Hidupkan monitor MPC dan EDS PC dengan menekan tombol power di ujung kanan bawah masing-masing monitor.

2. Masukkan *username* dan *password* untuk masuk ke halaman desktop masing masing PC.

3. Klik tombol *Show UI* pada monitor MPC

4. Masukkan *username* dan *password* pada jendela pop-up lalu klik OK atau tekan tombol enter pada keyboard untuk mengaktifkan *software* akuisisi FESEM.

**B. Menyiapkan Ruang dan Alat untuk Mulai Dioperasikan**

1. Pastikan kedua AC di dalam ruangan telah beroperasi.

2. Lihat pada sensor suhu dan humiditas ruangan, pastikan suhu ruang 20oC +/- 1oC. Atur set suhu AC jika sensor menunjukkan angka selain tersebut.

3. Buka katup tabung gas Nitrogen (putar berlawanan arah jarum jam).

4. Klik tombol “*Vent*” pada interface software xTmicroscope di monitor MPC untuk membuka *chamber* FESEM. Pastikan tekanan gas output pada meter regulator

maks 0.2 bar.

5. Tempatkan stub alumunium yang telah ditempel dengan spesimen yang akan diamati

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **3 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

6. Buka kamera navcam dan tekan tombol *shutter* setelah komunikasi kamera dengan komputer berhasil (tampilan default live navcam berada di kuadran 3

pada monitor MPC)

7. Tutup kembali kamera navcam setelah lampu mati

8. Tutup *chamber* FESEM

9. Pilih mode vakum. Atur terlebih dahulu tekanan yang ingin dicapai jika memilih mode *Low vacuum*.

10. Klik tombol “Pump” pada interface software xTmicroscope pada menu navigasi “Beam Control” di monitor MPC untuk memulai proses vakum *chamber* FESEM.

**C. Akuisisi Image**

1. Setelah icon indikator vakum berwarna hijau (pojok kanan bawah monitor MPC) pilih HV dan spot yang diinginkan lalu klik tombol “Beam on”

2. Pilih kuadran untuk mengaktifkan tampilan live detektor (default kuadran 1)

3. Pilih titik pada spesimen yang diinginkan

4. Atur “Brightness and Contrast”. Pilih icon “Auto Brightness Contrast” untuk proses pengaturan otomatis atau tekan tombol F9. Putar knob “Brightness” dan

“Contrast” pada MUI untuk pengaturan secara manual.

5. Klik icon “Reduced Area” pada icon bar untuk mengaktifkan tampilan area kecil pada proses pengaturan fokus gambar

6. Atur fokus gambar dengan cara memutar knob “Focus” pada MUI (*coarse* atau *fine* sesuai kebutuhan) atau klik-drag tombol kanan mouse komputer MPC lalu

gerakkan ke kanan-kiri (dengan cara ini tampilan anak panah mouse akan

menjadi ⇔).

7. Atur *stigmator* gambar dengan cara memutar knob “stigmator” pada MUI (X atau Y sesuai kebutuhan) atau tekan tombol “shift” pada *keyboard* dan klik-drag

tombol kanan mouse komputer MPC lalu gerakkan ke kanan-kiri untuk stigmator

sumbu X dan gerakkan ke depan-belakang untuk stigmator sumbu Y.

8. Klik icon “Link to Z” untuk mensinkronkan jarak pengamatan (WD)

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **4 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

9. Lakukan pengaturan fokus pada berbagai macam perbesaran. Ubah perbesaran gambar dengan memutar knob “Magnification” pada MUI atau tekan tombol “+” /

“-” pada keyboard.

10. Pastikan nilai WD pada data bar gambar bernilai sama dengan nilai Z pada tampilan menu navigasi. Klik icon “Link to Z” kembali jika terjadi perbedaan nilai.

11. Lakukan modulasi lensa (wobble) jika diperlukan dengan cara klik icon “lens allignment”. Selanjutnya atur posisi X dan Y lensa dengan klik-drag tombol kiri

mouse MPC maupun posisi X dan Y dari fisik aperture.

12. Periksa pula “beam centering” dengan klik icon “direct adjustment” lalu klik tombol “crossover”. Lakukan pengaturan sesuai rekomendasi (modulasi lensa

dan atau modulasi stigmator)

13. Lakukan pengaturan fokus dan stigmator sekali lagi pada perbesaran yang diinginkan

14. Optimalkan pengaturan “Brightness dan Contrast” baik secara otomatis maupun manual menggunakan videoscope dengan menekan tombol F3 pada keyboard

15. Setelah yakin mendapat gambar terbaik, atur “dwell time” ke nilai yang lebih tinggi untuk mendapat gambar minim noise (default dwell time pada proses

pengaturan fokus adalah 300 ns atau 1 ɥs) atau dengan menekan tombol preset

F2 pada keyboard.

16. Pause tampilan *scanning* dengan klik icon pause/unpause atau tekan tombol F6 pada keyboard.

17. Simpan gambar dengan cara klik menu File dan pilih Save atau Save as

18. Default Save as type penyimpanan gambar adalah “TIF 8bit Grayscale Image Files (\*.tif)” dengan pilihan “ Save image with Databar” tercentang.

