



兰州大学电镜中心

FEI Tecnai G2 F30 培训和操作使用说明手册

编写人: 彭勇 教授

紧急联系人: 陈斌 (17389359570) ; 毕开琦 (18394008597)

电镜中心人员: 张 宏 (18100930028, hongzhang@lzu.edu.cn)
邓 霞 (15002637038, dengx@lzu.edu.cn)
张军伟 (13919767727, zhangjunwei@lzu.edu.cn)
周保范 (13609338040, zhoubf@lzu.edu.cn)
李 华 (18693130300, huali@lzu.edu.cn)
高亚虎 (18993132170, gaoyh@lzu.edu.cn)
彭 亮 (13919826012, pengliang@lzu.edu.cn)

电镜中心电话: 0931-8912492

电镜中心邮箱: emc@lzu.edu.cn

兰州大学电镜中心
兰州大学资产与实验室管理处



目 录

- 前言
- FEI F30电镜用户资格要求、培训和使用问题解答联系人
- FEI F30电镜外观结构示意图
- 样品装载到样品杆与样品准备说明（附加）
- 使用前电镜状态检查和开始准备
- 样品装载到电镜样品腔
- TEM（明场模式）工作模式电镜工作状态校准
- STEM(扫描透射电子显微镜) 工作模式校准
- SAED(选区电子衍射)工作模式
- CBED(汇聚电子束电子衍射) 工作模式
- EDX(X射线能谱) 含EDX line scan(X射线能谱线扫描)和EDX mapping(X射线能谱元素图像)
- CCD校准
- 实验结束





前 言

- 高分辨率透射电子显微镜是可以说是一个微型化的同步辐射中心，能提供材料的结构、形貌、成分、原子价态、能带等诸多方面的研究，是现代材料、部分物理、化学、生物、医学研究必不可少的研究工具。FEI Tecnai F30属于较为高端电子显微镜，是特别昂贵的仪器，整个兰州只有我们物理学院一台。它们的操作、使用和日常维护都需要经过特别培训，并有很好的专业知识。因操作不当损坏的器件和配件，哪怕是细小到一个橡皮圈，都是非常昂贵的，基本上只能从同一电镜生产厂家购买，原因是电镜元件没有统一的工业标准，现有的几家生产厂家很少使用同一种配件。同时，它的维修和检查基本上只能由生产厂家来做，每次都需要支付厂家技术人员本身的技术服务费用和差旅费，费用相当昂贵，基本上都会以万元或十万元为单位。另外，还要付出相当长的电镜无法使用时间。电镜维修服务合同，每年高达四十万元，我们物理学院没有相应的经费签订这一服务合同。因此，**敬请各位电镜使用者为了您自己和他人研究工作的顺利开展，务必严格地按照电镜操作说明小心谨慎地操作，做到十分清楚您操作的每一步骤。只要您能按本操作说明小心谨慎地操作，电镜是不会弄坏的，也会带给您理想的实验结果。**
- **如果万一由于操作不当造成电镜损伤，敬请立即停止，严格按照下一页电镜紧急处理说明作危机处理，并如实将电镜出现的问题汇报给电镜工程师周保范老师（电话：13609338040）。如果联系不上他，请联系如下老师：彭勇、高美珍或席力。立即停止和如实汇报不是为了追究操作者或其导师的责任。立即停止是为了避免损害进一步扩大，如实汇报是为了帮助以上电镜负责老师或厂家技术人员快速找到损伤位置并能立即修理。**

为避免由于翻译引起理解困难，本说明所有专业术语直接使用英文，并附有中文翻译。但建议直接阅看英文。如有中文翻译错误，欢迎并敬请致信彭勇指正错误。



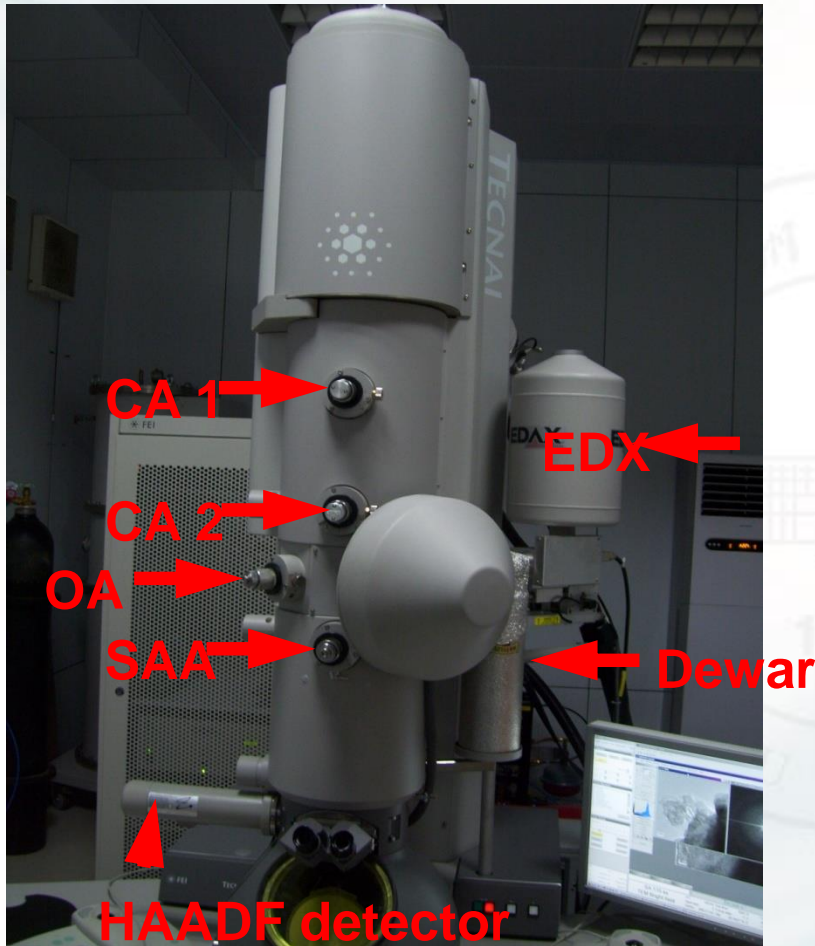
FEI F30电镜用户资格要求培训和使用问题解答联系人

- 电镜开放范围：原则上开放给所有需要经常使用电镜作为研究工具的物理学院研究生、博士后及教职员工。
- 独立使用资格获取方式：所有用户首先向电镜负责人提出申请，批准后，由电镜工程师进行严格的安全操作培训。经过考核通过后，方可独立使用。
- 运行时间：每天早上8:00至晚上23:00，包括星期六和星期天。
- 使用时间安排：实行提前预定制度。所有用户须提前通过电话、电子邮件或来电镜室预定使用时间。相应表格、预定表、电镜测试值班人员名单、联系方式和样品准备方法均可在电镜室门口获得。





FEI F30电镜外观结构示意图



CA 1: 聚焦棱镜光阑1

CA 2: 聚焦棱镜光阑2

OA: 物镜光阑

SAA: 选区光阑

EDX: 元素分析

Dewar: 杜瓦瓶

HAADF detector: 高角环形暗场探测器





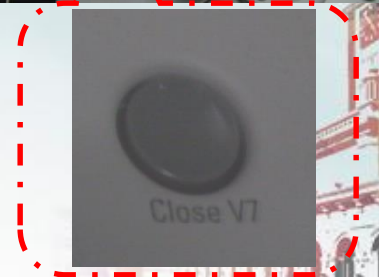
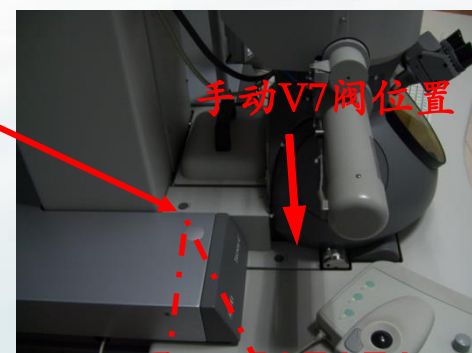
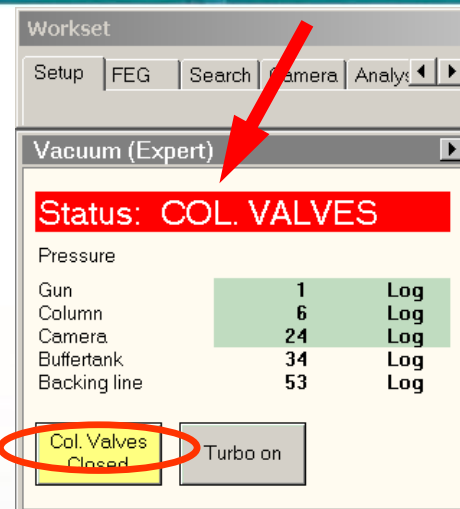
电镜危机处理步骤!!!

