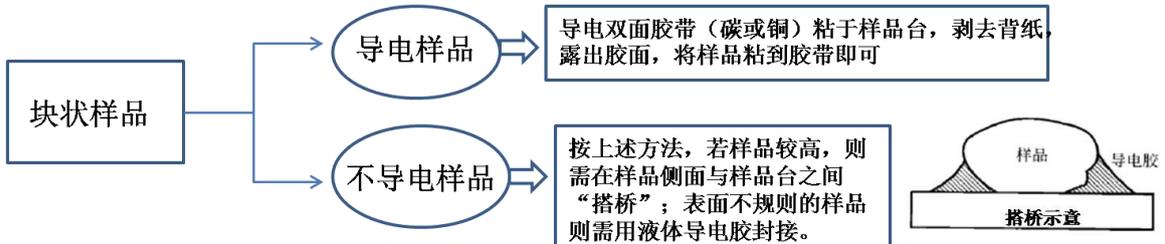


电镜组

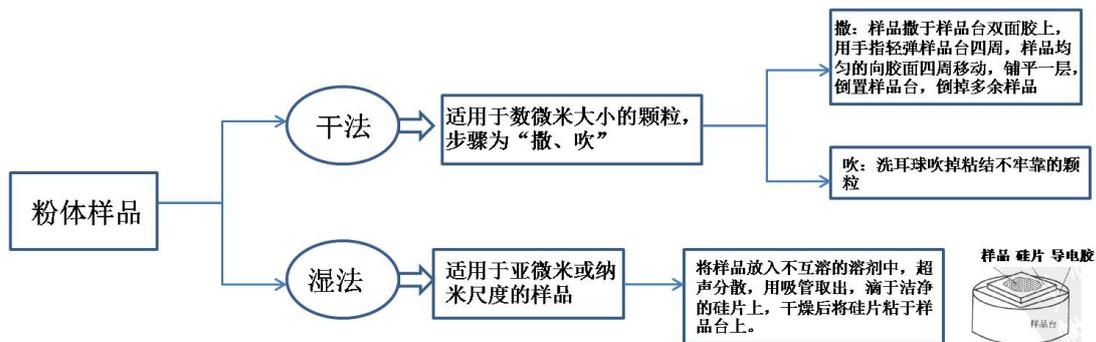
第一部分、样品制备

1. 扫描电镜样品制备流程

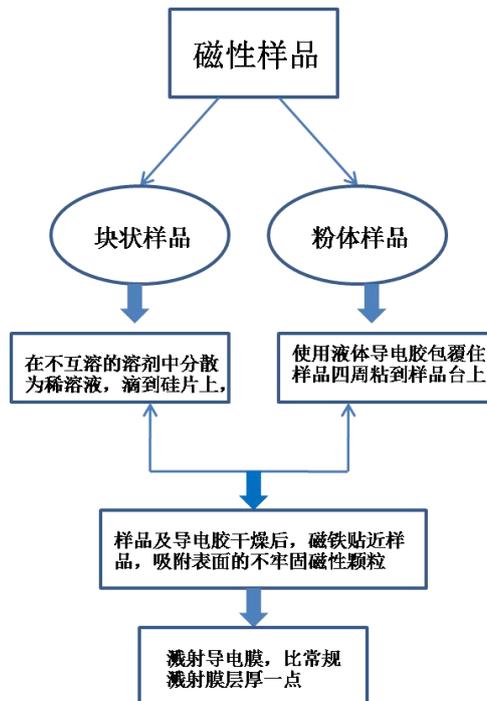
(1) 块状样品



(2) 粉体样品



(3) 磁性样品



2. 透射电镜样品制备流程

(1)对样品的要求

- ①样品一般应为厚度小于 100nm 的固体。
- ② 样品在电镜电磁场作用下不会被吸出，附于极靴上。
- ③ 样品在高真空中能保持稳定。
- ④不含有水分或其它易挥发物，含有水分或其他易挥发物的试样应先烘干。

(2)常见的样品制备方法

①直接分散法

将（研磨后的）粉末放在去离子水或无水乙醇溶液里，用超声波分散器将需要观察的粉末分散成悬浮液。用滴管滴几滴在覆盖有支持膜的电镜载网上，待其干燥(或用滤纸吸干)后, 即成为电镜观察用的粉末样品。

TEM 样品常放置在直径为 3mm 的载网上,透射电镜用载网均为直径为 3mm、厚度为 10-30 μm 的圆片，其主要作用是负载样品且在透射电镜观察时电子束能透过样品，因此基本为网格结构，表面未负载膜的载网称为“裸网”，裸网的孔径在微米级，而透射电镜观察的样品尺度通常在 100nm 以下，为了确保样品能负载在载网上，在裸网上面需覆盖一层厚度为 10nm 左右的有机膜，称为支持膜。同时，为了防止载网支持膜和样品在电子束照射下积累电荷，发生样品飘移、跳动，甚至出现支持膜破裂等情况，在支持膜上再覆盖一层导电层，提高支持膜的导电性，通常选用无定型碳，经过镀碳的载网支持膜称为“碳支持膜”，根据样品的观察需求有多种膜，具体包括：

方华支持膜：方华支持膜的化学成分是聚乙烯醇缩甲醛，由于是纯的有机膜，所以膜的弹性好，厚度通常为 10nm 左右，透射电镜观察时背底影响小。但方华膜因导电性不好，在电子束照射下，易因高温或电荷积累，产生样品漂移甚至膜破损，通常在 100kV 电镜和生物样品中使用较多。

碳支持膜：是一种最常用的支持膜，有两层膜结构。从下至上依次为裸网、方华膜和碳膜，由于碳层具有较强的导电性和导热性，弥补了无碳方华膜的荷电效应以及热效应，增强了膜整体的稳定性，适合大多数纳米材料和生物样品的一般形貌观察用于常规样品制样。

微栅：在膜上制作出微孔，以便使样品搭载在微孔边缘，使样品“无膜”观

察，提高图象衬度。观察管状、棒状、纳米团聚物效果好，特别是观察这些样品的高分辨像及 mapping 时更是最佳选择。

超薄碳膜：在微栅的基础上叠加了一层很薄的碳膜，一般为 3-5nm，这层超薄碳膜的目的是用超薄碳膜把微孔堵住。主要针对粒度较小的纳米材料。如 10nm 以下分散性很好的纳米材料，如果用微栅可能从微孔中漏出，如果在微栅孔边缘，由于膜厚可能会影响观察。所以用超薄碳膜就会得到很好的效果。

纯碳膜：当样品所用的有机溶剂（氯仿、甲苯等）能够溶解方华膜时，载网膜中就要去除方华膜，只剩碳膜，称为纯碳膜，碳膜的厚度通常为 20nm 左右，在高分辨观察时背底的影响也比较明显。

双联载网支持膜：将两片载网膜连在一起，负载样品后，将样品夹住，形成三明治的结构，加强了对样品的固定，比如应用于磁性材料，可避免其吸附到透射电镜的极靴上。

氮化硅薄膜：采用硅为基本支撑、无定形的氮化硅 Si_3N_4 为观察窗口，相比碳类的载网膜，氮化硅膜耐酸耐高温，且无碳影响，可用于酸性条件下制备样品，及 1000 摄氏度的高温环境。

石墨烯支持膜：石墨烯具有良好的导电性，耐高温，耐腐蚀，耐电子束轰击，并且衬度很低，应用此种膜可显著提高样品观察时的衬度和稳定性，但是由于石墨烯本身结晶，在高分辨下有有序结构，会对高分辨观察晶体结构有影响。

载网膜的选择

由上述介绍的载网膜的结构及特点，可根据样品的特征选择合适的载网膜，汇总如下表所示，需要说明的是一些特殊情况：

a. 用能谱分析铜元素时，不能选用铜载网，要选用镍、钼等其他材质的载网膜，同理分析碳元素时，要用氮化硅膜。

b. 在做高分子、生物样品切片后需要染色时要用裸网或微栅，因为染色剂通常会染方华膜。

c. 在负载一些二维方向尺度较大的薄膜样品时，比如大面积的石墨烯膜、有机膜，如果用碳支持膜背底影响较大用微栅膜在低倍观察时有微栅孔的结构，因此可选用目数较高的裸网，如 1000 目、2000 目的铜裸网。

载网种类	膜厚/nm	微孔	适用范围
碳支持膜	10-20	无	样品的一般结构观察，高倍率会有较大的背底。

微栅	15-20	有	适用于线状、片状样品，能够搭载在微栅孔中，高分辨观察时无背底。
超薄碳膜	3-5	无	分散性好的纳米颗粒，高分辨观察时背底衬度低。
纯碳膜	20-40	无	分散样品的溶剂是能够溶解方华膜的有机溶剂(氯仿、甲苯等)。

直接制备的各种裸网及载网膜通常表面是疏水的，不利于亲水性样品的吸附，而透射电镜观察时，很多样品是亲水的，因此需要对裸网及载网膜进行亲水性处理，通常用含氧的等离子体进行处理，可用射频辉光放电的方法产生氧等离子体，其原理如图 1 所示，空气在高频高压的电场中产生放电，氧气被电离成氧等离子体，氧等离子体与载网膜表面反应生成一系列亲水性基团，从而使表面呈亲水性。

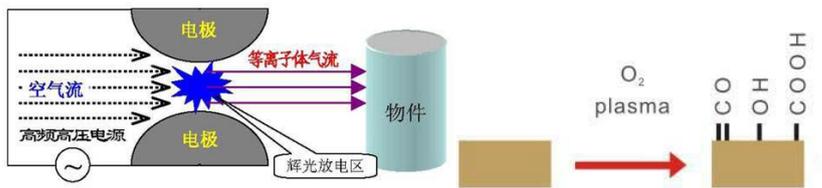


图 1. a)氧等离子产生原理及 b)对载网膜表面的亲水化处理原理

分析测试中心电镜室有一台等离子清洗仪，能够在低功率情况下产生柔和的氧等离子体，对载网膜表面进行亲水性修饰，且不会破坏膜本身的结构，如图 2 为经等离子处理前后载网膜表面水的接触角，处理前为 117.3° ，明显为疏水性表面，经处理后接触角减小到 39.9° ，呈亲水性。

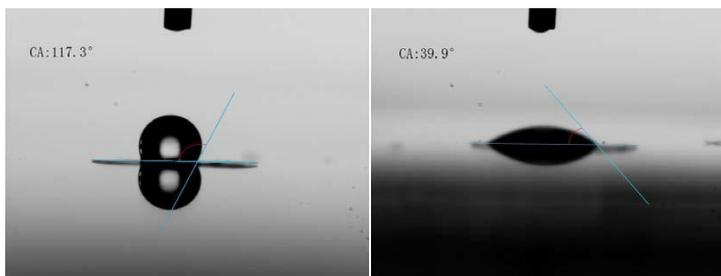


图 2. a)等离子处理之前和 b)之后的载网膜表面水的接触角

载网膜表面的亲、疏水性对于某些亲水性样品尤其是自组装结构样品的制备有重要的影响，如图 3 所示的是使用未经处理的疏水的载网膜和亲水化处理的载网膜制备的纤维素样品(新材料实验室样品)的透射电镜图，可以看出使用疏水的载网膜在透射电镜下观察的样品不仅少，而且样品的结构发生了改变，而使用亲水化的膜，能够很好的观察到纤维素的结构及聚集状态。

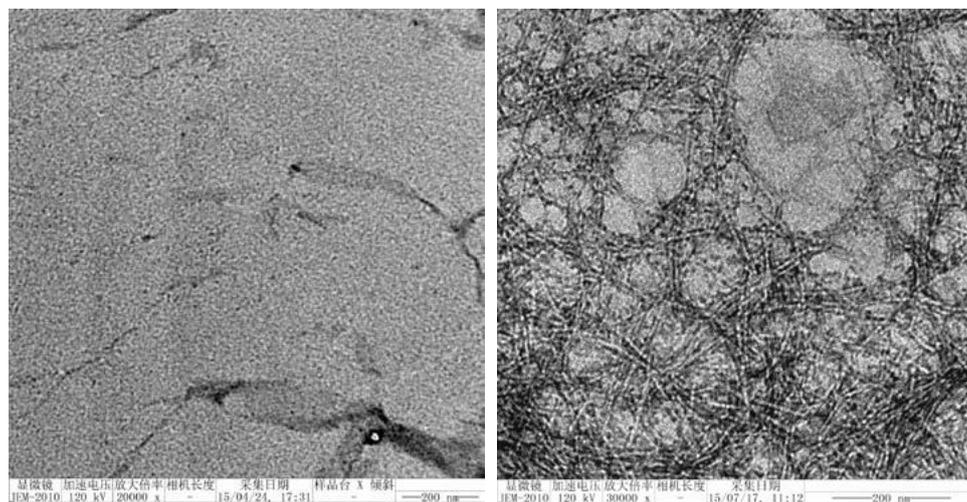


图 3. 使用 a)未处理的载网膜和 b)亲水化处理后的载网膜制备的纤维素样品的 TEM 图

②树脂包埋-超薄切片法

理想的包埋剂应具有：高强度，高温稳定性，与多种溶剂和化学药品不起反应。目前常用国产环氧树脂 618、Epon812 环氧树脂、及低黏度包埋 Spurr。

包埋剂配制及使用过程中的注意事项：a.所有容器及玻璃棒等应是清洁和干燥的；b.配制过程中应搅拌均匀，使用过程中应避免异物，特别是水、乙醇、丙酮等混入包埋剂；c.配制好的包埋剂应密封保存，避免受潮。剩余包埋剂可密封并储存在-10~-20℃冰箱中，延长其使用期。

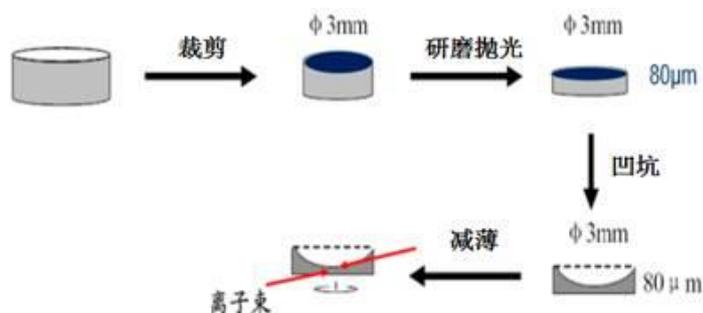
包埋方法：

将待观察的样品块放入灌满包埋剂的适当模具（如胶囊）中，恒温箱内加温固化，Spurr70℃烤箱内 8h 即可固化，国产树脂 618、Epon812 环氧树脂需 37℃ 过夜，经 45℃ 12h、60℃ 24h 可固化。将包埋固化后的样品取出，用超薄切片机切片后，分散于载网上，即可制得透射观察所需要的样品。

③离子减薄法

特点：不受材料电性能的影响，即不管材料是否导电，金属或非金属或者二者混合物，不管材料结构多复杂均可用此方法制备薄膜。

- a. 样品裁剪：将样品冲压成直径 3mm 的圆片。
- b. 研磨抛光：将样品圆片用手动研磨盘手动研磨至厚度低于 80 微米的圆片。
- c. 凹坑：凹坑仪单面凹坑至圆片中心厚度为 10-30 微米。
- d. 离子减薄：设置好离子枪角度、减薄时间、加速电压将样品减薄至出现足够薄区



④电解双喷法

特点：受材料电性能的影响，只能用于金属样品，并且耗时短成本低。

- a. 样品裁剪：将样品冲压成直径 3mm 的圆片。
- b. 研磨抛光：将样品圆片用手动研磨盘手动研磨至厚度低于 100 微米的圆片。
- c. 凹坑：凹坑仪单面凹坑至圆片中心厚度为 10-30 微米。
- d. 电解双喷：设置好电解液、电压、温度将样品减薄至出现足够薄区

