



廈門大學能源學院
College of Energy, Xiamen University

FEI Tecnai G2 F30 透射电子显微镜 用户手册

说明：

该手册介绍了操作 F30 透射电子显微镜的基本步骤，主要包括成像（形貌和高分辨）、衍射（Diffraction）和能谱采集（EDS）。该手册可以为受过培训且具备操作权限的用户提供一定的参考。

如果你对手册里任何一个步骤有疑问，请先暂停操作电镜，联系管理员确认清楚后方可继续使用。

除非你受过相应的培训且具备操作权限，否则禁止私自使用电镜。权限分为普通用户和资深用户。普通用户仅允许在正常工作时段操作设备，资深用户没有限制。普通用户和参加培训的人员在开始和结束实验前，或者更换样品的时候必须寻求管理员的协助。

管理员联系方式：

| | | | |
|-----|----------|-------------|-----|
| 周哲辉 | 工程房 C102 | 13385920372 | 工程师 |
| 黄金池 | 工程房 C102 | 15060772127 | 工程师 |

目录

| | |
|--|-----------|
| 1.F30 电镜简介 | 1 |
| 2.硬件概览 | 2 |
| 2.1 投影室和双目显微镜 | 7 |
| 2.2 冷阱 (Cold Trap) | 8 |
| 2.2.1 填充液氮 | 8 |
| 2.2.2 Cryocycle | 10 |
| 2.3 操控面板 | 11 |
| 2.4 自动光阑 | 13 |
| 2.5 高压和灯丝 | 14 |
| 3.软件概览 | 14 |
| 4.操作说明 | 15 |
| 4.1 进出样 | 15 |
| 4.1.1 进样前准备 | 15 |
| 4.1.2 进样 | 17 |
| 4.1.3 出样 | 21 |
| 4.2 采集照片 | 22 |
| 4.3 TEM 光路合轴对中 | 25 |
| 4.3.1 Condenser Aperture 对中 | 25 |
| 4.3.2 聚光镜像散 | 25 |
| 4.3.3 Direct Alignments | 26 |
| 4.3.4 物镜像散 | 28 |
| 4.3.5 像散控制 (Stigmator) | 29 |
| 4.3.6 保存合轴信息 | 29 |
| 4.4 Diffraction (衍射) | 30 |
| 4.5 样品杆 α 和 β 倾斜角控制 | 31 |
| 4.6 改变和调整光阑 | 32 |
| 4.7 STEM 模式拍照 | 34 |
| 4.8 STEM 光路合轴对中 | 37 |
| 4.9 使用 Oxford 能谱仪 (EDS) | 38 |
| 4.10 保存和上传数据 | 45 |

| | |
|-----------------------|-----------|
| 4.10.1 保存数据 | 45 |
| 4.10.2 上传数据 | 47 |
| 4.11 结束实验 | 50 |
| 5.设备异常处理 | 52 |
| 5.1 异常处理流程 | 52 |
| 5.2 常见问题 | 52 |
| 5.2.1 真空漏气 | 52 |
| 5.2.2 高压、灯丝问题 | 53 |

1.F30 电镜简介

能源学院 FEI Tecnai F30 透射电子显微镜是一台专门定制的透射电镜，在靠近样品区的镜筒处连接了两个离子束管道，可用来做实时原位辐照实验。不做原位辐照时，该电镜可作为常规的场发射透射电镜，实现 TEM 成像、扫描透射成像 (HAADF)、衍射分析 (Diffraction) 以及能谱 EDS 分析等功能。实验对象主要是各类材料，包括纳米材料、金属及其合金、聚合物、陶瓷、矿物等。电镜正常的运行电压是 300kV，灯丝是热场的肖特基场发射枪。物镜是 FEI Tecnai TWIN 极靴，可以对测角台进行大角度倾转($\pm 70^\circ$)。球差系数是 2mm，晶格分辨率可以达到 0.144nm。

五轴测角台可以控制样品在 X,Y,Z 三个轴上平移，在两个正交的轴上倾转角度 (A,B)，同时可以对任一位置信息进行存储和调用。A 的倾转范围在 $\pm 70^\circ$ ，但实际拍照时，当 A 超出 $\pm 20^\circ$ 的范围，为防止样品杆与物镜光阑发生碰撞，设备会自动禁止物镜光阑的插入。另外，倾转角度过大会增大电子束穿透样品的厚度，不利于成清晰的像。所以 A 的使用范围一般在 $\pm 20^\circ$ 内。该电镜配有三只双倾杆，分别是 FEI 标准双倾杆、FEI 低背景双倾杆和 Gatan 加热双倾杆，B 的倾转范围在 $\pm 30^\circ$ 。

电镜镜筒底部装有一个可伸缩的 Gatan Ultrascan 1000XP(2048*2048 pixel)CCD 相机。该相机可通过 FEI 原装软件“TIA(TEM Imaging&Analysis)”或者 Gatan “Digital Micrograph”软件进行控制。

另外，电镜配备有牛津 (Oxford) 的无窗 SDD(Silicon Drift Detector)能谱探测器 X-MAX80，可对材料的化学成分进行表征分析。探测器的能量分辨率为 125eV(Mn K α)。可进行点、线、面扫描或区域谱获取。

电镜装有 HAADF(High Angle Annular Dark Field)探测器，分辨率为 0.34nm，结合牛津的能谱仪可对材料进行点、线、面化学成分表征分析。

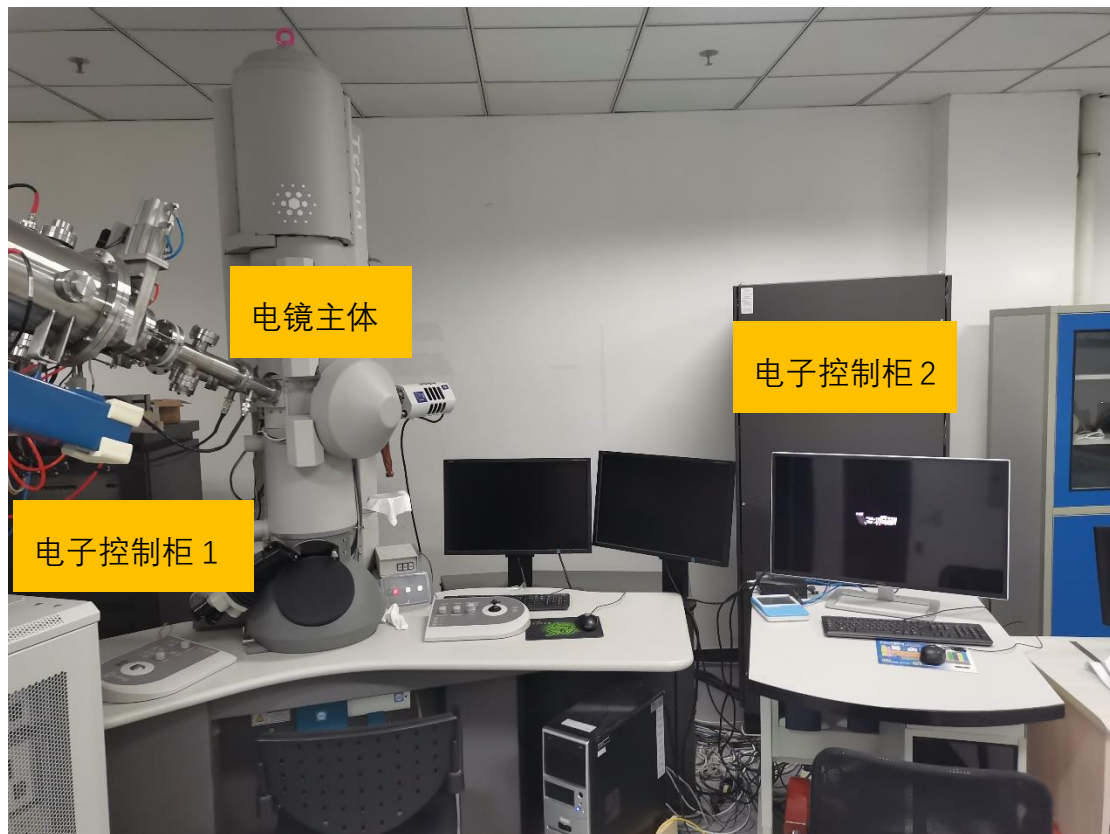
电镜几乎完全是由电子控制的，人机交互体验好。通过使用左右两个控制面板和鼠标键盘就能操作电镜。只有拔插样品杆、使用双目显微系统观察小荧光屏及插拔挡针 (Beam Stopper) 时需要手动机械操作，其他的操作都可以直接电子控制，使用起来相当便利。

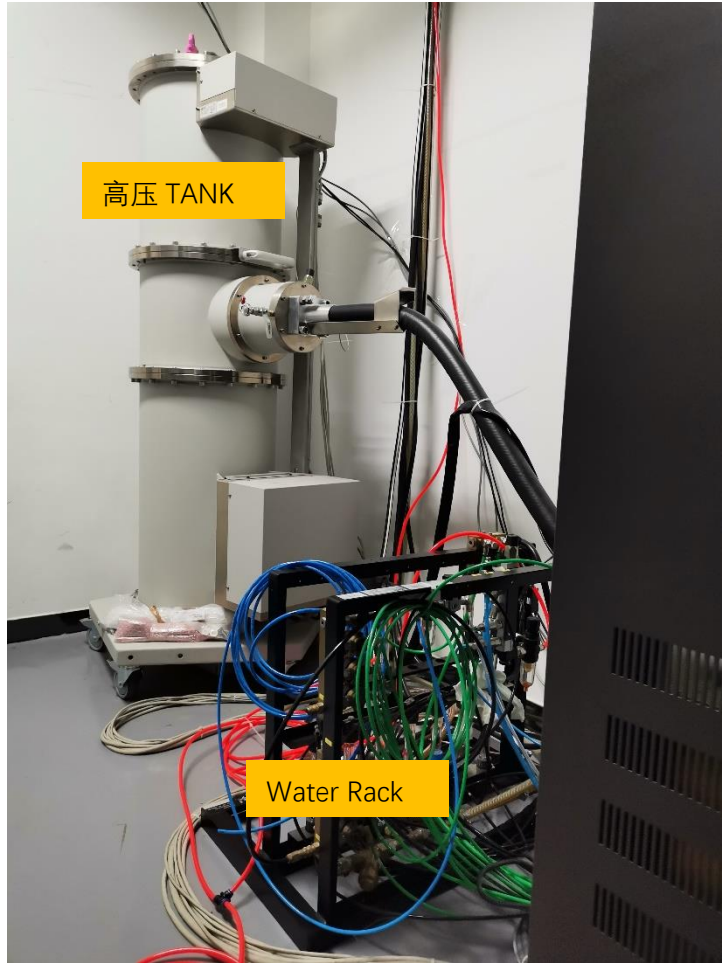
电镜的合轴对中文件可以存储在电脑的硬盘上，方便需要进行调用。F30电镜的合轴非常稳定，调用后仅需微调就能够实现较好的拍照效果。粗聚焦的时候用 **Z** (height) 调整样品高度，不要去转 **Focus** 旋钮，这样调用的合轴参数基本就不用改。一般除了微调 **Pivot point**, 旋转中心 (**rotation center**) 和物镜像散 (**Objective Stigmator**), 其他参数基本都不用调整。如果你的晶体样品带轴转得比较正，你就能够轻松得到较好的晶格条纹图像 (前提是样品要制好)。

F30 电镜 24 小时都是开机的状态，每个用户完成机时预约后，使用时只需刷校园卡激活显示器，就可正常使用。

2. 硬件概览

F30 的主要硬件包括 F30 电镜主体和其他附属设备。附属设备包括两个电子控制柜、高压 Tank、Water rack (位于工程房 C103 电镜室)，两台冷水循环机、一套 UPS、一台空压机 (位于工程房 C201 室的电镜附属设备间)。



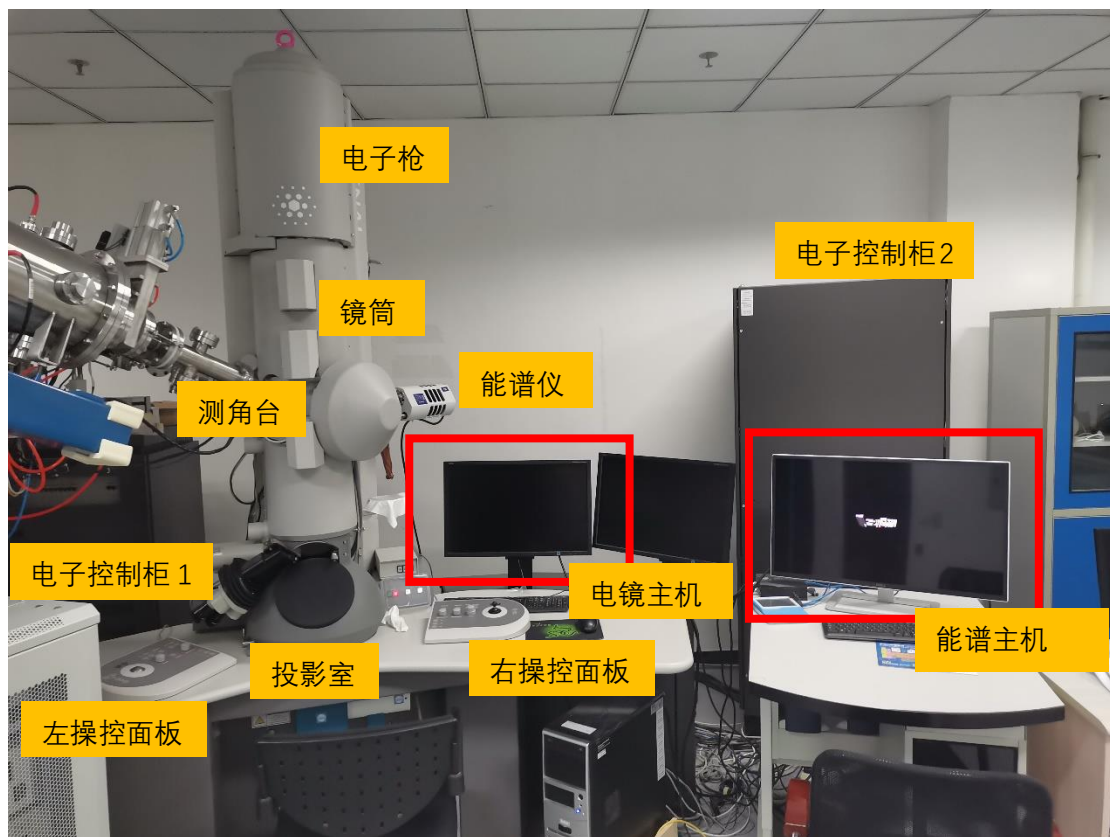


电镜的控制软件(TEM User Interface)时刻监控附属设备的运行状态，若有异常就会停机报警。用户平时只需留意两台冷却水机的水温 ($20\pm 3^{\circ}\text{C}$)，空压机的输出气压 (0.6Pa)，Water rack 上各模块的冷却水流速是否正常。

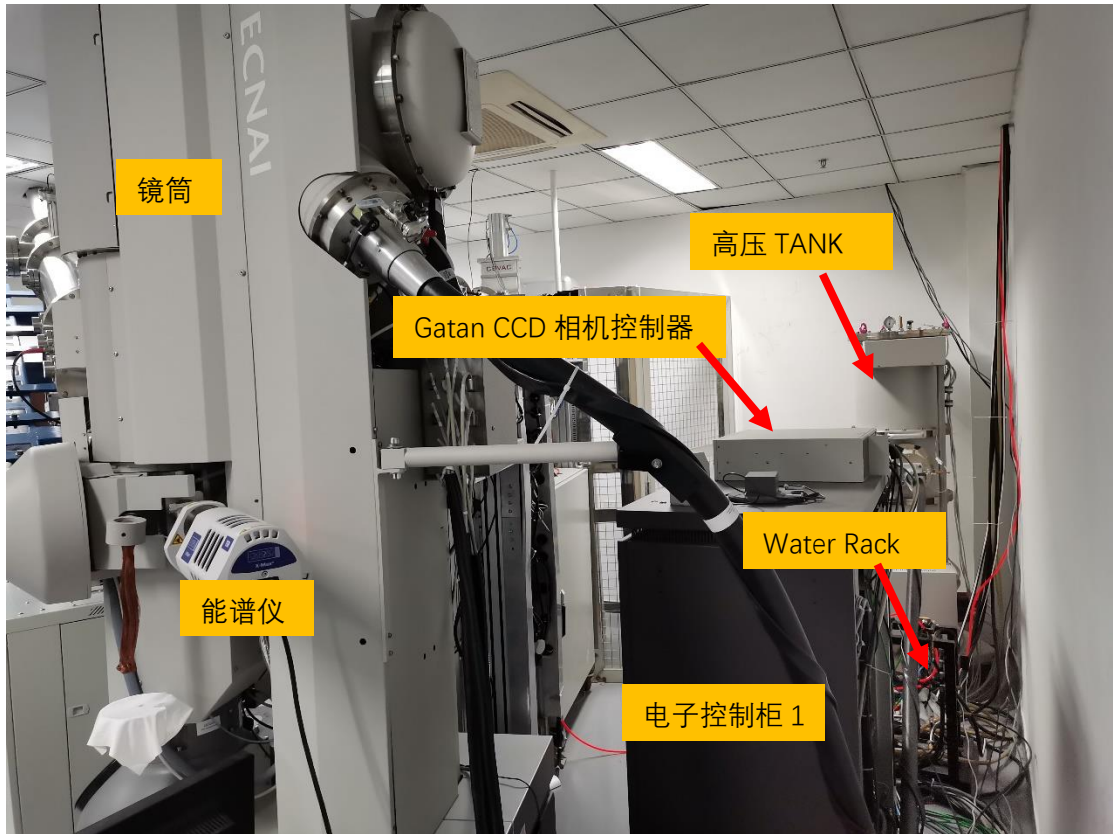
电镜控制台处一共有两台主机，左边的是电镜主机，用来控制操作 TEM，右边的是能谱主机，用来能谱表征和实验数据上传。在控制台镜筒左右两侧分别有一个操控面板（详见 2.3 节），用来执行一些常规的电镜操控，比如会聚和发散光斑 (**Intensity**)，改变放大倍数(**Magnification**)，移动样品等。

