



兰州大学FEI Talos F200C 培训和操作使用说明书

编写人： 邓霞

电镜中心成员： 邓 霞 (15002637038, dengx@lzu. edu. cn)
高 亚 虎 (189-9313-2170, gaoyh@lzu. edu. cn)
张 宏 (18100930028, hongzhang@lzu. edu. cn)
李 华 (18693130300, huali@lzu. edu. cn)
周 保 范 (13609338040, zhoubf@lzu. edu. cn)
彭 亮 (13919826012, pengliang@lzu. edu. cn)
张 军 伟 (13919767727, zhangjunwei@lzu. edu. cn)

电镜中心电话： 0931-8912492

兰州大学电镜中心
兰州大学
2018年6月





目 录

- 前言
- FEI Talos F200C电镜用户资格要求、培训和使用问题解答联系人
- FEI Talos F200C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
- Low Dose 工作模式
- 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
- STEM(扫描透射电子显微镜)工作模式校准
- 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 Talos F200C属于较为高端电子显微镜，是特别昂贵的仪器，整个兰州只有兰州大学电镜中心一台。它的操作、使用和日常维护都需要经过特别培训，并有较好的专业知识。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，电镜中心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管理老师邓霞老师（电话：15002637038）。如果联系不上她，请联系高亚虎老师。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 Talos F200C 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兰州大学研究生、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。

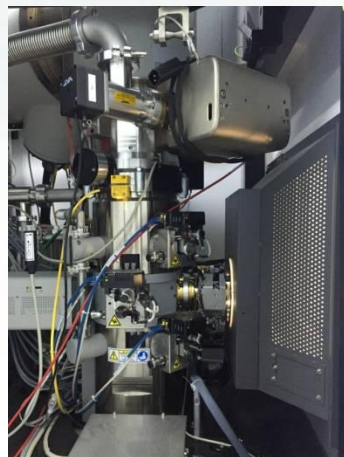




FEI Talos F200C 电镜外观结构示意图



外部结构



内部结构



样品台



触屏显示屏

Talos F200C 所有光阑、棱镜、探测器和冷和都用软件控制

CA 1: 聚焦棱镜光阑 C1 Aperture

CA 2: 聚焦棱镜光阑 C2 Aperture

OA: 物镜光阑 Objective Aperture

SAA: 选区光阑 Select Area Aperture

CB: Cryo Box 冷盒

Dewar : 杜瓦瓶

HAADF detector : 高角环形暗场探测器

DF4/DF2/BF detector : 暗场及明场探测器



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“Col. Valves Closed” (Vac) (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: All Vacuum (Closed)**”，Vacuum Overview 界面显示Vac 阀关闭，如右图所示。

如果软件不响应，不要再作任何处理。

步骤二：立即通知邓霞老师（电话：15002637038）（如不在，则通知高亚虎老师），如实详细报告错误操作情况。

The image shows two screenshots from a control software interface. The top screenshot is the 'Vacuum (Supervisor)' window. It has a menu bar with 'Setup', 'LowDose', 'Search', and 'alignmer'. Below the menu bar, the title is 'Vacuum (Supervisor)'. A red arrow points to a dropdown menu that is currently set to 'Col. Valves Closed'. Below this, the status is displayed as 'Status: All Vacuum (Closed)'. There is a table with the following data:

Accelerator	1	Log
Column	1	Log
Detection Unit	26	Log
Buffer tank	47	Log
Backing line	50	Log
Nitrogen level	OK	

At the bottom of this window, there are two buttons: 'Col. Valves Closed' (highlighted with a red circle) and 'Empty Buffer'. The bottom screenshot is the 'Vacuum Overview' window. It shows a schematic diagram of the vacuum system with various components labeled: IGFt, IGPt, PPM, IGPco, Vll, Vei, IGPco, Vmco, PIRbf, Vbtpv, PIRpv, and PIRbv. A red circle highlights the 'Vac' valve in the diagram. On the left side of the diagram, there are several status indicators: IGFt: 1, IGPt: 1, PPM: Overflow, IGPco: 1, PIRbf: 74, and PIRpv: 74.





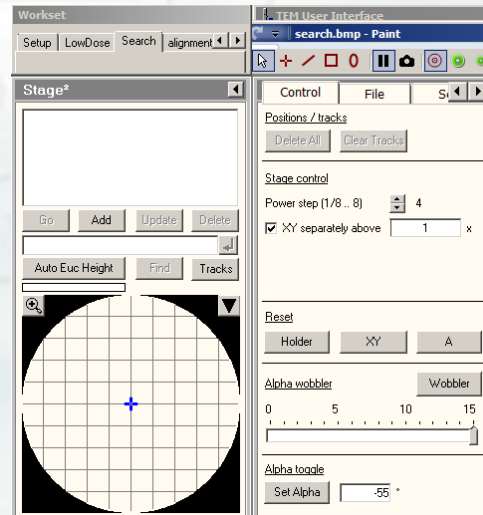
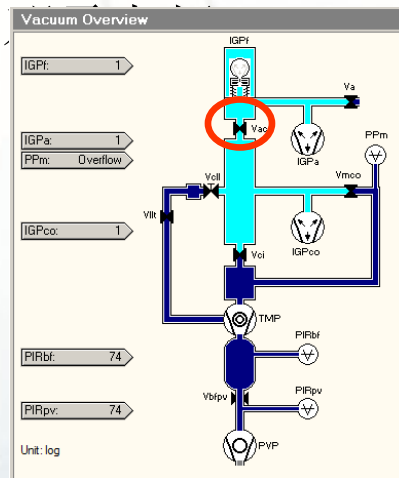
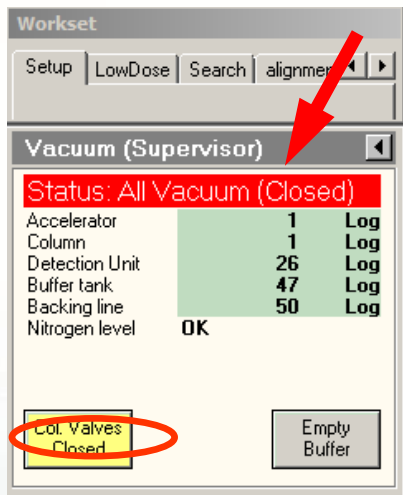
电镜危机处理步骤！！！！

情况2：适用于临时通知停电紧急情况

步骤一：立即关闭“Col. ValvesClosed”(Vac) (电子枪阀) 即点击“Col. Valves Closed”至其变为**黄色**，状态显示为“**Status: All Vacuum (Closed)**”，如左下图所示。