情况1: 适用于任何由于错误操作引起的电镜故障

步骤一: 立即关闭“Gun valve”(V7)(电子枪阀), 即点击Setup窗口中“Col. Valves Closed”至其变为黄色, 状态显示为“Status:COL.VALVES”, 如右上图所示。

如果软件不响应, 须手动强制性关闭V7阀, 阀具体位置位于棱镜柱后、传统照相机底片盒一侧, 如右下图所示。除此之外, 不要再作任何处理。

步骤二: 立即通知周保范老师 (电话: 13609338040) (如不在, 则通知其他三位电镜负责老师之一), 如实详细报告错误操作情况。





电镜危机处理步骤!!!

情况2: 适用于临时通知停水、停电紧急情况

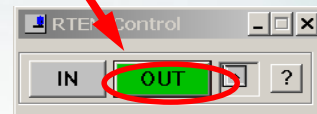
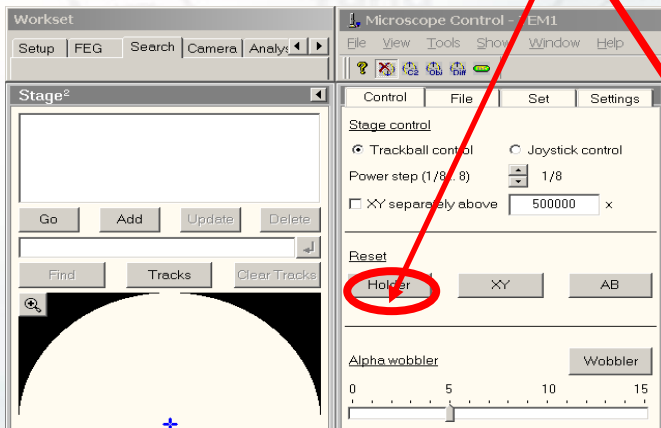
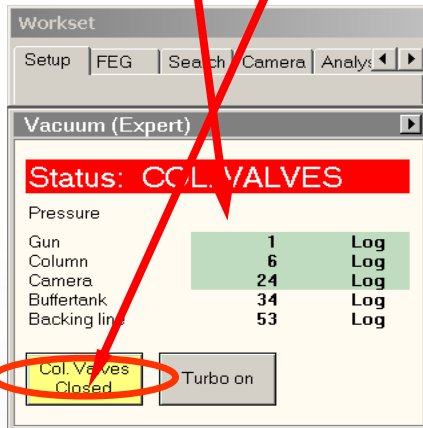
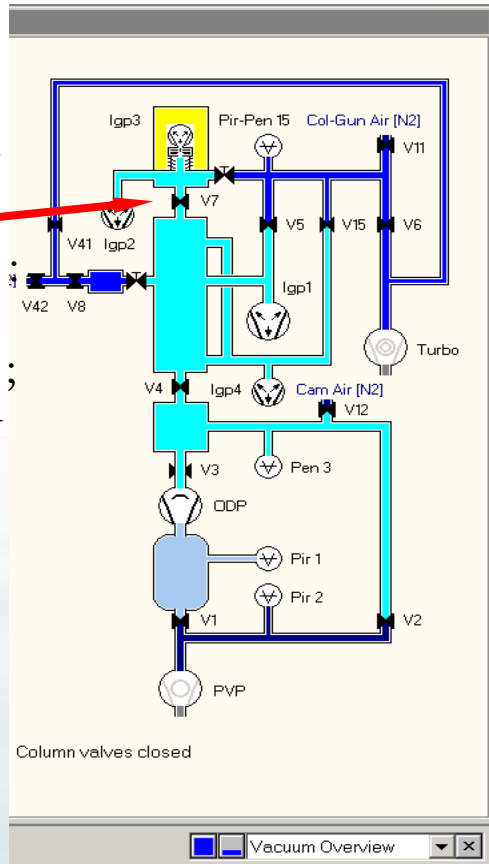
步骤一: 立即关闭“Gun valve”(V7)(电子枪阀), 即点击“Col. Valves Closed”至其变为黄色, 状态显示为“Status:COL.VALVES”, 如左下图或右侧图所示。

步骤二: 如果在真正停水、停电前有十分钟或更多的时间, 作如下操作;

- 1: 检查Gun valve(V7)(电子枪阀)已经关闭;
- 2: 样品杆位置归零 (在Search窗口中-Settings-Reset下点击holder);
- 3: 检查EDX detector 被退出 (RTEM窗口中out为绿色, 和实际检查EDX探测器硬件位置;
- 4: 按正确操作方式退出样品杆。

如果没有足够时间, 请直接跳到第三步。

步骤三: 立即通知周保范老师。





使用前电镜状态检查和开始准备

电镜控制电脑须24小时运行,如果关闭会造成电镜关机,并有可能造成电镜损坏.简单地重起电脑并不能重起电镜将电镜恢复到工作状态.为防止意外,除周老师和其他电镜负责老师外,任何人不可关闭或重起电镜控制电脑.

另一个特别需要注意的是: **永远别按右上图所示的四个按钮!!**



如果电镜状态没有达到如下读数,请切不可使用电镜,并联系周保范老师

一般情况下,“TEM server”(电镜控制服务器程序)和使用软件都处于打开状态.如果没有,请登录电脑(用户名:lzu;密码:空格).无论怎样,请做如下检查:

1:检查“TEM server”(电镜控制服务器程序)是否运行,正确的状态时,显示器右下角图标是绿色.如果显示灰色或找不到这一图标,请联系周老师.

2:如果,使用软件被上一个用户关闭,请按如下顺序依次打开:Tecnai User Interface, Gatan DigitalMicrograph, TIA(TEM Image and Analysis), RTEM图标依次为箭头所示.如果要关闭,方向相反(无特殊原因,请不要关闭任何软件)

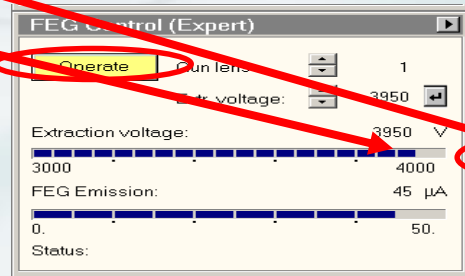
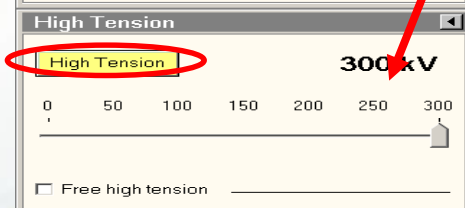
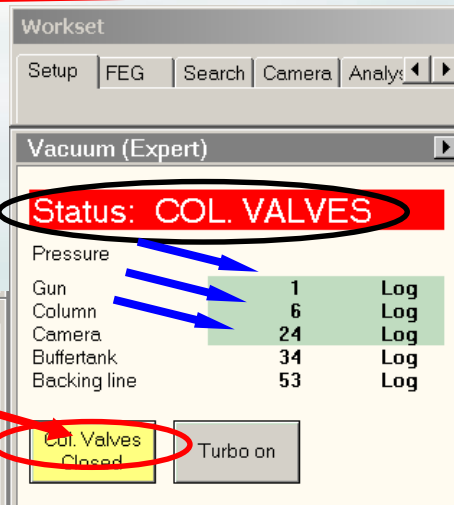
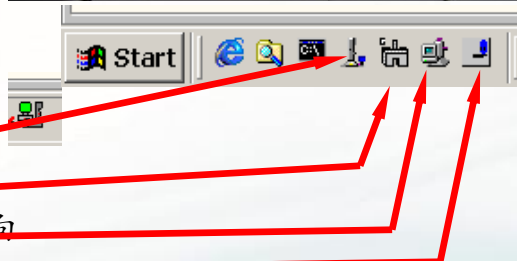
3:在**Workset**窗口中找到并激活**Setup**菜单,确定如下状态读数:**Vacuum (Expert)**窗口,一红三绿.红色显示Status:COL.Valves; Gun为1 Log; Column为6 Log; Camera为24 Log.特别是**Col.Valves Closed**显示**黄色**.(黄色表示此功能正处于图标所说工作状态,以下均为如此).