镜筒上一共有四个自动光阑组件，从上到下依次是第一聚光镜 (C1)、第二聚光镜 (C2)、物镜光阑 (Obj)、选区光阑 (SA)，每个光阑组件都装有四个不同孔径的光阑片，具体的孔径大小在 TEM User Interface 软件上可以看到。除了聚光镜光阑必须得选择某个光阑片，物镜和选区光阑可以预先选择某个光阑片，也可完全抽出不遮挡光路。光阑片的选择和位置调整通过 TEM User Interface 软件结合操控面板进行控制。

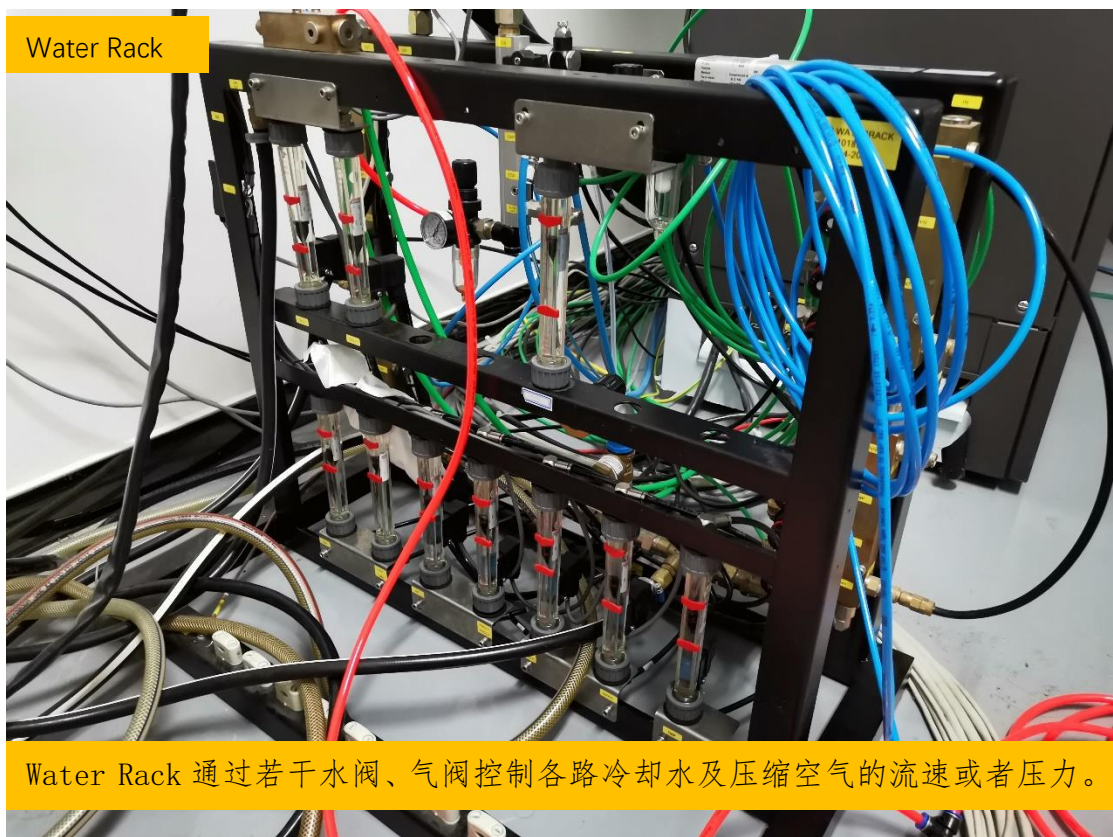
仔细对照以下大图，以便了解电镜的硬件组成。



电镜前视图



电镜后视图



Gatan CCD 相机控制器



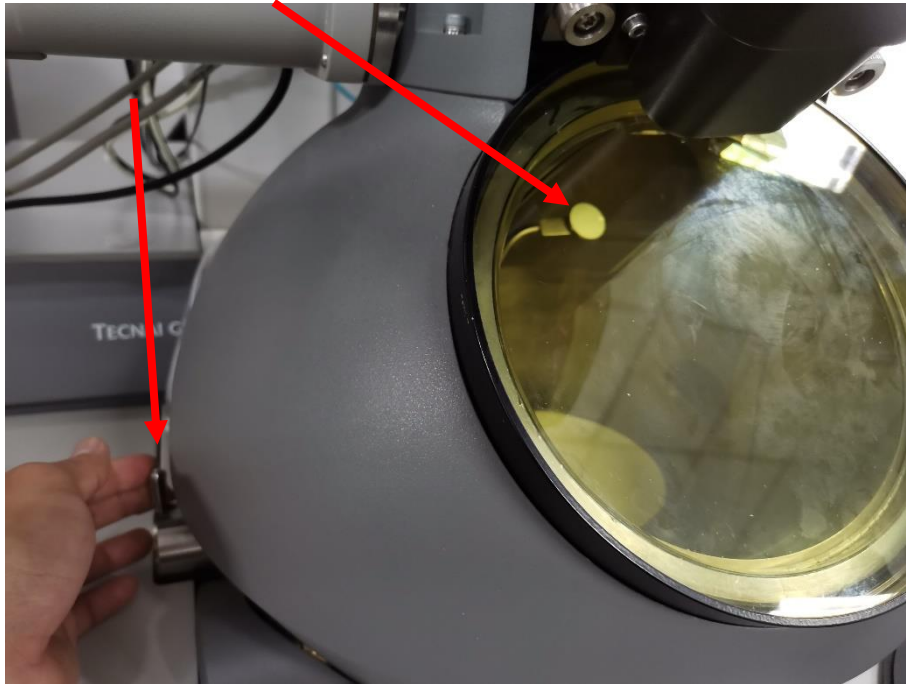
Gatan Ultrascan 1000XP CCD 相机控制器放置在镜筒左侧电子控制柜 1 上。



电镜主控开关面板、扫描信号切换器放置在镜筒右侧。

2.1 投影室和双目显微镜

除了主荧光屏（CCD 拍照的时候须将主荧光屏抬起来），投影室里还有一个小荧光屏，一般配合双目显微镜进行观察。使用投影室左侧的控制杆（如下图箭头标记所示）来抬起小荧光屏（往前是抬起，往后是降下）。



双目显微镜不用的时候，是将其往投影室左侧旋转至固定位置。左右目镜均可旋转进行调焦。



投影室右侧有根可移动的挡针，可用来协助双目显微镜的聚焦、标定衍射斑点的位置、挡住衍射中心斑避免烧坏相机等。抓住挡针尾部，逆时针旋转可松动挡针，使挡针插入投影室。抓住尾部左右扭动可控制指针左右移动。转动指针尾部处的滚纹螺母，可控制指针里外移动。抓住指针尾部一直往外拉，然后顺时针旋转即可固定指针（抽出的状态）。



2.2 冷阱（Cold Trap）

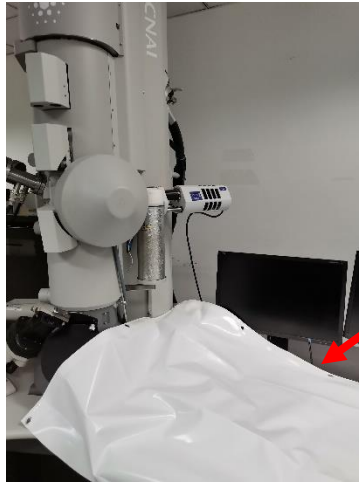
冷阱利用极低温表面吸附气体（如水蒸气等）的原理实现镜筒内的高真空。

2.2.1 填充液氮

冷阱填充液氮的步骤如下，转移液氮的时候一定要带上防冻手套。

- 1) 用黑色挡盖挡住观察窗，用白色篷布盖住控制面板、右操控面板和键盘；

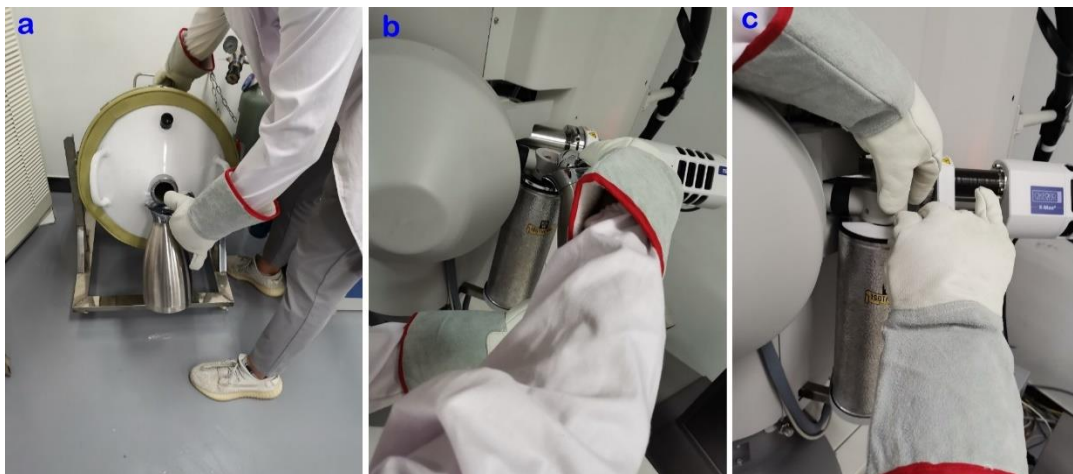




- 2) 将杜瓦瓶放到圆盘支架上：放上时上部开口往里轻微倾斜，将铜辫伸进杜瓦瓶里；逐渐放平，固定在支架上；将一个半圆固定片放入开口处，旋转固定片至靠里侧；



- 3) 用液氮壶装至少 1/2 壶液氮；将壶里的液氮顺着杜瓦瓶的开口进行填充至液面距离瓶口 2cm 以内均可；将另一个半圆固定片放入开口，两个半圆片合紧；



- 4) 盖上白色泡沫盖子进一步密封，减少液氮的挥发。



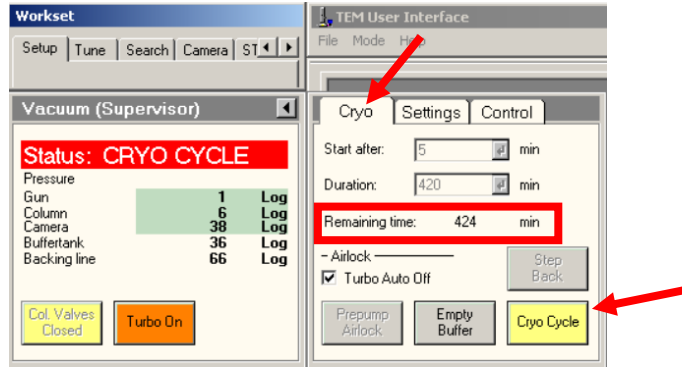
- 5) 每 3-4 小时检查一次杜瓦瓶内的液氮，不足就进行填充。

2.2.2 Cryocycle

冷阱是利用极低温表面吸附气体的原理实现镜筒内的高真空。经过一天的实验，冷阱表面吸附了大量的气体（主要是水蒸气），进一步吸收气体的能力减弱。为了保持冷阱高效的吸附气体能力，每天最后一个电镜的使用者需要对冷阱进行 Cryocycle，即让冷阱升温释放吸附的气体，然后通过分子泵进行抽离。具体步骤如下：

- 1) 找到 Setup 菜单下 Vaccum(Supervisor)模块，点击右上角右箭头展开；
- 2) 点击 Cryo 选项，点击 Cryo Cycle 按钮，此时，按钮由灰色变为黄色，表明

冷阱 Cryocycle 开始启动。在 Duration 右侧文本框可以设定 Cryocycle 的时长，Remaning time 显示完成 Cryocycle 剩下的时长。



2.3 操控面板

控制台的左右两侧分别放着一块操控面板。



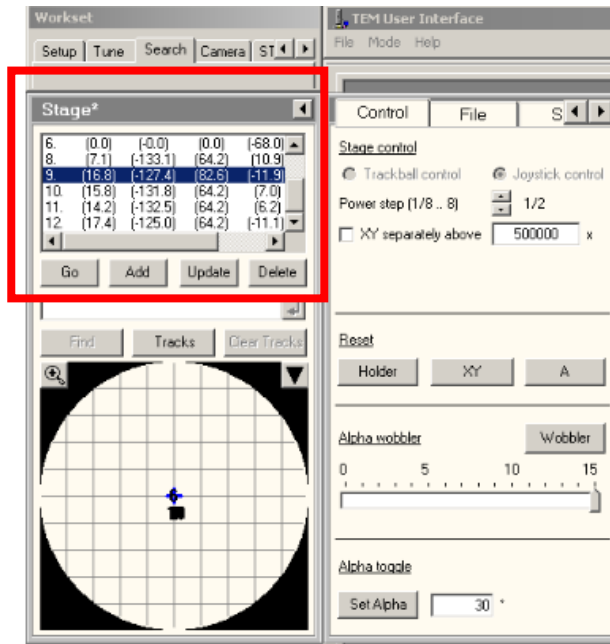


光照度 (Intensity) 由聚光镜系统的 C2 lens 控制, 通过左操控面板上的 Intensity 旋钮进行控制。调节 Intensity, 可以对荧光屏上的光斑进行发散和汇聚。正常拍照时, 荧光屏的光须发散至接近满屏。

放大倍数由右操控面板中间的 Magnification 旋钮控制, 放大倍数从小到大分为 LM、M、SA、Mh 四组不同范围的倍数, 与透镜组合有关。

右操控面板上的 Focus 旋钮通常在较大的放大倍数下使用 (如 30000 倍以上), 使用 Focus 对焦前, 须先通过 Z axis 对样品进行粗调焦 (该按钮在右操控面板右侧)。

右操控面板上的 Joystick (操纵杆) 是用来横向移动样品 (X-Y 方向)。任何时候, 样品的位置 (包括倾斜 A/B) 都可以在 TEM User Interface 软件 Search 菜单的 Stage 模块里进行保存或者调用。X/Y 方向机械重复精度 $\leq 300\text{nm}$; A 倾斜 $\leq 0.5^\circ$ 。



2.4 自动光阑

Tecnai F30 镜筒上装有四组可移动的光阑 (Apertures)，从上至下依次分别为：第一聚光镜光阑 (C1 Aperture)，第二聚光镜光阑 (C2 Aperture)，物镜光阑 (Objective Aperture)，选区光阑 (Selective Aperture)。这些光阑都是通过 TEM User Interface 软件直接控制。

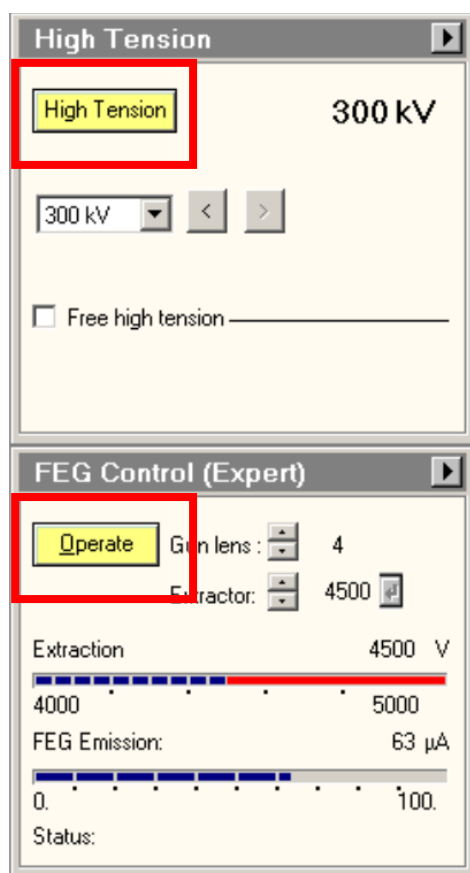
聚光镜光阑可用来控制束斑的汇聚角和束流大小。CBED 图像下的圆盘即聚光镜光阑的像。通常情况下，当束斑汇聚成点，越大的 C2 光阑提供了更大的出射孔径。对于 CBED，如果 CBED 圆盘间不会相互重叠，就要选用最大的 C2 光阑。

物镜光阑限制成像电子束的角分布。该光阑位于物镜的背焦面（衍射斑点就形成于该平面）。当没有光阑时，所有的电子束叠加形成图像，可实现最高分辨率；最小的光阑 (10 μm) 可以限制只有 1 束电子束通过光阑最后成像，形成清晰的明场像或大对比度的暗场像。