步骤二：如果在停电前有十分钟或更多的时间，作如下操作：

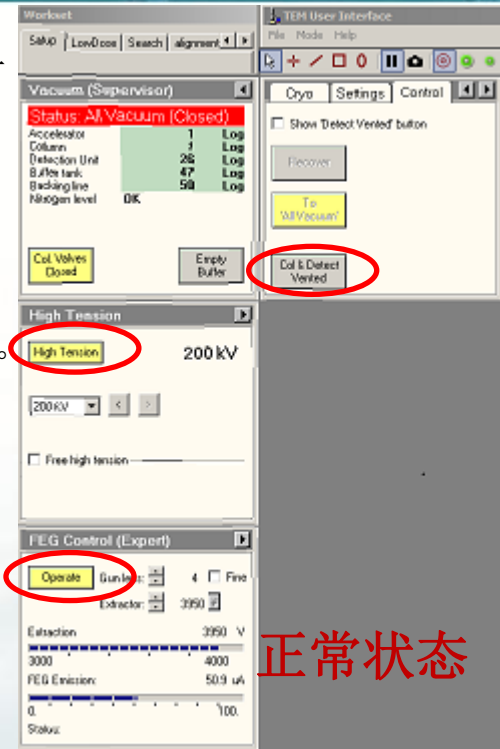
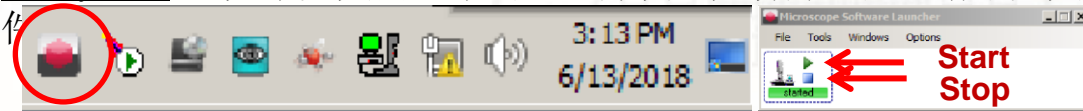
- 1: 检查“Col. ValvesClosed”(Vac) (电子枪阀) 已经关闭；
- 2: 样品杆位置归零（在search窗口中-Stage-control下点击“holder”）；
- 3: 按正确操作方式退出样品杆。





使用前电镜状态检查和开始准备

1. **电镜控制电脑须24小时运行**, 除邓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
2. 特别需要注意的是: **右图中红色环标记按钮以及FEG Control 展开部分勿动**
3. **如果电镜状态显示Status: Busy, 如右下图所示请切不可使用电镜, 并与邓霞老师联系**
4. 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: supervisor; 密码: Talos f200c)。如果使用软件被上一个用户关闭, 请双击鼠标左键打开主显示屏 (左侧显示屏) 右下角的Micro-scope Software Launcher, 鼠标左键单击绿色三角将自动启动软件 Tecnai User Interface, FluCam Viewer, TIA (TEM Image and Analysis)。如果要关闭, 单击蓝色方块 (无特殊原因, 请不要关闭任何软件)



正常状态

5. 在 Workset 窗口中找到并激活 Setup 菜单, 确定如下状态读数: Vacuum (Supervisor) 窗口, 一红三绿。红色显示 **Status: All Vacuum (Closed)**, 绿色显示: **Acceletator** 为 **1 Log**; **Column** 为 **1 Log**; **Camera** 为 **16 Log**。特别是 **Col.Valves Closed** 显示 **黄色**。(黄色黑字表示此功能正工作状态, 黄色灰字表示其状态异常。以下均为如此)。
6. High Tension 窗口 High Tension 图标显示为 **黄色**, 数字读数为 **200kV**。
7. FEG Control (Expert) 窗口 Operate 图标显示为 **黄色**, Gun Lens 读数为 **4**, Ext. voltage 读数为 **3950**, Extraction voltage 刻度指示显示 **蓝色到 3950V**, FEG Emission 读数为 **50.9 uA**, 且 **蓝色刻度指示也是 50.9 uA**。
8. 相机状态显示为: **Ceta Cooling : Stable**



非正常状态





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: 戴好防护目镜、穿好防护手套，将液氮灌入Dewar瓶至离瓶口约为2~3cm。如右上图所示放置好。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。

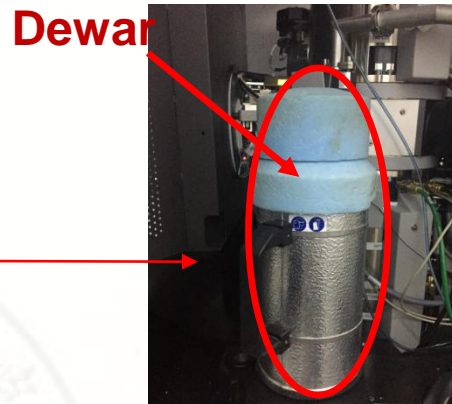
3: 将样品装载到Single tilt holder(单倾)或double tilt holder(双倾样品杆)上：

Single tilt holder用法如下：

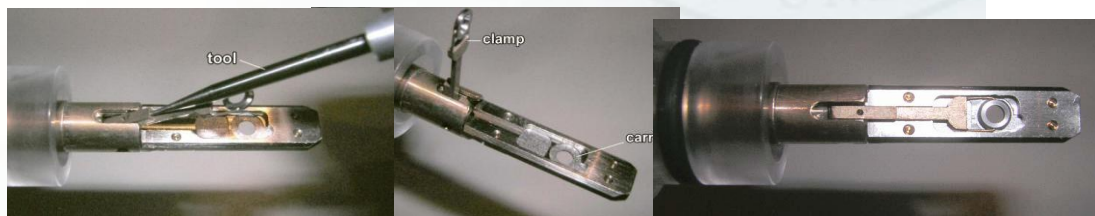
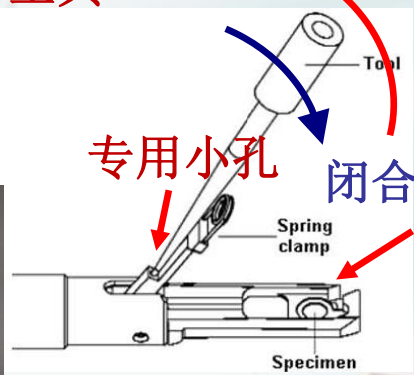
3a. 取出如右中图所示专用圆规状不锈钢杆工具，按底图所示方法插入单倾杆前端Spring clamp(弹簧压扣)侧端专用小孔, 沿如图所示红色弧线路径打开弹簧压扣。