19. Catat parameter akuisisi image pada “Lembar Kondisi Pengukuran FE-SEM”

**D. Pengkondisian Alat setelah Akuisisi Image**

1. Setelah selesai melakukan akuisisi data, matikan beam dengan cara klik tombol “Beam On” pada submenu “Beam controll”

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **5 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

2. Turunkan perbesaran ke angka 100X atau lebih kecil

3. Posisikan stigmator dan Beam shift ke nilai nol dengan cara klik kanan pada submenu tersebut dan pilih zero.

4. Turunkan stage dibawah garis penanda 10 mm dengan cara memasukkan nilai Z pada submenu Navigation dan tekan enter (Selalu siapkan jari kiri pada

tombol esc pada keyboard untuk membatalkan perintah) atau aktifkan kuadran

CCD (default kuadran 4) lalu klik-drag dan tarik ke bawah tombol scroll pada

mouse MPC

**E. Pengkondisian Komputer, Alat, dan Ruang setelah Operasi**

1. Keluarkan spesimen dari *chamber* dengan klik icon “Vent”

2. Setelah stub dikeluarkan, blow seluruh bagian *chamber* menggunakan blower lensa yang tersedia. Selanjutnya bersihkan *chamber* menggunakan tissue

lintfree yang dibasahi dengan alkohol 70% atau aseton. Pastikan tidak ada

kotoran maupun cairan yang tersisa di dalam *chamber*. Lalu tutup kembali

*chamber* FESEM.

3. Pilih opsi “High vacuum” lalu klik icon “Pump”

4. Setelah icon indikator vakum berwarna hijau (pojok kanan bawah monitor MPC) pilih menu File lalu pilih “Log off supervisor”

5. Tutup kembali katup tabung gas Nitrogen (putar searah jarum jam)

6. Klik stratup windows lalu pilih “lock” pada masing-masing monitor.

7. Matikan monitor MPC dan monitor EDS-PC.

8. Matikan salah satu AC di dalam ruangan.

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **6 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

**7. Prinsip Kerja Alat**

1. *Electron gun* akan mengemisikan *electron beam* (*primary electron*) yang dipercepat menuju anoda (*pole piece*)

2. Lensa magnetik akan memfokuskan elektron selama perjalanannya dari katoda (*electron gun*) menuju anoda (*pole piece*)

3. Elektron yang terfokus akan jatuh pada permukaan spesimen dan melakukan pemindaian (*scan*) pada permukaan spesimen akibat diarahkan oleh koil

pemindai pada kolom.

4. Ketika elektron mengenai permukaan spesimen, maka elektron baru (*secondary electron*) akan dihasilkan oleh spesimen yang kemudian akan ditangkap oleh

detektor dan dikirim ke monitor.

**8. Gambar Alat**

**Merk** : FEI

**Tipe** : Quanta FEG 650

**Tahun pembelian** : 2018

**Model** : *Floor stand machine*

**Tipe sumber elektron** : Schottky FEG (Field Emission Gun)

**Detektor** :

● ETD (*Everhardt Thornley Detector*) SEI untuk mode High-vacuum

● LFD (*Large Field Detector*) SEI untuk mode Low-vacuum

● GSED (*Gaseous Secondary Electron Detector*) SEI untuk mode ESEM

● vCD (*very low voltage high contrast detector*) BSE-image

● EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk mapping unsur dalam microanalysis ● Detektor STEM II untuk mode wetSTEM.

**Fitur** :

● Resolusi hingga ~1 nm

● *Multi stub-stage* hingga 16 buah *stub* diameter 12 mm

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |

| **LABORATORIUM SENTRAL ILMU HAYATI STANDARD OPERATING PROCEDURE** | **No Bagian** | **:** | **SOP/xxxx/LSIH** |
| --- | --- | --- | --- |
| **Terbitan/Revisi** | **:** | **1/0** |
| **SOP PENGOPERASIAN ALAT**  **FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE**  **(FESEM)** | **Tanggal Terbit** | **:** | **21 Oktober 2020** |
| **Halaman** | **:** | **7 dari 8** |
| **Disetujui** | **:** | **Manajer Teknis** |

● *Single stub-stage* (*high and low*) untuk pengamatan dengan sistem rotasi dan *tilting stage* hingga 70o.

● Mode operasi High-vacuum untuk sampel material konduktif

● Mode operasi Low-vacuum dan ESEM (*Environmental Scanning Electron*

*Microscope*) untuk sampel material non-konduktif dan sampel biologis

● Mode operasi wetSTEM untuk sampel biologis atau material berupa lembaran tipis (~ 150 nm) dengan mode gambar BF/DF atau BF/DF/HAADF dan holder sampel 3 mm TEM grid 100 mesh.

● Peltier *stage* untuk pengaturan suhu *cold stage*

● Holder berbentuk *well* (*conical, flat shallow, and flat depth*) untuk sampel berupa cairan

**Peralatan pendukung** : Generator set; UPS; Chiller; Kompresor



Foto Alat FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscope)

|  | Disiapkan oleh: | Diperiksa oleh: | Disetujui oleh: |
| --- | --- | --- | --- |
| Nama | Nike F. Khusnah, M. Si. | Prof. Dr.-Ing. Setyawan P. Sakti, M. Eng. | Dr. Ir. Joni Kusnadi, M. Si. |
| Tanda  tangan |  |  |  |
| Tanggal | 21 Oktober 2020 |  |  |
|  | | Status : | |