选区光阑位于物镜的像平面，用来选取样品上感兴趣的区域，以获取该区域的电子衍射图样。

2.5 高压和灯丝

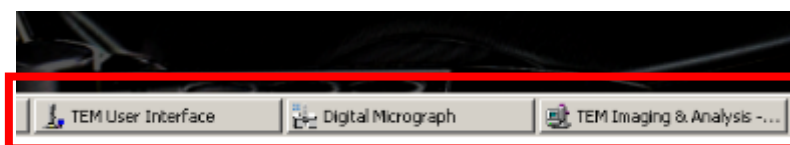
电镜的高压（high tension）和灯丝(FEG)保持常开的状态。



高压的开启和关闭只有在仪器需要维护的时候才会操作，且只能由管理员进行操作。严禁用户关闭灯丝和高压。

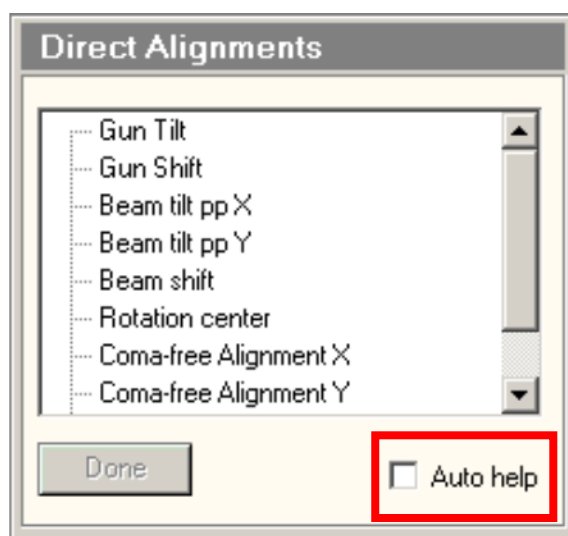
3.软件概览

打开电镜主机，桌面上通常已开启三个软件，分别为 TEM User Interface（简称 UI）、Digital Micrograph（简称 DM）、TEM Imaging&Analysis(简称 TIA)。其中 TEM User Interface 为电镜控制软件，可实现对电镜的操作，如开关主阀门（V7 阀）、光阑的插入与抽出等。Digital Micrograph 为 CCD 相机控制软件，可完成 TEM 图像和衍射图样的采集和存储。TIA 用来获取 STEM 图像并进行存储。



UI 软件功能强大，控制模块较多。对于资深用户， Direct Alignments 模块

可能会经常用。如果你愿意琢磨的话，可以勾上 **Auto help**。这样每次你选择该模块里的某条指令，帮助文件会自动打开。当然如果你已经熟悉理解了，跳出帮助文件就比较烦人。



4. 操作说明

每天第一个使用电镜的同学需要加液氮（有时候管理员会提前加好）。加液氮的步骤参考 2.2 节冷阱内容。液氮加完后须等待冷阱冷却（10min 左右），等 Column 真空值降到 $10 \log$ 以下再进样。

注意：如果灯丝电流为 $0 \mu\text{A}$ 或者高压是关闭的状态，须第一时间告知管理员。由管理员完成加高压和开灯丝。

4.1 进出样

4.1.1 进样前准备

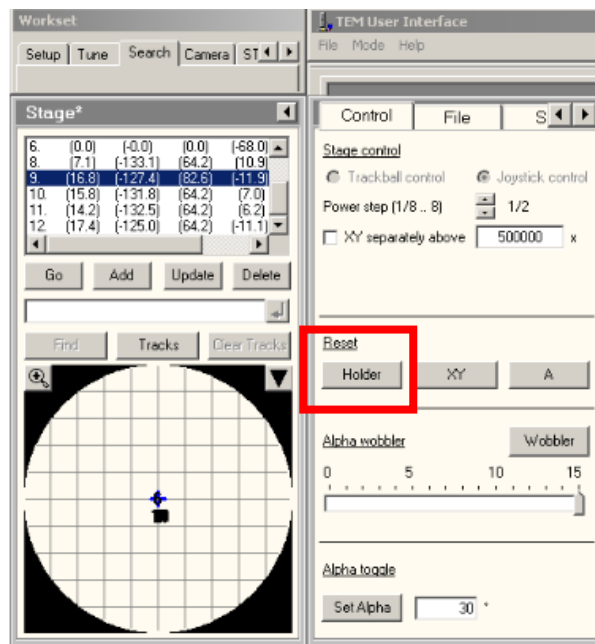
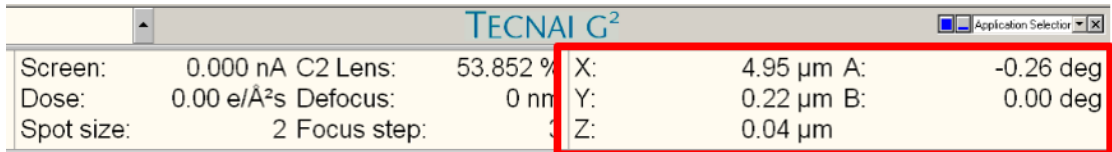
电镜室里一共有 5 根样品杆，每一根杆都有说明书，装样的时候可以参考。每一根样品杆都必须经过培训，考核合格才可独立使用。严禁未经培训私自使用样品杆。如果某根样品杆你不熟悉或有疑问，告知管理员，由管理员帮忙装样。

装样前仔细检查并清理干净样品杆前端的 Oring 圈。即使非常小的纤维也会引起较大的漏气。用洗耳球、竹棍清掉纤维。

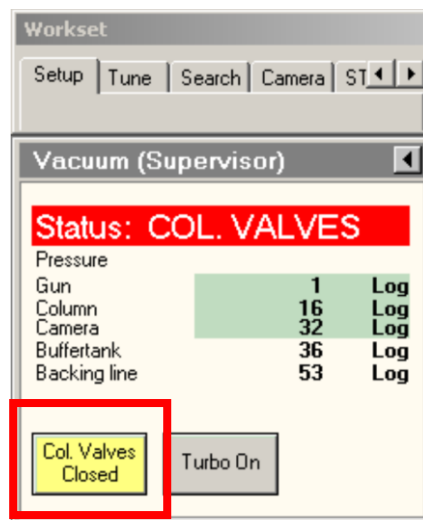
在插样品杆前，务必确认电镜状态。若电镜状态不正常又强行插样品杆，将对仪器造成重大损坏。

具体步骤如下：

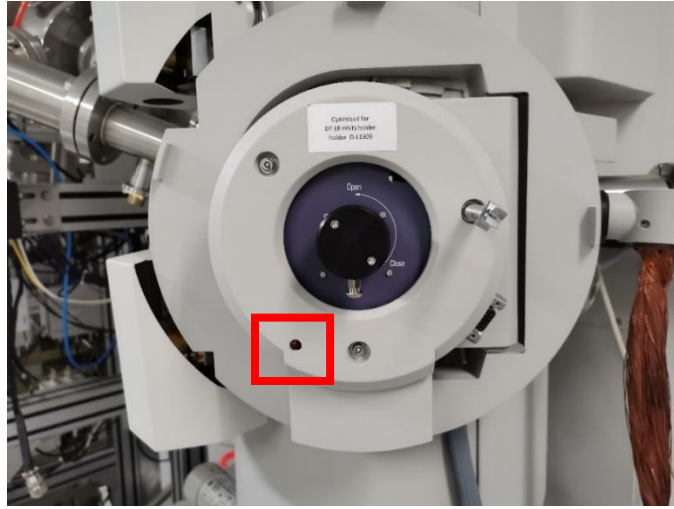
- 1) 参考样品杆说明书将样品装入五根样品杆之一（单倾低背景、标准双倾、低背景双倾、双倾加热、单倾芯片加热）。
- 2) 确认测角台位置已归零，X、Y、Z、A、B 坐标值都归于~0。如果不是，在 UI 软件上，点击 search 菜单，找到 Stage2 模块，点击模块右上角小三角展开选项，点击 Reset 里的 holder，进行归零；



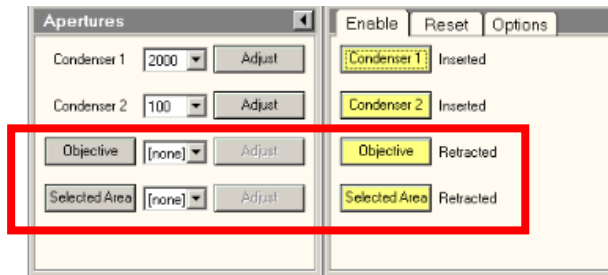
- 3) 在 Setup 菜单里的 Vacuum 模块，确认 Col Valve Closed 按钮是黄色的。



4) 确认测角台红色 LED 灯是灭的。



5) 确认光阑 (Obj/SA) 处于 retracted 状态；

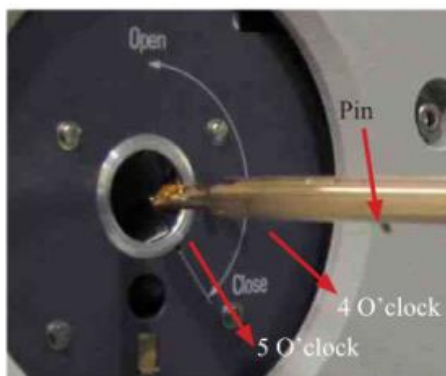


6) 仔细检查样品杆 Oring 圈上及周边是否有头发、纤维、颗粒物等，用竹棍进行清除。最后用洗耳球吹掉上面的灰尘。

4.1.2 进样

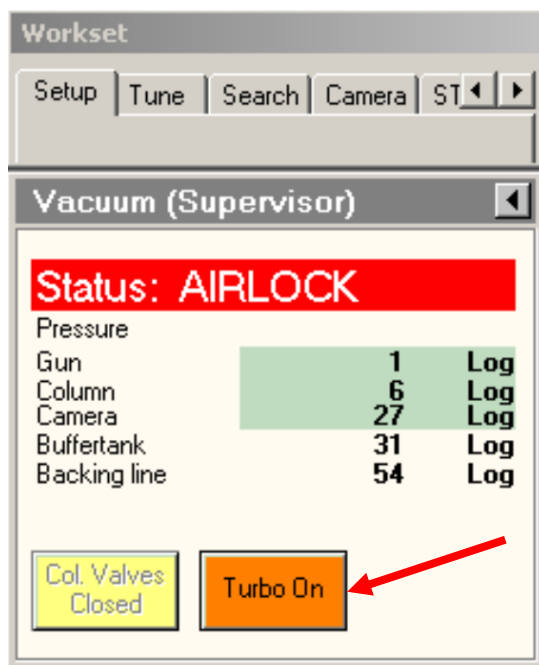
将样品杆插入镜筒，步骤如下：

1) 双手扶住样品杆，Pin 针对准紫色金属板 4 点钟方向（孔内 4 点钟方向有槽口），将样品杆水平插入圆孔内，滑入直到遇到阻力。这时候，红色 LED 灯会亮起来，启动 Airlock 的预抽动作。用指尖抓住样品杆尾部稍微左右旋转样品杆，样品杆可以更进去一点。此时没法再旋动样品杆，也无法再推进去。

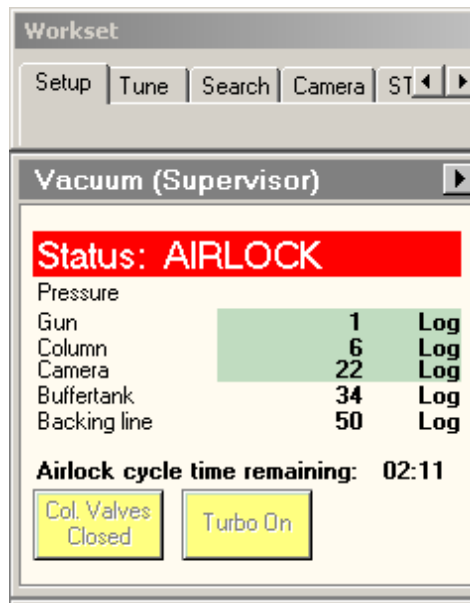


这时候不用再托着样品杆，不然手会施加一些不必要的力。

Turbo On 按钮会亮起来，一开始是橙色的，同时你会听到分子泵和前级泵启动加速的声音。

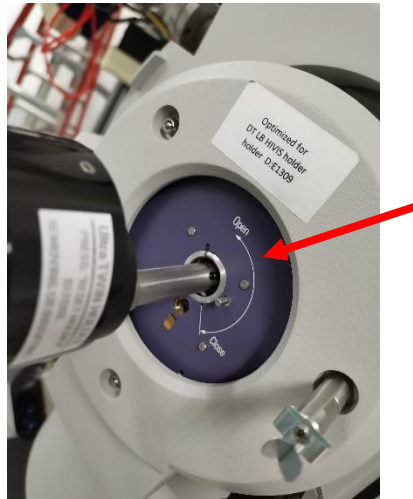


- 2) TEM User Interface 会弹出选择 holder type 的对话框，选择对应的 holder type，然后点击 Enter 确认。如果是双倾杆，需要先连接 B tilt 线缆插头，再点击 Enter 确认。等分子泵完全启动（Turbo On 按钮变黄色），Vacuum 模块里会显示 Airlock cycle time 3min 倒计时。

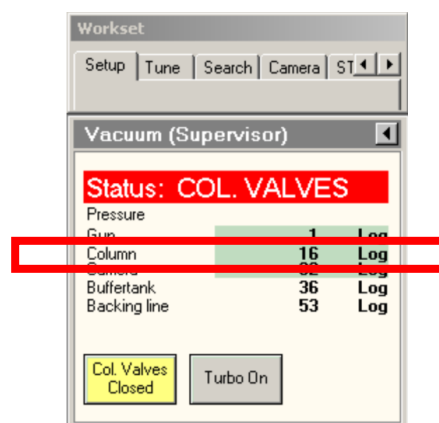


Airlock 开始倒计时后，须时刻留意测角台红色 LED 灯灭掉，这个时候严禁离开电镜室，也不能打电话或分心。一旦错过了红色 LED 灯灭掉的时刻，需要把样品杆拔出来再重新插杆。

- 3) 如紫色金属板上白色箭头指向 open 所示，一旦红色 LED 灯灭掉，立刻逆时针旋转样品杆约 150° ，直到样品杆上的金属舌 T 正对着紫色金属板上 6 点钟位置的圆孔 H，这时候要抓住样品杆，真空会对样品杆有一定的吸力。然后平稳地、轻轻地插进样品杆。样品杆要插到位。样品杆后端的黑色盖子几乎是贴着紫色金属板，留下约 3mm 的间距。此时，样品杆后端黑色盖子右侧上的一个槽口是刚好落进紫色金属板上的定位销的。



- 4) 如果间距比较大，比如 10mm 左右，用你的指尖抓住样品杆尾部稍微左右旋转，样品杆会进去一些，紫色金属板上的定位销会落进样品杆后端黑色盖子右侧上的一个槽口（这个槽口比较隐蔽，要从样品杆后端右侧去看才看得到）。不要让样品杆直接吸进去，要托着平稳地进去。
- 5) 偶尔样品杆进去后，测角台又再次触发 **Airlock Cycle**，这个时候就耐心等待 **Airlock Cycle (3 min 倒计时)** 完成。
- 6) 观察 Column 真空读数：正常读数是在下降的，最后会降到 6 左右。如果 5 秒内没有降，或者一直大于 20，或者甚至在升高，立即寻求管理员的帮助。如果 Column 的气压偏高（大于 20）或者一直在上升，先拔出样品杆，观察 Column 真空能否恢复正常。若 Column 真空恢复正常，仔细检查 Oring 圈有无纤维并进行清除，再次重新插入样品杆。



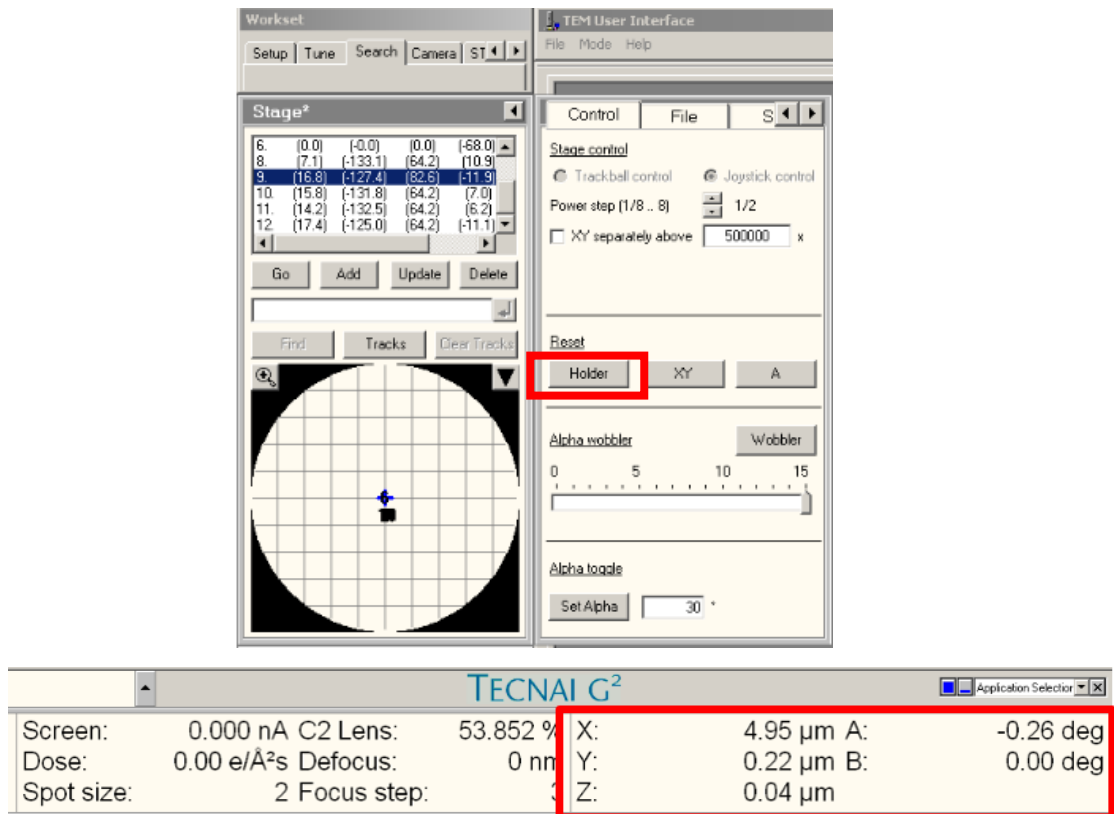
- 7) 样品杆进去后，点击黄色 **Turbo On** 按钮关掉分子泵；如果直接点击黄色 **Col. Valves Closed** 按钮，打开镜筒 V7 主阀，软件也会自动关掉分子泵。
- 8) 样品刚进去会带入水蒸气，一般建议等个几分钟（Column 真空恢复至 15

log 以下) 再打开镜筒 V7 主阀。点击黄色 Col. Valves Closed 按钮, 打开镜筒 V7 主阀, 拿掉投影室上的黑色盖板, 就可以在荧光屏上观察样品了。