⑤聚焦离子束法

应用聚焦离子束-电子束双束电镜可实现定点制备透射电镜样品。

第二部分、上机操作

仪器一、扫描电镜S-4800

1.1 日常开机

打开 Display 开关，电脑自动开机进入 S-4800 用户界面，PC_SEM 程序自动运行，点击确认进入软件界面。

1.2 装样品

- (1)将样品台装在样品座上，根据高度计调整高度及确认样品位置后旋紧。
- (2)按下 AIR 键，当 AIR 灯变绿时拉开样品交换室，水平向前推出交换杆，把样品座插在交换杆上，逆时针旋转交换杆（即按照杆上的标示转至 LOCK）

锁定样品座后，将交换杆水平向后拉回原处。

(3)关闭交换室，按下 EVAC 键，当 EVAC 绿灯亮时，按 OPEN 键至绿灯亮样品室阀门自动打开。

(4)水平插入交换杆，直至样品座被卡紧为止，顺时针旋转交换杆（即按照杆上的标示转至 UNLOCK）后水平向后拉回原处，点 CLOSE 键至绿灯亮样品室阀门自动关闭。

1.3 图像观察

(1)加高压

点击屏幕左上方的高压控制窗口，弹出 HV Control 对话框。选择合适的观察电压和电流，点击 ON，弹出提示样品高度的对话框，点击确定出现 HV ON 提示条，待图像出现后，关闭 HV Control 对话框。

(2) 在低倍、TV 模式下

找到所要观察的样品，点击 H/L 按钮切换到高倍模式，通过调节样品位置，找到所要观察的视场。

(3)聚焦、消像散

选好视场后，放大到合适的倍数聚焦消像散。先调节聚焦粗调和细调旋钮，使图像达到最佳状态，若图像有拉长现象，则需进行消像散。调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的拉长消失，再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的拉长消失。

(4) 图像采集及保存

用 A.B.C.键或 BRIGHTNESS/CONTRAST 旋钮自动或手动调节图像的对比度和亮度，扫描速度变为慢扫，点击抓拍按钮进行采集。采集后暂时存放在窗口下侧，选中要保存的图像，点击 Save，弹出 ImageSave 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

(5) 对中调整

改变加速电压和电流时，或图像在高倍聚焦发生漂移时，需要进行对中调整，方法如下：

①选取样品上一个具有明显特征的位置放在视场中心。

②点击 Aling 键，出现 Alignment 窗口，在 Beam 项，视场中出现圆形光斑，

用 STIGMATOR/ALIGNMENT X Y 将圆形光斑调至视场中央。

③在 Aperture, STIGX 和 STIGY 档, 将图像放大至 10 万倍以上, 若图像发生晃动, 调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的晃动消失, 再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的晃动消失。

1.4 取样品

(1)打开高压控制窗口, 点击 OFF 关掉高压。点击 HOME 样品台自动归位至中心, 同时确认 $Z=8\text{mm}$, $T=0^\circ$ 。

(2)按下 OPEN 键, 绿灯亮时, 样品室阀门自动打开, 插入交换杆将样品座卡在杆上, 旋转交换杆至 LOCK 锁定样品座后, 将杆水平向后拉回原处, 按 CLOSE 键, 绿灯亮时阀门自动关闭。

(3)按下 AIR 键, 待绿灯亮时, 拉开交换室, 水平向前推出交换杆, 旋转杆至 UNLOCK 把样品座从杆上取下后, 将杆水平向后拉回原处。

(4)关闭样品交换室, 点 EVAC 键抽真空。

1.5 数据获取

打开电脑桌面上的 Date upload 快捷方式, 将数据拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 $\text{ftp}://10.3.1.98$ 后, 打开 S-4800 文件夹, 将数据直接拖出即可下载。

1.6 日常关机

依次关闭 PC_SEM 软件、电脑、Display 开关。

仪器二、扫描电镜 SU8020

2.1 日常开机

打开循环水箱开关。打开主机 Display 开关, 电脑自动开机进入 SU8000 用户界面, PC-SEM 程序自动运行, 点击确认进入软件界面。

2.2 装样品

(1)将样品台装在样品座上, 根据标尺调整高度及确认样品位置后旋紧。

(2)按下 AIR 键, 当 AIR 灯变绿时拉开样品交换室, 水平向前推出交换杆, 把样品座插在交换杆上, 逆时针旋转交换杆 (即按照杆上的标示转至 LOCK) 锁定样品座后, 将交换杆水平向后拉回原处。

(3)关闭交换室, 按下 EVAC 键, 当 EVAC 绿灯亮时, 按 OPEN 键至绿灯亮

样品室阀门自动打开。

(4) 水平插入交换杆，直至样品座被卡紧为止，此时 XC 键亮，顺时针旋转交换杆（即按照杆上的标示转至 UNLOCK）后水平向后拉回原处，此时 XC 键灭，点 CLOSE 键至绿灯亮样品室阀门自动关闭。

2.3 图像观察

(1)加高压

点击屏幕左上方的 高压控制窗口，弹出 HV Control 对话框。选择合适的观察电压和电流，点击 ON，弹出提示样品高度的对话框，点击确定出现 HV ON 提示条，待图像出现后，关闭 HV Control 对话框。

(2)在软件界面低倍 LM、TV 模式下，通过轨迹球找到要观察的样品，点击 H/L 按钮切换到高倍模式，通过调节样品位置，找到所要观察的视场。

(3)聚焦、消像散

选好视场后，放大到合适的倍数聚焦消像散。先调节操作面板聚焦粗调（Coarse）和细调(Fine)旋钮，使图像达到最佳状态，若图像有拉长现象，则需进行消像散。调节操作面板 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的拉长消失，再调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的拉长消失。

(4) 图像采集及保存

用 A.B.C.键或 BRIGHTNESS/CONTRAST 旋钮自动或手动调节图像的对比度和亮度，扫描速度变为慢扫，点击抓拍按钮（Capture）进行采集。采集后暂时存放在窗口下侧，选中要保存的图像，点击 Save，弹出 ImageSave 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

(5) 对中调整

改变加速电压和电流时，或图像在高倍聚焦发生漂移时，需要进行对中调整，方法如下：

①选取样品上一个具有明显特征的位置放在视场中心。

②点击软件界面 Align 键，出现 Alignment 窗口，在 Beam 项，视场中出现圆形光斑，用 STIGMATOR/ALIGNMENT X Y 将圆形光斑调至视场中央。

③在 Aperture, STIGX 和 STIGY 档，将图像放大至 10 万以上，若图像发生晃动，调节 STIGMATOR/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的晃动消失，再

调节 STIGMATOR/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的晃动消失。

2.4 取样品

(1)打开高压控制窗口，点击 OFF 关掉高压。点击 HOME 样品台自动归位至中心，同时确认 Z=8mm，T=0°。

(2)按下 OPEN 键，绿灯亮时，样品室阀门自动打开，插入交换杆将样品座卡在杆上，此时 XC 键亮，旋转交换杆至 LOCK 锁定样品座后，将杆水平向后拉回原处，此时 XC 键灭，按 CLOSE 键，绿灯亮时阀门自动关闭。

(3)按下 AIR 键，待绿灯亮时，拉开交换室，水平向前推出交换杆，旋转杆至 UNLOCK 把样品座从杆上取下后，将杆水平向后拉回原处。

(4)关闭样品交换室，点 EVAC 键抽真空。

2.5 数据获取

打开电脑桌面上的“data upload”快捷方式，将数据拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 ftp://10.5.22.168 后，打开 SU8020 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

2.6 日常关机

依次关闭 PC_SEM 软件、电脑、Display 开关、循环水箱开关。

仪器三、透射电镜 JEM-1011

3.1 日常开机

(1)加高压

打开 Lens 开关，按下左面板上的 HT 键，待电流指示从 0 上升至 38~39，通过右抽屉的键盘输入 load ht 后回车，显示屏上提示输入起始电压，输入 60 后回车，提示输入终止电压，输入 100 后回车，提示输入加压步长，输入 5 后回车，提示输入所用时间，输入 5 后回车，则开始自动升压直到 100kV，整个加压过程需 5min。

(2)打开电脑进入用户界面后，运行 CCD 的软件 i-Tem。

3.2 装样品

(1)向外拉样品杆至一固定位置后逆时针旋转 90°，在此位置稍停顿几秒后继续向外拉，取出样品杆。

(2)利用镊子拨开样品杆头上的压片，将欲观察样品放入，拨回压片。其中靠

近尖端的为一号样品，另一个为二号样品。

(3)使样品杆上的定位销钉对准测角台上的孔插入样品杆并压紧(此处严禁旋转样品杆)，此时指示灯变亮，待灯变灭后，将样品杆顺时针旋转 90°后推入。

3.3 图像观察

(1)待 FILAMENT 指示灯变亮后，按下相应的开关 ON，观察屏上出现光斑。

(2)在 Low Mag 模式下，找到所要观察的位置，切换到 Mag1 模式，放大到合适的倍数，调节 SHIFT X, SHIFT Y, BRIGHTNESS 旋钮使光斑大小合适、位置适中，利用 IMAGE X, IMAGE Y,测角台上的调高旋钮和 OBJ Focus 调焦得到样品的结构。

(3)点击 i-TEM 软件上的动态采集，在电脑屏幕上获得样品的结构图像，点击冻结完成抓图，所得图片暂存在窗口左侧，选中要保存的图像，点击 Save，弹出 Save 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

(4) 仪器状态调整

①联动比

在放大倍数为 4k 下，将束斑调整至最小，同时按下 image X 和 image Y, 用 OBJ Focus 将中心调成一个圆，调完后关掉 image X 和 image Y。

②聚光镜像散

在放大倍数为 4k 下，将束斑调整至最小，若束斑不圆，表明聚光镜有像散，按下 COND STIG,用 DEF X 和 DEF Y 将束斑调圆，调整完后关掉 COND STIG。

③一五合轴

在放大倍数为 4k 下，将束斑调整至最小，调 spot size 至 1, 打开 GUN SHIFT, 用 DEF X 和 DEF Y 将束斑调至荧光屏中心，再调 spot size 至 8, 打开 BRT TILT, 用 SHIFT X 和 SHIFT Y 将束斑调至荧光屏中心，反复重复以上步骤直到束斑从 spot size 1 到 spot size 8 变换时，束斑都在荧光屏中心，调整完毕将 spot size 调回 1。

④)电压中心

将放大倍数调至 100K 以上，寻找样品上衬度较好的点作为参照物，调整位置使其与荧光屏中心的小黑点重合，打起小荧光屏，按下右下角抽屉上的 HT, 此时图像开始晃动，再按下 BRT TILT, 调整 DEF X 和 DEF Y 使得参照物和小

黑点的相对位置不发生变化，调整完后关掉 BRT TILT 和 HT。

3.4 取样品

关闭 FILAMENT，采取与步骤二装样品相同的方法，取出样品杆后取下样品，再将空样品杆放入测角台。

3.5 数据获取

打开电脑桌面上的“上传数据”快捷方式，将数据拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 ftp://159.226.32.30 后，打开 Jem-1011 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

3.6 日常关机

手动将电压从 100kV 降至 60kV，关掉右面板上的 HT，关掉 Lens 开关。关闭 i-TEM 软件和电脑。

仪器四、透射电镜 JEM-2010

4.1 日常开机

(1) 加高压

打开 Lens 开关，按下左面板上的 HT 键，待电流指示从 0 上升至 65，通过右抽屉的键盘输入了了 load ht 后回车，显示屏上提示输入起始电压，输入 120 后回车，提示输入终止电压，输入 200 后回车，提示输入加压步长，输入 5 后回车，提示输入所用时间，输入 15 后回车，则开始自动升压直到 200kV，整个加压过程需 15min。

(2) 打开电脑进入用户界面后，运行 CCD 的软件 i-Tem。

4.2 装样品

(1) 向外抽样品杆至一固定位置后逆时针旋转 75°，继续向外抽一小段距离到第二固定位置后(注意不要用力过大直接将样品杆抽出)逆时针旋转 15°，扶住样品杆，将真空开关拨至 AIR，待放气结束后取出样品杆。

(2) 利用弯镊子和专用工具，轻轻取下样品杆头，放于样品支架上，用相应尺寸的钟表螺丝刀松开紧固螺丝(注意不要将螺丝全部拧下)，拨开压簧将欲观察样品放入，拨回压簧，紧固螺丝后将样品头装回样品杆。

(3) 使样品杆上的定位销钉对准测角台上的孔插入样品杆并压紧(此处严禁旋转样品杆)，将真空开关拨至 PUMP，指示黄灯亮，待真空泵启动后方可松手。

等高真空指示灯(绿灯)亮后,先顺时针旋转样品杆 15°并推入到一固定位置后,继续顺时针旋转 75°后推入样品杆。

4.3 图像观察

(1)待 FILAMENT 指示灯变亮后,按下相应的开关 ON,等 20 s 左右观察屏上出现光斑。

(2)在 Low Mag 模式下,找到所要观察的位置,切换到 Mag1 模式,放大到合适的倍数,调节 SHIFT X, SHIFT Y, BRIGHTNESS 旋钮使光斑大小合适、位置适中,利用 IMAGE X, IMAGE Y, Z \wedge , Z \vee 和 OBJ Focus 调焦得到样品的结构。

(3)点击 i-TEM 软件上的动态采集,在电脑屏幕上获得样品的结构图像,点击冻结完成抓图,所得图片暂存在窗口左侧,选中要保存的图像,点击 Save,弹出 Save 对话框,输入文件名,选好存储位置保存即可。

(4) 仪器状态调整

① 联动比

在放大倍数为 40k 下,将束斑调整至最小,同时按下 image X 和 image Y,用 OBJ Focus 将中心调成一个圆,调完后关掉 image X 和 image Y。

② 聚光镜像散

在放大倍数为 40k 下,将束斑调整至最小,若束斑不圆,表明聚光镜有像散,按下 COND STIG,用 DEF X 和 DEF Y 将束斑调圆,调整完后关掉 COND STIG。

③ 一五合轴

在放大倍数为 40k 下,将束斑调整至最小,调 spot size 至 1,打开 GUN SHIFT,用右手键盘下德 SHIFT X 和 SHIFT Y 将束斑调至荧光屏中心,再调 spot size 至 5,打开 BRT TILT,用左面板上 SHIFT X 和 SHIFT Y 将束斑调至荧光屏中心,反复重复以上步骤直到束斑从 spot size 1 到 spot size 5 变换时,束斑都在荧光屏中心,调整完毕将 spot size 调回 1。

④ 电压中心

将放大倍数调至 100K 以上,寻找样品上衬度较好的点作为参照物,调整位置使其与荧光屏中心的小黑点重合,打起小荧光屏,按下右面板上的 HT,此时图像开始晃动,再按下 BRT TILT,调整 DEF X 和 DEF Y 使得参照物和小黑点的相对位置不发生变化,调整完后关掉 BRT TILT 和 HT。

⑤物镜消像散

放大倍数 400K，找一非晶边缘，打开 CCD 的 LIVE FFT，若 FFT 中心斑不圆则表明有物镜像散，按下 OBJSTIG，调节 DEF，将中心斑调圆。

重复调节以上步骤，直至各个状态调整好。

4.4 取样品

关闭 FILAMENT，点击 N 将样品归位后，采取与步骤二装样品相同的方法，取出样品杆后取下样品，再将空样品杆放入测角台。

4.5 数据获取

打开电脑桌面上的“上传数据”快捷方式，将数据拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 <ftp://159.226.32.30> 后，打开 Jem-2011 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

4.6 日常关机

手动将电压从 200kV 降至 120kV，关掉左面板上的 HT，关掉 Lens 开关。关闭 i-TEM 软件和电脑。

仪器五、透射电镜JEM-2100F

5.1日常开机

(1)加高压

打开 Lens 开关，点击电镜控制软件上高压控制窗口的 Normal 键，则开始自动升压直至 200kV，整个加压过程需约 15.3min。

(2)打开 CCD 电脑进入用户界面后，运行 CCD 的软件 i-Tem。

5.2 装样品

(1)向外拉样品杆至一固定位置后逆时针旋转 75°，继续向外拉一小段距离到第二固定位置后(注意不要用力过大直接将样品杆拉出)逆时针旋转 15°，扶住样品杆，将真空开关拨至 AIR，待放气结束后取出样品杆。