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。



保护套
专用圆规状不锈钢杆工具





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掉入电镜样品腔。

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

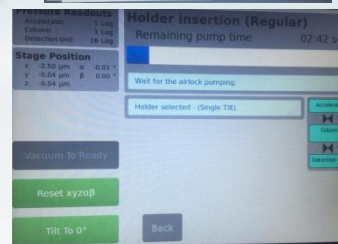
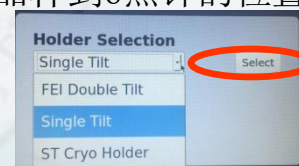
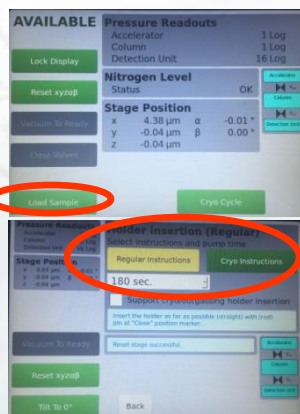
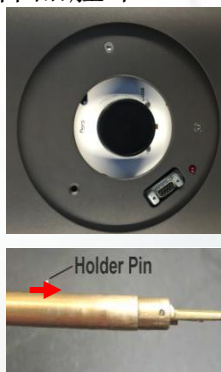
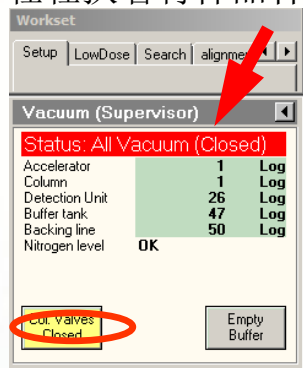
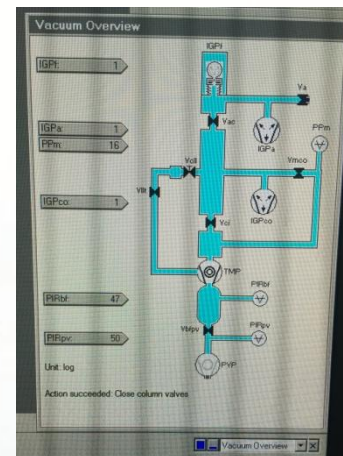
注意：在确定Dewar (杜瓦瓶) 液氮已经将电镜样品腔冷却达到10分钟或以上时，才可开始进样。请确保装载或取出样品整个过程为完成后才能去做别的事情，以防出错！！

1: 在**TEM 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(Supervisor)**窗口中红色部分显示**Status: All Vacuum(Closed)**状态下，真空、高压和电子枪都正常方可插样品杆。触屏点击**Load Sample**，选择合适的模式及预抽真空时间（材料样品180s，冷冻样品小于120s）

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5度）左右旋转样品杆，即可找到正确位置将样品杆滑到底。这时，可以看到样品台的边缘有个灯会变红。如果使用单倾杆，接着点击的触屏中的**Single tilt**，并点击**Select**标志确定。电镜开始预抽真空倒计时。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。

4: 等待预抽真空时间倒计时完后，此红灯会灭，然后逆时针转动样品杆到6点钟的位置，并手轻轻扶着将样品杆推进样品腔中。



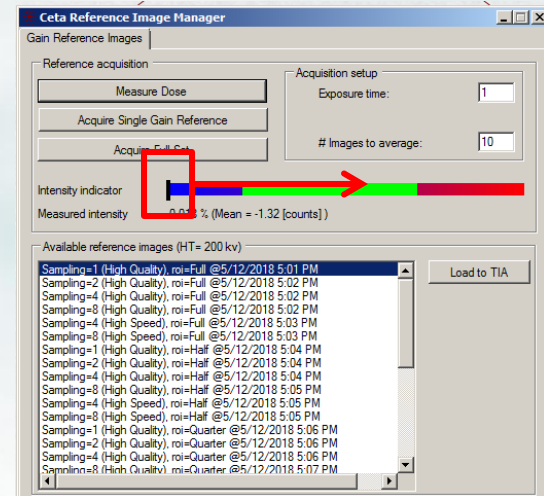
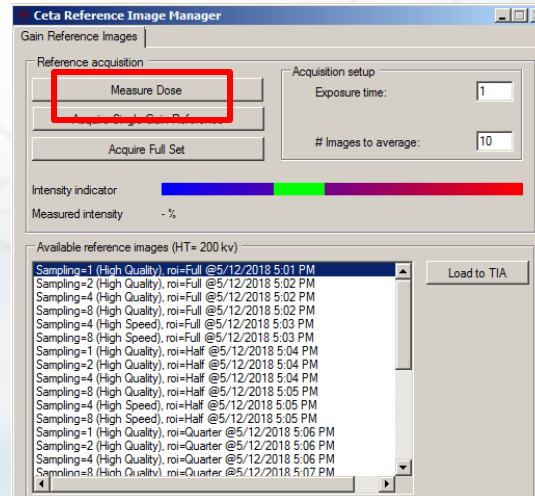
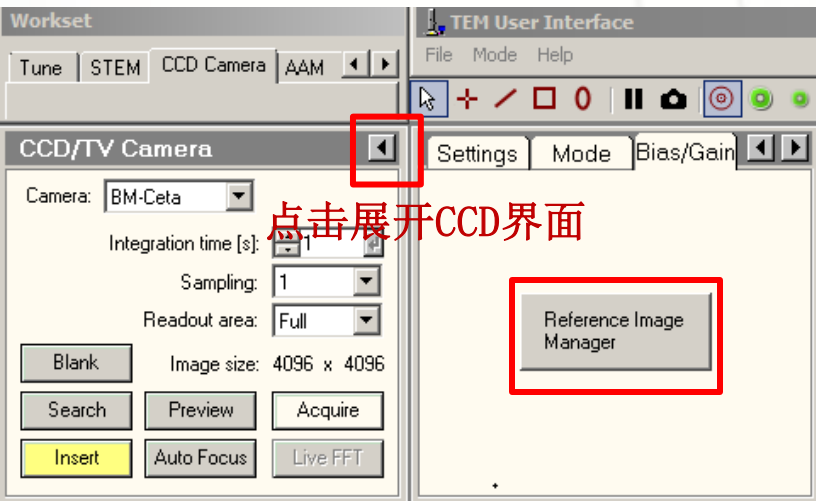
小结：记住装载样品前必须确认8件事，检查3遍，方可进行！！！！





CCD Camera 校准

- 1: 找一空白无任何样品和碳膜的区域（空洞），选择Spot Size 3，放大倍数大于45000x，Intensity 展开光斑至完全覆盖相机成像区域（完全覆盖整个荧光屏，相机成像区域无样品和碳膜）。
- 2: 展开CCD/TV Camera，在Bias/Gain中点击Reference Image Manager，自动弹出Ceta Reference Image Manager 界面。点击Measure Dose，观测Intensity Indicator蓝绿红条中黑色竖线位置，若黑色竖线在绿色区域，则光强合适；若黑色竖线在蓝色区域，则增加光强，缩小光斑（保证能覆盖整个相机成像区域前提下）或减小Spot Size，再点击Measure Dose测试光强，直至竖线在绿色区域位置；反之，合适竖线在红色区域，则减弱光强，展开光斑即可。
- 3: 点击Acquire Full Set，进行相机自动校准，等自动校准30步结束后，打开相机检查校准后是否有噪点（黑斑或白斑），无则校准合适。反之重较。