4.1.3 出样

将样品杆从测角台上拔出, 步骤如下:

- 1) 在 UI 软件菜单栏上, 选择 search 菜单, 找到 Stage2 模块, 点击模块右上角小三角展开选项, 点击 Reset 里的 holder, 进行位置归零; 并确认 XYZAB 坐标值已经回到 0。此时测角台红色 LED 灯是灭掉的状态。



- 2) 从光路中移出 Objective aperture 和 Selected Area aperture: 务必移出 Objective aperture, 避免抽出样品杆时与其发生接触或碰撞。
- 3) 关闭 Column Valves。
- 4) 如果是双倾杆, 拔出 B tilt 线缆插头。测角台红色 LED 灯会亮起来, 可忽略。
- 5) 双手抓住样品杆, 平滑往外拉直到有明显阻力, 顺时针旋转 150° 直到遇到阻力。
- 6) 此时, 你放开样品杆, 样品杆不会旋转。
- 7) 更换抓样品杆的方式, 用左手背顶着金属板, 小心地水平拔出样品杆。

- a. 拔出来的过程中，要平稳，不要晃动样品杆。
 - b. 偶尔拔的时候，测角台会触发 **Turbo on** 启动，不用管它。这是由于样品杆碰到了里面的传感器（比如样品杆拔的时候不够平稳）。
- 8) 将样品杆小心地放入支架上。
- 9) 取下样品。

4.2 采集照片

进完样，等 Column 真空值 $\leq 15\log$ 就可以开始拍照。F30 电镜目前配有一个底装式 Gatan 994 US 1000XP CCD 相机（分辨率 2K*2K），TEM 成像和衍射图样都是用该相机采集。记录前，荧光屏要先抬起来：按压 R1 按钮（右操控面板）可以抬起/放下荧光屏。相机在 Search Mode 下分辨率会降低（512*512 binning）。获取照片时一般用~1s 的 Exposure Time。

步骤如下：

- 1) 首先，需要找光。设定或确认以下条件：

Intensity on Coarse（红灯亮）(左操控面板)

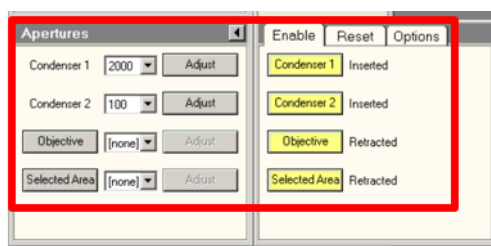
Magnification ~13500(右操控面板)

Diffraction and Dark Field off(红灯灭)(右操控面板)

Condenser aperture 1 2000 selected（UI 软件 Apertures 模块）

Objective aperture、selected area aperture retracted（UI 软件 Apertures 模块）



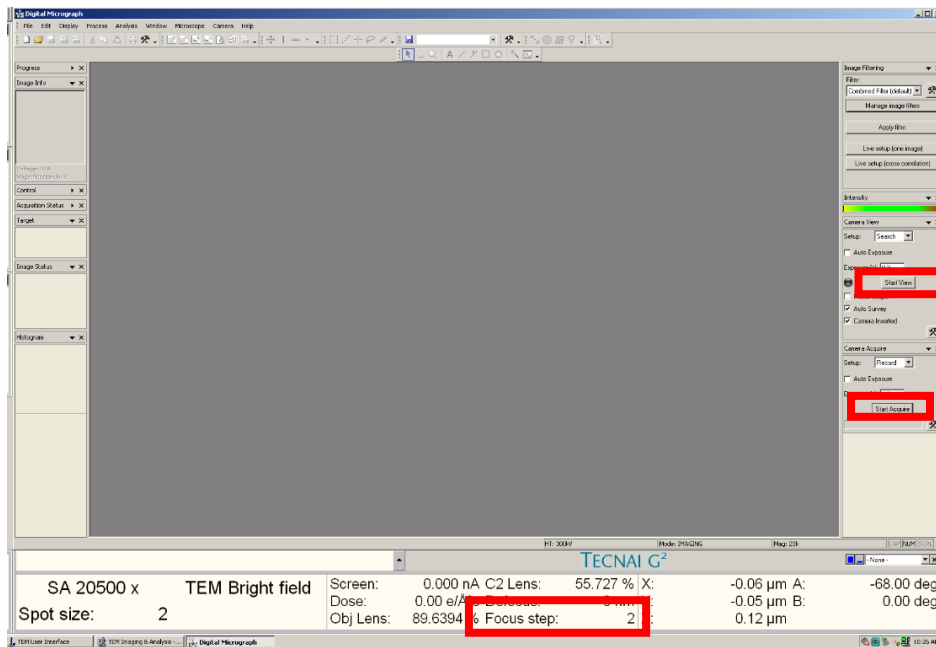


点击 Col. Valve Closed 按钮，打开 V7 阀，观察荧光屏上是否有绿色光斑。若没有，顺时针或逆时针调节 Intensity 旋钮，看能否出现光斑。若还是没有，降低放大倍数至 LM 250x，顺时针或逆时针调节 Intensity 旋钮，看能否出现光斑。若还是没有，移动样品直到看见光斑。找到光斑后，使用左操控面板的滚球将光斑移到中心，调节 Intensity 旋钮将光斑散至全屏。

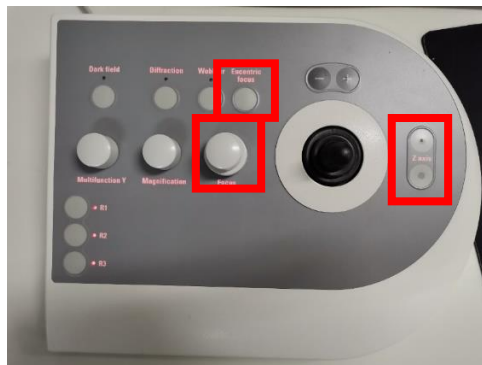
- 2) 找到光后，对特征物进行粗调焦（类似光学显微镜）。使用 X-Y 操纵杆（右操控面板）移动样品。在较低倍数下（比如 LM250x）找到一个可辨别的特征物，比如小晶体片或者小洞，并移至荧光屏中心。操纵杆的灵敏度可以按压 + 按钮进行改变。放大至 13500x（Magnification 旋钮和 Intensity 旋钮配合着调）。按压 Eucentric focus（右操控面板），然后按压 Wobbler 按钮，此时在荧光屏一般能看到特征物在晃动，说明特征物不在聚焦面上。按压右操控面板上 Z axis 按钮（一般都是先按向上按钮），调整样品高度，使得特征物晃动最小。再将放大倍数放大至 52000x，观察特征物是否晃动，若晃动则继续按压 Z axis 按钮调整样品高度，直到特征物晃动最小。此时样品已调整至聚焦面上。
- 3) 在低倍数下找到要观察的区域，放大，重复步骤 2 确认是否在聚焦面上；
- 4) 细调焦并拍照保存。放大样品至合适倍数，调节 Intensity 旋钮将光散至接

近满屏，按压右操控面板上的 R1 按钮，抬起荧光屏。打开 DM 软件，点击 Start View，此时 View 窗口上将显示出实时图像，调节右操控面板上的 Focus 旋钮（步长为 2，下方大旋钮可调整步长）对图像进行细调焦，使得图像最为清晰（正常是需要欠焦一些）。点击 DM 软件中的 Start Acquire 按钮获取图像并进行保存。拍完照后立刻按压 R1 按钮，放下荧光屏，点击 DM 软件中的 Start View 按钮，停止实时获取图像。

注意：拍完照要立刻放下荧光屏，禁止在抬起荧光屏的情况下调整放大倍数或者 Intensity 旋钮，以免烧坏相机。在抬起荧光屏用 CCD 获取图像时，只需调整 Focus 旋钮、X-Y 操纵杆及操作 DM 软件。



- 5) 如果换了个观察区域或者样品进行了倾转，重新按压 Eucentric Focus(右操控面板)，使用 Z axis（右操控面板）进行粗调焦。只有在较高倍数下（> 30000）再用 Focus 旋钮进行细调焦。每次调 Z 前都要重置下 Eucentric Focus。调整放大倍数或更换观察区域都是在荧光屏上观察并调整的。

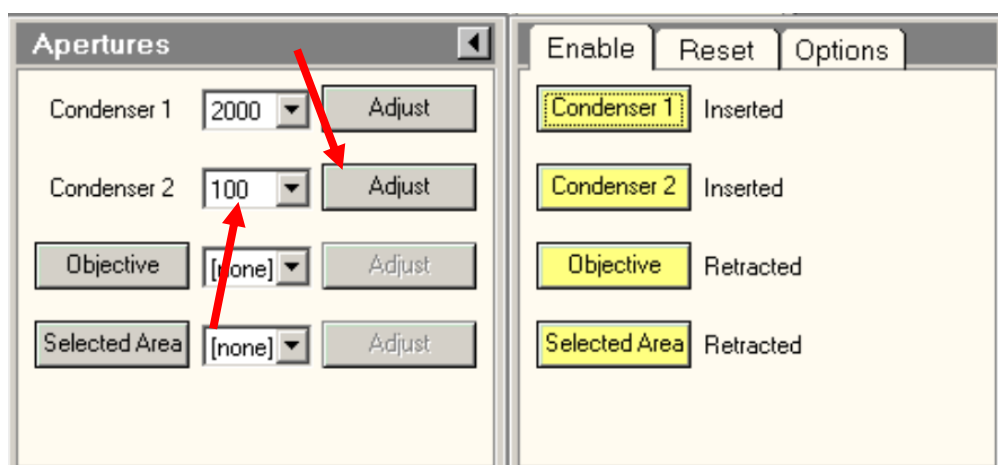


4.3 TEM 光路合轴对中

为获取高质量的照片，须确保电子束光路对中良好，尽可能小地减少像差（主要是球差）的干扰。

4.3.1 Condenser Aperture 对中

- 1) 插入/更换 Condenser 2 Aperture，点击下拉框，选择需要的 Aperture，对应的 Aperture 将自动插入。
- 2) 用 Intensity（左操控面板）将光汇聚到一点，用滚球（左操控面板）移至荧光屏中心。左右旋转 Intensity 观察光的发散情况。是否光是同心放大缩小，或者光会有左右横向的摇摆。
- 3) 如果会左右摇摆，用 Intensity（左操控面板）将光汇聚到一点，用滚球（左操控面板）移至荧光屏中心。顺时针/逆时针散开光斑至荧光屏内 4 cm 圆大小，此时该圆斑会偏离荧光屏中心。在 Apertures 模块里，点击 Condenser 2 右侧的 Adjust，使用多功能旋钮 X-Y，将该圆斑移至荧光屏中心。（点击 Adjust 会赋予 MFX，MFY 旋钮调整 Aperture 位置的功能。调完了务必再点击 Adjust，取消 MFX，MFY 的功能。）

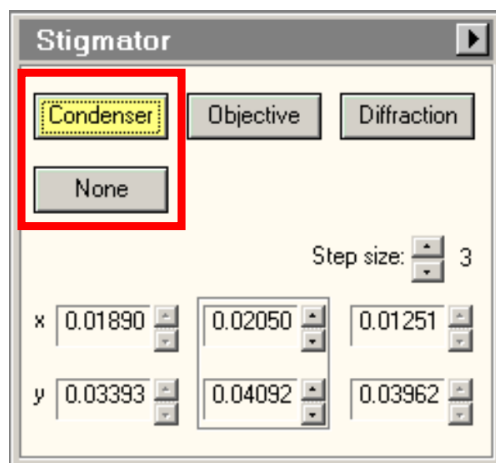


- 4) 重复步骤 2-3，直至光斑能够同心缩放。
- 5) 对于常规的 TEM 成像和 SAD（选区衍射）工作，默认是用 100 μm 的 C2 Aperture。STEM 模式使用小一点的 50 μm Aperture。

4.3.2 聚光镜像散

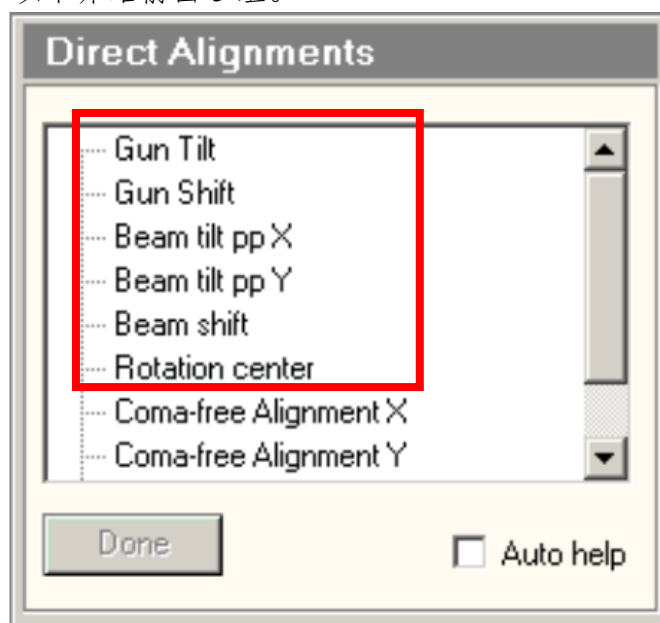
当你用 Intensity 旋钮汇聚发散光，注意观察束斑的形状。是个标准圆还是椭圆？如果是椭圆，说明聚光镜有像散。在 UI 软件中找到 Tune 菜单里的

Stigmator 模块，点击 Condenser。此时会赋予 MFX, MFY 旋钮调聚光镜像散的功能，调节 MFX, MFY 旋钮使束斑形状为标准圆。调完后点击 None，取消 MFX, MFY 的功能。



4.3.3 Direct Alignments

常用的合轴对中指令包含在 UI 软件 Tune 菜单里的 Direct Alignments 模块，共有 6 组指令。以下介绍前面 5 组。



■ Gun Tilt

点击 Gun Tilt，此时会赋予 MFX, MFY 旋钮调 Gun tilt 的功能。调节 Intensity 旋钮将光斑汇聚成一点，然后调节 MFX, MFY 旋钮使得束斑看起来最亮或者观察 Screen current(越大越好)。

| | | | |
|--------------|------------------|-------------------------------|-------------------|
| SA 20500 x | TEM Bright field | Screen: 0.000 nA | C2 Lens: 55.727 % |
| Spot size: 2 | | Dose: 0.00 e/A ² s | Defocus: 0 nm |
| | | Obj Lens: 89.6394 % | Focus step: 2 |

■ Gun Shift

- 1) 按压 R3（右操控面板）一次，Spot size 会往上加 1，按压至 Spot size 6，将束斑汇聚成点（Intensity），放大倍数调到 SA 的最高倍数 205000x，要在荧光屏上能看到束斑，若看不到先降低倍数。点击 Beam shift，操作 MFX，MFY 旋钮将束斑移到中心，点击 Done。
- 2) 按压 L3（左操控面板）一次，Spot size 会往下减 1，按压至 Spot size 2，将束斑汇聚成点（Intensity），放大倍数调到 SA 的最高倍数 205000x，要在荧光屏上能看到束斑，若看不到先降低倍数。点击 Gun Shift，操作 MFX，MFY 旋钮将束斑移到中心，点击 Done。
- 3) 重复步骤 1-2 直到 Gun Shift 无法进一步将束斑移近荧光屏中心。
记住：Spot size 越大（Spot size 6），实际束斑越小，光越暗，此时用 Beam shift；
Spot size 越小（Spot size 2），实际束斑越大，光越亮，此时用 Gun Shift。

■ Pivot Points

按压 Eucentric Focus（右操控面板），将放大倍数设定到较高倍数（52000x~205000x），点击 Beam shift，使用 MFX，MFY 旋钮将束斑移到中心，用 Intensity 将光斑汇聚成点。点击 Beam tilt pp X，束斑会分开并摆动。使用 MFX，MFY 旋钮将分开的束斑合并在一起。调完后点击 Done。点击 Beam tilt pp Y，重复同样的步骤。最后用 Beam shift，将束斑移到中心。

■ Rotation Centre

Rotation Centre 是用来优化光路的，它关系到电子束是否沿着 Objective(物镜)的中心进入，对成像质量影响很大。拍高分辨照片的时候尤其要确认/调节该参数。

将放大倍数设定到较高倍数（52000x~205000x）。在样品上找一个锐利、可识别的特征物，用操作杆将其移到荧光屏中心。按压 Eucentric Focus，调节 Z 高度进行粗对焦，然后用 Focus 旋钮（右操控面板）细调焦。点击 Rotation Centre，调节 Intersity 旋钮将光发散至满屏（若光很弱，可以不用发散至满屏，以双目显微镜能看清特征物为准），用双目显微镜观察特征物。调节 MFX，