(2)利用镊子和专用工具，轻轻取下样品杆头，放于样品支架上，用相应尺寸的钟表螺丝刀松开紧固螺丝(注意不要将螺丝全部拧下)，拨开压簧将欲观察样品放入，拨回压簧，紧固螺丝后将样品头装回样品杆。

(3)使样品杆上的定位销钉对准测角台上的孔插入样品杆并压紧(此处严禁旋转样品杆)，将真空开关拨至 PUMP，指示黄灯亮，待真空泵启动后方可松手。

等高真空指示灯(绿灯)亮后，先顺时针旋转样品杆 15°并推入到一固定位置后，继续顺时针旋转 75°后推入样品杆。

5.3 图像观察

(1)检查离子泵真空（确保 $<8 \times 10^{-5}$ Pa），开 BEAM。

(2)先在低倍放大模式 Low Mag 下检查样品，再换至高倍模式 Mag1。按下 STD

Focus 键，放大到合适倍数，调节 SHIFT X, SHIFT Y, BRIGHTNESS 旋钮使光斑大小合适、位置适中，利用 IMAGE X, IMAGE Y, Z \wedge , Z \vee 和 OBJ Focus 调焦得到样品的图像。

(3) 将光圈散开至合适亮度，点击 i-TEM 软件上的动态采集，在电脑屏幕上获

得样品的结构图像，点击冻结完成抓图，所得图片暂存在窗口左侧，选中要保存的图像，点击 Save，弹出 Save 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

(4) 仪器状态调整

① 0STD Focus 键，将物镜电流置于标准电流值。

② 聚光镜光阑对中及消像散：先逆时针旋转 BRIGHTNESS 使光斑最小，并用 SHIFT 键将光斑调至屏中心；加 1 档聚光镜光阑，顺时针旋转 BRIGHTNESS 使光斑散开，调节光阑旋钮上的 X/Y 方向使光阑处于屏中心；反复调节使光斑同心扩大缩小。放大倍数至最大，用 BRIGHTNESS 聚拢电子束，束斑中心呈三叉形状("奔驰"标志的形状)，表明无聚光镜像散，若不是三叉形状，则按下 COND STIG，调节 DEF，使其为三叉形状。

③ 电压中心调整：放大倍数 400K，找样品上一特征位置放于荧光屏中心黑点处，束斑调至中心，用 BRIGHTNESS 将其散开，按下 HT WOBBLER 和 BRIGHT TILT，调节 DEF 使光斑同心收缩，即参照的特征位置不变（可用目镜观察得更清楚）。

④ 物镜消像散：放大倍数 400K，找一非晶边缘，打开 CCD 的 LIVE FFT，若 FFT 中心斑不圆则表明有物镜像散，按下 OBJSTIG，调节 DEF，将中心斑调圆。

⑤重复调节以上步骤，直至各个状态调整好。

⑥调整灯丝对中：放大倍数 40K，首先将电子束居中，打开 Maintenance 菜单中的 Alignment，点击 Anode Wobbler，点击其中的 GUN 将其选中，按下 GUN，调节 DEF，使光斑同心收缩；按起 Anode Wobbler，光斑应该居中，若不居中，用 SHIFT 将其调居中；重复上面操作。

⑦1—5 合轴：用 BRIGHTNESS 将束斑缩至最小，SPOT SIZE 调为 1，

打开 Maintenance 菜单中的 Alignment，点击其中的 GUN 将其选中，用 SHIFT 将束斑调到屏幕中心，再次点击 GUN 将其置于未选中状态；调 SPOT SIZE 为 5，按下 BRIGHT TILT 用 SHIFT 将电子束调到屏幕中心，关闭 BRIGHT TILT；反复调节，直至 SPOT SIZE1-5 时，电子束都在屏幕中心。

5.4 取样品

关闭 BEAM，点击 Stage Neutral 将样品归位后，采取与步骤二装样品相同的方法，取出样品杆后取下样品。

5.5 数据获取

打开电脑桌面上的“上传数据”快捷方式，将数据拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 ftp://10.3.1.98 后，打开 Jem-2100F 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

5.6 日常关机

点击高压控制窗口的 stand by，使高压降至 120kV，然后关掉 Lens 开关。若冷阱中有液氮，将加热棒放入冷阱中，之后在电镜控制软件菜单 maintenance 中选择 ACD on，开始加热将液氮烘烤干。关闭 i-TEM 软件和电脑。

5.7 仪器维护

仪器 bake 需要将电压降为 0，LENS 保持开启，机械关 V1 阀，样品杆和所有光阑均退出，之后在电镜控制软件菜单 maintenance 中选择 Bake out，设定好时间（ $\geq 48\text{h}$ ）后点击 start 开始 Bake。做完 Bake 后，需要做 Condition，切换 operate 到 COND， $t > 40\text{min}$ （79min）；然后切换 COND 到 Operate，升场， $t > 110\text{min}$ （143min），开 V1 阀。

仪器六、透射电镜 HT7700

6.1 日常开机

(1)加高压

打开循环水箱开关。按下主机 COL 按钮到 ON 状态, PC 会自动进入 Hitachi TEM system control 软件界面。点击 HV/Filament operation 窗口的 HV on 按钮, 加速电压开始自动升值到 100kV, 整个升压过程需 3min。

(2)鼠标右键分别单击“Multi view”“Stage”图标, 使两者的设定窗口显示出来。

6.2 装样品

(1)取出样品杆

向外拉样品杆直到拉不动后顺时针旋转 15°, 再次向外拉样品杆直到拉不动后逆时针旋转 45°。将样品仓放气按钮扳到 Air 一侧, 样品仓的红灯点亮, 预抽室放气以后, 将样品杆慢慢取出。

(2)装入样品

利用拨钉将样品杆头上的黄片水平后推轻轻卡住, 用镊子掀起样品杆头上的白片, 将欲观察的样品放入样品放置区, 盖上白片, 拨回黄片使其顶住白片。

(3) 插入样品杆

使样品杆上的定位销钉对准预抽室上的孔插入样品杆并压紧(此处严禁旋转样品杆), 红灯亮起, 将样品仓排气开关扳到 EVAC 一侧。绿灯亮起期间, 先将样品杆顺时针旋转到头, 慢慢推动样品杆直到推不动, 再逆时针旋转样品杆到头, 将样品推入样品仓中(绿灯亮起期间必须完成进样过程)。

6.3 图像观察

(1)点击 HV/Filament operation 窗口中 Filam.on 和 Beam on 按钮, 屏幕相机上出现光斑。

(2)在 LowMag 模式下, 找到所要观察的位置, 切换到 Zoom-1 模式, 用 Magnification 旋钮放大到合适的倍数, 使用操作面板上 Brightness 旋钮将电子束调至斑点状, 同时确认 BH 按钮亮着, 用 XY 旋钮将光斑移至画面中心。

(3) 在屏幕相机模式下, 将放大倍数调至 20k,按下操作面板的 WOB 按钮, 图像晃动, 利用样品马达台的 Z 旋钮将图像调至静止。调整结束, 再次按 WOB 按钮, 使其灯灭掉。调节操作面板上 Focus 旋钮, 调焦得到样品内部结构, 调焦的速度可通过操作面板上 F/C 按钮改变。

(4) 点击 Hitachi TEM system control 软件操作界面上 CCD operation 窗口中的 Run 按钮切换到 CCD 相机模式，点击 Freeze 按钮进行拍摄取图，点击 Save 按钮，弹出 Save 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

(5) 点击 CCD operation 窗口中 Stop 按钮重新切换至荧光屏相机，寻找样品的其它观察区域。

(6) 仪器状态调整

① 物镜像散

点击 CCD operation 窗口中的 Run 按钮切换到 CCD 相机模式，将放大倍数调至 200k，寻找样品非晶区（一般选择支持膜的边缘区域），点击“Multi viewer operation”中的“FFT”，观察 Multi viewer operation 窗口中束斑是否圆，若不圆，表明物镜有像散。按下操作面板上的 OS 按钮，用操作面板上的 X、Y 旋钮将束斑调为正圆，调整完后关掉 OS 按钮。

② 电压中心

点击 CCD operation 窗口中的 Run 按钮切换到 CCD 相机模式，将放大倍数调至 50k 以上。按下操作面板上的 MDL 按钮，图像呈放射性闪动，确认 BT 按钮处于亮灯状态，用 X、Y 旋钮将图像的放射中心调至荧光屏的中心。调整结束后，再次按 MDL 按钮，使其灯灭掉。

6.4 取样品

点击 HV/Filament operation 窗口的 Filam.off 和 Beam off 按钮，采取与步骤二装入样品相同的方法，取出样品杆后取下样品，再将空样品杆放入样品仓中。

6.5 数据获取

打开电脑桌面上的“data upload”快捷方式，将数据拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 ftp://10.3.1.98 后，打开 HT7700 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

6.6 日常关机

点击 HV/Filament operation 窗口中 HV off 按钮，关闭加速电压，关闭电脑。将主机的 COL 到 OFF 状态，待操作面板上 COL ON 指示灯灭，再关闭循环水箱开关。

仪器七、透射电镜 JEM—F2001

7.1开始工作

(1) 早上第一个测试人员需要先往冷阱中加满液氮！

(2) 装样及进样操作

松开螺丝，不要卸下螺丝；抬起固定压片、并将其横向移动；将样品放入凹槽；将样品固定压片复位；拧紧螺丝（特别小心：不要拧得太紧）。检查样品是否装好，杆密封圈是否有污染，务必每次检查!!!（如果发现碎屑等污染，需及时清理，并涂抹真空脂），将样品杆定位销钉对准测角台的孔洞插入测角台，自动开始预抽，预抽时间为4min（计时器贴在门上），预抽时间结束之后，在软件中选择对应的样品杆（Standard Holder）样品杆即自动进入，待进样完成之后，关上测角台外盖，电镜控制显示器上“Open Project”对话框点击OK。

(3) 检查真空状态

主机控制电脑 TEM Center 软件，点击 Vacuum，检查各真空状态处于 Ready 状态，SIP 3 数值为 4×10^{-5} 以下。

(4) 检查高压状态（HT、Emission、Flash）

HT~200kV、Emission 显示正常。每天上午第一位测试人员需要在点击 Auto Emission on 之前，先点击 Flashing High，下午第一位测试人员在点击 Auto Emission on 之前先点击 Flashing Low。

7.2测试操作

TEM 成像

(1) 确认 Operation 以及 Illumination 已设为 TEM。

(2) 打开 beam 并切换至 low mag 模式，移动轨迹球找到要观察的样品区域。切回 Mag，继续观察，使用 Brightness 和 Beam shift 调节电子束的位置。

（打开 beam 没有光时，可以检查：物镜光阑和选区光阑是否已退出；Brightness 是否把电子束散得太弱；样品是否位于薄区附近。）

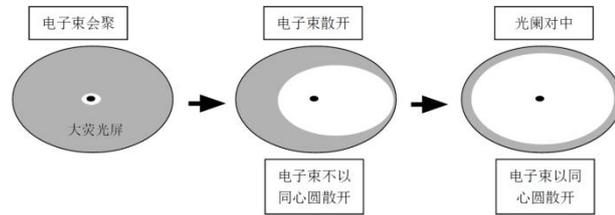
(3) 确定 Spot size 1 和 Angle 5，倍率为 40k。

(4) 聚焦

连续按两次 STD Focus 键使物镜电压处于标准值，用 Z 调节样品高度，使样品接近正焦位置；按 image wobb 后，调节 Z 使得图像不再抖动

(5) 聚光镜光阑对中

通常用 1 号聚光镜光阑，用 Brightness 聚光成点，再用 shift 把电子束移动到中心，接着用 Brightness 散开电子束，通过移动光阑将电子束移至中心，反复几次使电子束同心放大缩小即可，如下图所示。

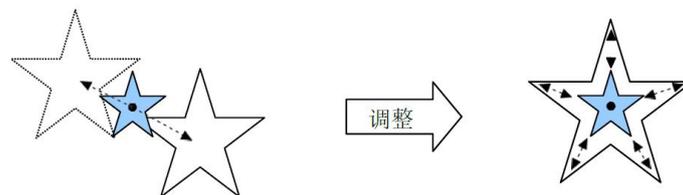


(6) 消聚光镜像散

粗调：40K，当电子束为椭圆时，打开 CL STIG，使用 DEF/STIG 把电子束调节成圆形；细调：倍数放到最大，用 Brightness 将电子束聚到最小，调节荧光屏相机的曝光时间为最小（0.001s），将电子束斑中心调节为“奔驰标”形状。

(7) 调节电压中心

放大倍数调节至 100k 以上。电子束对中后散至荧光屏大小，打开 HT Wobb，用 DEF/STIG 从荧光屏中心调节图像的缩放使其呈同心圆放大收缩，如下图所示。高倍观察时（>400k），可以在 400k 下再次调节电压中心。



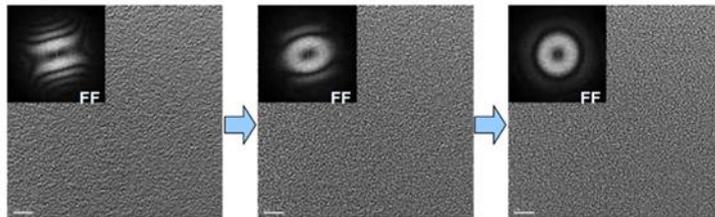
(8) 消物镜像散

移动到样品的非晶区域（例如碳支持膜或者微栅的膜边缘），倍数设为 400k，按下 OBJ STIG，使用底插 oneview 相机拍摄实时图像，对图像做傅立叶变换，即在软件中按 FFT 按钮，用 Z 调节样品高度，使样品稍稍欠焦，然后观察 FFT 图像，用 DEF/STIG 旋钮，使 FFT 图像成为正圆。（注：调节物镜像散时，先旋转左侧 DEF/STIG 按钮，使椭圆向正圆变化，当旋转按钮时椭圆发生旋转，则需要调节右侧旋钮，如此反复，使椭圆成为正圆。若 FFT 图上有很多环，则调圆后还需要用 Z 或者 OBJ Focus 把环扩大，减少 FFT 上的圆环，若此时圆环又呈现椭圆时，仍要继续消像散。此外，当物镜像散偏差较大时，FFT 上可能不是椭圆环，而是双曲线。这时可采用两个办法：一、用 OBJ Focus 大量欠

焦，使 FFT 上双曲线变为椭圆，然后调节；二、先调节左侧旋钮，使双曲线中心放大，当 FFT 旋转时，再调节右侧旋钮，反复进行，如下图所示。)

(9) 拍摄图像

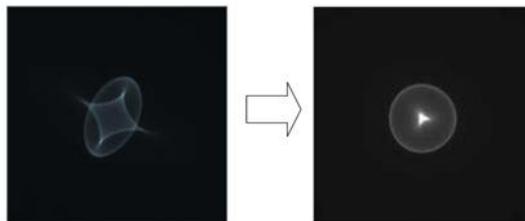
移动至观察位置后，需要用 **Brightness** 调节亮度，并用 **Z** 和 **OBJ Focus** 调节聚焦，拍摄时注意在略微欠焦的位置拍摄即可。欠焦量和倍率以及样品厚度有关。(过焦时样品边缘呈现出黑色衬度条纹(菲涅尔条纹)，若在此时拍照，将可能误导他人以为是样品结构导致边缘出现黑色条纹。因此，拍摄时需要在略微欠焦条件下进行，此时样品边缘出现白亮的边缘。)



选区电子衍射 (SAED)

(10) 做选区电子衍射之前，需要先调节中间镜像散

倍数设为 40k，切换至 **DIFF** 模式，相机长度设为 2000mm。把 **Brightness** 右旋到底，调节 **OBJ Focus**，使电子束出现 **Caustic spot**。打开 **PLA**，用 **DEF/STIG**