如右上图所示.

4: **High Tension**窗口High Tension图标显示为**黄色**,数字读数为**300kV**.如右中图所示.

5: **FEG Control (Expert)**窗口Operate图标显示为**黄色**, Gun Lens读数为**1**, Ext.voltage读数为**4300**, Extraction voltage刻度指示显示**蓝色到3950V**, FEG Emission读数为**78uA**,且**蓝色刻度指示也是78uA**.如右下图所示.

6: **RTEM Control**窗口**OUT**图标显示为**绿色**.





实验开始预准备

以上状态检查无误，可以按如下步骤开始使用透射电镜：

1: 用实验服盖好控制电脑和右控制面板。戴好防护眼镜、穿好防护手套，将液氮灌入Dewar瓶至离瓶口约为2~3cm。如右图所示放置好。并等上10分钟后才可插入样品杆。注意第一次将铜丝束浸入液氮时不要太快，以防烫伤。每一Dewar瓶液氮约能持续4~5小时。

3: 将样品装载到Single tilt holder(单倾)或double tilt holder(双倾样品杆)上:

Single tilt holder用法如下:

3a.取出如右中图所示专用圆规状不锈钢杆工具，按底图所示方法插入单倾杆前端Spring clamp(弹簧压扣)侧端专用小孔,沿如图所示红色弧线路径打开弹簧压扣。

3b.用五号镊子将样品放入箭头所指样品杆环形中空样品位置。如果未一次放正位置，用牙签将样品轻轻推至正确位置（即样品与环形中空样品位置同心对称），这一过程不可使用镊子，以防刮伤样品杆和防止刮出的铁屑掉入电镜样品腔。

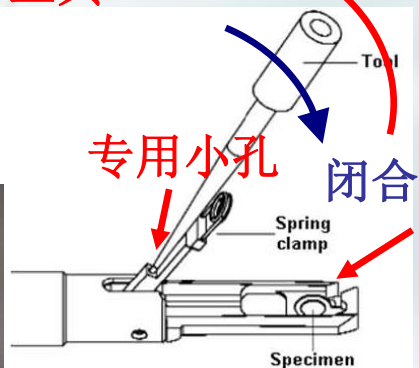
3c.使用不锈钢杆工具沿蓝色弧线轻轻放下弹簧压扣压牢样品（确保不会砸破易碎样品，如Si）。在光学显微镜观测下，握住样品杆尾部握手部分，在保护套座子里面旋转样品杆360度，同时施加轻轻震动，检测确保样品被压牢，没用滑动。注意：样品没有压牢，就有可能掉入电镜样品腔，造成大危害。

Dewar

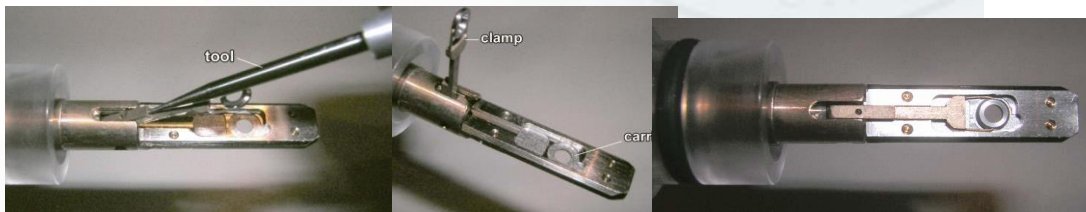


专用圆规状不锈钢杆工具

打开



闭合





实验开始预准备

双倾杆(Double tilt holder)用法如下:

4a. 取出如右上排图2所示双倾杆专用圆柱状、底部有六边形法兰不锈钢杆工具，按右侧第三排图1所示方法插入双倾杆侧端专用小孔，**在保证没有向下压的前提下，在双倾杆侧端平面内做同心逆时针旋转**（原因：如右侧第二排图所示，样品支架由三根直径约为0.5毫米的细金属柱支撑，无法承受任何过大压力），取出固定样品的螺丝帽（约一圈半丝道），轻轻旋转双倾杆手柄，倒出铍质垫片（如图第三排图2所示）。

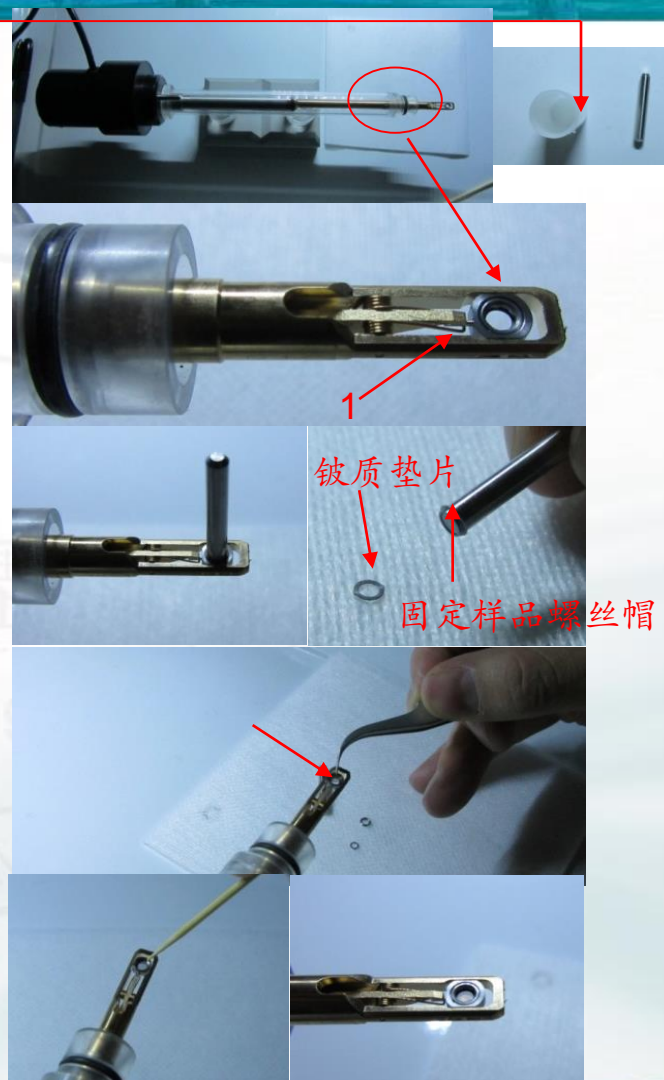
4b. 用五号镊子将样品放入右侧第四排图箭头所指样品杆环形中空样品位置。如果未一次放正位置，用**牙签**将样品轻轻推至正确位置（即样品与环形中空样品位置同心对称），这一过程不可使用镊子，以防刮伤样品杆和防止刮出的铁屑落入电镜样品腔。

4c. 类似样品操作，将铍质垫片放入。使用专用六边形法兰不锈钢杆工具将固定样品的螺丝帽按顺时针方向旋转扣紧。

4d. 在光学显微镜观测下，观察螺丝帽高度**略低于**样品杆环形中空环。**并特别检查右侧第二排图中1位置金属细杆被箭头所指弹簧夹住，没有脱落。如果脱落，切勿使用，并联系周老师！！**

4e. 握住样品杆尾部握手部分，在保护套座子里面旋转样品杆360度，同时施加轻轻震动，检测确保样品被压牢，没用滑动。注意：样品没有压牢，就有可能掉入电镜样品腔，造成大危害。