TEM (明场模式) 工作模式 电镜工作状态校准

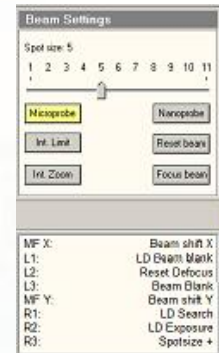
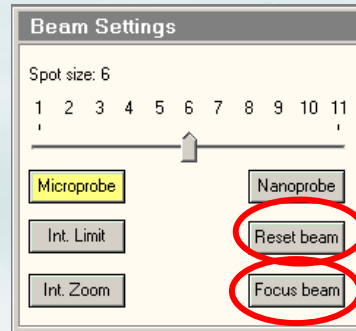
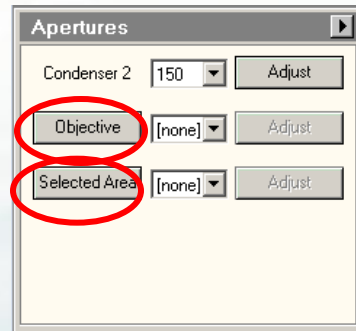
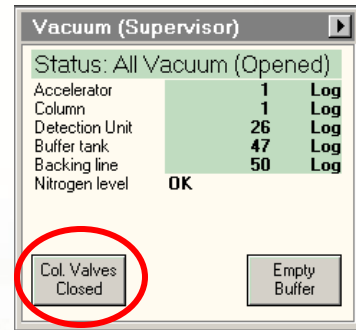
- 1: **找到光斑:** 点击Workset上的Col. Valves Closed, 此键会由**黄色**变成**灰色**。一般情况, 就可以看到电子束FluCam Viwer显示屏上。如果没有, 降级放大倍数或移动样品, 找到透明空洞。如果在低倍300x下, 还找不到光斑, 检查聚焦棱镜光阑CA2、物镜光阑OA和选区光阑SA是否退出(灰色为退出)。若都退出, 在search中的Beam Setting 中单击Reset Beam 和 Focus Beam。
- 2: **调节照明系统 (Illumination system) 准备:** 选择spot size 3。点击RH control panel上的Ecentric Focus, 使得defocus所对应的值等于零。
- 3: **调节聚焦棱镜光阑C2居中:** 将C2一般调至直径150 μ m或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大圆标记尺寸同等大小, 激活Cendencer 2的Ajust (激活状态为黄色) 调节LR和RH操作面板的Multifunction X/Y (MF X/Y) 将光斑移至荧光屏中心。
- 4: **调节聚光镜像散:** 将光斑缩小至比荧光屏标记最小圆圈直径大一点, 如果光斑不圆。点击workset中的Tune, 进入Stigmator界面, 然后点击condenser, 调节MF X/Y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:** 低倍下 (2600X) 找到样品边缘或微碳膜空洞边缘, 点击Workset上的Search, 展开Stage界面 (点击三角展开), 点击Wobber (变黄), 调节RH control panel上的Z Axis向上或向下按键使样品晃动最小。在放大倍数至120Kx, 调节Z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。



LR



RH



Beam Settings		Talo:	
Spot size: 5		High tension: 200 kV	C2 Lens: 45.879 %
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11		Focus step: 1	Obj Lens: 85.6458 %
Microprobe	Nanoprobe	Spot size: 5	Defocus: 0 nm
Int. Limit	Reset beam	Screen current: 0.824 nA	Dose rate: 4.11 e/A ² s
Int. Zoom	Focus beam		
<p>Natural Linear High Contrast HDR Manual High Resolution FFT</p> <p>SA 17500 x TEM Bright field</p>			



TEM (明场模式) 工作模式 电镜工作状态校准

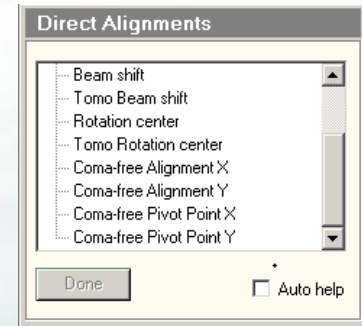
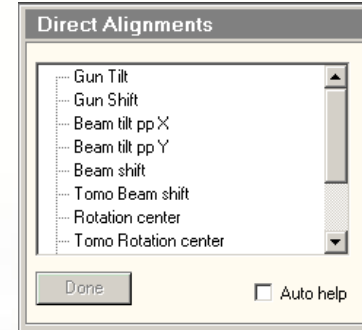
6: 光路准直调节(Direct Alignments): 选择Tune菜单中的如右图Direct Alignments窗口。

6a:电子枪校准: ① Gun Tilt 调节, 将光斑缩小至比荧光屏标记中心的最小圆环大一点, 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。

6b:Beam校准: 将Beam settings的Spot Size调至2,用intensity knob将光斑缩小(光斑若不圆调Condencer), 点击Gun shift, 调节MF X和MF Y键将光斑移到荧光屏的中心, 点击Done。将Beam settings的Spot Size调至6,用intensity knob将光斑缩小(光斑若不圆调Condencer), 点击Beam shift, 调节MF X和MF Y键将光斑移到荧光屏的中心, 点击Done。重复以上过程, 最终使得光斑能够在2和6下都处在最荧光屏中心。完毕, 点击Done。

6c: 光束倾角校准: 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。

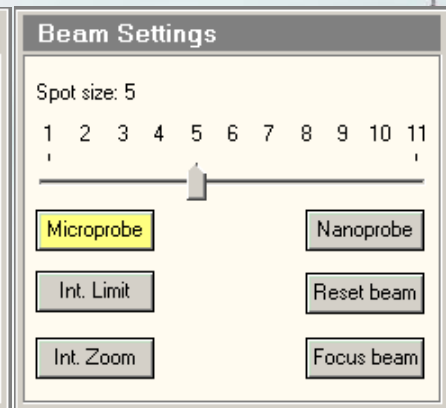
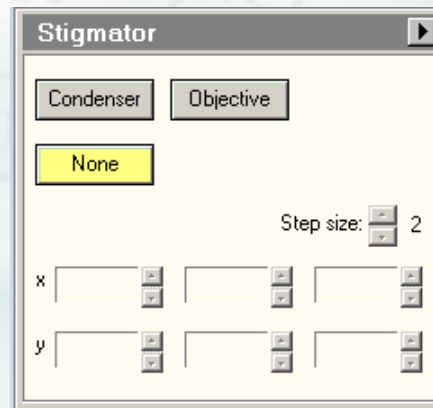
6d: 调节电压中心:找到一个米粒大小的黑点或样品特征点作为参照物, 确定样品尽量在聚焦位置, 点击Rotation center, 使用荧光屏上部的光学显微镜去观察, 调节MF X和MF Y键, 使得参照物直冲眼球间眉心。完毕, 点击Done。