把束斑移动到中心。调节右侧操作面板上的 **IL STIG** 使束斑为圆形，**Caustic spot** 呈现奔驰标的形状，如下图所示。

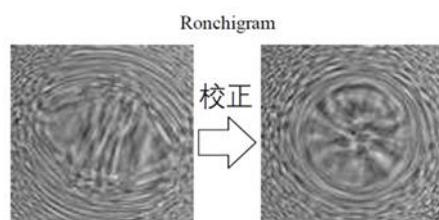
(11) 移动到需要做衍射花样的区域，按 **STD Focus** 后，用 **Z** 调整样品高度，插入合适尺寸的选区光阑，调节光阑对中。按 **DIFF**，并按 **STD Focus**，用 **MAG/CAM L** 设定相机常数。用 **Brightness** 右旋到底，仪器会发出警报响声。按 **PLA**，用 **DEF/STIG** 把直射电子束斑移动到中心。用 **Focus** 把衍射点调节到最小，即具有最明锐的特征。拍摄图像必须加入挡针，防止透射电子束损坏相机。

STEM 成像

(12) 将 Operation Mode 改为 Scanning, 选择合适的 Probe size, 需要高分辨率成像选择较小的 Probe size 例如 8, 做 EDS 分析选择较大的 spot size, 例如 5, 4, 当样品不耐损伤时, 需要选取较小的 probe size。

(13) 利用 Ronchigram 消聚光镜像散

移动样品至非晶区域, 可以是样品边缘的薄区, 放大倍数设为 1M 以上, 在屏幕左上角 Scan 菜单栏中点击 Ronchigram 按钮。用荧光屏相机观察 Ronchigram 时, 为了方便观察, 可以把相机常数设定的大一些, 例如 500mm, 按 STD Focus, 调节 Z 和 Focus, 显示 Ronchigram (圆形摆动图像)。按 PLA, 用 DEF/STIG, 将 Ronchigram 移动到中心。按 CL STIG, 用 DEF/STIG 把 Ronchigram 调节为正圆, 插入 3 号聚光镜光阑 (若要做能谱分析, 则加入 HX 光阑并调节至中心, 若想提高 BF 像的衬度, 可加入 BF 光阑并调节至中心), 把相机常数改回 250mm, 若光有偏移, 用 PLA 将 Ronchigram 调至中心, 关掉 Ronchigram, 切至 scanning 模式。



(14) STEM 明场 (Bright Field) /暗场 (Dark Field) 图像观察

通常选择相机长度 250mm, 此时暗场像为 HAADF 像, 选择 Scan BFI / DFI Upper, 点击屏幕上方菜单栏 “Auto” 中的 “Auto Gain” 自动调整图像对比度, 再使用 BF / DF Upper offset / Gain 的 offset 和 Gain 进行微调, 调节 Z 或者 OBJ Focus 聚焦使图像清晰, 点击屏幕右下方的 “Scan Control” 中的拍照选项获取 STEM 明场或者暗场像。存储路径可在屏幕下方的 “File Format” 中以课题组为单位自行创建修改。

(15) HRSTEM 图像观察:

在低倍聚焦, 可以选择样品边缘区域。移动到感兴趣的区域, 放大图像, 并聚焦。倍数放大到 10~20M 后, 大致能看到原子像。若此时看不到原子像, 或者因为带轴不正, 或者因为像散过大。若能看到原子像, 则跳至第 7 步。点击 Scan 一栏中的 Spot 按钮, DFI Upper/BFI Upper 窗口显示十字交叉线, 交点位置为电子束的位置。此时从荧光屏相机上可以看到菊池花样, 根据菊池花样倾

转样品。倾转样品时样品会发生平移，故返回 Full Scan 模式，把样品移动回中心，再点 Spot 继续倾转样品。反复进行直到样品转至正带轴。若菊池花样不明显，可以用 Log Scale 显像方式在荧光屏相机上显现菊池花样。带轴正而不出原子像是像散过大，返回 Ronchigram 模式调节聚光镜像散。看到原子像后，按 CL STIG，把 DEF/STIG 改为细调，调节聚光镜像散使原子明锐。调节 CL STIG 时，也需要用 Focus 来回调节以判断图像聚焦状态。

Beam Shower

STEM 模式样品有机物的污染会严重干扰成像，其中有效的一个方法是做 Beam shower, 具体操作如下：

一、Ronchigram 模式

- ① 切换到 Ronchigram 模式。
- ② 在即将拍摄的样品区域做大幅度地离焦，方法是按 Z 调节样品高度，调节距离为 150 um 左右，例如开始为 30 um，则调节至-120 um。
- ③ 将 probe size 设为 1-4（块体材料 1-2，粉末样品 3-4），退出聚光镜光阑（CL1），加入选区光阑 4 号（也可同时加入物镜光阑 4 号，目的是防止强电子束损伤大荧光屏），相机常数设为最大。
- ④ 等待约 15-30 分钟。时间视样品污染程度而定。结束后 probe size 切回正常拍照所用的状态。

注：如果用 Spot 模式，必须手动把 ADF 探测器退出，如果没有退出，则会导致探测器受强光照射而损伤。

二、Scanning 模式

- ① 在正焦时设置 probe size 为 1-4。
- ② 放大倍数将至最低（约 20K）。
- ③ 退出 BF/DF 探头（特别注意此步骤），加入选区光阑 4 号和物镜光阑 4 号，相机常数设为最大。
- ④ 大幅度地离焦，方法是按 Z 调节样品高度，调节距离为 150um 左右，如开始为 30um，则调节至-120um。等待 20-40 分钟左右即可。

注：选择此模式扫描范围更大，但相对等待时间更长。

EDS 能谱测试

(16) 在上述第 13 步获取 STEM 图像后, 选择要测试的区域, 在能谱电脑上打开能谱探头的控制小程序“SDD1”和“SDD2”, 由 S-CHANGE (未插入未制冷状态) 切换到 RETRACT (制冷未插入状态) 再切换到 INSERT (插入分析模式), 【注: 点击 RETRACT 时, 能谱探测器首先开始冷却, 此时会发生颜色变化, 当颜色变成浅绿时, 方可点击 INSERT, 插入能谱探头。切记: 探头插入状态下, 不可插入或者拔出样品杆以及大幅度移动样品, 如果要大幅移动样品则需要将能谱探头先 RETRACT (F200 自动进出样品杆时, 能谱探头会自动退出, 但是切换成手动模式时需要谨慎)】。打开能谱软件 AZtec, 选择对应的分析模式 (以面扫描 Map 为例), 点击 Scan Image, 点击 setting 设置中的 Custom 选择漂移矫正功能, 点击 start 获取电子图像, 然后点击“Acquire Map Data”中的 start 开始采集 EDS 分布图像, 在“Construct Maps”中可以对图像颜色等信息进行修改。

三、结束工作

(1) 退出各级光阑, 退出能谱 EDS 探头 (如使用), 关闭 beam value。(上午和下午最后一个测完需要点击 AutoEmissionOFF 关闭发射电流)

(2) 退出样品杆

点击 StageNeutral 使测角台归位, 打开测角台保护盖, 确定测角台按键为 auto, 按 Remove Ready, 或者双击屏幕上的样品杆即可自动退出样品杆。(如果测角台的保护盖没有充分打开, SPECPORTER 的程序不会启动。)

(3) 晚上最后一个测试的同学需要将冷阱中的液氮加满!

仪器八、聚焦离子束-电子束双束电镜

8.1 日常开机

打开电脑点击 FEI System Control 进入用户界面, 点击 Start 等待用户操作界面自动启动, 输入密码 Supervisor 点击确认进入操作界面。

8.2 进样

(1) 将样品台装在样品座上, 样品不可超过样品台大小, 高度不可超过测量台, 确认完样品大小后拧紧样品底座上的螺丝。

(2) 按下 V 键, 听到放气声待指示灯亮后, 打开样品室仓门, 把样品固定在样品杆上后关上仓门。

(3) 按下 P 键，样品交换室开始抽真空，待指示灯亮后真空抽好，将交换室仓门杆由 LOCK 旋至 UNLOCK，往后拉到头，再由 UNLOCK 旋至 LOCK 将样品室门固定后，即可将样品送入样品室，之后抽出样品杆，再把交换室仓门杆由 LOCK 旋转至 UNLOCK，再往前推到头，由 UNLOCK 旋转至 LOCK 旋至 LOCK 关闭交换室仓门，等真空抽好即可加高压。

8.3 图像观察

(1) 样品导航图

打开 Stage 菜单选择 Take Nav-Cam Photo 选项，仪器开始自动做导航图像。

(2) 加高压、图像暂停或开始扫描

① 在 Beam Control 菜单中，点击 System 中的 Wake Up 开始加电子束和离子束高压；选中电子束窗口调整合适的电压和电流(通常为 2kV, 43pA)，再选中电子束窗口调整合适的电压和电流(通常为 30kV, 1.1pA)。

② 加上高压后，用 Start Image Acquisition 键或 F6 来控制图像窗口的暂停或开始扫描。

(3) 电子束、离子束图像的调整

① 首先点击 Link 关联工作距离和样品台实际高度，再调整样品台高度为 4mm。

② 在电子束图像窗口，用 Ctrl+鼠标右键（或者 UI 上的 Brightness/Contrast 旋钮）手动调节图像的对比度和亮度（或用 F9 快捷键自动调节）；在电子束窗口，应用 Mode I 模式和 ETD 探头，找到所要观察的样品，在电子束窗口下选好视场后，放大至合适倍数通过鼠标右键（或 UI 上的 Focus 旋钮）进行调焦；在调焦过程若发现图像有拉长现象，则需消像散，用 Shift+鼠标右键（或 UI 上的 Stigmator X 和 Stigmator Y 旋钮）进行调节，先调节 Stigmator X 使图像在水平方向的拉长消失，再调节 Stigmator Y 使图像在垂直方向的拉长消失。

③ 在离子束图像窗口，一般选用 ETD 探头或者 ICE 探头进行成像，可用同样的方法调整离子束图像。

8.4 图像采集及保存

(1) 电子束窗口，切换至 Mode II，再微调亮度、对比度、焦距、像散等，达到图像最清晰，点击 Photo 进行图像采集，弹出 File name 对话框，选择要保存

图像的文件夹，输入文件名点击 Save 保存。

(2)离子束窗口，点击 Photo 进行图像采集，弹出 File name 对话框，选择要保存图像的文件夹，输入文件名点击 Save 保存。

5. 微纳加工

(1)调共高点

① 在电子束窗口，较低的倍数下，选一个参照物置于窗口中间，调节样品台倾斜 5° ，观察电子束窗口的参照物位置是否有变化，若有变化，通过调样品台高度把参照物的位置调回，然后将样品台调至 52° ，若参照物的位置有变化时，再通过调整样品高度调回。

② 再选中离子束窗口，调整和电子束同样的倍数观察离子束的参照物图像是否和电子束的图像在同一样品位置。如果不在同一位置用 Shift+鼠标左键钮调整至同一位置。

③ 应用电子束沉积时一般样品台角度为 0° ，应用离子束沉积或刻蚀时样品台角度一般为 52° 。

(2)定点沉积

① 可用电子束或者离子束进行 Pt 的沉积。

② 电子束沉积是在电子束窗口选择合适的电压和束流，首先进行图像调整，用 Rectangle Pattern 在要沉积的区域画矩形框，在右侧 Pattern 的 Properties 窗口里调整 application 选项，选择 Pt e-dep structures 模式，也可通过改变 X Size, Y Size, Z Size 数值改变沉积区域的尺寸及沉积的厚度；设置完参数后，在 Gas Injection 窗口中点击 Pt 的 Warm 键，开始加热 Pt 气体，待加热完成，点击 Start Patterning in Display，提示是否要插入气体针，选择是，则 Pt 气体针插入到沉积位置开始沉积，等沉积完成后手动退出沉积针、关闭 Pt 加热并删除 Pattern 矩形框。除了矩形框外，还沉积其他形状的 Pattern，如 Line Pattern, Circle Pattern, Polygon Pattern, Bitmap Pattern 等。

③ 离子束沉积是在离子束窗口选择合适的电压和束流后，首先进行图像调整，之后的沉积流程与电子束沉积相似，区别是离子束沉积选择 Pt dep 模式。

④ 若有其他气体源也可进行其他元素的沉积，如 C, SiO₂ 等。

(3) 定点刻蚀

选中离子束窗口，选择合适的刻蚀电压和束流，首先进行图像调整，用 Rectangle Pattern 在要沉积的区域画矩形框，在右侧 Pattern 的 Properties 窗口里调整 application 选项，选择 Si 模式，也可通过改变 X Size, Y Size, Z Size 数值改变刻蚀区域的尺寸及刻蚀的深度，设置完参数后，点击 Start Patterning in Display 开始刻蚀。除了矩形框外，还可刻蚀其他形状的 Pattern，如 Line Pattern, Circle Pattern, Polygon Pattern, Bitmap Pattern 等，根据需求刻蚀模式也可选择 Si-RCS, Si-CCS 等。

(4) TEM 样品制备

①进行 TEM 制样时，除了将样品台放置于样品座外，还需同时将装载网的托（一般选用预倾 38°的载网托）置于样品座。

② 电子束沉积 Pt: 选好拟制备的样品位置，按照电子束定点沉积 Pt 的流程，沉积大小约为 $8\mu\text{m}\times 1.5\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ 的 Pt 条，可根据要制备的样品大小进行调整。

③ 调整共高点: 以电子束沉积的 Pattern 为参考物，按照前述调共高点的方法，调样品台在 52°时图像位置与 0°时相同，且离子束与电子束图像位置相同。

④ 离子束沉积 Pt: 在电子束沉积的 Pt 上再画 Rectangle Pattern 矩形框（ $8\mu\text{m}\times 1.5\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ ）将其覆盖，应用前述离子束定点沉积的方法进行 Pt 沉积。至此形成一条经过两层沉积的 Pt 条来保护要进行 TEM 制样的区域。

⑤挖大坑: 在离子束窗口，在沉积的 Pt 条两侧应用 RCS 画两个矩形框，大小通常为 $14\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ ，根据 Pt 条的大小可适当调整，两个框之间留 3-4 μm 距离，选择由外往 Pt 条方向刻蚀，刻蚀完毕后在 Pt 条两侧形成两个大坑。

⑥精减薄: 在离子束窗口，将样品台旋至 54°，用 CCS 在 Pt 条上方画矩形框至 Pt 条上边缘，选用 Si-ccs 模式进行刻蚀；将样品台旋转至 50°，用 CCS 在 Pt 条下方画矩形框至 Pt 条下边缘，选用 Si-ccs 模式进行刻蚀，最后留下厚度为 1.5 μm 、深度约为 10 μm 的覆盖 Pt 条的样品。

⑦U-cut: 旋转样品台至 0°，在离子束窗口，用 Rectangle Pattern 在样品的底部和左侧各画一个矩形框，应用 Si 模式将底部和左侧切断。

⑧提取样品: 伸入机械臂 Easy Lift 和 Pt 气体针，将 Easy Lift 调整到样品悬空的一端使其接触到样品左上角，应用前述 Pt 沉积的流程将样品端粘至 Easy Lift 上，再将样品右侧应用刻蚀流程切断，然后用 Easy Lift 把样品提至安全距离，

收回 Easy Lift 和 Pt 气体针。

⑨转移样品至铜网：将样品台倾斜 52°，调整铜网的位置和共高点，使网的手臂平行于电子束，选择拟沉积的网臂，在离子束窗口，伸入 Easy Lift 和 Pt 气体针，调整 Easy Lift 位置使样品与网臂接触但无应力，应用前述 Pt 沉积的流程将样品与网臂粘接，再用前述的刻蚀流程将样品与 Easy Lift 切断，收回 Easy Lift 和 Pt 气体针。