4f. 检查样品杆中部橡皮圈，在光学显微镜观测下，用牙签（切不可使用镊子或金属尖锐物）和镜头纸清理较大纤维或颗粒。如果橡皮圈过于干燥，涂抹少量专用真空脂，并尽量保证真空脂没有涂抹到金属杆。

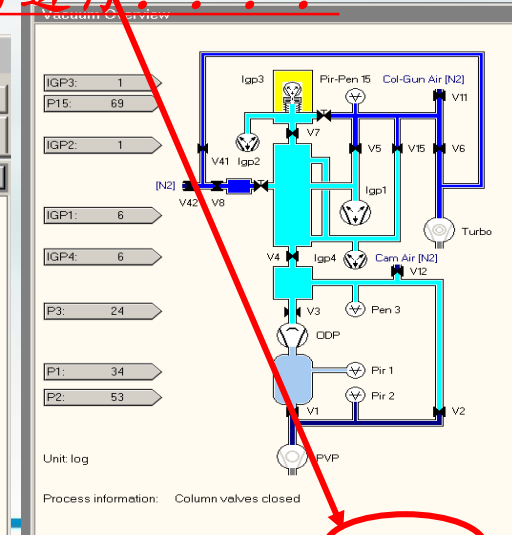
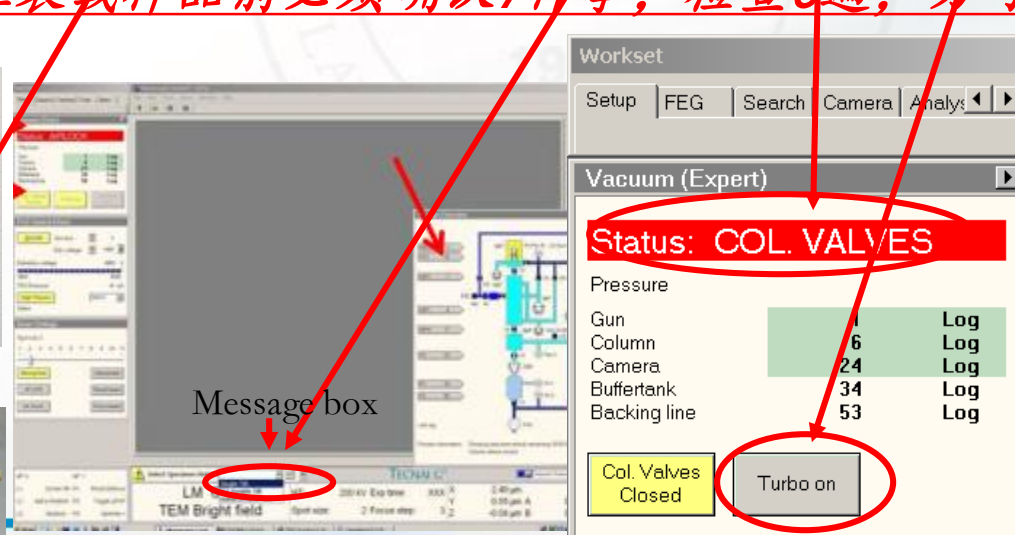
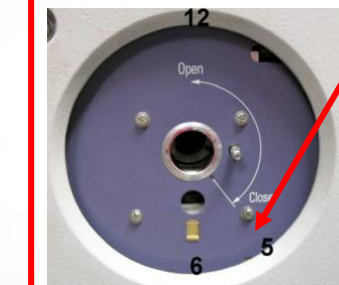




样品装载到电镜样品腔

- 1: 在Tecnai User Interface软件右下角，选择并点击Vacuum Overview功能，弹出电镜真空示意图。
- 2: 在再次确认Vacuum(Expert)窗口中红色部分显示Status:COL.VALVES状态下，点Turbo on图标。1秒钟后会听见机械泵启动运行声音，Turbo on图标变为暗红色。等待3分钟后，机械泵停止工作，Turbo on图标变为黄色，表示可以开始装载样品杆至样品腔了。
- 3: 将样品杆的Holder pin对准5点钟的位置，将样品杆推到底。中间约有5毫米距离为橡皮圈在金属管中滑动距离，需要施加轻微力量推动样品杆。如果样品杆没有5毫米滑动过程就推不动，系样品杆未对准正确位置，适当小范围（不超过10度）左右旋转样品杆，即可找到正确位置将样品杆滑到底。
如果使用单倾杆，接着点击的Message box中的Single tilt holder,并点击回车标志确定。如果使用双倾杆，选择Double tilt holder,并点击回车标志确定，进一步按提示连接好电缆，点击回车标志确定。这时，可以看到样品室的边缘有个灯会变红。
- 4: 等待大约3分钟之后，此灯会灭，然后转动样品杆到12点钟的位置，并使用左手食指和中指保护下，将样品杆会轻轻推进样品腔中。

小结：记住装载样品前必须确认7件事，检查3遍，方可进行!!!!

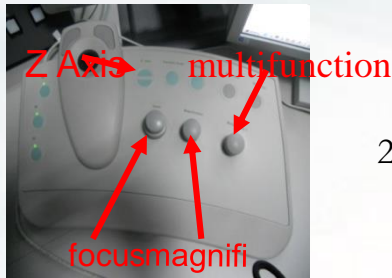




TEM (明场模式) 工作模式电镜工作状态校准

1: 找到光斑:

点击**Workset**上的Col.Valves Closed,此键会由黄色变成灰色。一般情况,就可以看到电子束在银光屏上。如果没有,降级放大倍数或移动样品,找到透明空洞。如果在低倍300x下,还找不到光斑,检查聚焦棱镜光阑CA2、物镜光阑OA和选区光阑SA是否退出。



RH

2: 调节照明系统 (Illumination system) 和调节点准备:

选择spot size 3.调节RH control panel上的magnification,使得放大倍率在130k。调节RH control panel上的Focus,使得defoc所对应的值等于零。

3: 调节聚焦棱镜光阑CA居中:

将CA2 (CA1, 非特殊情况, 请勿调节) 放入光路, 一般调制位置3直径100 μ m光阑。用LH control panel上的 intensity knob, 将光聚成一个点并移至荧光屏的中心, 然后用此键将光斑扩大至荧光屏尺寸同等大小,调节CA2上调节螺丝1和2将光斑移至与荧光屏同心重叠。



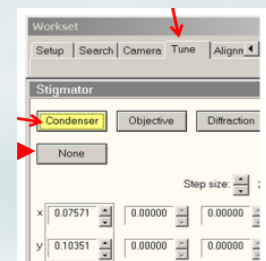
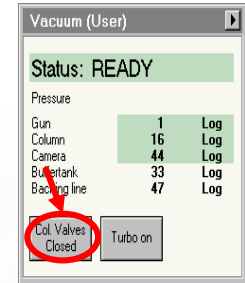
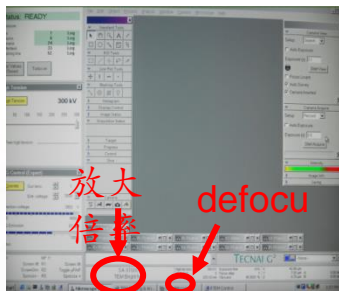
LR

4: 调节聚光镜像散:

将光斑缩小至1cm~0.5cm直径大小, 如果光斑不圆。点击**workset**中的**Tune**, 然后点击condenser, 使用RH control panel和LH control panel上的MF键将光调节成一个圆, 并且顺时针和逆时针旋intensity knob, 使得光斑以最小光斑点为中心左右作同心圆均匀展开调节完成, 点击None。

5: 将样品移至聚焦平面:

直接点击一下RH control panel上Eucentric center按钮, 将样品粗略移至聚焦平面。找到样品边缘或微栅碳膜空洞边缘, 使用RH control panel上的Z Axis向上或向下按键, 使得样品或碳膜边缘不再有明亮 (过焦状态) 或灰暗 (欠焦状态) 边界。此时, 样品被调至大体聚焦位置。





6: 光路准直调节(Direct Alignments):