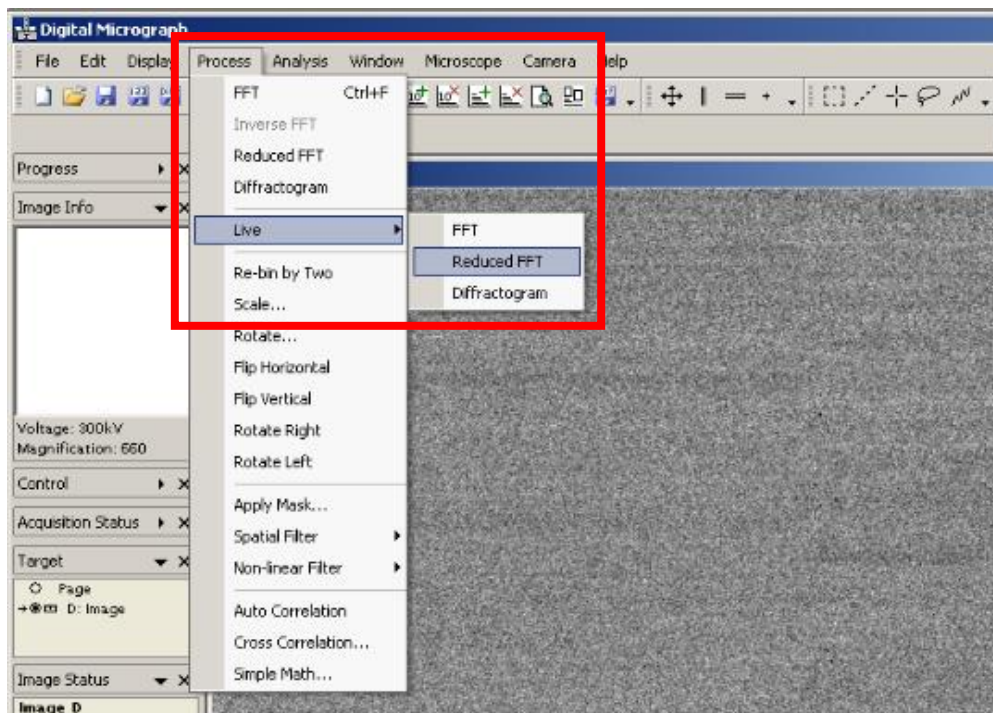
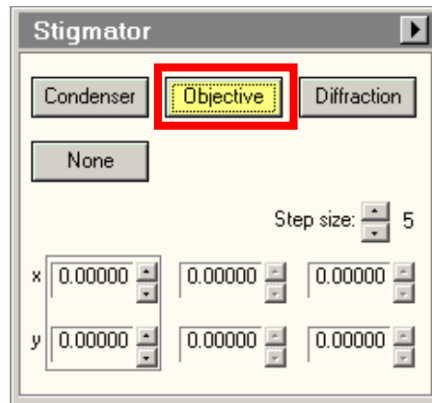
MFY 旋钮使得特征物的横向移动量最小。

调整后，特征物只是欠过焦的变化，没有横向的移动。点击 Done 退出。

4.3.4 物镜像散

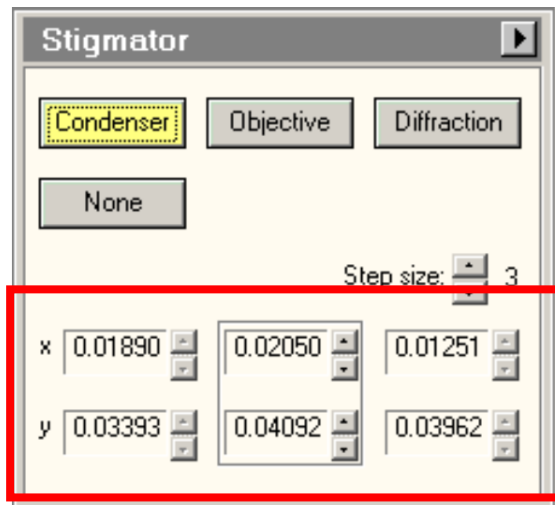
物镜是对样品成像的最关键透镜，物镜像散的大小对成像质量影响很大。消除物镜像散方法如下：在高倍下（100000x~710000x），对好焦后，在样品中找到一块非晶区。

在 UI 软件的 tune 菜单里找到 Stigmator 模块，点击 Objective 按钮，该按钮变黄。打开 CCD 相机软件 Digital Micrograph 里的 Live FFT function。参考非晶区的 Live FFT，调节 MFX，MFY 旋钮使得非晶环为标准圆（存在物镜像散时该非晶环会变椭圆）。如果非晶环不明显，可以旋转 Focus 旋钮进行调节。Stigmator 调完后点击 None。



4.3.5 像散控制 (Stigmator)

Stigmator 模块里一共有三组消像散器分别对应 Condenser, Objective, Diffraction, 每一组消像散器可以存三组值。鼠标点击选中某一组值就会激活该值, 选中后会有外框标识。如果你有一组比较好的参数, 但是想调得更好, 你可以先把这组参数复制到另一组去, 再到另一组去调。这样如果不小心调坏了, 可以再调用回来。比如, 鼠标右击第一组, 选择 copy it to 2 or 3。调完后你觉得不满意, 单击原来的参数可以回到之前的状态。调完后点击 None。

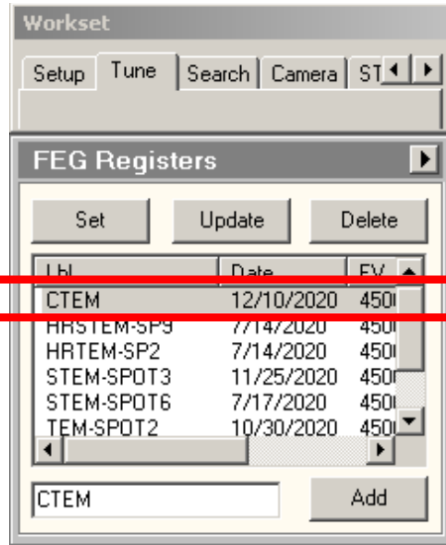


4.3.6 保存合轴信息

光路合轴对中后, 合轴信息可以保存到主机的硬盘里 (测角台的位置信息如果需要, 也可以保存和调用)。如果调整光路时把光路调乱了, 可以调用最新的合轴文件, 光路就会恢复正常。

管理员每隔一段时间, 会对光路合轴对中, 并保存在名字为“CTEM”的合轴文件里。正常使用的时候一般调用这个合轴文件就可以了。列表里可能还有其他文件, 不要去调用, 除非你有特别的需要, 请先咨询管理员。

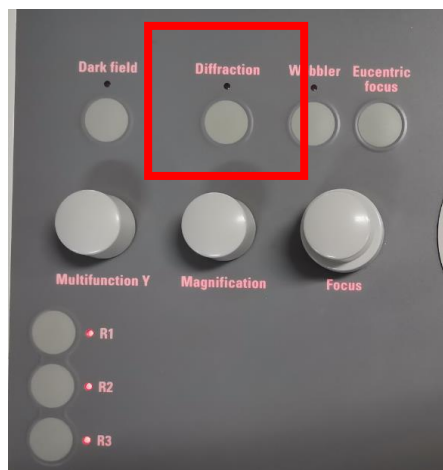
想调用合轴文件, 在 UI 软件 Tune 菜单里找到 FEG Registers 模块, 选中名字为“CTEM”的合轴文件, 并点击 Set 按钮进行调用。如果是带磁性的块状样品 (比如铁、铁合金), 请调用名字为“TEM-SPOT2”的合轴文件。如果有特别的合轴要求, 请告知管理员协助完成。如有需要, 可以保存个人的合轴文件, 但是合轴文件要以自己的名字命名。



4.4 Diffraction (衍射)

按压 Diffraction 按钮（右操控面板），红色指示灯亮起，电镜会进入衍射模式。在此之前，先找到感兴趣的样品区，插入合适大小的选区光阑（Selected Area Aperture），顺时针调节 Intensity 将光散开。按压 Diffraction 按钮后可在荧光屏上看到规整清晰的 SADP（选区衍射斑点）。

用 CCD 拍摄衍射图样前，须注意观察 UI 软件下方显示的 Screen 电流，将光斑发散开，使得 Screen 电流值在 30 pA 以下，同时用挡针挡住透射斑。拍照时曝光时间不可太长，一般设为 0.1s~0.5s，以免衍射斑点过亮烧坏 CCD 相机。如果调节 Intensity 旋钮将光会聚到感兴趣的区域，再按压 Diffraction，则出现的是 CBED（会聚束衍射盘）。



| | | | |
|-----------|-------------------------|-------------|----------|
| Screen: | 0.000 nA | C2 Lens: | 57.283 % |
| Dose: | 0.00 e/A ² s | Defocus: | -0.00 nm |
| Obj Lens: | 0.0000 % | Focus step: | 1 |

在衍射模式下，多功能旋钮 MF_X，MF_Y 被赋予 Diffraction Shift 功能，用来移动衍射斑点。Focus 旋钮（右操控面板）被赋予 Diffraction Focus 功能（调节 Diffraction Lens 强度大小，从而改变投影镜组的物平面）。在切换到衍射模式前，样品首先要在成像模式下，Eucentric Focus 下对好焦。如果衍射斑点不圆，找到 Stigmator 模块，点击 Diffraction。使用 MF_X，MF_Y 旋钮将衍射斑点调圆，修正 Diffraction Lens 的像散。

4.5 样品杆 α 和 β 倾斜角控制

样品杆分单倾杆和双倾杆两类，单倾杆只能沿一个轴（X 轴）倾斜一定的角度（A），双倾杆可以沿两个轴（X 和 Y 轴）分别倾斜一定的角度（A、B）。倾转的控制由左操控面板上的 α tilt、 β tilt 按钮完成。按钮为压力感应，压力越大倾转的速度越快。如果样品处于共心高度（Eucentric Height），倾转样品杆的时候样品就不会跑太远，这在倾转晶体找带轴的时候非常有帮助。

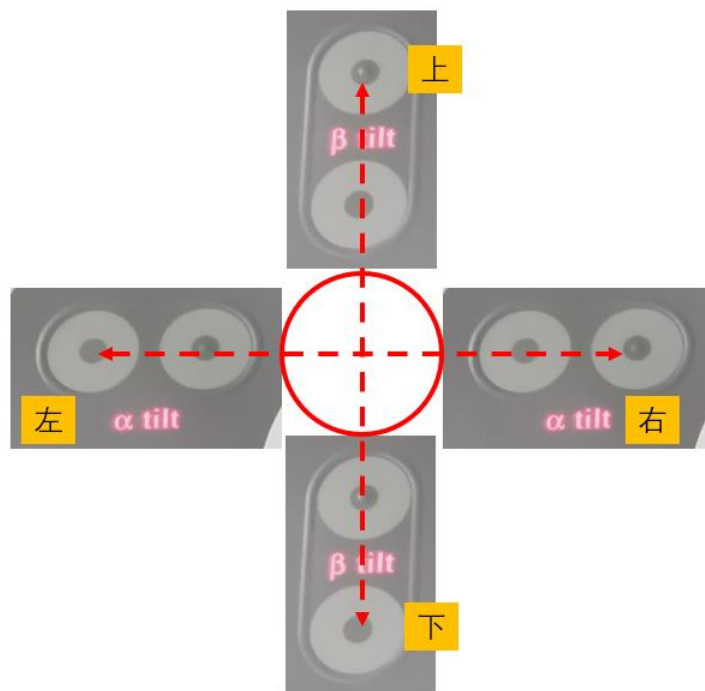


F30 电镜配有两根 FEI 的双倾杆，一根是标准双倾杆，另一根是低背景双倾杆。两根杆 A 的倾转极限 $\pm 70^\circ$ ，B 的倾转极限 $\pm 30^\circ$ ，B 的轴线垂直于 A 的轴线。正常使用时，禁止倾转到极限值。特殊情况下，应预留个 $\pm 1^\circ$ 的缓

冲，不要转到极限位置。

倾转样品杆的过程中，若发现 UI 软件报“Pole Touch”警报，这表明样品杆与电镜内部极靴或者光阑有干涉，存在造成仪器损坏的风险，必须立即停止倾转样品杆，并告知管理员协助处理。在倾转角度时，要同时看着 UI 软件上显示的倾转角度，速度不要太快，要逐步地转到需要的角度。如果超过了位置极限，电镜会发出“Beep”警报声，立即停止倾转，按压相反的倾转方向远离极限位置。

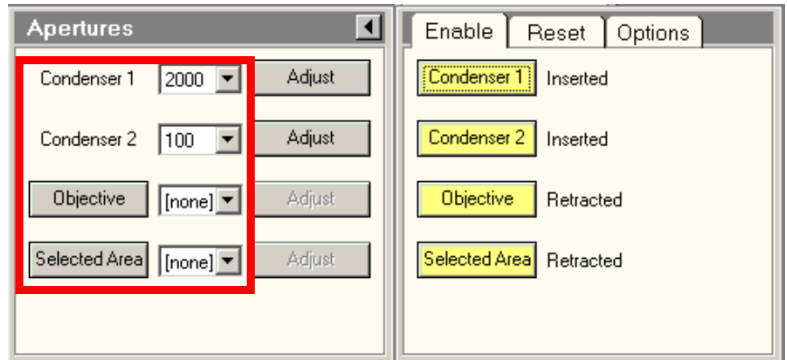
倾转方向（以 DP（衍射斑）带轴中心为参考）：



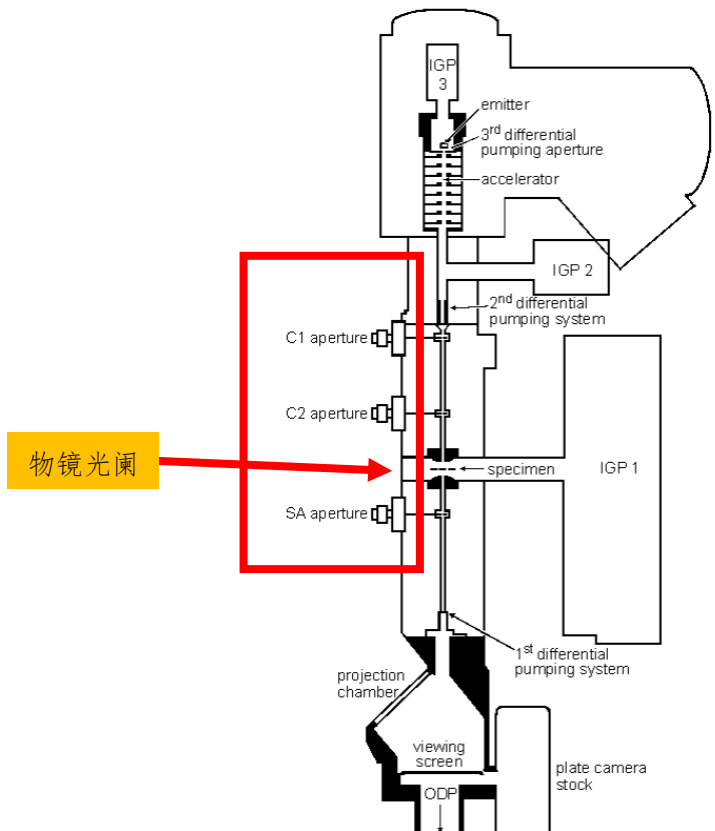
如果衍射斑的带轴中心需要往某个方向移动，参考以上坐标，按压倾转对应的按钮。上图 α tilt 右边按钮为“+”， β tilt 上面按钮为“+”。

4.6 改变和调整光阑

F30 的光阑完全由电机驱动控制，在 Aperture 模块里可以选取不同大小的光阑并对其位置进行调整。



F30 电镜上一共装有四组自动光阑，从上到下依次为聚光镜 C1 光阑、聚光镜 C2 光阑、物镜(Obj)光阑和选区(SA)光阑。聚光镜光阑（C1/C2）无法从光路中完全移开，而物镜光阑和选区光阑可以。C1 光阑一般就选最大的(2000 μm)。TEM 成像模式下，C2 光阑一般用 100 μm ；STEM 模式下，C2 光阑一般用 50 μm 的。



插入（改变）光阑：从相应光阑的下拉框中选择需要尺寸的光阑。对于 Objective 和 Selected Area 光阑，点击名字标识的按钮可以插入和抽出相应光阑。

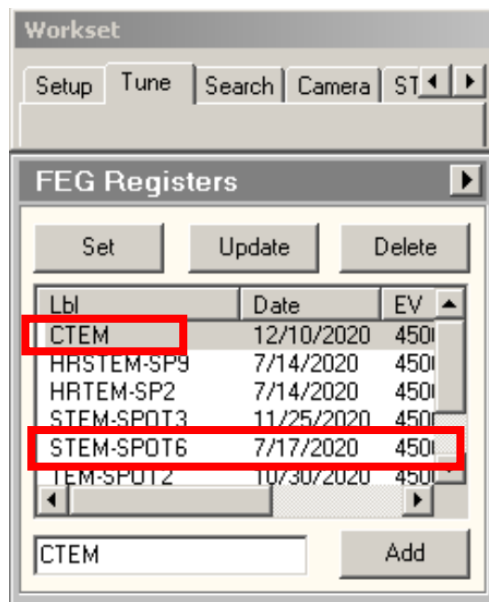
调整光阑：光阑的位置可以通过 MFX, MFY 旋钮进行调节。点击相应光阑右边的 Adjust 按钮，按钮变黄，MFX, MFY 被赋予调整光阑位置的功能。调整完后再次点击 Adjust，取消选中该按钮，按钮变灰。

F30 电镜上各 Aperture 大小如下：

| | | | | |
|---------------|--------|-------|------|------|
| C1 | 2000μm | 70μm | 50μm | 30μm |
| C2 | 150μm | 100μm | 50μm | 20μm |
| Objective | 100μm | 40μm | 20μm | 10μm |
| Selected Area | 800μm | 200μm | 40μm | 10μm |