⑩减薄样品：将样品台归到 0°，使样品平行于离子束，调整好电子束和离子束的图像状态和共高位置。将样品台倾斜 1°，在离子束窗口画 Rectangle Pattern 画矩形框，用 Si 切样品下表面，设置 Z 为 300nm；将样品台倾斜-1°，在离子束窗口画 Rectangle Pattern 画矩形框，用 Si 切样品上表面，设置 Z 为 300nm。应用以上流程依次减小离子束束流和刻蚀厚度继续对样品进行减薄，至束流为 40pA、样品厚度约为 200nm 时，换离子束电压为 16kV、束流为 11pA 继续减薄，当厚度减至约为 100nm 时，换 8kV、5.7pA，进一步将样品减薄并去除表面的损伤层（如非晶层等），至此 TEM 制样完成，可用 STEM 探头检查所制备的样品。

8.6 出样品

(1)摁下 P 键，等待样品自动归位，待指示灯亮后，将交换室仓门杆由 LOCK 旋至 UNLOCK，再往后拉到头打开交换室仓门，由 UNLOCK 旋至 LOCK。放入样品杆至样品室，把样品拉出来。再把交换室仓门杆由 LOCK 旋转至 UNLOCK，再往前推到头关闭交换室仓门，由 UNLOCK 旋转至 LOCK 旋转至 LOCK。

(2)摁下 V 键，待指示灯亮后放气完成，把样品室的门打开取出样品，然后把样品室的仓门关好，摁下 P 键抽样品交换室的真空。

8.7 数据获取

将数据传输至 ftp://10.3.1.98，在所内的电脑上登录 ftp://10.3.1.98 后，打开 2011-eds 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

8.8 日常关机

点击 Beam Control 菜单中 System 窗口的 Sleep 关闭电子束和离子束；打开 FEI System Control 程序，在 Microscope 功能框中点 Stop，用户界面自动关闭，之后关闭 FEI System Control 程序界面及电脑。

仪器九、SU8020 Oxford能谱

9.1 日常开机

打开能谱电脑的主机，打开电脑桌面的能谱操作软件“Aztec”，创建“新项目”，选择保存数据的文件夹。点击右下方“EDS 探头控制”，温度栏点击运行状态中“运行”按钮，插入栏点击“入”。

9.2 图像观察

(1) 电镜调至能谱的操作条件：

将电镜调至能谱操作条件：Z 轴高度可 4~10 mm 之间，设置具体数值后点 Go 按钮，Z 轴高度稳定后，调节焦距后再进行合轴调整，至少调对中 Alignment 中的第一项 Beam Align。

(2) 设定能谱软件的参数：

点击右下角“电镜控制”按钮，将放大倍数、工作距离和加速电压调整至与 SEM 软件界面一致，每一项更改完参数后点击“设定”，使得“当前”数值与“新建”数值一样。

(3) EDS 测试

①点扫描

在左上角测试种类中选择“Point&ID”；

点击上方测试进度条的“扫描图像”，进入该界面后点击“开始”，此时从电镜获取图像；

点击测试进度条“采集谱图”，点击“开始”，即开始采集谱图（如果该步骤的“开始”按钮为暗色，显示温度还未达到，请耐心等待探头的温度降温，约需 5 分钟，温度到达测试温度后“开始”按钮会自动变为绿色）；

点击测试进度条“确认元素”，可以在元素周期表中双击手动添加或删除元素，绿色为添加，红色为删除；

有两种模式，一种是固定时间的，一种是非固定时间的，分别说明一下，要停止测试，点击“采集谱图”，点击“停止”按钮，结束谱图采集，再点击上方的“计算成分”，得到各元素的重量百分比；

点击“报告结果”，得到 Word 版本的数据，也可以根据自己的需要在“报告结果”中选择合适的“报告模板”，输出需要的数据；谱图的原始数据输出流程：右键单击谱图区域，点击“导出”，选择“EMSA”格式，此格式可以直接用 origin 或

excel 打开;

如果测试同一样品的不同区域,可以在“扫描图像”界面,选择“新区”,测试步骤同上,最后对每一个区分别输出报告,整个项目的保存是点击左上方“文件”——“保存”,方便后期查看原始数据及对数据进行处理。

②线扫描

在左上角测试种类中选择“线扫描”;

点击上方测试进度条的“扫描图像”,进入该界面后点击“开始”,此时从电镜获取图像;

点击测试进度条“采集线扫描数据”,点击左侧工具栏中的“直线”标志,可在图像关心区域做任意方向直线,点击“开始”,即开始采集谱图;

点击测试进度条“构建线扫描”,在元素周期表中双击手动添加或删除元素;

停止测试,点击“采集线扫描数据”——“停止”,结束谱图采集;

数据输出方法同点扫描。

③面扫描

在左上角测试种类中选择“面扫描”;

点击“扫描图像”——“开始”;

点击测试进度条“采集分布图数据”,点击“开始”,即开始采集谱图,也可以选择左侧工具栏“矩形”标志,选择需要测试的区域;

点击测试进度条“构建分布图数据”,在元素周期表中双击手动添加或删除元素;

停止测试,点击“采集分布图数据”——“停止”,结束谱图采集;

数据输出方法同点扫描。

9.3 数据获取

先要将数据拷"eds data"中吧打开 SEM 电脑桌面上的“Date upload”快捷方式,将共享数据“eds data”拷贝到以课题组长为名的文件夹中。在所内的电脑上登录 ftp://10.5.22.168 后,打开 SU-8020 文件夹,将数据直接拖出即可下载。

9.4 日常关机

(1) SEM 恢复:将 SEM 的 Z 轴高度参数恢复。

(2) 能谱关机:点击右下方“EDS 探头控制”,插入栏点击“出”,温度栏点

击运行状态中“待机”按钮（注意：如果拍摄 SEM 和能谱测试同时进行，即不连续测试能谱数据时，每次测完能谱就必须出探头，最后测完所有数据仪器待机），最后关闭能谱软件和电脑。

仪器十、冷冻传输装置PP3010T

10.1 日常开机

打开自增压氮气瓶开关气流调节到 0.15-0.25Mpa，打开氩气并调节到 0.03-0.05Mpa。打开 PrepDek®下面的总电源开关，打开触摸屏后面的开关，系统开始启动。启动后，通过双击屏幕上 PP3010T 程序打开系统控制软件。在软件控制界面中点击“START UP”，勾选 Log vacuum and temperature values 项，确保电镜状态正常（冷台已安装+电镜真空正常+BEAM OFF 状态），选择“Auto Mode”显示，点击 OK。（也可选择“Manual Mode”，此模式下仪器不会自动提醒后续步骤）。

10.2 前期准备

（1）VIL 抽真空

把 the pumpout valve 安装到 CHE3000 上（扣上阀门，黑色旋钮顺时针旋转到底），点 OK 后机械泵对 Isolated line 抽真空，打开 pumpout valve（将黑色旋钮及活塞慢慢的拉出），点击 OK。等待 BTank 和 VIL 真空达到要求。

（2）VIL 氮气吹扫

当真空达到时系统自动的以较小（1L/min）的氮气流量对管路进行 20 分钟的吹扫清洁。在 20 分钟倒计时的同时，机械泵通过 Isolated line 一直对 CHE3000 真空管抽真空。20 分钟结束后关闭 pumpout valve（将黑色旋钮推到底，然后顺时针“旋推”将活塞部分卡入方槽内，此时应有“咔哒”的感觉），点击 OK 移去 pumpout valve。将黑色旋钮逆时针旋转 8 圈以上，然后慢慢向上提起（此时应该听到轻微的放气声），然后再拔掉 pumpout valve，点击 OK。

（3）SEM 腔室和制备腔室降温

等待备腔室达到高真空（ 8×10^{-4} mbar），此时显示“Please insert CHE3000 into 12L dewer”，把 CHE3000 插入装有液氮的 21L 杜瓦中。点击 OK 后三路氮气流量会立即自动变大，这时点击 Gas flowAuto 使用自动流量控制，点击 OK，等待温度达到设置的温度，温度下降大约需要 20 分钟。（温度建议：SEM 冷阱 $\leq -175^{\circ}\text{C}$ ，

SEM 冷台-140℃；制备腔室冷阱≤-175℃，备腔室冷台-140℃。）

(4) 制作液氮泥

将液氮泥罐的聚苯乙烯杯中加满液氮。盖好盖子并摁住，点击屏幕上的“Slush Pump”按钮。当看到液氮全部变成雪泥时（雪泥体积会膨胀），再点击“Slush Pump Cancel”按钮停止抽真空。

10.3 样品制备

(1) 样品装载

把样品座装载到样品梭上（液体样品：使用多孔样品梭或铆钉装载），再将样品装到样品座上，最好把样品梭装载到传输装置的传输杆上。

(2) 样品预冷

点击“Slush Vent”按钮对制备好雪泥的处理罐放气，当真空破开后点“Slush Vent Cancel”按钮取消放气。雪泥将变成“过冷”液氮（-210℃）。

把已装载好样品的传输装置头部迅速插入“过冷”液氮中，同时把传输装置与雪泥制造罐对接好，点击“Slush Pump”按钮。

点击触摸屏上的灯（Desk Lamp），观察液氮，在液氮变成雪泥前把样品提拉到传输装置的真空保持腔体装置中，然后关闭锁紧旋钮，使样品保存在传输装置真空环境中。

点击“Slush Vent”按钮对该雪泥制造罐放气破真空。取下传输装置。点“Slush Vent Cancel”按钮取消放气。

(3) 转移样品到制备腔室

把传输装置迅速转移到制备腔室 Airlock 处与之对接好。

按 PUMP 按钮后“PUMP LED”变为闪烁，机械泵开始对 Airlock 抽气，并旋开传输装置上的锁紧旋钮。

当 Airlock 处真空达到时，其阀门变为绿色，此时打开阀门（顺时针旋转下方阀门 90°，然后下拉）。

如果阀门在 30 秒内没有打开，此阀门将重新互锁，需要重复②和③的步骤。

传输样品梭到制备腔室中的冷台上（传输杆不要退出，这样可保持传输杆在低温状态）。

(4) 断裂

活动断裂刀和固定断裂刀工具，根据不同的样品形状来选择使用哪种断裂工具。若观察的位置是样品表面，可不用断裂，此步骤可省略。断裂之后，可将样品抽出，轻磕，以便将碎屑抖掉再做升华等后续工作。断裂刀使用后请放回原来的位置冷却。

(5) 升华

点击屏幕左侧的“Sublime”按钮会显示升华窗口。在升华窗口可选择已有的或自己编辑升华程序进行升华。点击“START”按钮升华开始，升华结束后，制备腔室冷台的温度会回到原来的温度（-140℃），点击“Close”按钮关闭升华窗口。升华温度和时间取决于样品的性质和观察目的，通常对水的升华选用-90℃，5min，针对不同的样品需要进行条件摸索。升华后，先不对样品镀膜，把样品送入 FIB-SEM 中观察升华条件是否合适，若不合适可再次升华。

(6) 镀导电膜(Pt)

点击屏幕左侧的“Sputter”按钮会显示镀膜窗口。在镀膜窗口可选择已有的或自己编辑镀膜程序（设置镀膜电流和时间）进行镀膜。点击“START”按钮镀膜开始。镀膜结束后，点击“Close”按钮关闭镀膜窗口。

(7) 传输样品到 FIB-SEM 腔室

样品在传送到 FIB-SEM 腔室样品台前，检查确认：

- a. SEM 电子枪已关闭(Beam off)，且 SEM 冷台位置正确。
- b. SEM 和制备腔室台子的温度应一致（例如：均为-130℃），为了更精确的控制温度，系统在制备腔室冷台和 SEM 冷台都设有加热器,可通过点击“Heater”进行控制。

点击“Transfer”按钮，SEM 阀门处的灯变为绿色。

打开阀门，顺时针旋转 SEM 阀门 90°，然后下拉（拉到底），阀门打开后 SEM 腔室内的灯自动打开。

通过传输装置把样品从制备腔室传送到 SEM 腔室的冷台上。

样品传输杆从 SEM 腔室退到制备腔室，脱开时注意来回轻拧传输杆以确保不带出样品梭导致掉落在 SEM 腔室中，再将传输杆完全拉出。关闭 SEM 阀门(向上推，然后逆时针旋转 90°)，SEM 腔室的灯自动关闭。当样品送入 SEM 腔室观察时，可关闭加热器，以节省液氮。

10.4 图像观察

将样品台位置由 position 1 调整至 Z 为 4mm，进行 SEM 观察。若镀膜太薄，需要取出样品并重新镀膜。

10.5 数据获取

将数据传输至 ftp://10.3.1.98，在所内的电脑上登录 ftp://10.3.1.98 后，打开 2011-eds 文件夹，将数据直接拖出即可下载。

10.6 取样品

关闭 SEM 电子枪，SEM 冷台位置调整至 position 1，调节气流使 SEM 和制备腔室样品台的温度应一致。点击“Transfer”按钮，SEM 阀门的 LED 灯变成绿色，打开 SEM 阀门。通过传输杆把样品从 SEM 制备腔室取出放入 Airlock 处，关闭 SEM 阀门，关闭 Airlock 阀门。按“VENT”放气卸去 Airlock 处真空，取下传输装置并移去样品梭。如需再做下一个样品，需使用吹风机暖风吹干传输杆的顶端。

10.7 日常关机

把 CHE3000 从 21L 杜瓦罐中取出，挂在杜瓦罐边上。等待制备腔室和 SEM 的冷台和冷阱回到室温。Gas Flow 都设为 0。Storage 抽真空至-1 毫巴量级，按 Cancel Operation 关。点击屏幕“Shutdown”按钮，等待出现“Shutdown complete”信息。关闭 PP3010T 程序，关闭计算机，关闭 PrepDek®下面的总电源开关。关闭氩气和氮气。

注：平时无需全部关机，只进行①-④即可。

仪器十一、冷冻透射电镜 Themis300

11.1 日常开机

冷冻透射电镜需一直保持真空，因此仪器总保持在待机状态，一般不进行关机。除 Cryo-cycle 维护外，需定期在杜瓦瓶上加液氮，保持液氮量在 10%以上。

11.2 常温杆装取样品过程

(1) 常温样品杆装样品及进样品

取下样品杆放置架前端的保护盖，用专用工具将样品杆前端固定样品部分轻轻拨起，将欲观察的载网膜或样品（样品面朝下）放置在圆形凹槽区域，将固定样品部分轻轻放下压住；

使样品杆上的定位销钉对准测角台上的 close 标记，插入样品杆，使其定位销钉滑入测角台的狭缝中，此时，预抽泵启动，预抽时间一般设置为 180s；

预抽完毕，气阀自动关闭，缓慢地逆时针旋转样品杆转回正向垂直位置，匀速将样品杆完全插入测角台内。

(2) 常温样品杆取出

关闭 Col.Valves，点击 Stage Control 中的 Reset Holder，将样品杆归位后，向外拉样品杆至拉不动后顺时针旋直到转不动，将样品杆慢慢取出。

11.3 冷杆装取样品过程

- (1) 冷杆装样品
- (2) 从 pump station 中取出样品杆；
- (3) 将样品杆轻轻插入样品杆的工作台；
- (4) 在样品杆的杜瓦瓶和工作台前端罐体中加入液氮，待液氮沸腾稳定后再继续加入适量液氮，直至温度稳定在-190℃；
- (5) 将使用的镊子和螺丝刀放置在工作站的液氮中冷却，取出液氮中存放样品的载网盘，将载网盘快速转移至工作站前端铝支撑块的圆形凹槽中；
- (6) 将冷杆前端的压环取下，打开铜网盘，将样品取出小心放置于冷杆前端的孔中，并且用压环将样品固定好；
- (7) 在工作台中继续加入液氮，液氮液面高过冷杆前端，并将样品杆保护盖推入，将载网盘快速放回盛放液氮的杜瓦瓶中。
- (8) 冷杆装样品
- (9) 样品台倾转-63°，使样品杆上的定位销钉对准测角台上的 close 标记，插入样品杆，使其定位销钉滑入测角台的狭缝中，此时预抽泵启动，预抽时间一般设置为 360s；
- (10) 在冷杆杜瓦瓶上放置漏斗，并用手轻托杜瓦瓶，加入适量液氮；
- (11) 预抽完毕，气阀自动关闭，缓慢地逆时针旋转样品杆并匀速将样品杆完全插入测角台内，然后将样品台旋转角度归为 0°，并在样品杆的杜瓦瓶中补充液氮。(3) 冷杆取出
- (12) 关闭 Col.Valves，点击 Stage Control 中的 Reset Holder，将样品杆归位