选择**Tune**菜单中的如右图**Direct Alignments**窗口。

6a: 电子枪校准:

电子枪倾角:

方法1: 将光斑缩小到一角硬币大小(如果偏移, 将光斑移至荧光屏正中心), 点击**Gun Tilt**, 调节MF X和MF Y键, 使得曝光时间最小。完毕, 点击**Done**。

方法2: 将光斑缩小到5mm大小左右, 可以观察到光斑由较亮点和稍暗斑组成, 点击**Gun Tilt**, 调节MF X和MF Y键, 将较亮点调至光斑正中心。完毕, 点击**Done**。

电子枪偏移:

点击**Gun shift**, 然后按RH control panel上的R3, 使得 Beam settings的spot size由3增至9。然后用intensity knob将光斑缩小, 使用track knob将光斑移到荧光屏的中间。然后返回到3, 应用intensity knob将其光斑缩小, 调节MF X和MF Y键, 使得光斑处于荧光屏的中间。重复以上过程, 最终使得光斑能够在3和9下都处在最荧光屏的中间。完毕, 点击**Done**。

6b: 光束校准:

光束倾角:

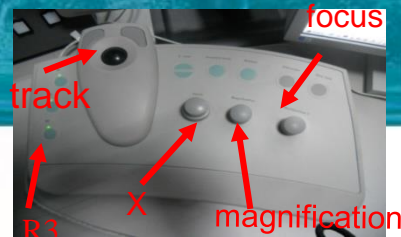
将光斑缩成一个点, 点击**beam tilt pp X**, 调节MF, 使得光斑变成由两个点变成一个点, 并且能够静止。重复上述过程调节**beam tilt pp Y**。完毕, 点击**Done**。

光束偏移:

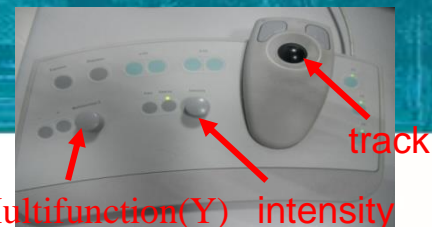
将光斑稍微放大, 点击Beam shift, 应用MF调节光斑到荧光屏的中间位置。完毕, 点击**Done**。

6c: 调节电压中心

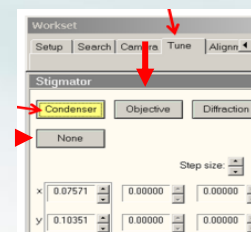
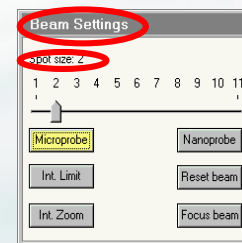
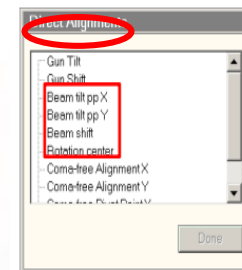
找到一个米粒大小的黑点或样品特征点作为参照物, 确定样品尽量在聚焦位置, 点击**Rotation center**, 使用荧光屏上部的光学显微镜去观察, 调节MF X和MF Y键, 使得参照物直冲眼球间眉心。完毕, 点击**Done**。



RH



LH





7: CCD相机校准:

在铜网或样品上找到一个空洞，移至置于荧光屏中心，覆盖整个CCD照相机镜头，光斑强度调节到合适范围，点击DM软件中Camera菜单中的Prepare Gain Reference选项中，在弹出窗口中在不改动任何参数的前提下，依次选定“OK”“Yes”。如果提示光强不合适，使用LH Control panel上Intensity键将光强指示标移至绿色区间，后点击“process”或点击回车键。

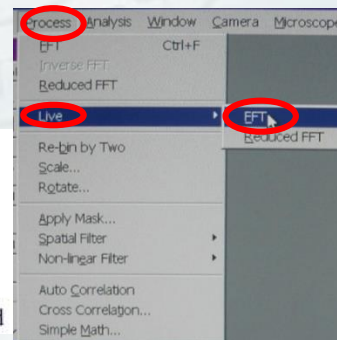
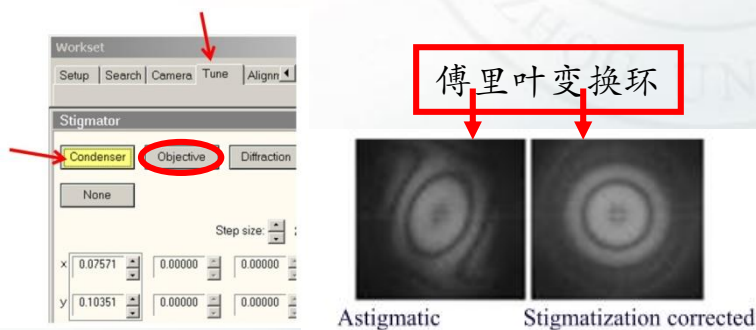
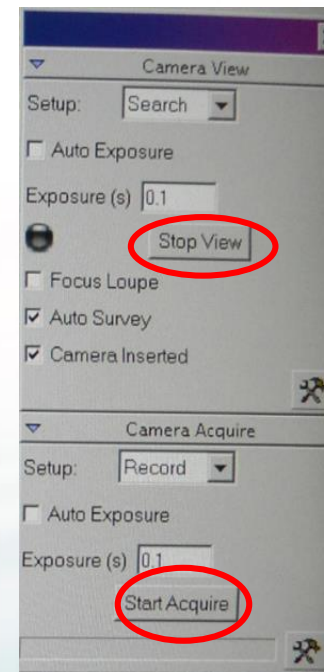
8: 物镜像差校准:

在荧光屏上找到无定型碳膜区域，置于荧光屏中心，覆盖整个CCD照相机镜头，光斑强度调节到合适范围，然后将荧光屏抬起。点击CCD照相机软件界面上的start view，同时点击DM软件中Process菜单中的Live选项中FFT功能，在出现的新窗口中显示傅里叶变换环。调节样品高度或RH control panel上的Focus使得屏幕上出现6~8个环。如果傅里叶变换环如下中图左侧所示呈现椭球状，激活Tune窗口中Stigmator子窗口中objective，用MF将其调圆。然后点击None。

9: 精细聚焦:

在上述第7步的基础上，调节RH control panel上Focus，使得傅里叶变换环最中心亮光斑铺展至整个FFT live窗口，此时意味着无定型碳膜达到最佳聚焦位置。

14: 点击start view，同时用RH control panel上的track寻找样品，当找到好的样品之后，重复（8）和（9）步聚焦后，点击start acquire进行拍照，保存图片。



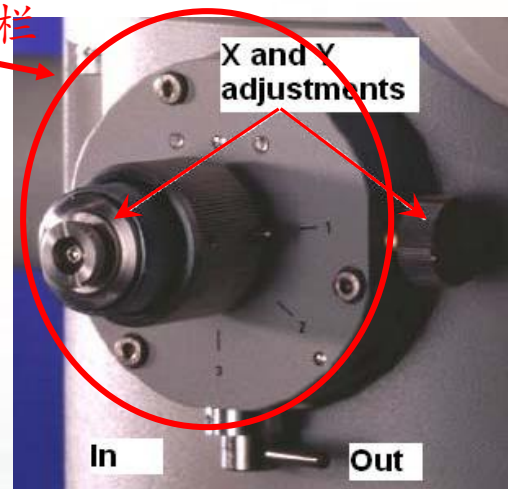


SAED(选区电子衍射)工作模式

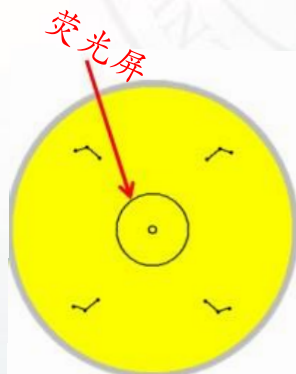
此一操作，请尽量减少衍射斑点，尤其是中心斑点照射**CCD**相机和荧光屏的时间，以免烧伤这两部分！！