LR



RH





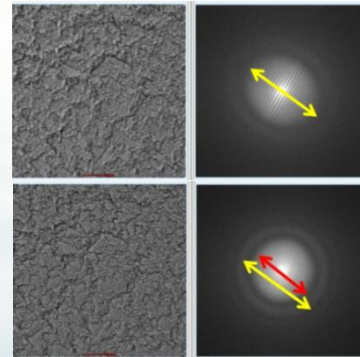
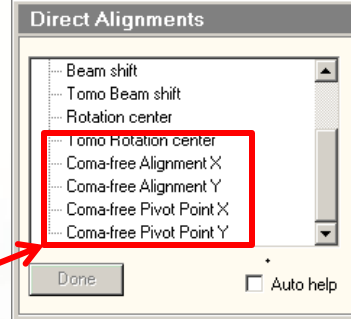
TEM (明场模式) 工作模式 电镜工作状态校准

7: 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相机镜头，光斑强度调节至平铺整个荧光屏显示屏，然后将荧光屏抬起 (R1: Screen lift 或FluCam Viwer软件上的Insert Screen)。点击CCD/TV Camera软件界面上的search，同时点击此界面上的Live FFT按钮，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3~4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。

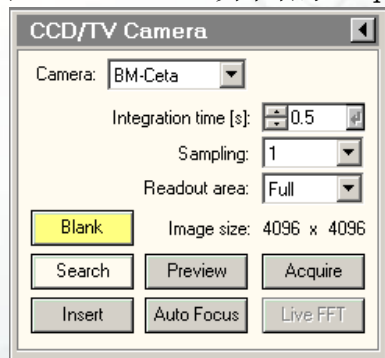
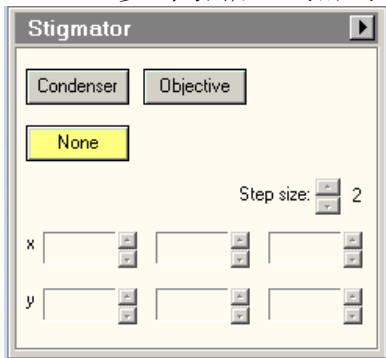
8: 调节慧差:采用 6c 的方法调节Coma-free Pivot Point X和Coma-free Pivot Point Y。调节Coma-free Alignment X(Y)，将光斑扩展至覆盖整个相机成像区域，抬起荧光屏，调出CCD/TV Camera 界面，设定 Integration time 0.25 s，点击search和Live FFT按钮，调出TIA界面。点击Coma-free Alignment X，观察FFT环交替出现的圆或者椭圆是否处在面积或长轴变化，若有调节 MF X使其FFT环交替出现的圆或者椭圆的面积或长轴不变。同样方法调节Coma-free Alignment Y。

9: 精细聚焦:在上述第8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。

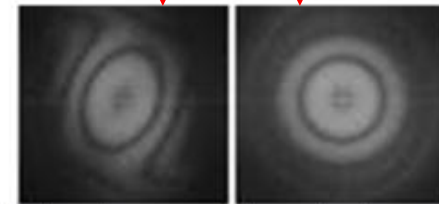
10: 拍照:用RH control panel上的track寻找样品，当找到好的样品之后，重复 (7) 和 (9) 步聚焦后，点击CCD/TV Camera 界面的Acquire进行拍照，保存图片。



Coma-free Alignment X(Y)



傅里叶变换环



Astigmatic

Stigmatization corrected

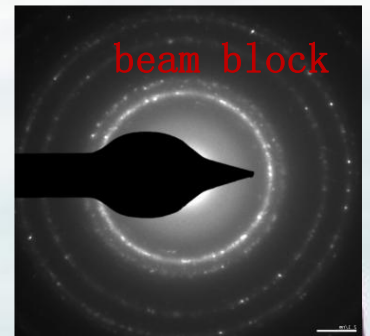
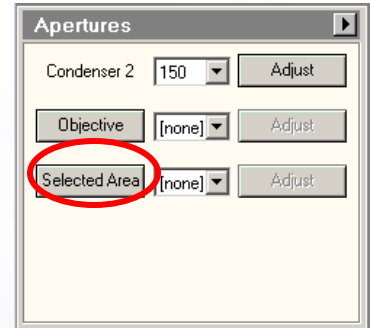




SAED(选区电子衍射)工作模式

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！！

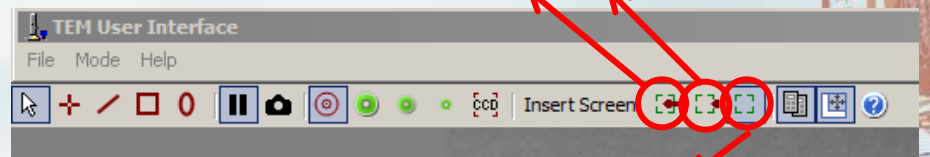
- 1: 选择感兴趣的样品区，切换到合适的放大倍数。
- 2: Intensity 展开光斑，在Tune界面的Aperture中激活 Selected Area(黄色为激活状态)，选择合适的光阑大小，激活Adjust调节MF X/Y将选区光阑移至屏幕中心（若光阑偏离中心较远而看不见光斑，改小放大倍数找光阑），将光斑移到荧光屏中心点。
- 3: 击右RH上的“diffraction”按钮，红灯亮，进入衍射模式，此时荧光屏上出现一个亮点。
- 4: 调节“intensity”使光斑既小又亮（鼠标左键点击荧光屏，滚动鼠标中间滚轮，可改变衍射图像对比度）。
- 5: 插入“beam block”，激活Diffraction Alignment调节MF X/F将中心最亮衍射斑点挡住，防止烧坏CCD相机，设置Acquire Integration time 0.1 s（可根据光强弱适当调节），抬起荧光屏，Acquire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，退出选区光阑，退出“beam block”。