后，向外拉样品杆至拉不动后顺时针旋转直到转不动，将样品杆慢慢取出。取出后的样品杆需置于 pump station 中进行 warm up。

11.4 TEM模式下仪器合轴调整

(1) 打开 User Interface 界面中 Vacuum 选项，点击 Col. Valves，打开电子束；

(2) 点击 TEM User Interface 界面 Workset 中的 Alignments 项，对其中的 Direct Alignments 的各项进行调整，具体如以下步骤；

(3) Gun Tilt: beam settings 中选择 Spot number 为 3，将光斑在荧光屏中心汇聚至合适大小，打开 User Interface 右下角中的 System Status，顺逆方向调整 Multifunction X，恰好使两个方向的光恰好消失，记下恰好消失时，System Status 中 Gun Deflector 中 Gun Tilt X 方向的两个数值，取平均值，使用 Multifunction X 将 Gun Tilt X 的数值调为此平均值，同样的方法使用 Multifunction Y 调整 Gun Tilt Y 方向，调整完成点击 Done；

(4) Gun shift 及 Beam shift: 选择 Spot number 为 3,点击 Gun shift，将光斑汇聚至最小，使用 Multifunction X、Multifunction Y 将光斑移至荧光屏正中心，选择 Spot number 为 9，点击 Beam shift，将光斑汇聚至最小，同样将光斑移至荧光屏正中心。Gun shift 及 Beam shift 需反复调节，直至光斑在 Spot number 3、9 下均在荧光屏正中心，调整完成点击 Done；

(5) Beam Tilt pp X 及 Beam Tilt pp Y: 两者均需放大倍数大于 100k，光斑汇聚至最小，使用 Multifunction X 调至光斑中心不抖动，调整完成点击 Done；

(6) Center C2 aperture: 将光斑移至荧光屏中心，光斑大小适中，点击 beam settings 中 Free Ctrl，选择 Mode 中的 C3 off。点击 Center C2 aperture，使用 Multifunction X, Multifunction Y, 调至光斑闪动过程中光以同心圆方式均匀散开，光斑闪动快慢可通过 Focus Step size 调整，调整完成点击 Done。并将 Free Ctrl 中 Mode 换回 TEM 模式；

(7) Condenser center TEM: 将光斑移至荧光屏中心，点击 Condenser center TEM，使用 Multifunction X, Multifunction Y, 调至光斑闪动过程中光以同心圆方式均匀散开，光斑闪动快慢可通过 Focus Step size 调整，调整完成点击 Done；

(8) Rotation center: 需放大倍数大于 100k，光斑大小适中且调至中心，点

击 Rotation center，使用 Multifunction X，MultifunctionY，使光斑同心收缩，调整完成点击 Done；

(9) Coma-free Alignment X、Coma-free Alignment Y: 需使用 Sherpa 程序自动调整，调整放大倍数至 100k 以上，找一非晶区域，Focus 调焦至 FFT 中非晶环明显，点击 Sherpa 程序中的 Auto CTF，选择 coma 中的 correct 进行校正；

(10) Coma-free Pivot Point X、Coma-free Pivot Point Y: 需放大倍数大于 100k，光斑大小适中且调至中心，点击 Coma-free Pivot Point X，使用 Multifunction X 调整至光斑中心不抖动，调整完成点击 Done，同样的方法调整 Coma-free Pivot Point Y；

(11) 调整完一遍合轴后，需再次确认上述其他状态是否正常，反复调整，直至电镜在 TEM 模式下处于良好的合轴状态。

11.5 STEM 模式下仪器合轴调整

(1) 打开 User Interface 界面中 Vacuum 选项，打开电子束；

(2) 点击 TEM User Interface 界面 Workset 中的 STEM 项，点击 STEM Imaging 中的 STEM，使电镜进入 STEM 模式；

(3) Gun Tilt、Gun shift: 调整方法同 TEM 模式下的 Gun Tilt、Gun shift 合轴方法一致；

(4) Rotation center: 调整方法同 TEM 模式下的 Rotation center 及 Tomo Rotation center 合轴方法一致；

(5) Diffraction alignment: 使用 Multifunction X，MultifunctionY 将光斑移至荧光屏正中心；

(6) 调整完一遍合轴后，需再次确认上述其他状态是否正常，反复调整，直至电镜在 STEM 模式下处于良好的合轴状态。

11.6 使用 Velox 软件进行 TEM 图像观察

(1) 打开 UI 界面中 Vacuum 选项，点击 Col.Valves，打开电子束；

(2) Velox 软件界面有两个窗口，Acquisition 窗口和 Processing 窗口，Acquisition 窗口可设置电子束、相机及探测器参数、数据存储位置，Processing 窗口可预览、处理及存储获取的数据；

(3) 点击 Acquisition-Velox 窗口中 Optics 中的 TEM 模式，选择使用的相机

Ceta II 或 FalconIII 相机；

(4) 选择数据存储位置：点击 Acquisition-Velox 窗口菜单栏中 Edit 中 Preferences，选好文件位置，输入文件名，点击 ok 即可；

(5) 使用操作面板的 L3 快捷键，观察室荧光屏抬起，点击 Acquisition 窗口工具栏中 camera 选项的 ，可观察到样品图像。在低倍放大模式 LM 下找目标样品，再通过操作面板的 Magnification 旋钮切换至高倍模式 SA 或 Mh，放大到合适倍数，注意在切换放大倍数时，关闭相机采集，待切换完放大倍数后，再开启采集；

(6) 调节操作面板的 Multifunction X, MultifunctionY, Intensity 使光斑大小及亮度合适、位置适中，利用操作面板的快捷键 L1, Z axis 及 Focus 调焦得到样品图像；

(7) 聚光镜像散调整：放大倍数大于 100k 下，将光斑调整至最小，若光斑不圆，表明聚光镜有像散，按下操作面板的 Stigmator，点击对话框中的 Condenser，使用 Multifunction X、MultifunctionY 将光斑调圆，调整完后点击对话框中的 None，关掉 Stigmator；

(8) 物镜像散调整：放大倍数大于 100k 下，找一非晶边缘，打开 Acquisition 窗口右侧的 Display Settings 中的 FFT，若 FFT 中心斑不圆则表明有物镜像散，按下操作面板的 Stigmator，点击对话框中的 Objective，使用 Multifunction X, MultifunctionY 将中心斑调圆，调整完后点击对话框中的 None，关掉 Stigmator；

(9) 点击工具栏中 camera 选项，设置  中的图像分辨率及曝光时间，点击  按钮，完成图像采集，所得图片可通过右侧 Processing-Velox 窗口预览。

11.7 使用Velox软件进行STEM图像观察

(1) 电子束开启及数据保存方法与 TEM 模式相同；

(2) 选取样品非晶区域或者载网膜的碳膜区域，调整样品高度及 Focus 出现 Ronchigram 像，若有聚光镜像散，则按下操作面板的 Stigmator，用 Multifunction X, MultifunctionY 进行调整。

(3) 点击 Velox 软件中工具栏中 Optics 项中的 STEM 模式，进入 STEM 界面。选择使用的探头类型：HAADF、DF4、DF2、BF 中一个或者多个探头共用；通过改变 Velox 软件界面右侧的 Detector Layout 中的 ，选择

合适的相机长度，HAADF 通常选相机为 190mm；

(4) 点击工具栏中 camera 选项的 ，利用操作面板的 Z axis、Stigmator 及 Focus 调焦得到样品图像，高倍下，使用 Reduced Area  进行细调焦及精细像散调整；

(5) 设置探头的 Gain 和 offset 值：将 Acquisition 窗口界面右侧的 Detector Settings 中的 Scope tool 勾选，关闭束流，调节 offset 的值，使曲线恰好高于下方第二条蓝色线，打开束流，调节 gain 值，使曲线恰好低于图中红色线；

(6) 设置拍照参数，设置 STEM Imaging 中的  的图像尺寸及驻留时间，点击  按钮，完成获取图像，所得图像可通过 Processing-Velox 窗口预览。

11.8 三维电子衍射数据采集过程

(1) 在 Velox 软件 TEM 模式寻找目标样品区域；

(2) 利用操作面板的快捷键 L1、Z axis，将样品的 Z 轴高度调至正焦高度；

(3) 点击 TEM User Interface 界面 Workset 中的 PED 项，点击 Selected Area，根据目标区域尺寸，插入合适的选区光阑，通过 Adjust 将光阑调至屏幕中心；

(4) 确定倾转角度：将目标区域移至选区光阑中心，使用 Stage 中的 Alpha toggle 观察样品不被挡住的前提下，样品台所能倾斜的最大正负角度，确定好角度后，将样品台旋转至最大负角度；

(5) 按下操作面板的 Diffraction，进入衍射模式，若透射斑不在屏幕中心，需选中 Direct Alignments 中的 Diffraction alignment，使用 Multifunction X，Multifunction Y 将透射斑移至屏幕中心；

(6) 插入挡针，将透射斑恰好挡住，打开 Tem Scripting Exemplar 程序中的 stage 项，设置 Position 中 A 值，此值为上述 (4) 样品台所能旋转的最大正角度，勾选此项，根据曝光时间设置样品台旋转的速度；

(7) 点击 Velox 软件 Acquisition 窗口工具栏中 camera 选项的 ，开始录像，拍完第一张衍射图后，点击 Tem Scripting Exemplar 中 stage 项的 Go To。样品台旋转至最大正角度后，再次点击 ，停止数据采集。

11.9 数据格式转化

使用 Velox 软件拍摄图片均为 emd 格式,可通过 Processing 窗口的 File-Export 转化为 png、jpg、tif 及 mrc 格式文件。

第三部分、制样设备操作规程

一、超薄切片机操作规程

1.切片前需要先准备好样品、刀片、钻石刀、载网、超纯水、滤纸、睫毛笔、毛刷、滴瓶、切片机所用工具。

2.打开顶灯和控制面板开关。

3.修块:将样品装在样品夹上,使用刀片在有样品的位置削去周围的包埋剂修成包含样品的梯形、长方形或者三角形,大小约 100 μm (其中一边边长)。

4.将修好的样品将样品夹装在切片机的样品臂上固定好。

5.装刀:将钻石刀安装在刀架上。

6.对刀:装好刀后,调好双目镜的焦距,打开下方的透射灯,缓慢进刀,看到样品切面距离刀刃较近时,调节刀台的角度和位置及样品的倾斜角度,小心缓慢进刀,直至看到刀与样品之间的缝隙呈一条蓝色亮带。

7.升起样品臂向水槽内注入超纯水没过刀刃后再吸出一部分,使水面呈凹液面,若刀刃露出水面可使用睫毛笔润湿刀刃。

8.可先使用手动切出完整的切片,如果这些切片较厚可以使用睫毛笔将其拨开,再设置切片速度和厚度。

9.自动切片控制器面板:左手边控制器上 SPEED 区域为切片速度调节区域,可调节范围在 0.2-90 区间,一般使用区间为 1 以下。FEED 为切片厚度(进刀步长)调节区域,可调节范围在 5nm 至几千 nm。CUT 区域的绿色按钮为自动切片开关。WINDOW 为切片窗口调节区域。若 RESET 灯闪烁,这时是已达到进刀的限位区域,无法进行切片,需要按下 RESET 等待 20s。

10.切片到一定数量后按下绿色按钮停止切片,使用睫毛笔将切片聚拢后,用合适的载网捞出晾干。

11.取下钻石刀使用清洁工具进行清洁后进行保存,取下样品,后使用毛刷将桌面和仪器清理干净,最后关闭顶灯和控制面板开关。

二、PDC-32G-2等离子清洗操作规程

1. 抽清洗舱内空气

打开样品舱门放置样品，关闭舱门上的阀门（阀门箭头向左），握住舱门使其贴紧清洗舱室，开启真空泵电源开关，开始预抽真空。

2. 形成等离子

预抽五分钟后，轻轻打开前端针型阀（逆时针旋转一到两圈），让空气进入清洗舱内，开启等离子清洗机前端左下方开关（POWER ON），将 RF 开关旋至不同档位（Low, Med, Hi 三挡），透过清洗舱窗口观察直到看到辉光，空气的辉光发电呈紫粉色，轻轻调节针型阀，直到等离子密度明显最大化。

3. 等离子清洗

按所需时间处理样品，处理完毕后，把 RF 开关旋至 off。

4. 清洗舱放气

关闭真空泵，等待两分钟后，握住清洗舱门并缓慢打开舱门上阀门（阀门箭头朝上）放气；待放气完成后，打开舱门，取出清洗样品；关闭针型阀（顺时针旋转拧紧）后关闭舱门。

5. 使用注意事项

- ① 定期清洗真空内壁，以免内壁上的污染物成为污染源。
- ② 发现试验效果不佳，请查看泵油颜色是否暗淡，污浊，并及时更换泵油。
- ③ 如设备无法辉光发电，请检查主机电子元器件是否正常，真空管路是否泄漏。

三、慢速精密切割机Techcut 操作规程

开机前检查

- 1.检查刀片是否完好。
- 2.检查润滑液槽是否有足够的油液。
- 3.检查各附件是否齐全。
- 4.检查电源是否处于关闭状态。

开机操作

- 5.用夹具有选择和调节性的夹好待割物，打开电源。
- 6.放下夹有物品的夹具，调节好需要切割的位置。
- 7.打开切割启动开关，调节好转速。
- 8.当锯片与物品接触后，通过转速调节旋钮可调节所需要的切割速度。初始

切割可将速调节至比较高的值。当切割快完成时，尽量将速度调节至比较低的值。

9.切割完成，取下切除物品。

关机

10.将夹具上的物品取下后，拿起夹具，使之与锯片轴轮不接触，并锁紧夹具。

11.将转速调制最低，关闭电源。用湿布轻轻擦拭锯片。

注意事项

1.开切割刀口不平整：锯片变形或者轴承有问题。

2.切割过程中异响：锯片有缺口（更换新的锯片）。

四、研磨抛光机操作规程

1.检查供水系统是否正常。

2.接通电源，将电源开关打开处于 ON 的状态，面板指示灯工作，说明设备处于通电状态。

3.将研磨室上盖取下，砂纸和抛光布固定环取下，选取合适的砂纸或抛光布放入研磨盘上，再将砂纸和抛光布固定环扣下即安装完成。

4.打开研磨盘驱动控制开关，研磨盘开始转动，根据研磨或抛光物体，旋转转速控制旋钮调节转速。

5.打开水源控制开关，水源开始供应。

6.准备完成后，即可进行研磨或者抛光。若研磨或者抛光中发现砂纸或者抛光布损坏或者效果不佳时，须停机进行更换。

7.工作完成后，关闭电源开关使其处于 OFF 状态，排除管道污水即可。

注意事项

1.工作完成后，必须马上清除研磨盘下、沟槽内的杂物或者碎片。

2.工作中必须时刻注意排水口是否堵塞，以免水流到电气部分损坏设备。

3.保持设备表面清洁。

五、Leica EM RES101 离子减薄仪操作规程

1. 检查实验记录，确定设备运行正常，打开主开关，检查软件运行情况，打开氩气，调整氩气的压力（550mbar）。

2. 预热完毕后,在 Program Menu 中选择一个样品夹。在 step 菜单中,选择工艺流程或设计工艺参数:推荐双喷过后再采取离子减薄(2kV, 5° /-5° ,30min)。
3. 借助制样工具,将样品固定在样品夹上,将样品夹插入装样工具中。
4. 按下黑色舱门,逆时针拧螺丝打开样品架:利用装样工具将样品放在样品架,然后拧紧螺丝;将黑色按钮再次按下关闭仓门。
5. 按 Sample IN 按钮,将样品送入腔室,确定所有设置无误后,按下 START 键开始对样品进行离子减薄。在减薄过程中,可以实时观察进展情况。
6. 当试样减薄完成后,按 STOP 按钮结束。按 Sample OUT 按钮,打开仓门,将装样工具附加到样品架上,拧松螺丝,取出样品。
7. 若需换样品,重复步骤 3-7。实验结束后,按 Service/ Settings/ Shut down 的顺序退出程序关闭主开关,关闭氩气,关闭电源开关。
8. 整理好桌面和制样工具,填写记录表格,报告实验完成情况和设备状态。