- 1: 选择感兴趣的样品区，切换到合适的放大倍数。
- 2: 如右图所示将杠杆由右推向左，插入选区光栏，选择光栏孔径大小寻找光斑，调节选区光栏XY旋钮，将光斑移到荧光屏中心点。
- 3: 击右RH上的“diffraction”按钮，绿灯亮，进入衍射模式，此时荧光屏上出现一个点。
- 4: 调节“intensity”使光斑既小又亮。
- 5: 插入“beam block”挡住中心最亮衍射斑点防止烧坏CCD相机，抬起荧光屏，拍照获得衍射花样；拍照结束后迅速落下荧光屏。
- 6: 结束实验，退出衍射模式，退出选区光栏。

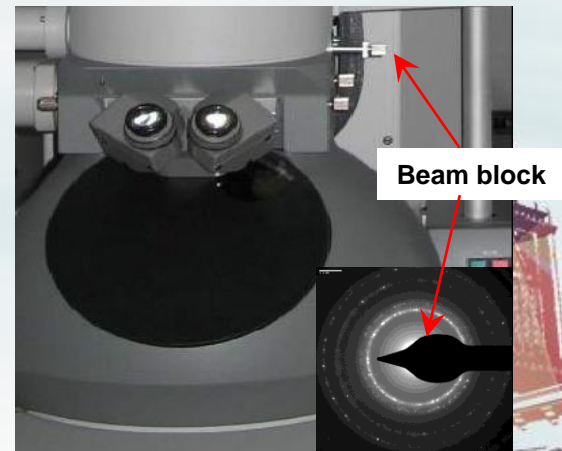
选区光栏



RH



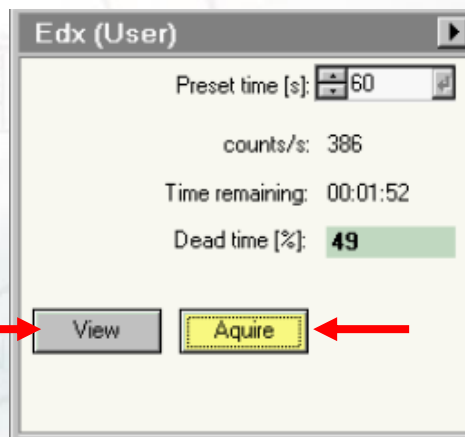
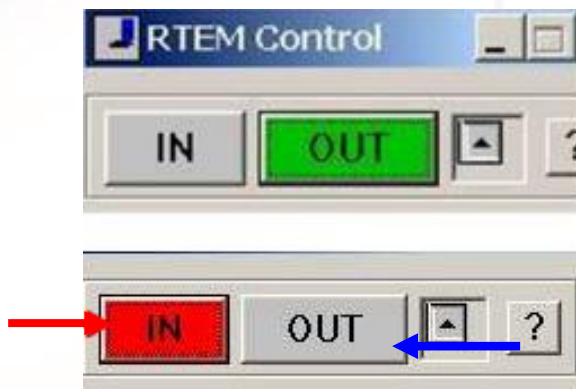
LR





EDX(X射线能谱)

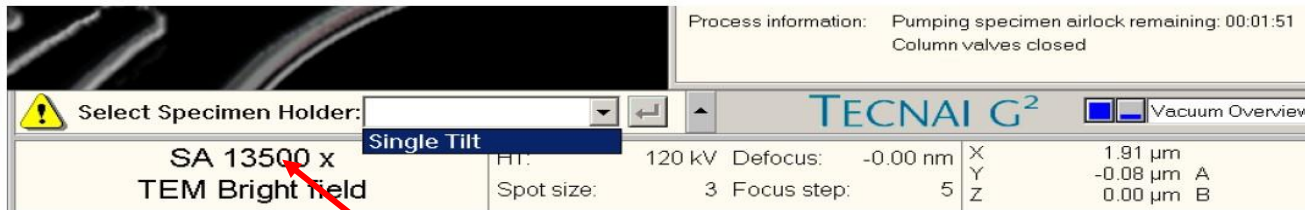
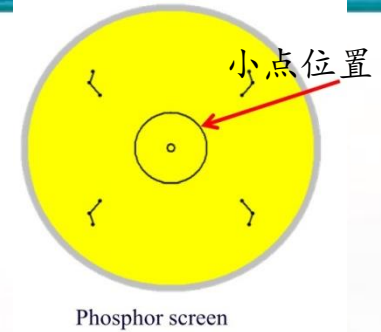
- 1: 选择感兴趣的样品区;
- 2: 将样品杆倾斜15度;
- 3: 在RTEM Control 软件里点击IN按钮插入EDX探测器;
- 4: 点击“View”,在TIA软件里观察图谱;
- 5: 点击“Acquire”;
- 6: 保存EDX数据;
- 7: 点击out, 推出探测器。



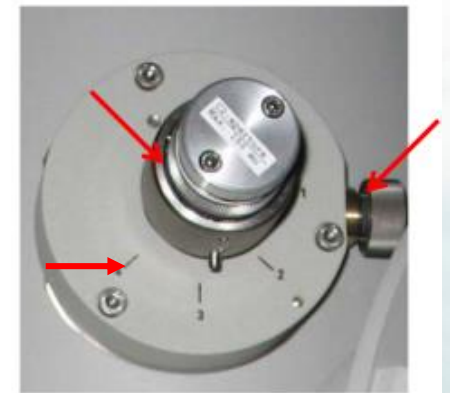


STEM (扫描透射电子显微镜) 工作模式校准

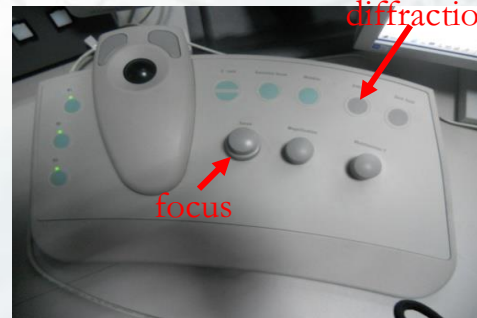
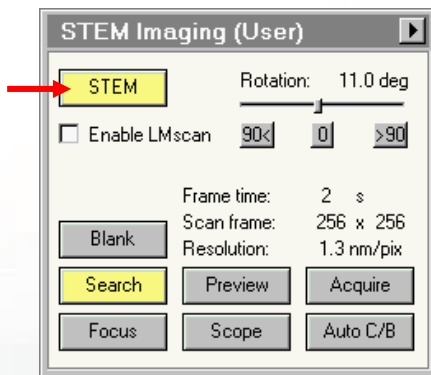
- 1: 在明场(Bright Field)模式下将放大倍数调至130kx, 并使电子束中心对准样品中有无定型碳膜的位置。
- 2: 调C2(the second condenser lens)=4, 并在CA2=4状态下校正光路。
- 3: 将电子束斑扩至与荧光屏大小一致, 点击操作界面上的STEM。
- 4: 压按RH控制板上的Diffraction以退出衍射模式。



调至130kx



C2 aperture



RH

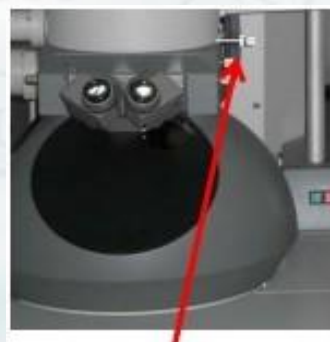
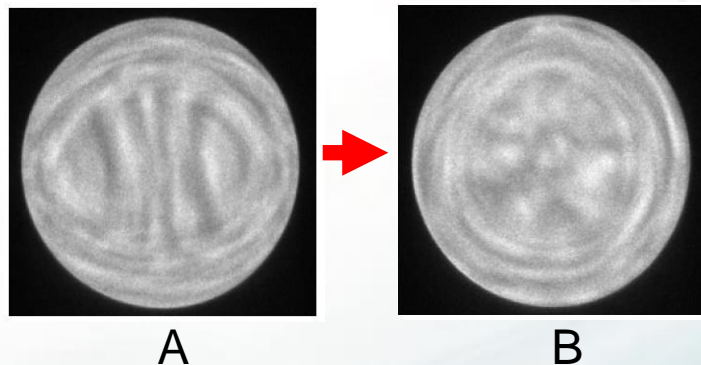
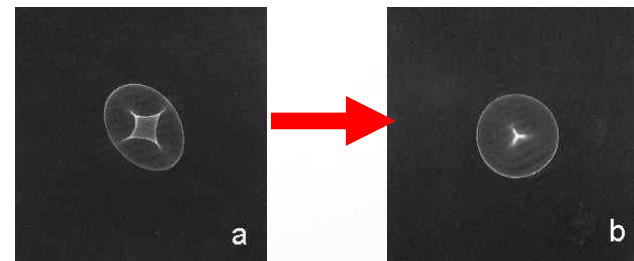