LR

RH

插入“beam block”至不同位置



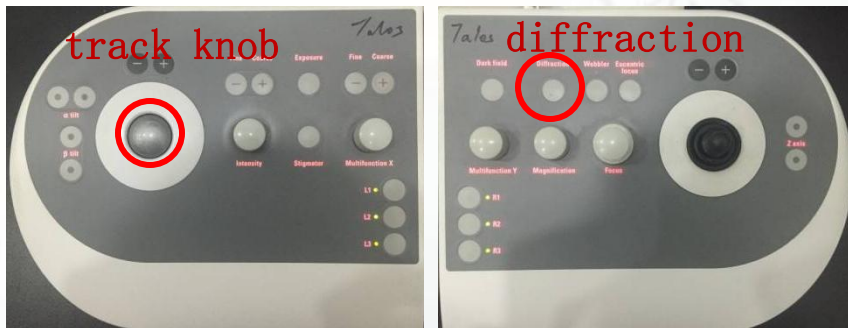
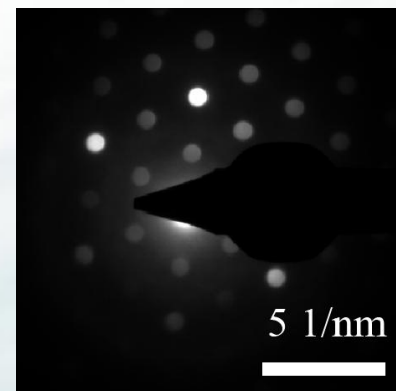
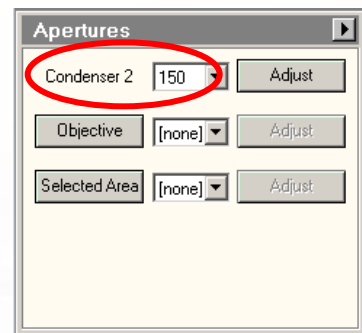
退出“beam block”



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！！

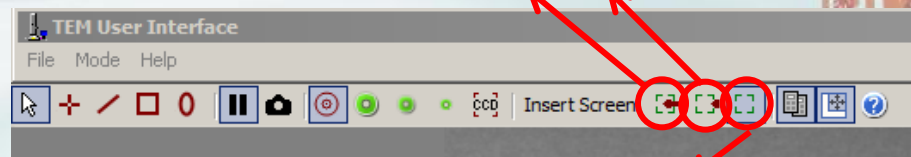
- 1: 选择感兴趣的样品区域并聚焦。
- 2: 在高倍下调好光路，选择合适的C2 aperture（根据样品大小选择）并将其对中（调intensity knob将光斑聚成点，用track knob将其光点移至荧光屏中心，再将光点展成与荧光屏大小相近的光斑，点击C2 Adjust，调节MF X/Y使光斑移至荧光屏正中央。
- 3: 用intensity knob将光斑聚成一个点（聚在选择的样品区域上），点击diffraction。
- 4: 适当调节intensity knob至圆盘的对称性最明显。插入“beam block”，激活Diffraction Alignment调节MF X/F将中心最亮衍射斑点挡住，防止烧坏CCD相机。
- 5: 在CCD/TV Camera界面，设置Acquire Integration time 0.2s（可根据光强弱适当调节），抬起荧光屏，Acquire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，将C2 aperture $100\mu\text{m}$ 或者 $150\mu\text{m}$ ，并对中C2



LR

RH

插入“beam block”至不同位置

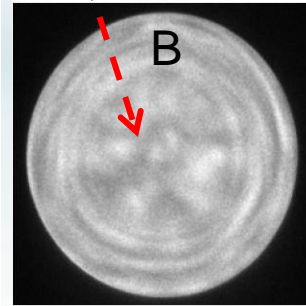
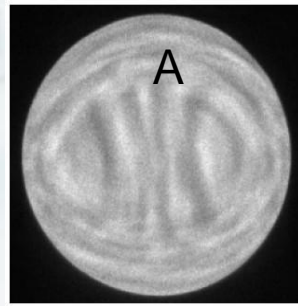
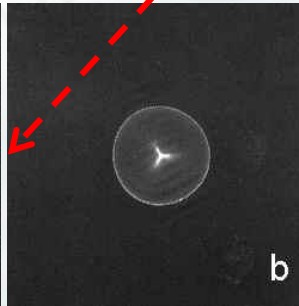
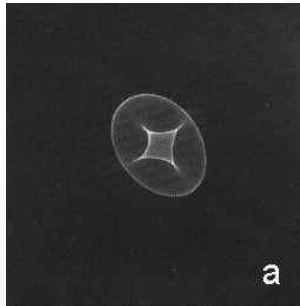
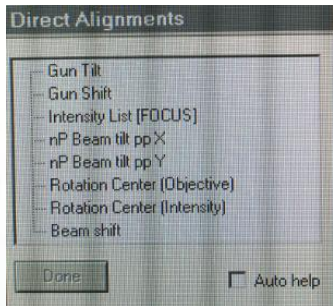
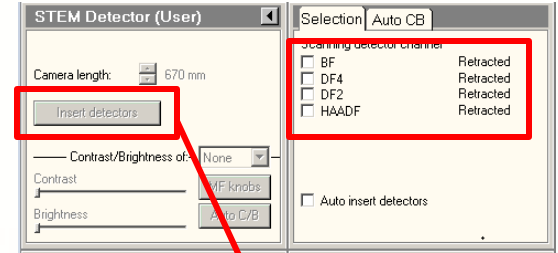


退出“beam block”



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 Aperture 为150 μ m或者100 μ m状态下校正TEM光路。
- 3: 将电子束斑扩至略小于荧光屏, 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。
- 5: 调节放大倍数M=220kx。并用旋钮Focus将电子束斑聚成小点。
- 6: 调节pp X, pp Y, Beam Shift, 此过程与TEM调节光路过程类似。
- 7: 调节Focus至光斑出现中心两点外有一圈暗环, 调节Tune中Stigmator的 Objective是光斑为圆或正三角, 点击Rotation Center (Objective), 调节MF X/Y是亮点移至暗环中心, 如图a到图b。
- 8: 压按RH控制板上的Diffraction, 进入衍射模式。点击Detector退出探测器(灰色为探测器退出状态)。
- 9: 在荧光屏中观察电子束斑。调节RH面板的Z找到朗奇图(Ronchigram), 旋转Focus(期间适当调节步长)细调朗奇图, 如图A。点击Tune中Stigmator的Condenser, 调节MF X/Y使朗奇图至B状态(最中心有亮斑, 整体呈翻滚状态)。
- 10: 调C2 Aperture 至 70 μ m或50 μ m, 调节MF X/Y使C2光阑与朗奇图中心同心。插入HAADF/DF4/DF2/BF探测器(DF4/DF2/BF需抬起荧光屏, HAADF/DF4/DF2为暗场, 收集角一次减小, BF为明场)。
- 11: 点击STEM中Search 观测样品, 调节RH面板的Z大致聚焦, 调节Focus精细聚焦; 点击Auto C/B以自动调节图像对比度; 点击Acquire拍照, 保存图像。
- 15: 实验结束退出探测器, 退出STEM, 调C2 Aperture 为150 μ m或者100 μ m状态下校正TEM光路。