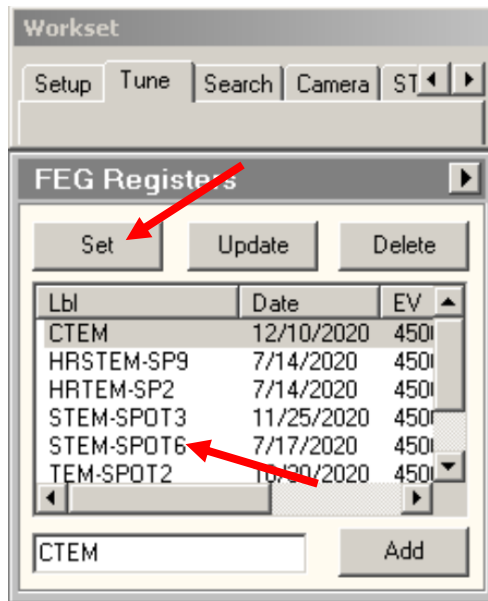
4.7 STEM 模式拍照

F30 电镜上装有 STEM 系统和 HAADF 探测器，可实现 HAADF 图像的采集。在 UI 软件 Tune 菜单下，找到 FEG Registers 模块。在 FEG Registers 模块里选中 STEM-SPOT6，点击 Set，电镜将自动切到 STEM 模式下。如果要回到 TEM 模式下找薄区和倾转样品，选中 CTEM，点击 Set，电镜将自动切到 TEM 模式下，非常快速和方便。

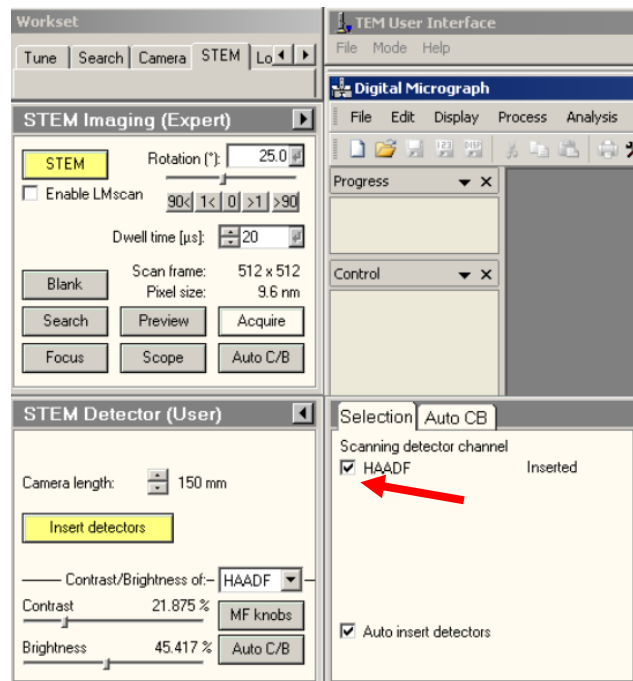


具体步骤如下：

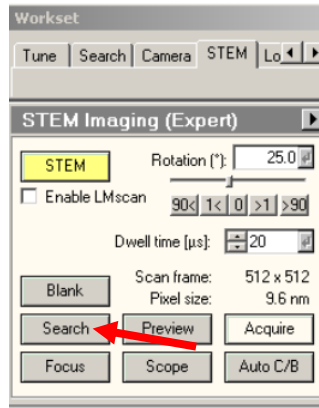
- 1) 在 UI 软件菜单栏里选中 Tune，找到 FEG Registers 模块，在 Lbl 标签下，选中 STEM-SPOT6，点击 Set，电镜将自动切换到 STEM 模式（会有连续滴滴滴的声响和光阑切换移动的声音）；



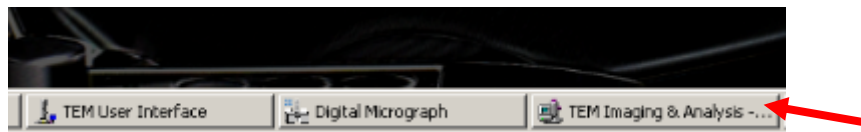
- 2) 在 STEM 菜单下找到 STEM Detector(User)模块，展开右上角的右箭头，在 Selection 菜单下对 HAADF 左边的单选框打钩，电镜将插入 HAADF 探头；



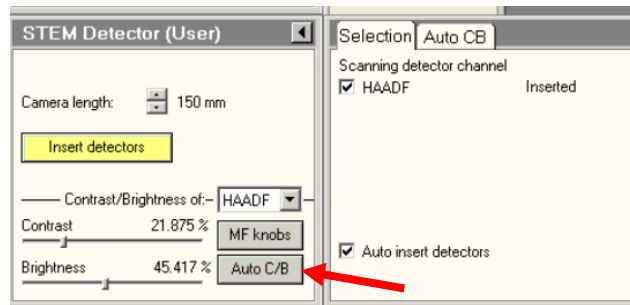
- 3) 利用 MFX, MFY(Diffraction Shift), 将衍射透射圆盘对中 HAADF 探头；
- 4) 在 STEM 菜单下，找到 STEM Imaging(Expert)模块，点击 Search；



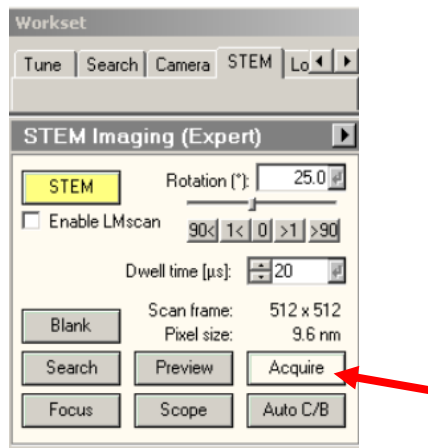
- 5) 在桌面任务栏找到已打开的 TIA 软件，点击展开 TIA 活动窗口，你就能在软件上看到 HAADF 图像；



- 6) 在 STEM Detector(User)模块，点击 Auto C/B ，软件将自动调整图像的 Contrast 和 Brightness，使得图像既不过曝也不欠曝；

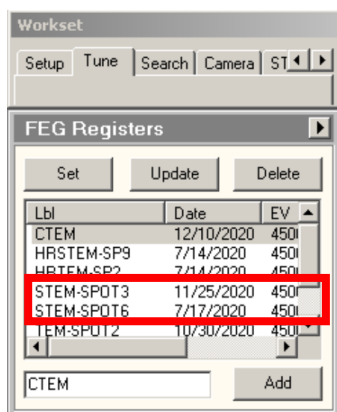


- 7) 使用操作杆移动样品，找到感兴趣的区域，调节 Magnification 旋钮（右操控面板），调节 Focus 旋钮（有操控面板）使图像清晰，点击 Acquire 即可记录照片。




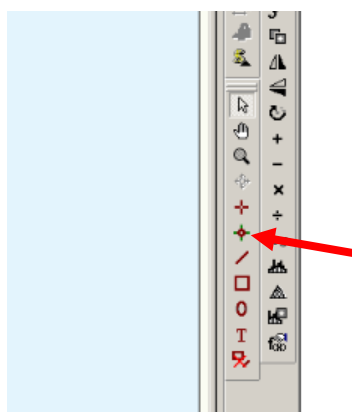
4.8 STEM 光路合轴对中

关于 STEM 光路的合轴对中，管理员会提前调试好几个不同 Spot Size 的参数，保存在 FEG Register 模块里。用户可按需调用。

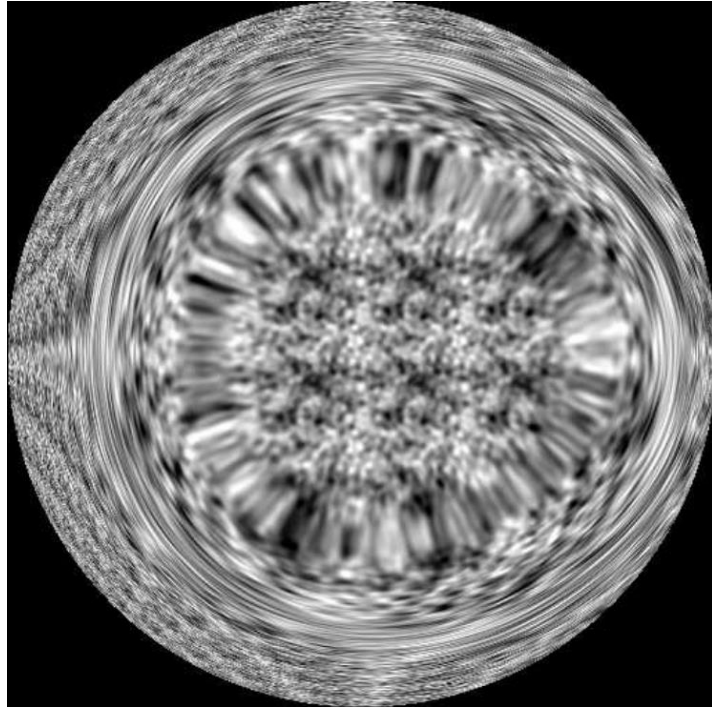


调用后通过鱼眼图可以对图像像散更加精细地调整，获取更高质量的 HAADF 照片，具体步骤如下：

- 1) TEM 模式下完成初始的一些准备工作（如转好带轴、找好要观察的区域等）；
- 2) 参照 4.7 节将电镜切换到 STEM 模式下，调整 Magnification 旋钮至 450,000 以上倍数。尽可能找到薄的非晶区或者薄的边缘。可以利用小荧光屏和双目显微镜或者直接扫描图像进行寻找；
- 3) 找到非晶区后，点击 TIA 软件右侧的移动电子束工具，将电子束移至非晶区域。在 Apertures 模块里选择 Condenser 2 Aperture 为 150 μ m；



- 4) 用双目显微镜配合小荧光屏或直接在大荧光屏里（若圆盘较小可放大相机常数），观察衍射圆盘（CBED disk）。此时你应该能看到 Ronchigram（鱼眼图）的近似图。旋转 Focus 旋钮，对 Ronchigram 聚焦；



- 5) 找到 Stigmator 模块，点击 Condenser，调节 MFX，MFY 使得 Ronchigram 图最圆，中间圆盘平整且无特征。另外，如果观察到好的非晶碳膜，通过消除像散可以减少 Ronchigram 图中的细节信息，直到中间圆盘衬度均匀，无任何特征。点击 Condenser 取消选定，按钮变灰；
- 6) 用挡针（beam stop）标记 Ronchigram 的中心。在 Aperture 模块里插入 50 μm 的 C2 光阑，以挡针标记点对中光阑。移出挡针。
- 7) 点击 Search 即可看到清晰的 HAADF 图像（相机长度选择 100/150mm）。

4.9 使用 Oxford 能谱仪（EDS）

F30 电镜配有 Oxford 的 X-MAX80 SDD(Silicon Drift Detector)能谱仪及相应的控制分析软件 AZtec。能谱仪的探测器为 80mm² 的无窗探头，可以实现 125eV 的分辨率@Mn K α ，且增强了对轻元素 X 射线的探测敏感度，最低可以测到硼(B)元素。相比老式的 Si(Li)能谱仪，该能谱仪运行稳健，能够适应较高的 X 射线输入计数率而不降低性能。另外，探头是电制冷的，不需要使用液氮，制冷速度很快，使用较为方便。不采谱的时候，可以通过软件控制电机，实现探头从样品区的移出，从而保护探头。

Oxford 能谱仪可以在 TEM 模式（区域采谱，与束斑大小相关）下使用，也可在 STEM 模式（点线面扫描采谱）下使用。当电镜运行在 TEM 模式下，

能谱仪可以采集由束斑尺寸决定的样品区激发出的 X 射线谱。比如，如果束斑是发散开的，可以分析比较大的区域；相反地，如果束斑是会聚成点的，则可以分析单个颗粒。

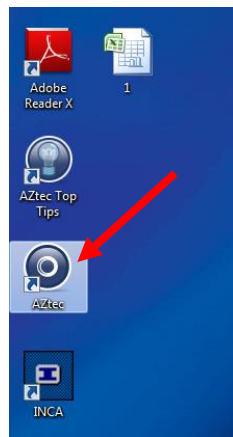
虽然束斑越大（通常束流也就更大），激发的 X 射线计数率越大，但是超过某一阈值，就会引入 Artifacts 及增加 Acquisition time。最优的束流应该使“Dead Time”在 50%左右。对于较低的死时间，为使计数符合统计要求，则需要更长的采集时间。

如果样品含有铜，建议使用低背景双倾杆（载台是铍制的）。标准双倾杆的载台是铜制的，会干扰实际铜的测量。如果样品是分散在铜网上的，那谱图上总是会有 Cu 信号。

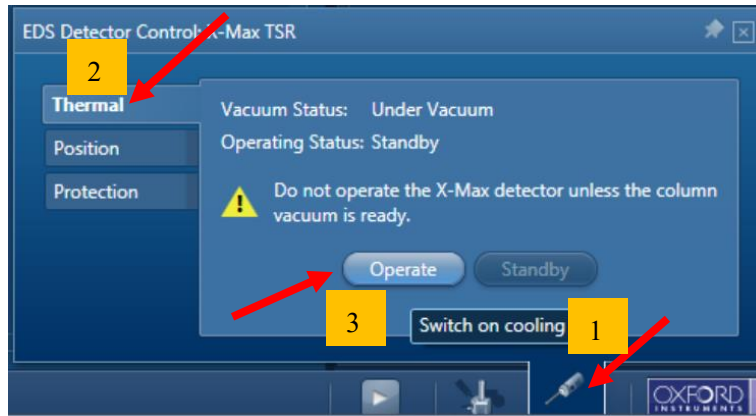
能谱探头采集效率最优的样品位置是 Eucentric height， α 方向倾斜 $15\sim 20^\circ$ 。虽然在其他倾转角度 α 下（ 0° ，甚至略小的负角度），探头也能采谱，但是采集效率会严重减小，且背底信号（如 Cu）会明显增多。

采集能谱的操作步骤如下：

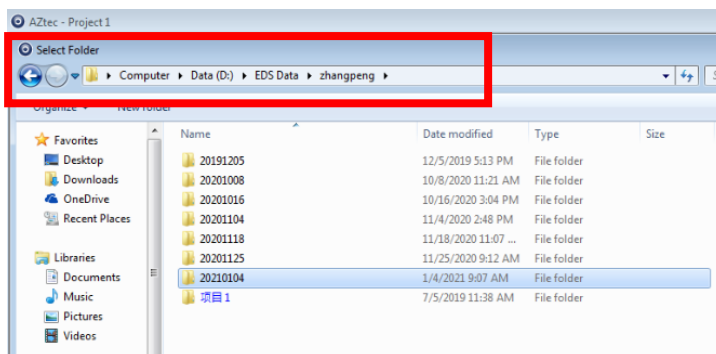
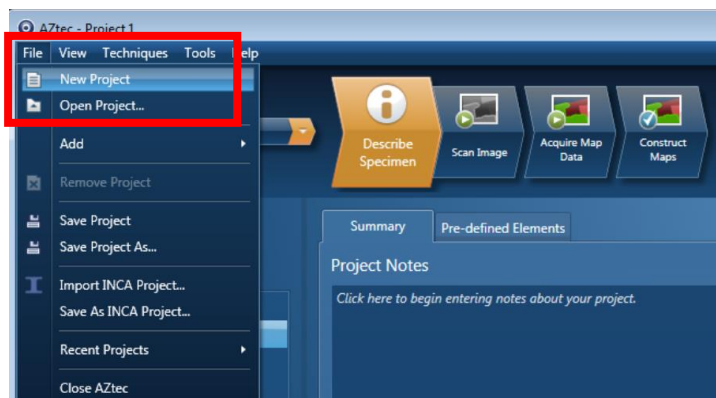
- 1) 在牛津能谱仪控制电脑桌面找到 Aztec 软件并双击打开（若 Aztec 软件已打开可直接点开）；



- 2) 启动能谱仪。点击右下角能谱图标，在左侧导航栏点击 Thermal，点击 Operate 能谱仪启动制冷。此时可以观察到能谱仪的蓝色指示灯亮起，绿色指示灯一闪一闪的，发出蓝、绿交替的光。等制冷完毕，绿色指示灯不再闪烁，蓝色指示灯常亮。能谱仪制冷完毕方可插入采谱；



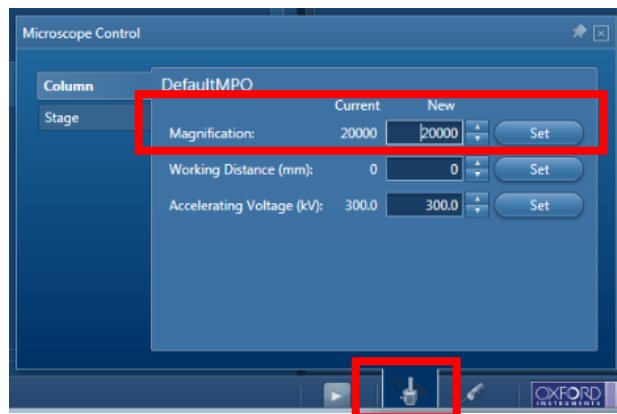
- 3) 在 File 菜单下点击 New Project 新建一个项目，项目保存在 D:\EDS Data 文件夹里。新建以课题组名称命名的文件夹，在该文件夹里新建以实验日期命名的文件夹，将项目保存在该子文件夹里，方便后续查找；