STEM diffraction mode

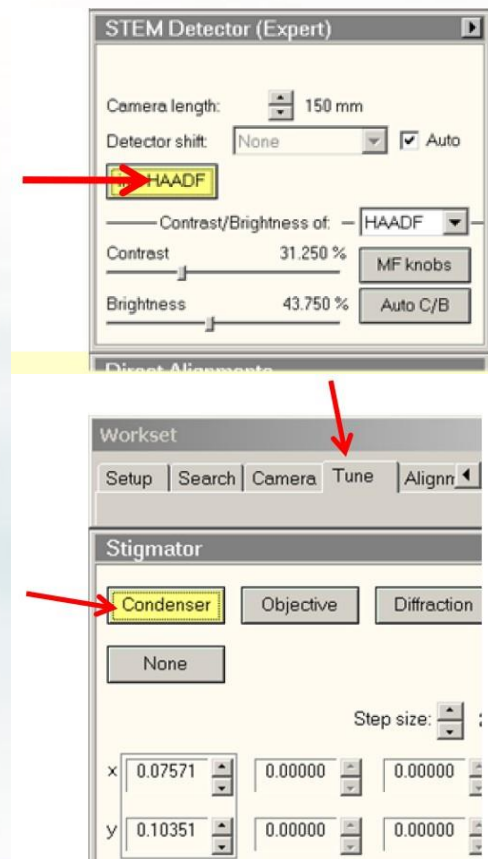


STEM (扫描透射电子显微镜) 工作模式校准

- 5: 调节放大倍数 $M=220k\times$ 。并用旋钮Focus将电子束斑聚成小点。
- 6: 将电子束斑移至荧光屏中心，然后调节pp X,pp Y,Beam Shift, 此过程与明场下调节光路过程类似。
- 7: 压按RH控制板上的Diffraction, 进入衍射模式。
- 8: 点击HAADF(黄色), 以暂时退出高角环形暗场探测器。
- 9: 放下小屏幕, 在小屏幕中观察电子束斑。
- 10: 旋转Focus(期间适当调节步长), 找到朗奇图(Ronchigram), 如图A。
- 11: 点击Tune→Condenser, 用旋钮multifunction X and Y调节朗奇图至B状态(最中心有亮斑, 整体呈翻滚状态)
- 12: 放入镜筒右侧的Beam Block, 要放精准, 确定朗奇图中心在Beam Block上的位置(即记住朗奇图中心相对于Beam Block的位置)
- 13: 调CA2=1, 小屏幕上出现小亮点, 调节CA2的X和Y, 使小亮点移至上一步记住的位置
- 14: 退出Beam Block
- 15: 点击HAADF, 将高角环形暗场探测器移入光路。



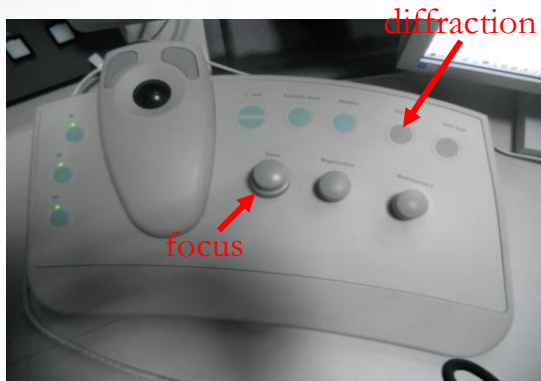
Beam block



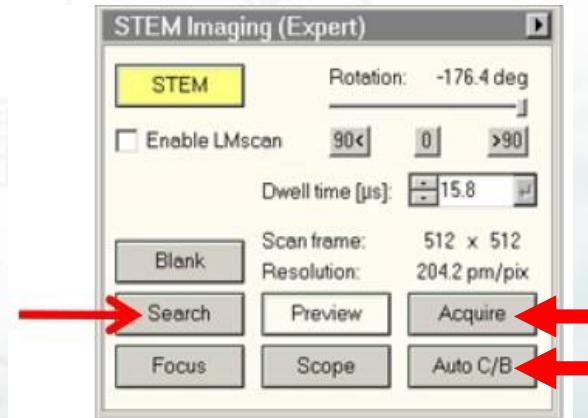


STEM (扫描透射电子显微镜) 工作模式校准

- 16: 点击Search, 观察样品。
- 17: 移动样品, 改变放大倍数, 用旋钮Focus调节聚焦。
- 18: 期间可点击Auto C/B以自动调节图像。
- 19: 退出STEM模式: 依次点击HAADF和STEM, 并调节CA2=4。



RH





会聚电子束衍射 (CBED) 操作步骤

此一操作，请尽量减少衍射斑点，尤其是中心斑点照射**CCD**相机和荧光屏的时间，以免烧伤这两部分！！

- 1: 选择感兴趣的样品区域。
- 2: 在高倍下调好光路，将C2 aperture调至1用intensity knob将光斑聚成点，用track knob将其光点移至荧光屏中心，再将光点展成与荧光屏大小相近的光斑，调节C₂的两个螺丝，使光斑移至荧光屏正中央。
- 3: 用intensity knob将光斑聚成一个点（聚在选择的样品区域上），点击diffraction。
- 4: 调节focus使点变得锐利。
- 5: 插入beam block挡住中心光斑，随后即可插入CCD拍照。
- 6: 结束实验，退出衍射模式，将C2 aperture调至3 或者4。



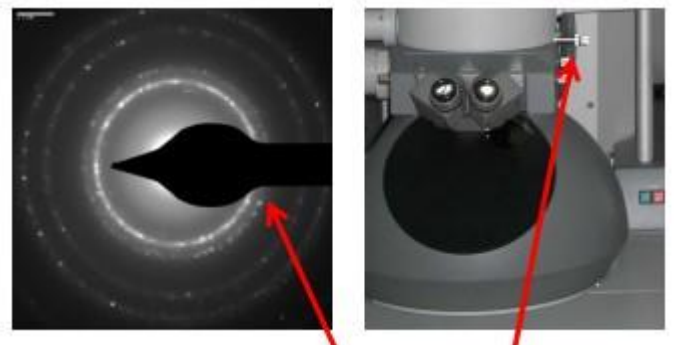
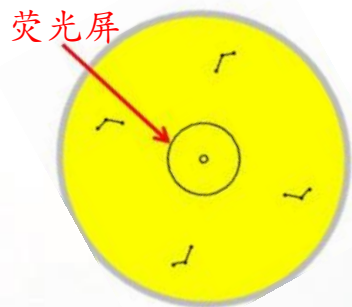
C2 aperture



LH



RH

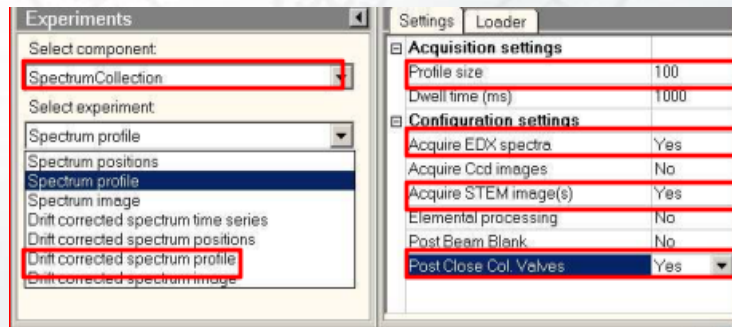
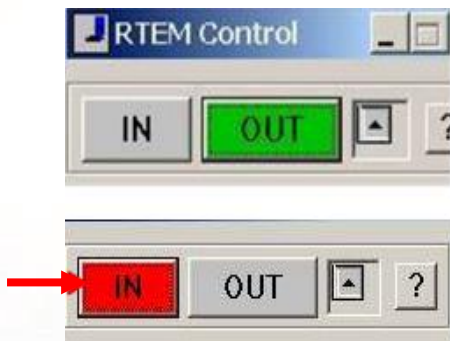