注意事项

1. 离子减薄样品为直径 3mm 圆片,一般厚度为 30-50 μm ,放入机器前一定要反复确认样品在夹具上已夹牢,防止减薄过程中样品掉入机器;
2. 夹具靠卡槽固定,装载或者卸载时只需拧螺丝使卡槽刚开卡住夹具或者松开夹具,谨防螺丝滑丝。

六、EMGP 冷冻制样操作规程

1. 准备样品及工具(制样专用镊子、移液枪、滤纸、新鲜液氮、蒸馏水、载网膜等)打开电源(仪器右后方),制样过程需带实验手套操作。
2. 若操作界面提示更换滤纸,则打开舱门更换滤纸,需保持滤纸洁净平整。
3. 点击操作界面左上角操作步骤,按照提示,打开导管顶端三通阀,向加湿器内注入 60mL 去离子水。注入水量到达所需量时,设备发出滴滴提示声,此时吸出 5mL 左右去离子水,关闭三通阀。
4. 用镊子将液氮杯、乙烷杯、样品盒放入设备制样冷台,添加新鲜无杂质的液氮冷却冷台,注意乙烷杯里面不要溅入液氮。
5. 乙烷杯在液氮中冷却约三分钟,连通乙烷气瓶与乙烷杯盖上的导管开始制备液态乙烷。打开万向抽气罩,万向罩对准制样冷台。当液态乙烷量达到乙烷杯容积的五分之四后,关闭钢瓶总开关,快速把软管口插入万向罩抽气管道,

将其中剩余的乙烷气体抽走，待高压表和低压表完全归零，关掉低压表的调节螺杆。

6. 使用制样专用镊子小心夹取制样所用铜网，将镊子推入制样冷台上方卡槽。移液枪吸取 2-3 μ L 样品,从 GP 舱室右边进入，将样品快速滴在载网膜上（滴样过程枪尖不能触碰载网，以免戳破载网），使用脚踏板，吸取多余样品。

7. 样品吸附结束后，快速将载网膜投入冷台乙烷杯之中。推出镊子，并将载网迅速从乙烷杯转移到液氮中（勿撞弯载网）。推动镊子滑片，保持样品在液氮重放置到样品盒中。

8. 制样结束后，将封存好的样品盒快速投入到液氮中保存。整理实验桌面，镊子吹干且戴上保护套，取出乙烷杯放置在万向罩下抽干为止。

9. 抽出加湿器中残留的去离子水，打开舱门。点击屏幕 Bakeout 选项，提示取出冷冻器皿，确认取出，开始 Bakeout。

七、Vitrobot 冷冻制样操作规程

1. 准备样品及工具（制样专用镊子、移液枪、滤纸、新鲜液氮、蒸馏水、载网膜等）打开电源（仪器右后方），制样过程需带实验手套操作。

打开腔室门更换滤纸，用白色垫圈卡住滤纸，需保持滤纸洁净平整。

3. 取下设备前端下方的加湿器，倒掉残余的去离子水。加湿器安装完毕后。使用注射器向加湿器内注射向软管 60mL 去离子水。在操作界面设定对应于样品的温湿度、制样参数。

4. 将新鲜无杂质的液氮加入制样器具中，降温五分钟。

5. 制样器具降温后，将连接乙烷的软管插入乙烷杯当中。打开万向抽气罩，万向抽气罩对准制样器具。打开乙烷气瓶阀，调节大小合适的气流，加入乙烷过程中，软管接触储存乙烷杯的底部。当液态乙烷量达到铜杯容积的五分之四后，关闭钢瓶总开关，快速把软管口插入万向罩抽气管道，将其中剩余的乙烷气体抽走。

6. 取出乙烷杯上方金属部件，将制样器具放置仪器下方平台环上，使用制样专用镊子小心夹取制样所用载网，将镊子安装在中心轴上的链接凹槽上。随后在操作界面选择手动或使用脚踏开关控制吸附过程。

7. 移液枪吸取 2-3 μ L 样品从舱室右边进入舱室，将样品快速滴在载网膜上

(滴样过程枪尖不能触碰载网，以免戳破载网)，设备自动或手动使用脚踏板，吸附多余样品。

8. 样品吸附结束后，快速将载网膜投入乙烷杯之中。推出镊子，并将载网迅速从乙烷杯转移到液氮中（勿撞弯载网）。推动镊子滑片，保持样品在液氮下放置到样品盒中。

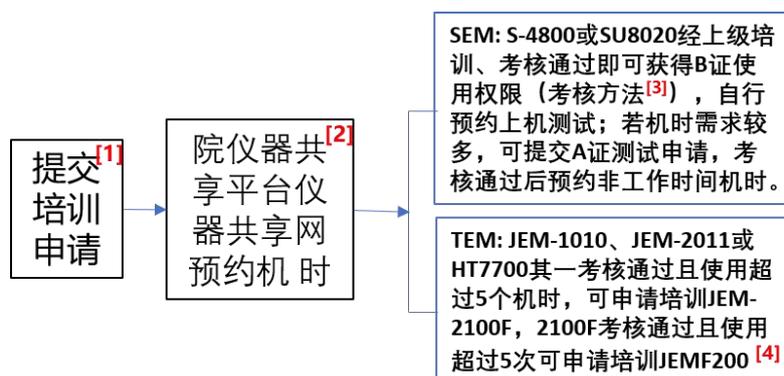
9. 制样结束后，将封存好的样品盒快速投入到液氮中保存。整理实验桌面，镊子吹干且戴上保护套，取出乙烷杯放置在万向罩下抽干为止。点击 Vitrobot 操作界面 Exit 关闭设定界面，关闭仪器电源。

第四部分、电镜组仪器预约流程

一、可自主上机的仪器



1.1 测试流程



1.2 委托测试流程

提交委托测试申请，预约工作时段机时。

[1] 申请书/表都在化学所主页—分析测试中心—电镜组资料中下载，打印填写后提交电镜组。

[2] 培训考核预约工作时段机时，每周三早 8:30 开始预约下一周测试机时，须按照四个时段预约：8:00-10:00,10:00-12:00,13:30-15:30,15:30-17:30，周三上午

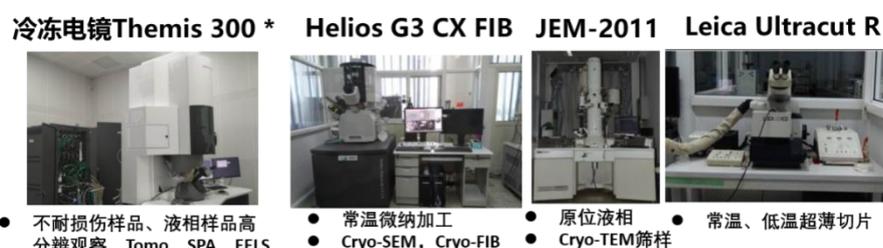
同一台仪器每人只能预约一个机时，周三下午 13:30 开始可不限预约剩余机时；未约上机时又着急测试可电话或到电镜室预约中午时间（12:00-13:30）；A 证获得者在非工作时间单次预约时间不得少于 4 小时。若要取消预约，至少提前两个工作日。

[3] 每台电镜桌面有培训视频，可先自行观看视频学习并动手操作，如有问题随时找管理员询问；考核时，管理员打乱仪器状态，须 30 分钟内完成调试并拍出规定要求的清晰图像。

[4] JEM-1011, JEM-2100F 可根据使用需求申请 A 证；JEM-F200 透射电镜培训包括笔试和上机，笔试(闭卷)通过才可上机培训，具体见 JEM-F200 考核说明。

[5] 每课题组每年委托测试样品不得超过 10 个；按所外价格收费；JEM-200 每周有半天时间为固定送样测试时间，可到电镜组登记。

二、管理员操作的仪器



2.1测试流程

提交相应的测试申请，管理员根据交表时间安排测试。

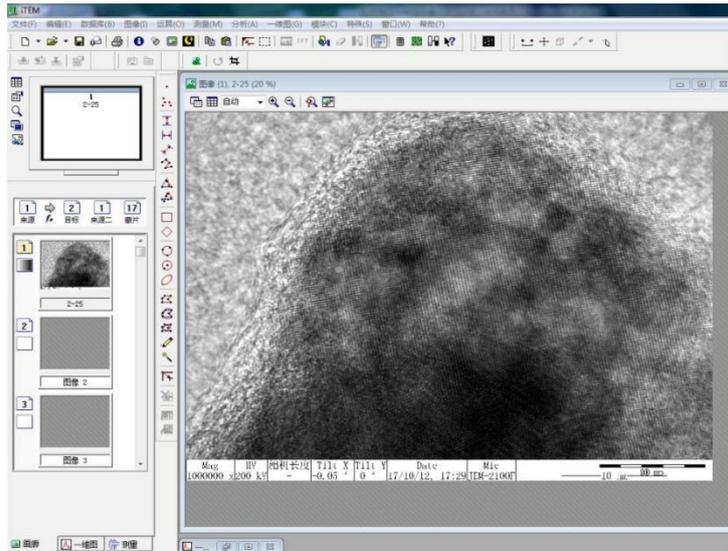
三、无需预约自行上机的仪器

SCD500 和 ACE600 溅射仪、等离子清洗机等设备，可按仪操作说明自主使用，实验完成后请自行登记。

第五部分、数据处理

一、透射电镜中高分辨成像晶面间距数据处理方法

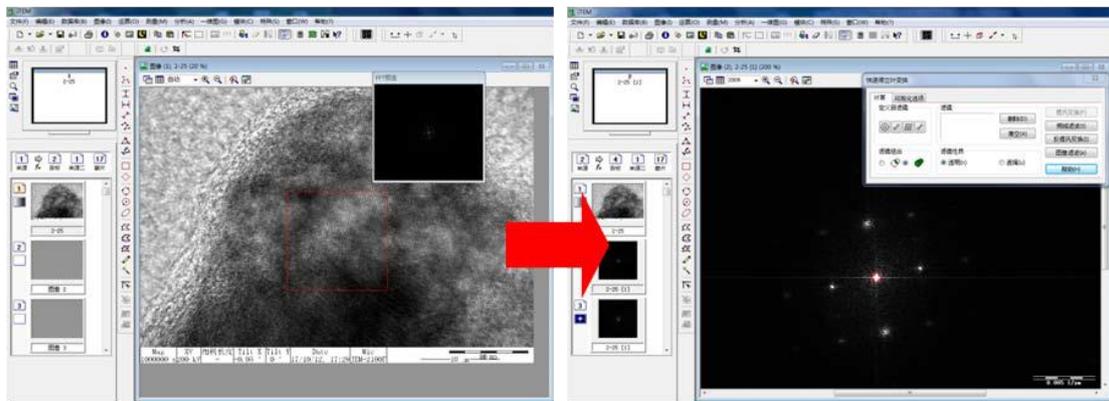
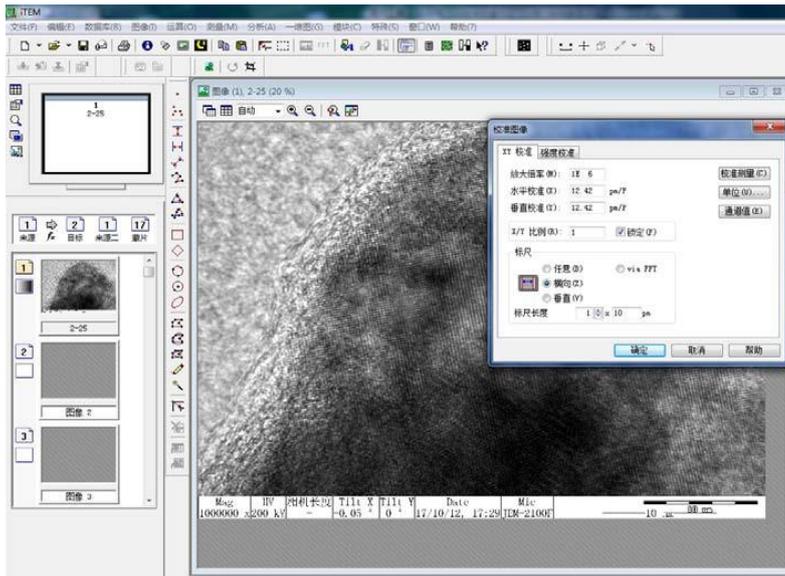
1.打开软件 i-TEM，单击菜单栏“文件”，下拉菜单中单击“打开”，弹出对话框中选中目标,打开，此时界面显示如下图。



2. 确认打开的图片是否可以进行 FFT 变换：单击菜单栏“运算”，下拉菜单中选择“快速傅立叶变换”，在下一级菜单中单击“FFT”，弹出下图所示对话框，若“傅式变换”选项显示为如下图所示蓝色状态，即可以选择区域进行 FFT 处理；若“傅式变换”选项显示为灰色不可选择状态，表示图像不可进行 FFT 处理。此时，需要对图片进行处理：选中图片，单击菜单栏“运算”，下拉菜单中选择“分离色彩”，在下一级菜单栏中单击“亮度”选项，此时处理过后的图片就可以进行 FFT 处理；

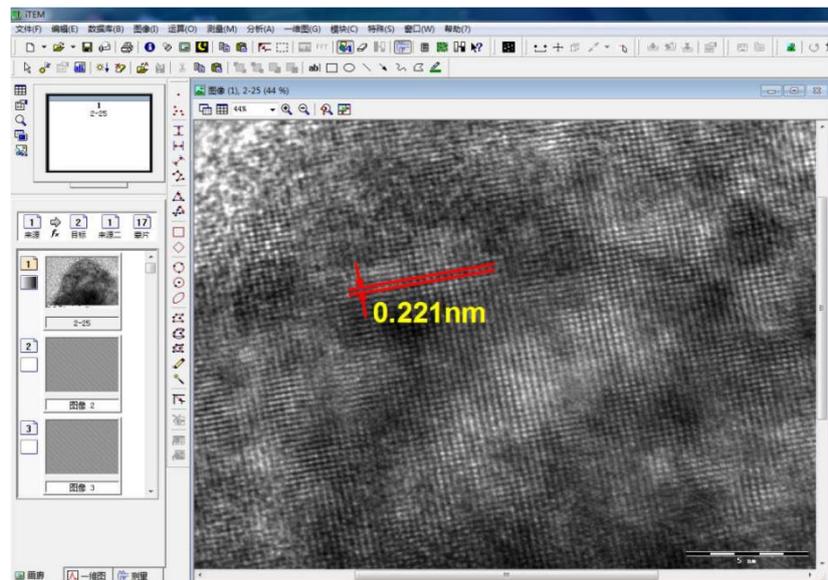
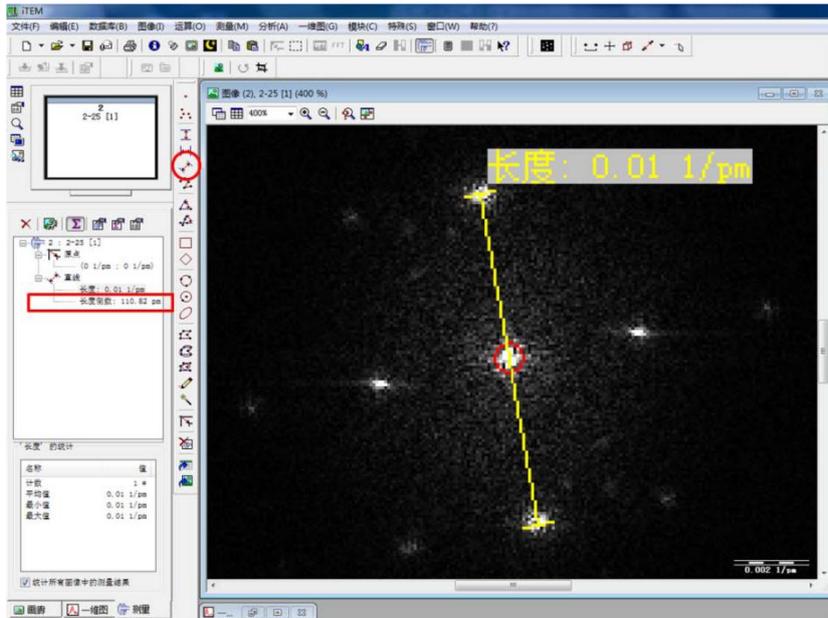
3. 检查图片的标尺是否正确：若图像为 .jpg, bmp 等格式，软件不能识别标尺，造成标尺不正确，则需对图片进行标尺校准。选中图片，单击菜单栏“图像”，下拉菜单中单击“校准图像”，弹出下图所示对话框，选择正确的标尺长度和单位，点击“确定”，然后点击对话框中的校准测量，对图片中的标尺进行校准。校准测量时，为确保标尺的精确度，可以将图片放大后再进行校准测量。