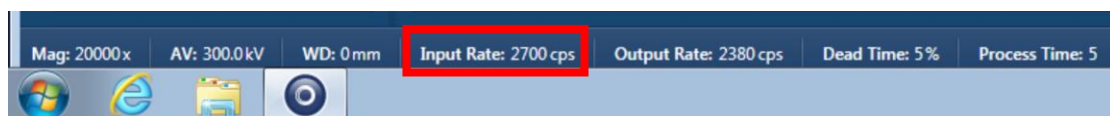
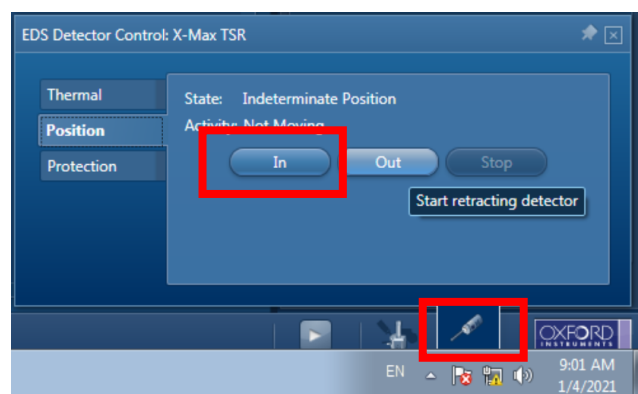
- 4) 参照 4.7 节将电镜切换到 STEM 模式下，在 STEM 模式下找到要采谱的区域；
- 5) 点击 Search 停止图像扫描；
- 6) 按压控制面板上方信道转换器上的 EDX SCAN 按钮，将 STEM 系统接收信号切换至牛津控制器；



- 7) 点击右下角电镜图标，在 **Magnification** 文本框里输入电镜主机上显示的 STEM 放大倍数，点击 **Set** 完成设置；

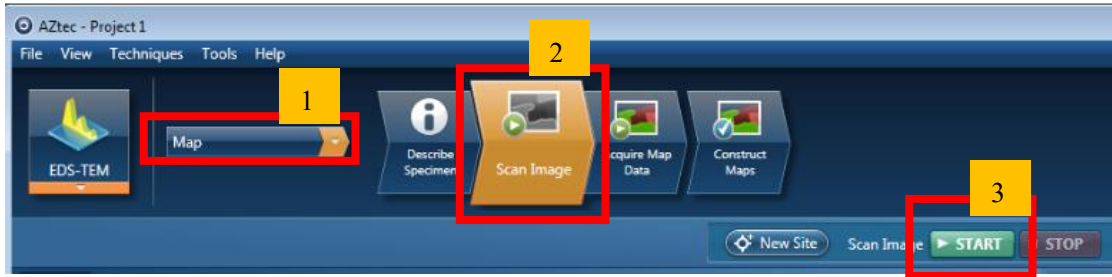


- 8) 点击右下角能谱图标，在左侧导航栏点击 **Position**。点击 **In** 插入能谱探头，此时注意观察探头是否在行进。待行进完毕，查看左下角的 **Input Rate**，一般要大于 **2000cps** 短时间采谱才会有足够的计数；



- 9) 在下选框里选择采谱的方式 (**Point&ID**、**Linescan**、**Map**)，单击 **Scan Image**，点击绿色背底 **START** 按钮获得一张 **HAADF** 图像(以面分布图为例，其他类

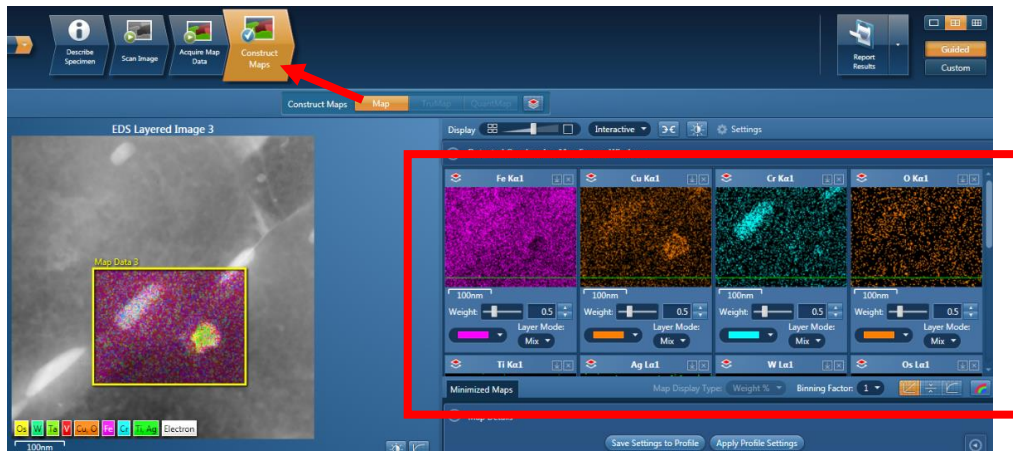
似);

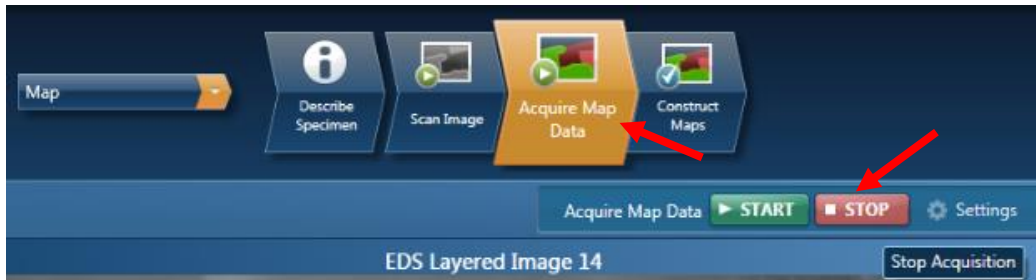


10) 点击 Acquire Map Data，用左列工具栏上的矩形框在 HAADF 图像上框选扫描的区域，能谱仪自动开始扫描采谱；

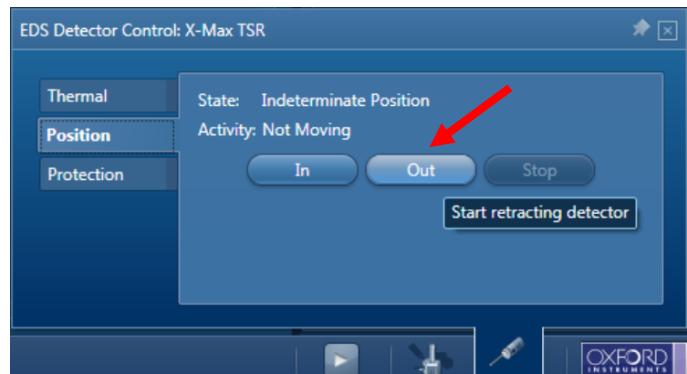


11) 点击 Construct Maps，查看各元素实时 MAPPING 分布图的情况。当分布图饱和度足够，点击 Acquire Map Data，点击 STOP，当前帧扫完后会停止采谱。

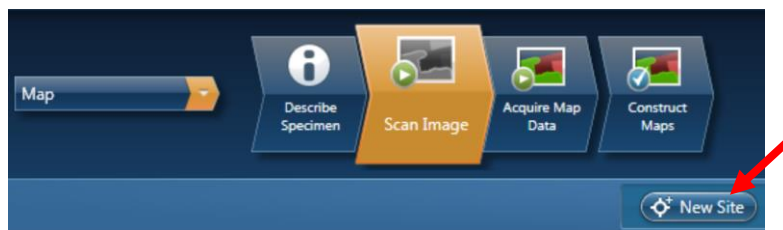




- 12) 退出能谱探头。点击右下角能谱图标，点击 **Out** 退出能谱探头，此时注意观察探头是否在退出。待退出完毕，按压信道转换器上的 INT SCAN（不用完全按进去）弹出 EDX SCAN，将接收信号切回至 STEM 系统。



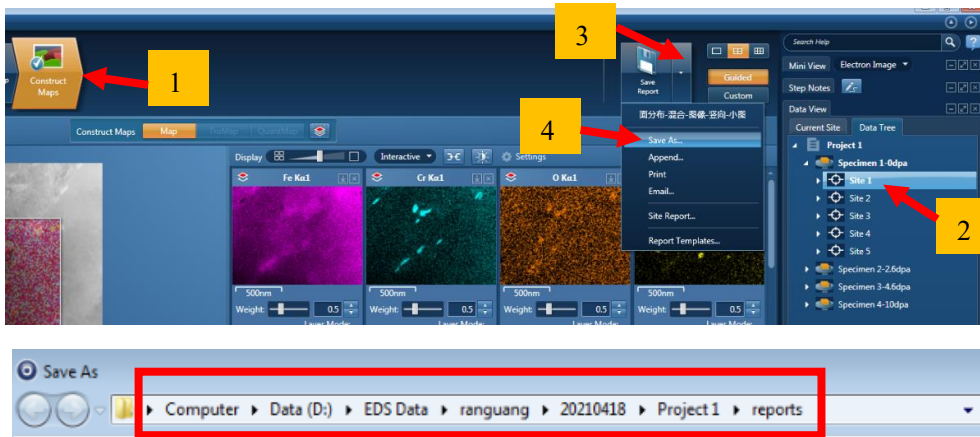
- 13) 回到电镜 UI 软件 Stem 菜单下，点击 **Search** 获取实时图像，更换需要采谱的区域。点击 **New Site** 新建一个区保存新的图像和谱图，重复步骤 5-步骤 12 继续采谱；



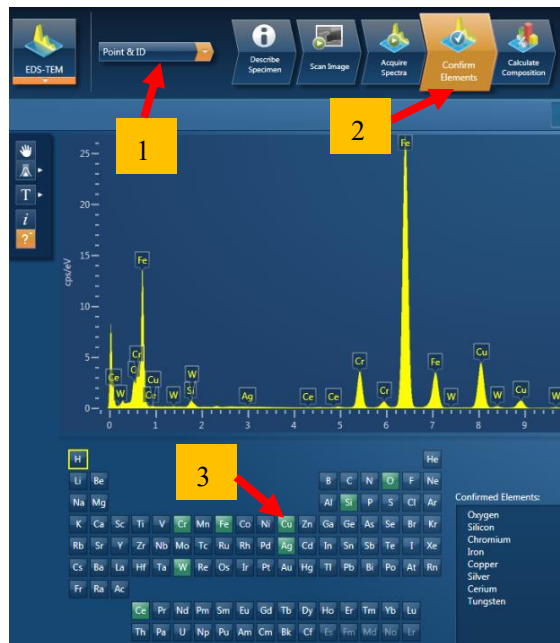
- 14) 能谱数据的保存和导出。采谱完成后，牛津软件会自动保存获取的数据至新建的项目里，我们只需对 **Mapping** 分布图及元素含量表进行导出：

- a. **Mapping** 分布图导出。点击采谱的最后一步 **Construct Maps**。在右侧的项

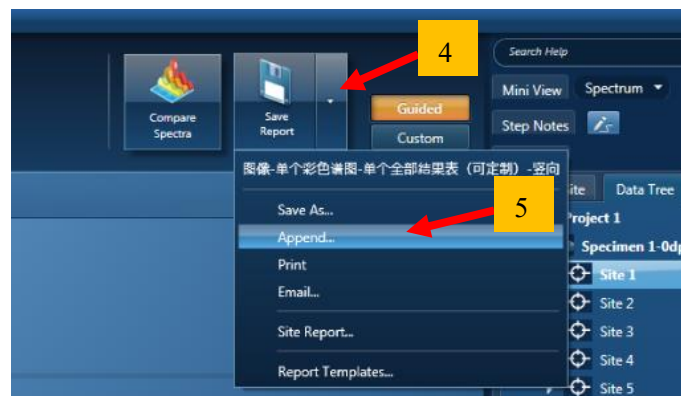
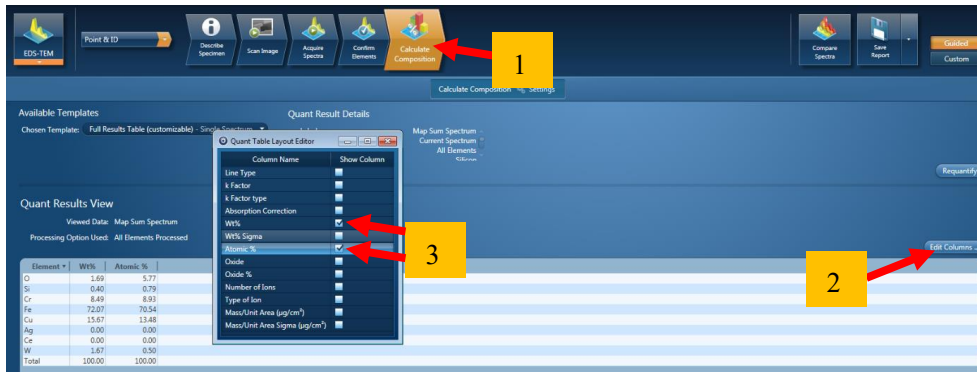
目导航栏里选中要保存的区（比如 Site 1），点击 Report Results 右侧的下箭头，在下拉框中选择 Save As，将分布图和谱图保存在相应的文件夹里（默认保存位置是在该项目下 reports 子文件夹里）；



b. 元素含量表导出。在左上角下选框里选择采谱的方式为 Point&ID，点击 Confirm Elements，在下方的元素周期表里双击样品里含有的元素，元素格子背底变为绿色；

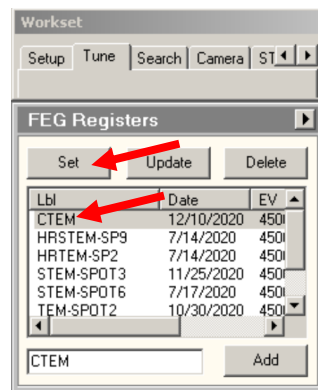


点击 Calculate Composition，下方会出现元素含量表。点击右侧的 Edit Columns 弹出元素含量表头的编辑框，勾选 Wt%和 Atomic%即可，其他的取消勾选。点击 Report Results 右侧的下箭头，在下拉框中选择 Append，元素含量表将追加在前一步分布图保存的 word 文件里。



c. 更换下一个区，重复步骤 a、b 进行相应的保存。

15) UI 软件 Tune 菜单找到 Register 模块，在 Lbl 标签下，选中 CTEM，点击 Set，将电镜切换回 TEM 模式。



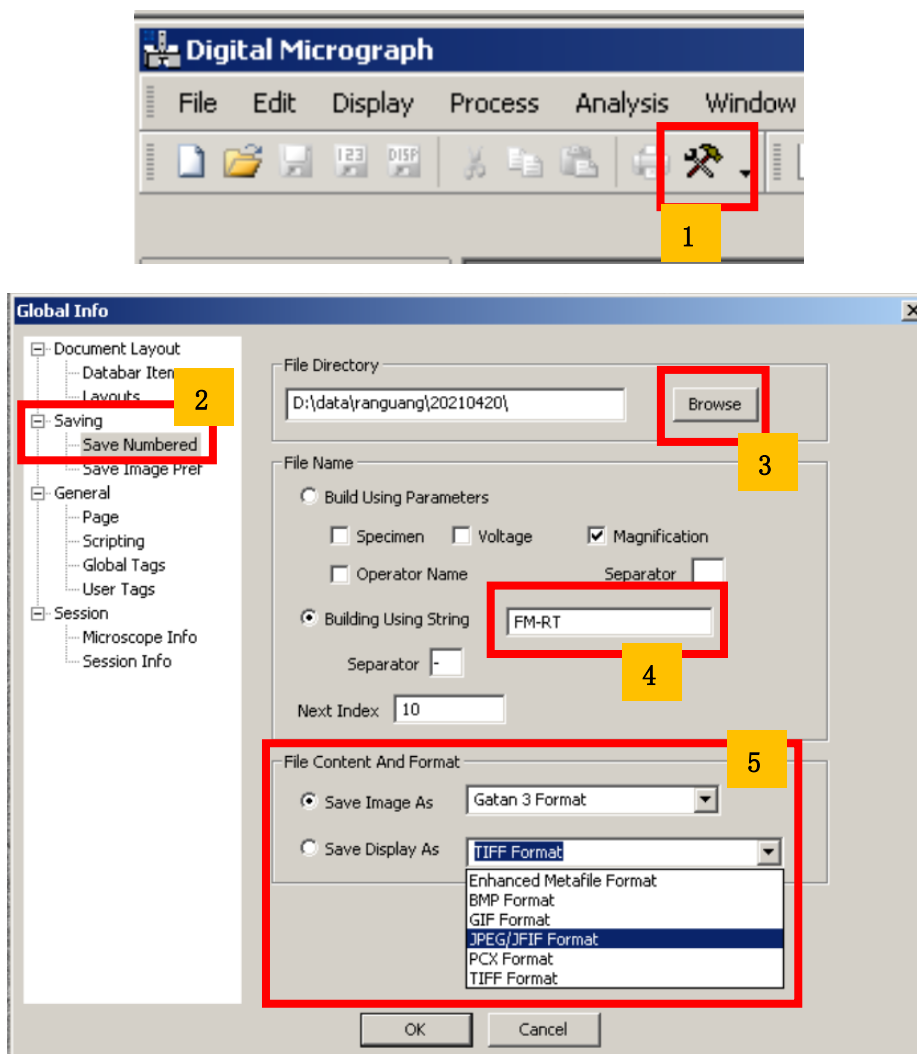
4.10 保存和上传数据

4.10.1 保存数据

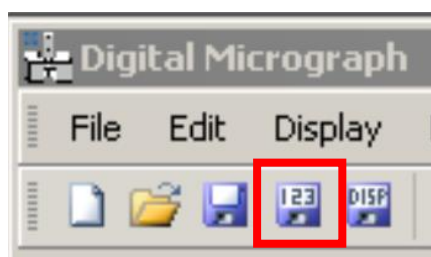
为快速保存图像数据，可在拍照软件中设定自动保存，这样的话图像数据将保存至设定好的文件夹中。