Beam block



EDX line scan(X射线能谱线扫描)

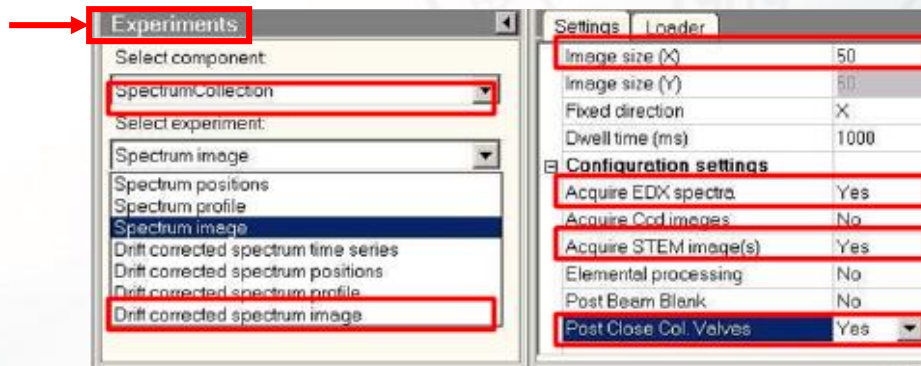
- 1、在STEM模式下调光路；
- 2、插入EDX探测器；
- 3、在STEM模式下调拍张照片；
- 4、进入Analysis,选择“spectrum Collection”、“Drift corrected spectrum profile”
按照需要设置“profile size”;核对“Acquire EDX spectra”后面是“Yes”,
核对“Acquire STEM images”后面是“Yes”,
核对“post close col valves”后面是“Yes”;
- 5、用TIA软件右侧的工具画一个□;
- 6、在所选择的区域画一条线;
- 7、点击“Acquire”开始测试;
- 8、保存EDX-Line Scan 数据。





EDX mapping(X射线能谱元素图像)

- 1: 将样品杆旋转15°。
- 2: 采集一张STEM照片。
- 3: 进入analysis窗口。
- 4: 采集一EDX谱图
- 5: 在工作菜单栏的experiments 窗口的select component选项中选择
- 6: 展开Experiment 菜单栏，对mapping参数进行设置：
- 7: 参数设置完毕后，用“Energy window tool”对采集的EDX波谱中
所需要元素的峰位进行选定。若一中元素有多个能量吸收峰，
只对其最强峰进行染色。
- 8: 元素标定完毕后，选择Experiment窗口中的 Acquisition 开始对样
品进行扫描。
- 9: 谱图采集完毕，保存数据。





实验结束

- 1: 点击Setup窗口中“Col. Valves Closed”至其变为黄色（即关闭V7阀），确定状态显示为“Status:COL.VALVES”，如右上图所示。
- 2: 点击Search窗口中Control子窗口中Holder图标。等待至样品杆坐标指示归零或右下图蓝色十字标识移至网格正中央。
- 3: 点击RTEM Control 窗口中OUT按钮退出EDX探测器，并实际检测EDX探测器硬件是否真的退出。

对于单倾杆:

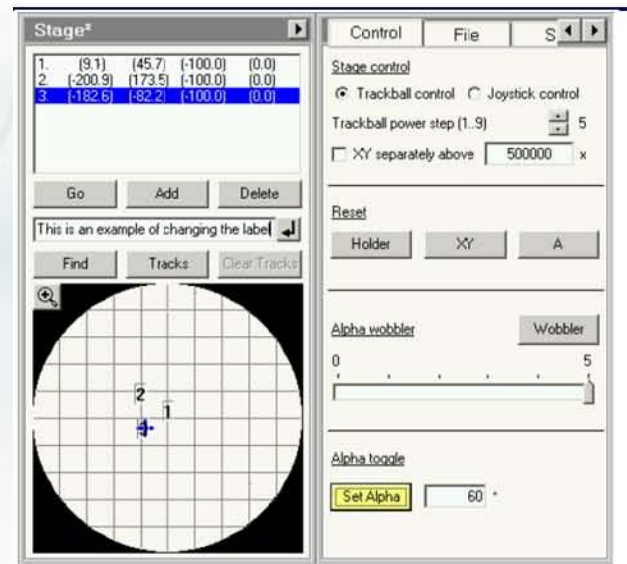
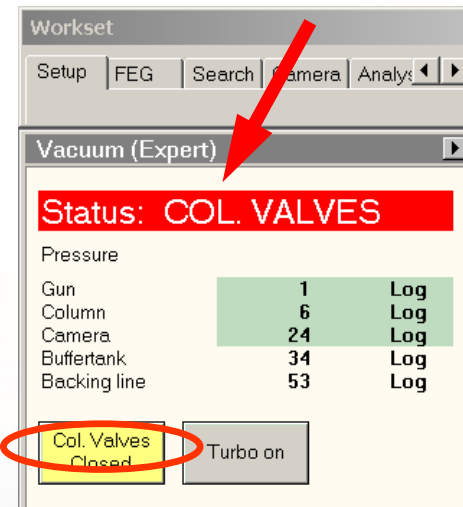
- 4: 拔出单倾杆至底，不能再退为准；顺时针旋到不能旋转为止，撤销旋转力；沿样品杆杆轴方向直线轻轻退出样品杆。

对于双倾杆:

- 5: 断开双倾杆电缆。
- 6: 拔出双倾杆至底，不能再退为准；顺时针旋到不能旋转为止，撤销旋转力；沿样品杆杆轴方向直线轻轻退出样品杆。

小结:

- 退出样品杆前必须确认上述3件事，检查3遍，方可进行!!!
- 退出样品杆时，如果操作不到位，就会造成漏气，电镜自动关闭，对电镜多方面造成伤害!!!
- 务请小心!!!!





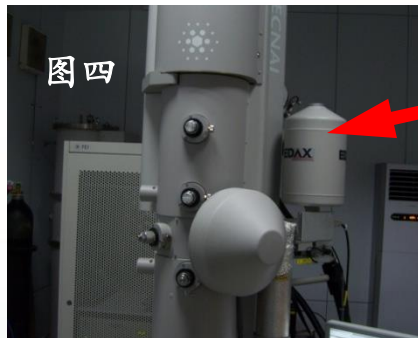
每天最后一个实验完成者电镜处理

- 1: 确定已经完成上页实验结束电镜处理步骤, 即:
 - a: V7阀已关闭;
 - b: 样品杆位置已经归零;
 - c: EDX探测器已经处于退出位置;
 - d: 样品杆已经退出电镜。
- 2: 用实验服盖好控制电脑和右控制面板。戴好防护目镜、穿好防护手套, 取下如右图Dewar瓶 (小心不要被液氮烫伤)。
- 3: 点击**Setup**找到如右图二的Vacuum (Expert)窗口, 点击红色箭头所示的flapout图标, 翻出右图三窗口
- 4: 点击**Cryo**菜单, 点击**Cryo Cycle**图标,
- 5: 确保几秒内听见机械泵启动声音。
- 6: 检查Dewar瓶中液氮量, 如果残留较多, 倒回液氮罐或倒入图四中箭头所示EDX探测器Dewar
- 7: 检查图四中箭头所示EDX探测器Dewar液氮量, 确保液氮被加满。

Dewar



图一



图四

Component	Value	Action
Gun	1	Log
Column	6	Log
Camera	24	Log
Buffertank	34	Log
Backing line	53	Log

Col. Valves Closed Turbo on

图二

Start alter: 120 Min
Duration: 240 Min
Remaining time: Min.
- Airlock -
 Turbo Auto Off
Step Back
Prepump Airlock Empty Buffer Cryo Cycle

图三