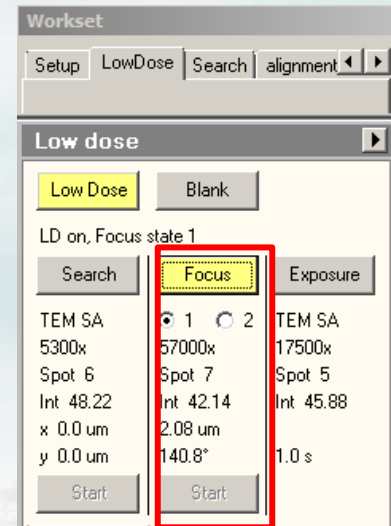
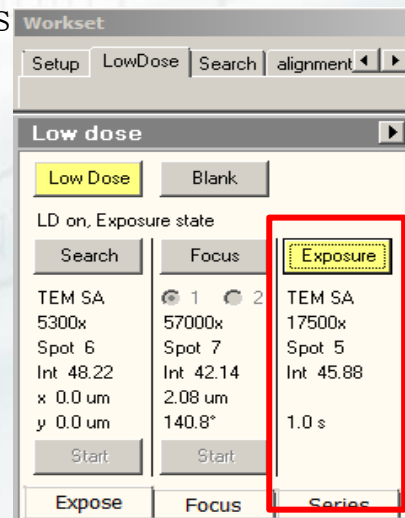
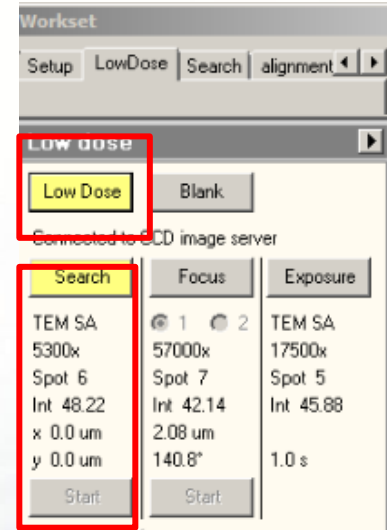
低剂量 (Low Dose) 工作模式校准

1: 在 Workset的LowDose界面点击Low Dose, 进入Low Dose 模式。在Low Dose的search 模式下找到载网中一空孔区域, 并在Workset的Search界面点击Add标记位置。

2: 在Low Dose界面, 选择Search模式, 调节放大倍数为SA2600x或更小, 点击RH操作面板的Ecentric Focus, 使得defocus所对应的值等于零, 将光斑展开至Dose Rate 为零, 再调节Focus使defocus值为 $-100 \sim 300 \mu\text{m}$ 。选择Focus模式, 调节合适的放大倍数 (比Exposure的倍数略高), 归零defocus。选择Exposure模式, 调节合适的放大倍数, 归零defocus。

3.: **Ecentric Hight:** Search模式 (2600X) 找到样品边缘或微珊碳膜空洞边缘, 点击Workset上的Search, 展开Stage界面 (点击三角展开), 点击Wobber (变黄), 调节RH control panel上的Z Axis 向上或向下按键使样品晃动最小。退出Wobber。

4: **光斑对中:** 在Focus模式下用track knob将其光点移至荧光屏中心, 切换至Exposure模式, 调节Direct Alignments中的Beam Shift将其光点移至荧光屏中心。两种模式交替切换调节, 直至光斑都在荧光屏中心。



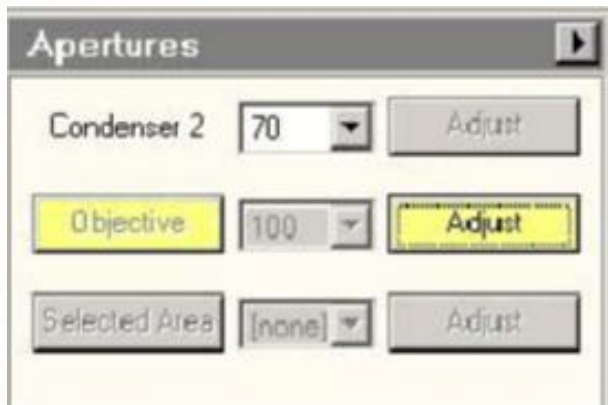
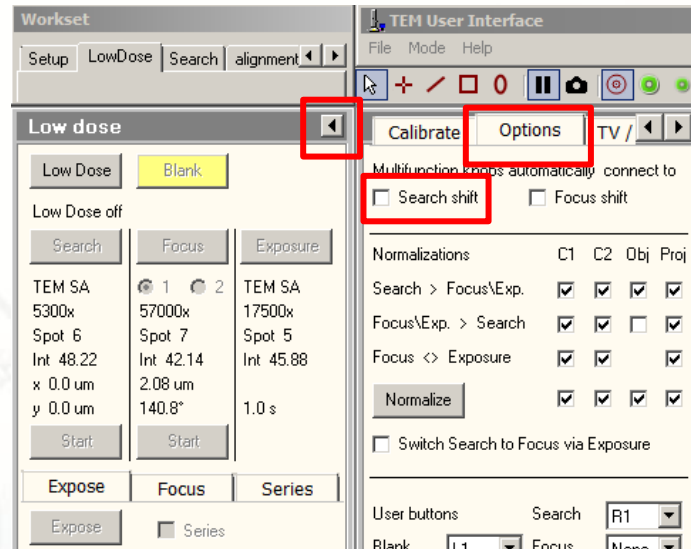


低剂量 (Low Dose) 工作模式校准

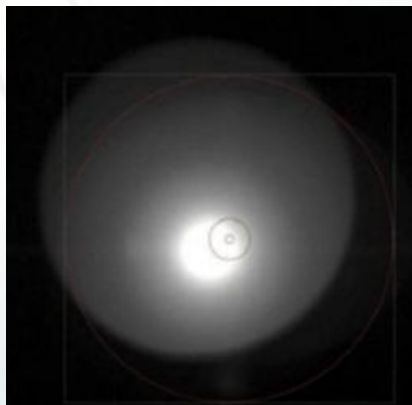
5: 图像对中: 在Search模式找到一易识别的标记性样品, 并用RH控制面板的轨迹球将标记样品移至荧光屏中心; 进入Exposure模式, 将标记样品进一步移至荧光屏中心; 再进入Search模式, 展开Low Dose界面, 勾选Options界面下的Search shift, 调节MF X/Y将标记样品移至荧光屏中心。取消Search shift选择。