对于 Digital Micrograph 获取的图像数据，在该软件工具栏上找到下图红框

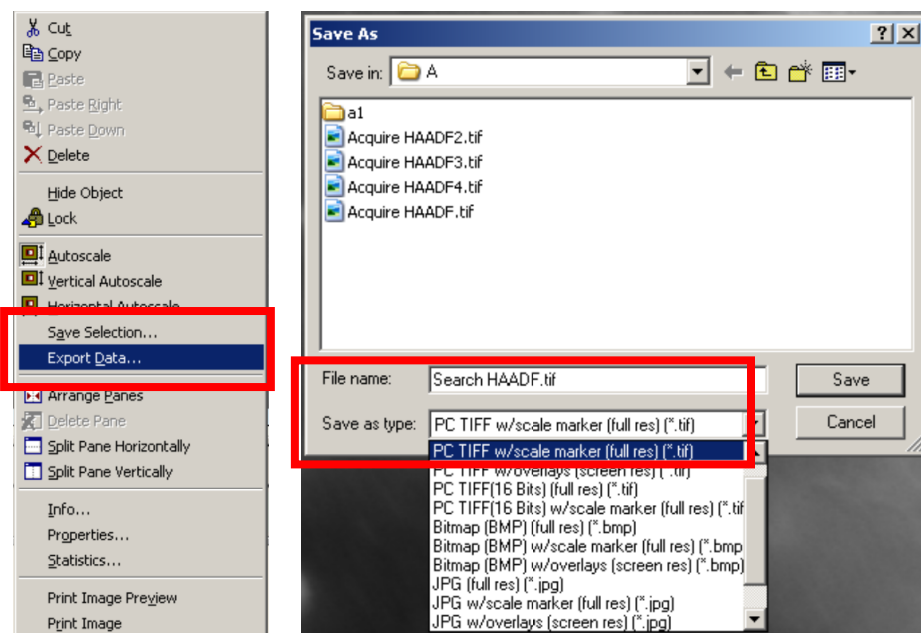
所示图标（扳手和锤头交叉的图标），单击打开 Global Info 对话框，点击左侧的 Save Numbered。点击 Browse 设置保存的文件夹（D:\data\课题组名称\实验日期\）。



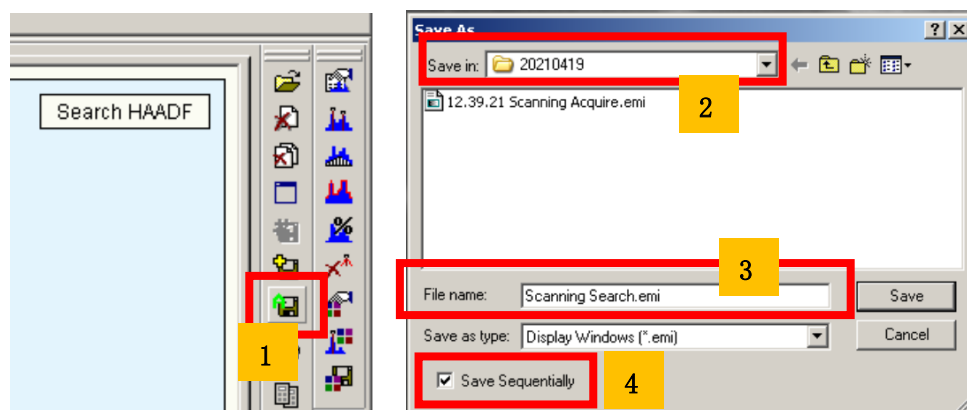
在 Building Using String 右侧的文本框输入保存照片的文件名，Next Index 填 1。保存数据的格式可选择源文件格式（Gatan 3 Format）或者常用的 JPEG/TIFF 图片格式（选择 Save Display As 单选框）。建议每拍完一张照片就点击如下红框所示 123 图标进行保存，保存的位置就是上一步设定的文件夹，文件名则以输入的文件名-数字序号（每保存一张照片，序号自动加 1）命名。



对于 TIA 获取的 STEM 图像，如果想保存成常用图片格式，可直接在图像上右击选择 Export Data，弹出 Save as 对话框，选择保存的位置（D:\data\课题组名称\实验日期\），输入 File name，选择 Save as type 为 PC TIFF w/scale marker(full res)。



如果想保存成源文件，可点击自动保存图标，在弹出的对话框中设定保存的位置（D:\data\课题组名称\实验日期\），输入 File name，勾选 Save Sequentially，点击 Save。后续每 Acquire 一张 HAADF 图像，图像将会自动以 File name+序号为文件名保存至设定的文件夹中。



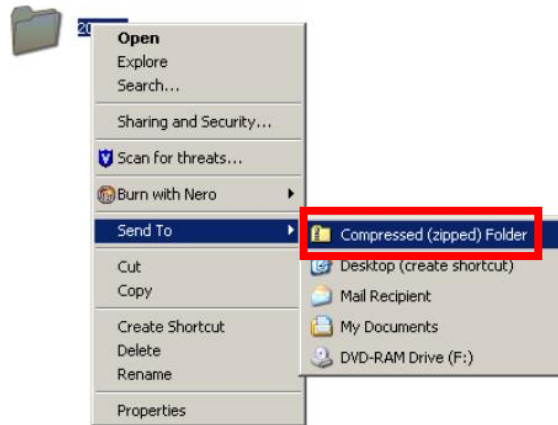
4.10.2 上传数据

所有的数据（包括 TEM 和 STEM 图像）可直接保存在电镜主机本地硬盘 D:\data\或网络共享硬盘 Network Disk(Z)中（该硬盘实际上是电镜 Support PC 的硬盘，而不是电镜主机的硬盘）。本地硬盘和 Network Disk(Z)中的数据不能长

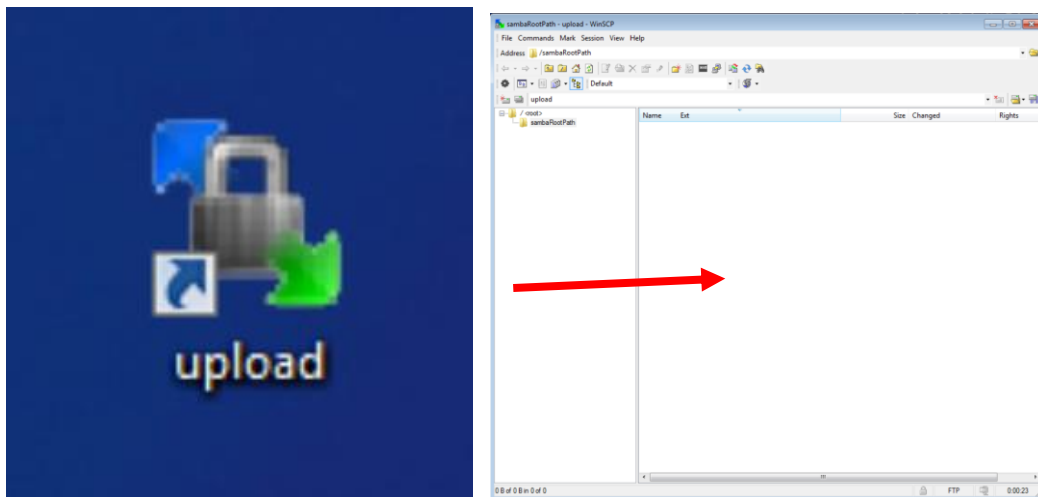
时间保留。当完成测试时，你必须将相应数据上传到 FTP 或者刻录到 CD/DVD 光盘里。

数据上传 FTP 的步骤如下：

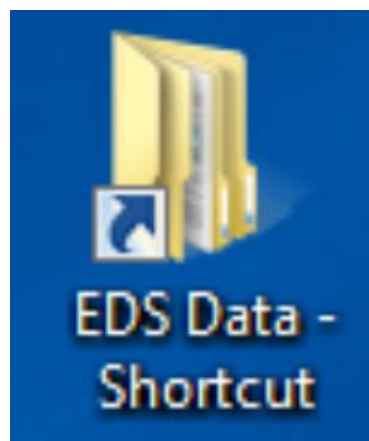
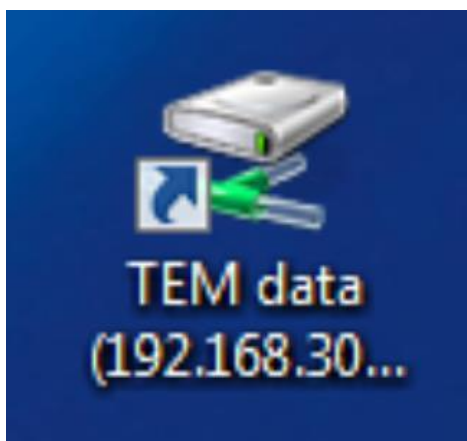
- 1) 先将本地硬盘里的数据压缩打包，然后剪切粘贴至网盘 Network Disk(Z)中（如果数据是直接保存至网盘 Network Disk(Z)则省略这一步）；



- 2) 在牛津能谱仪主机的桌面上找到 FTP 上传软件 upload，双击打开；



- 3) 在牛津能谱仪主机的桌面上找到 TEM data 文件夹(与 Network Disk(Z)共享同一硬盘)和 EDS data 文件夹，将文件夹内要上传的文件拉入上传软件 upload 的空白区内，文件将上传至刷卡终端；



- 4) 上传完毕后关闭 upload 软件，刷卡下机，数据将自动从刷卡终端上传到 FTP。FTP 空间数据存储的时间较长。但是，建议你回到实验室或办公室后，立刻登录能源学院仪器预约系统，点击个人中心进入网站后台管理系统，在右上角的横向导航栏中找到**实验记录**菜单并点击，然后在最左侧的竖向导航栏中找到**实验记录文件**菜单并点击。在中间的活动窗口找到对应的实验记录。每条记录的最右侧有个可操作的蓝色按钮，单击该按钮，在弹出的选项中选中下载即可将数据保存至个人本地电脑。

| 文件大小 | 生成时间 | 进度 | 操作 |
|---------|---------------------|------|---------------------|
| 16976KB | 2021-04-02 19:33:44 | 100% | 下载 |
| 548KB | 2021-04-02 16:43:20 | | 编辑 |
| 513KB | 2021-04-02 16:43:20 | | 删除 |
| 21KB | 2021-04-02 16:43:20 | 100% | ... |

任何保留在 Tecnai PC（电镜主机）的测试数据将随时被删除，管理员没有义务也没有责任进行警示或者备份。

严禁使用 USB、移动硬盘等可移动存储设备在 Tecnai PC 和 Oxford EDS PC 上拷贝数据。

我们建议您除了将数据保存在个人电脑里，还应做好相应的备份。

图像拍一张保存一张，不要等到下个时段的同学过来了才开始保存数据，耽误其他同学的机时！

你有责任和义务保存和管理好自己的数据，而不是管理员。

4.11 结束实验

在完成每一次实验后，请摆好凳子，保持实验室的整洁干净。

整理顺序如下：

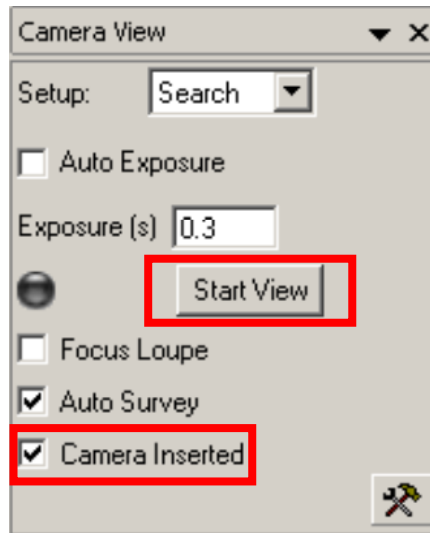
- 1) 如果电镜最后工作在 STEM 模式，在 Register 模块里选择 CTEM，点击 Set，将电镜切换至 TEM 模式；
- 2) 如果电镜是在 TEM 模式，调整 Magnification 至 13500x，用滚球（左操控面板）将光斑移至荧光屏中心。调节 Intensity 将光散至满屏（C2 Lens 值 ~58%）；

| | | | |
|-----------|-------------------------|-------------|----------|
| Screen: | 0.000 nA | C2 Lens: | 55.598 % |
| Dose: | 0.00 e/Å ² s | Defocus: | 0 nm |
| Obj Lens: | 89.6394 % | Focus step: | 3 |

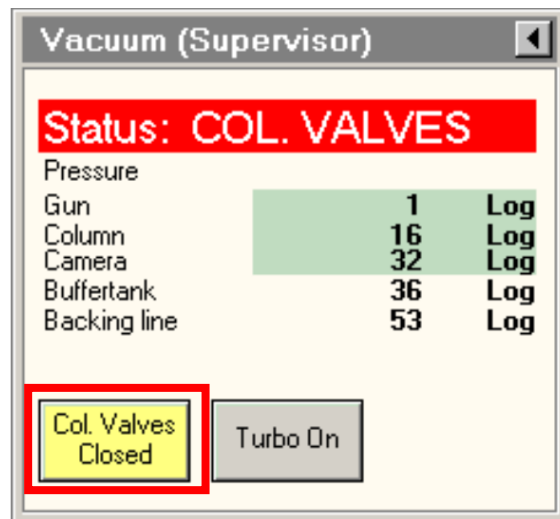
- 3) 如果实验过程中使用了 Objective Aperture 和 Selected Area Aperture，在 Aperture 模块里，点击相应的按钮，将它们抽出；
- 4) 在 Stage 模块里，点击 holder，将测角台 X、Y、Z、A、B 值归零，并在 UI 控制软件界面进行确认；

| TECNAI G ² | | | | | | Application Selector | |
|-----------------------|-------------------------|-------------|----------|----|---------|----------------------|-----------|
| Screen: | 0.000 nA | C2 Lens: | 53.852 % | X: | 4.95 μm | A: | -0.26 deg |
| Dose: | 0.00 e/Å ² s | Defocus: | 0 nm | Y: | 0.22 μm | B: | 0.00 deg |
| Spot size: | 2 | Focus step: | 3 | Z: | 0.04 μm | | |

- 5) 停止 CCD Start view 的采集工作，抽出 CCD 相机；



6) 关闭 Column Valves;



7) 用黑色挡盖盖住投影室玻璃窗;

8) 打开日光灯;

9) 参照 4.1.3 节内容, 拔出样品杆, 并放到实验桌上的支架里, 取下样品。样品杆留在支架上并一同存放入干燥箱里。样品杆不使用严禁放在实验桌上;

10) 参照 4.9.2 节内容, 压缩打包数据并上传至 FTP 网盘, 刷卡下机。如果是每天最后一位使用者, 刷卡下机前需对电镜进行 Cryocycle, 操作步骤参考 2.2.2 节内容;

11) 填写实验记录本;

12) 摆好凳子, 整理下实验室。

5.设备异常处理

5.1 异常处理流程

Tecnai F30 电镜平时运行稳定，使用过程中若设备出现异常，请执行以下步骤：

- 1) 点击 Col Valve Closed 按钮关闭镜筒 V7 阀，确认 Col Valve Closed 按钮是黄色的（黄色代表关闭）；
- 2) 联系电镜管理员处理；
- 3) 若长时间联系不上管理员，可拨打报修电话 4001200092，赛默飞公司（电镜厂家）会有工程师远程协助处理；
- 4) 在登记本上详细记录异常情况。

5.2 常见问题

5.2.1 真空漏气

当插入或者拔出样品杆时，操作手法不恰当有可能会意外引入短暂的漏气，进而影响镜筒的真空。插拔样品杆前一定要确保 Column Valve 是关闭的。

如果发生漏气，大致会有以下三类情况：

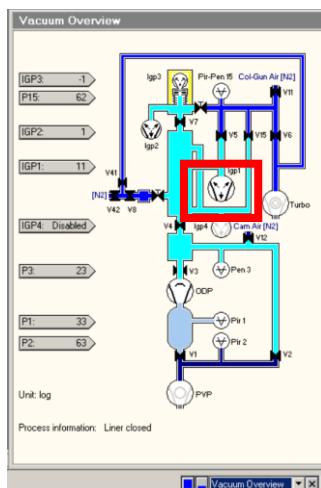
- 1) 漏气足够小，几乎不会影响镜筒真空，镜筒气压只是短暂波动，很快又恢复正常（比如 Column 的真空迅速升到 20 log 以上，但又马上降到 15 log 以下）；
- 2) 漏气虽小但是一直有，镜筒气压不正常，要么保持不变，要么一直上升（比如一直保持在 20 log 以上，较严重的话数值不断增大）；
- 3) 漏气非常大，IGP1（离子泵）自动关闭，Column 真空示数显示 99，背底颜色变为红色。此时高压、灯丝会自动关闭保护。

对应以上三种情况，处理方法分别如下：

- 1) 观察 Column 的真空值，如果不超过 20 log，且明显在下降，等真空值降到 15 log 以下，可继续工作。这与正常操作步骤是相似的；
- 2) 如果 10 分钟内 Column 真空值没有降到 15 log 以下，或者真空值稳定在一个较高的值（如 20 以上），或者一直往上升。拔出样品杆（先关掉分子泵），检查 O-ring 上有没有纤维或颗粒，如头发丝等。清除 O-ring 圈上的纤维或颗

粒，等真空值降到 10 log 以下，再次插入样品杆。如果样品杆在 10 分钟内没有降到 15 log 以下，暂停实验，联系管理员处理；

- 3) 如果 IGP1（离子泵）立马关闭（你会听到各种阀门开闭的声音，IGP1 的颜色在 Vacuum Overview 里变成深蓝色），拔出样品杆，联系管理员处理。



5.2.2 高压、灯丝问题

如果在使用的过程中，High Tension（高压）或灯丝自动关闭，联系管理员处理。并在登记本上详细记录异常情况。