6: 光路调节: 在Exposure模式调节Direct Alignments的光路, 类似TEM模式光路调节。

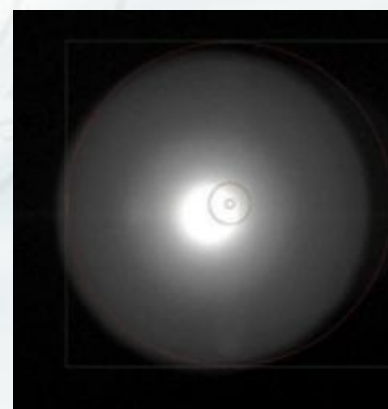
7: 物镜光阑 (可选): 进入衍射模式, 插入合适大小的物镜光阑, 点击Adjust, 调节MF X/Y使物镜光阑与衍射束同心。



物镜光阑选择



物镜光阑未对中



物镜光阑已对中





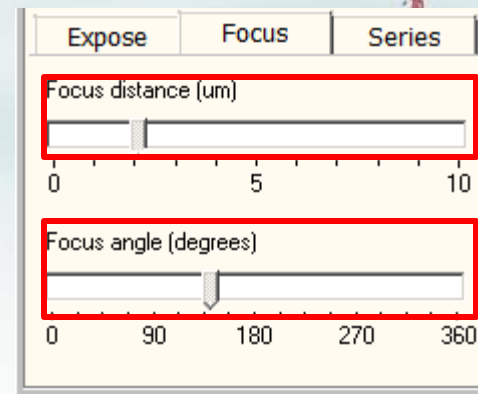
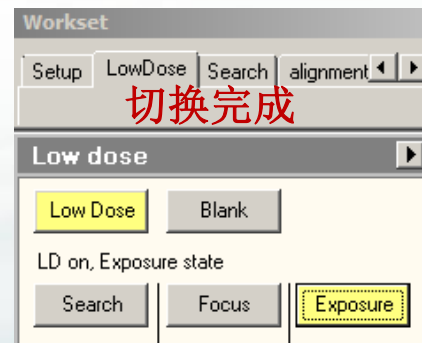
低剂量 (Low Dose) 工作模式校准

8: CCD Camera 校准: 在Workset的Search界面选择标记的空孔位置, 点击go。校准详见CCD Camera 校准操作。

9: 确定不同模式电子束剂量: 样品处于空孔区域, 不同模式下无任何样品或碳膜。在LowDose 界面的Search模式Dose rate 为0; Focus模式Dose rate $< 20 \text{ e/A}^2\text{s}$, Exposure模式Dose rate $< 20 \text{ e/A}^2\text{s}$ (同样品相关) (通过Spot Size 和 Intensity设置), Exposure模式的光斑需展开至覆盖相机成像区域。电子剂量确定后勿再动Spot Size 和 Intensity。

10: Focus 调节: 在Search模式下找到一样品区域; 切入Focus模式, 调节distance (距离拍照区域的距离 $> 3\mu\text{m}$) 和Angle (倾转角度), 找到一碳膜边沿区域, 调节RH控制面板的Z聚焦。

11: 数据采集: 进入Exposure模式, 模式切换完毕立即Acquire拍照, 拍照结束点击LowDose 界面的Blank或操作面板的Beam Blank 快捷键。拍照后可根据需要调节RH控制面板的Focus旋钮改变defocus值。在同一铜孔区域, 可切入Search模式找样, 再切入Exposure模式拍照, 而换一铜孔需重新调节Focus (参照步骤10)。

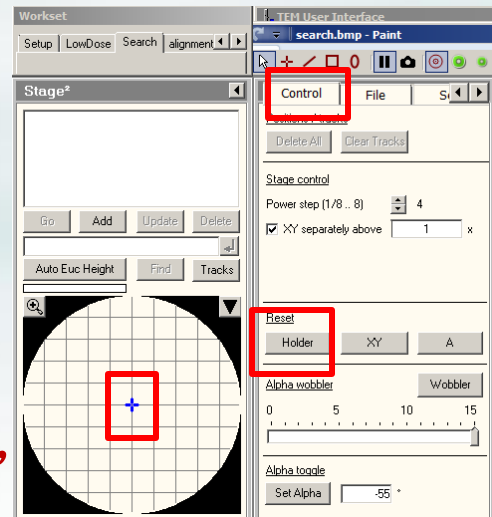
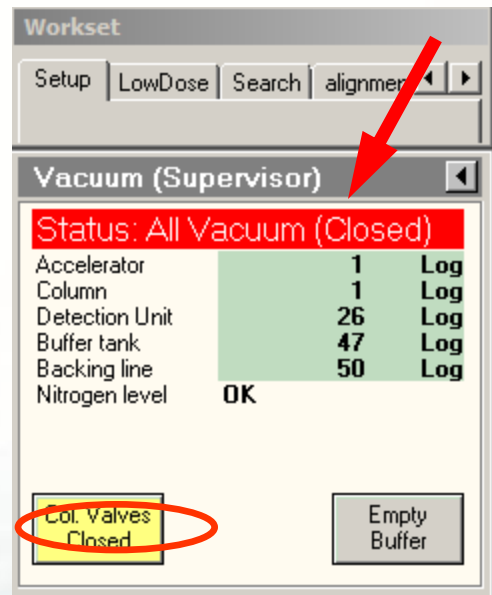


Talos			
SA 17500 x	High tension:	200 kV	C2 Lens: 45.879 % X:
TEM Bright field	Focus step:	1	Obj Lens: 85.6458 % Y:
	Spot size:	5	Defocus: 0 nm Z:
	Screen current:	0.824 nA	Dose rate: .411 e/A ² s



实验结束

- 1: 点击**Setup**窗口中“Col. Valves Closed”至其变为**黄色**（即关闭**Vac**阀），确定状态显示为“**Status: All Vacuum(Closed)**”，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。或者点击触屏的**Remove Sample**，等待样品台位置X、Y、Z、A、B都归零。
- 3: **拔样品杆**：对于单倾杆：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：断开双倾杆电缆；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2件事，检查3遍，方可行！！！！

拔出样品杆时，务必保证样品杆不被往回吸入，否则漏气掉真空！！！！

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！！！！



Cryo Cycle冷循环处理

每天最后一位测试员完成实验后，必须对电镜进行**Cryo Cycle**冷循环处理！！！！

- 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: 样品杆已经退出电镜。
- 2: 戴好防护目镜、穿好防护手套，取下Dewar瓶（小心不要被液氮烫伤）。
- 3: 点击Setup找到的Vacuum (Expert)窗口, 点击红色箭头所示的flapout图标
- 4: 点击Cryo菜单，点击Cryo Cycle图标，选择✓。或者点击触屏的Cryo Cycle，在点击Start。
- 5: 等待时间结束后，Vmco阀打开，Cryo Cycle倒计时开始后，收拾整理实验台后方可离开。