4. FFT 处理：菜单栏选择“运算-快速傅立叶变换-FFT-傅式变换”，弹出红色方框，选择需要变换的区域，单击鼠标右键即可对选中的区域进行 FFT 处理，得到如下图右图所示的花样。



5. 测量晶面间距：每一个斑点到中心点的距离就是与其垂直晶面的晶面间距，为了减小测量误差，我们选择测量关于中心点对称的两个斑点的距离，同时为确保测量的精确度，需要将图片放大后再进行测量，点击工具栏中的“任意距离”选项（图中红色圆圈所示），点击关于中心透射斑对称的两个斑点的中心位置，点击软件界面左下方“测量”选项，即可显示测量距离（长度倒数，即图中红色方框所示），然后用这个数值乘以 2，即为晶面间距。

6. 在高分辨图中进行晶面间距的标定：在高分辨像中找出与 FFT 中所测量的斑点直线垂直的晶格条纹，标出该晶面并输入晶面间距值。



第六部分、测试注意事项

一、扫描电镜测试注意事项

(1)样品“污染”现象的判定及减轻方法

污染现象的判断：样品表面的烃类气体分子（可能是样品表面的有机物或者样品室内残留的有机分子），在电子束的轰击下沉积或者化合在样品表面，直观的表现是样品扫描区域表面“变黑”。

减轻方法：①清洗样品，如用溶剂多次清洗表面有机物②等离子清洗，视变

黑的程度确定清洗时间；③升高加速电压；④在观察区域附件聚焦消像散，拍照时移动到目标区域。

(2)样品辐照损伤现象的判定及减轻方法。

样品辐照损伤现象的判定：在电子束辐照下，样品表面出现起泡、凹陷、刻蚀甚至破裂。

减轻方法：①使用减速模式；②降低加速电压；③降低探针电流；④镀导电膜。

(3)选择合适的加速电压和电流。

加速电压和电流的选择要依据样品的性质及观察目的来选择：①导电性较差或不导电材料及易受辐射损伤的样品（如塑料、有机材料、薄膜、生物材料等）为减小荷电效应或热损伤尽量选择 10kV 以下的加速电压及低电流；②观察近表面的细节形貌，可选择较低的加速电压，如 1-5kV 甚至小于 1kV 并配合减速模式；③镀导电膜或导电性较好的材料可选择较高的加速电压及电流，以提高二次电子产率。

(4) 荷电效应判定及减小方法。

荷电效应的判定：图像亮度不稳定，拍照的过程图像发生畸变或不规则漂移。

减小方法：①降低探针电流；②降低加速电压或使用减速模式；③改变拍照模式：慢扫 slow 模式改为 CSS 积分拍照模式；④减少 SE 信号，适当增加 BSE 信号；⑤镀导电膜（此方法的缺点是样品表面的细节可能被掩盖，对于高分辨的信息如小于 1 nm 的细节无法观察）。

(5) 软件提示 please flashing 正确的操作方法

冷场发射电子枪，靠电场发射电子。发射电子的阴极需在高真空下工作，因此要求阴极表面必须非常清洁，其表面不洁或吸附气体会影响电子束的发射效率及发射稳定性，因此阴极需要 flashing（轰击）进行表面的清洁，使其表面吸附的气体脱离。Flashing 后初期，发射电流会减小，需再设定电流。

(6) 磁性样品的制备方法及其观察注意事项。

制备方法：①粉末样品：将样品在溶剂中超声分散为稀溶液，滴到硅片上；②块状样品：使用液体导电胶将样品周围包覆住粘到样品台上；③等样品及导电胶干燥后，用磁铁在贴近样品表面吸一下，去除吸附在样品表面的磁性颗粒；

④进行镀导电膜处理。

观察样品：尽量选择低加速电压，同时增加 Z 轴高度。

二、透射电镜测试注意事项

(1) HT7700 开始测试观察时，按下右面板 LENS RESET 按钮，使仪器的物镜电流回到仪器的标准值。

(2)透射电镜测试时，若发现 HV 高压数值为 0，可能是进出样过程中失误导致真空泄露或者灯丝故障，请及时联系仪器管理员。

第七部分、常见问题及解决方法

一、扫描电镜常见问题及解决方法

(1)样品杆卡在样品室与交换室之间，此时电镜发出连续“嘀嘀”报警声。

解决方法：左侧面板 EVAC POWER 到 OFF 状态，等待约一分钟后，EVAC POWER 到 ON 状态，按下 open 键，抽出样品杆；STAGE POWER 到 OFF 状态，关闭 SEM 软件，等待约一分钟后，STAGE POWER 到 ON 状态，打开 SEM 软件，加高压（若高压加不上，则等电镜真空抽好后加高压）（PS：若出现此故障，请首先联系仪器管理员。）

(2) S-4800 进样过程样品跟随样品杆出来，未卡在样品仓底座上。

解决方法：将样品杆重新推进样品仓中，将样品杆的“unlock”标记线与样品杆的中间螺纹孔对齐（具体为止见下图）。



(3) SU8020 装样过程，按 open 键，发出连续报警声。

解决方法：点击 SEM 软件的 home 键，重新归位后，再进行进样过程。

(4) 开机或进样完成后长时间无法抽好真空，机械泵工作正常，扩散泵不工作。

解决方法：清洁样品交换仓及样品仓橡胶密封圈上的灰尘，具体方法：用无尘纸蘸取少量高纯度酒精擦拭橡胶密封圈，直到无尘纸上无黑色异物为止，然

后将适量真空脂用手（需带手套）均匀的涂抹到密封圈上。

(5) 某一高压下，点击 HV ON 以后，LM 或 HM 模式下没有光斑。

解决方法：打开软件(Alignment)对中调节，点击软件上“ABC”，调节对比度/亮度，观察光斑是否偏离中心，偏离中心，则调回；找不到光斑，关闭软件，重启软件后继续对中调节。若仍然找不到光斑，则需进行机械对中。

(6) 保存的 SEM 图片没有标尺。

解决方法：将 SEM 软件左下角的 Embed into Image 选中，此时保存的图片出现标尺。没有标尺的图片可通过工具栏中 File 中的图片管理软件添加标尺。

(7) 如何对图像及样品进行转动？

①可以通过样品台对样品进行倾转，样品台直径一定时，样品台倾斜角度范围受 Z 值大小限制；②图像转动可以通过水平面旋转样品台实现或者通过旋转电子束的扫描方向，使显示的图像旋转。

(8) SEM 的 STEM 模式相比透射电镜有何不同？

SEM 的 STEM 与透射电镜相比，其加速电压低，可大大减少电子束对样品的损伤，而且可提高图像的衬度，适合于有机高分子、生物等材料的分析。

(9) STEM 模式不同号光阑的区别及使用范围。

扫描电镜光阑孔有四种大小：①NO.0 光阑是完全打开，对电子束无限制，适合于观察原样品及选择观察区域；②NO.1 光阑孔大小 2mm，适合观察厚样品；③NO.2 光阑孔 1.5mm，适用于观察高衬度图像；④NO.3 光阑孔 1 mm，观察较高衬度图像。

对于高分辨明场 STEM 观察，选择 NO.3 或者 NO.2。若是样品太厚，穿过的电子束信号少，则切换到 NO.0 或者 NO.1。

(10) EDS 能谱信号的发生深度，能谱的空间分辨率。

EDS 能谱所采集的特征 X-射线发生深度为 1-几微米，具体与加速电压、样品的原子序数及密度有关，可用蒙特卡洛模拟进行估计，因此，与二次电子像相比（发生深度小于 10nm），EDS 的空间分辨率要差很多。

(11) EDS 能谱保存数据一定要保存原始数据，为何？

保存能谱的原始数据十分重要，在后期的处理数据过程中，仍可通过原始数据对数据进行处理，同时如果保存的 word、图片等丢失，可通过原始数据重新

生成。

(12) 采集能谱时，如何选择加速电压？

采集能谱所用的加速电压主要考虑合适的过压比和较高的空间分辨率。过压比 $U=E_0/E_c$ ， E_c 为所要分析谱线的临界激发能， $U=2-3$ 的范围比较合适，也就是选用的电压 E_0 为 E_c 的 2-3 倍。但是选择 E_0 时也要考虑空间分辨率，在保证合理的激发特征谱线时， E_0 应选择较小的值，因为过高的加速电压使电子束在样品内部的穿透较深，横向扩散变大，空间分辨率变差，X 射线出射过程被样品吸收衰减程度增加。

(13) 谱图中的 K, L, M, N.....的意义。

谱图中的 K, L, M, N.....分别代表不同的核外电子壳层。当样品受高能电子激发时，某低能态壳层的电子被激发电离出现一个空位，在附近高能态壳层电子跃迁到此空位，电子在跃迁的过程中释放出特征 X 射线。假定 K 层出现空位，即 K 为始态，则谱线为 K 系谱线，以此类推，可获得 L 系谱线、M 系谱线的命名。

(14) EDS 能谱能够精确定量吗？准确度多少？能否进行价态分析？

EDS 能谱分析为定性半定量分析，无法做到精确定量，特别是对于原子序数小于钠的元素在 EDS 能谱中定义为轻元素，轻元素的特征 X-射线产额低、能量低易被样品吸收等特点使其定量分析有较大误差。我们所用的能谱软件定量输出的形式有：元素的质量百分比 (Wt%)、原子百分比 (Atom%)，定量分析的结果中均有相对误差。但是样品内如果有的元素检测不到，定量的结果与样品的实际含量不能一一对应，定量化结果仅做参考。EDS 能谱只能对元素种类进行分析，无法进行价态分析。

(15) A 元素和 B 元素是否能够在 EDS 能谱中区分？判断方法是什么？

EDS 区别两种元素取决于两者的特征 X-射线能量值即出峰位置，EDS 能谱的能量分辨率通常为 123eV。若 A 和 B 有重叠峰，可利用其他线系的谱线，例如 K 线系有重叠可用 L 线系；若某种或两种元素含量都较低，则适当增加采谱时间增加计数率，但是若是两者元素含量均低于检测限，则无法区分。

(16) S-4800 能谱 mapping 过程中 memory used 显示存储已满，mapping 自定义停止。如何解决？

解决方法：memory used 显示存储已满表示电脑内存不足，此时将能谱电脑后台其它程序关闭，重新开始 mapping 过程。

(17) 能谱分析谱峰里面出现样品里面不可能有的元素是怎么回事？

①C 和 O：一般空气中都有等有机物的存在，很容易吸附到样品表面造成污染，无论是 TEM 能谱还是 SEM 能谱，都可能有 C 和 O 的峰。尤其是 TEM，一般使用 C 支持膜，出现 C 元素很正常。

②Al 或者 Si：SEM 因为使用 Al 样品台或者玻璃基底，所以在样品比较薄的区域扫谱，就会有基底的信号出来。

③Cu, Cr, Au：Cu 是透射电镜中使用的载网材质 Cu 导致的，而 Cr 一般是样品杆或者极靴的成分。

④Pt：不导电材料的 SEM 分析通常经过喷涂导电膜，通常喷涂的导电膜材料为金属 Pt，因此扫谱过程中会出现 Pt 元素。

(18) EDS 谱峰图中有很多峰对应于一个元素，是不是说明这个元素含量很高？

EDS 的原理是电子壳层的电子被外来的能量激发，留下一个空位，然后外层的电子跃迁到这个空位，因此不同壳层之间的电子转移导致的能量差就会有不同的谱线。EDS 谱线就是把这些特征 X 射线脉冲的累积分开得到的，谱线越多，说明电子占有的壳层越多。而定量分析是根据不同元素来选择不同线系的谱峰强度以及这个元素的响应值来做计算的，所以谱峰多跟元素含量没有关系。

(19) 能谱采谱过程中计数率低如何解决？

①增加采谱时间；②选择合适的加速电压；③转动样品台，使样品面向探测器；④选择较平坦的区域；⑤减少处理时间。

二、透射电镜常见问题及解决方法

(1) 当电镜 JEM-1011 在进出样时掉真空真么办？

当仪器掉真空时高压的束流会变成 0 值，这时候我们要把 HT 的按键关掉，打开小键盘输入“P3”小荧光屏就会变成真空指示页面。观察真空图看“V3”和“V2”两个阀是否是实心还是空心状态。当“V3”是实心状态时“V2”为空心状态时，只需等待几分钟让真空泵把“V2”抽成实心状态，就可以摁下 HT

开关键加上高压等束流值稳定在 65 的时候就可以正常操作,打开小键盘输入“P1”小荧光屏就会变形成正常操作指示页面。

当“V3”和“V2”都是空心状态时,表示整个镜筒的真空都已经被泄露。这时需要把 HT 的按键关掉,等待十分钟左右仪器会自动关机保护。等仪器自动关机完成以后,打开左下方的操作面板找到 LINS POWER 把这个开关关掉。然后找到 POWER 钥匙开关,正常开机时钥匙指示在 START 的位置,需要手动扳到 0 位置等待 2 秒,再把钥匙从 0 位置直接拧到 START 位置,当拧到 START 位置时要保持 5 秒,等待“V3”和“V2”全部变成实心时,再打开左下方面板的 LINS POWER,

然后摁下 HT 开关键加上高压等束流值稳定在 65 的时候就可以正常操作,打开小键盘输入“P1”小荧光屏就会变形成正常操作指示页面。

(2) JEM-1011 在点击动态采集时,荧光屏没有抬起怎么办?

当点完动态采集荧光屏没有抬起,电脑端会跳出来“没有阴影矫正的增益图像,要更新参照图像吗?”这时务必点击“否”,然后关掉动态采集,在电镜的小键盘输入“EXT 1”,这时候再点击动态采集就可进行正常的拍照了。

(3) JEM-2011 移动样品时出现“滴滴”警报声。

当移动样品出现“滴滴”警报声时,表示样品已经移动到限位位置,此时不应继续向该方向移动,应该向相反的方向移动,同时可根据小屏幕 X,Y 坐标值来判断样品位置。

(4) JEM-2011 的 Z 轴高度无论怎么调都调不好

当 Z 轴高度无论怎么调都调不好时,此时表示电镜联动比不对,将放大倍数调至 40K,同时点开“IMAGE X/Y”按钮,用 FOCUS 旋钮配合着“Brightness”旋钮将四个光斑汇聚在最亮最小的同时汇聚成一个点。

(5) 电子衍射图谱中都会发现有一个黑色的影子,是指示杆的影子,影子的一端指向衍射中心。为什么要标记出这个影子在衍射图谱中呢?

beam stopper 主要为了挡住过于明亮的中心透射斑,让周围比较弱的衍射斑也能清晰的显现。

(6) 电子衍射时可否用自动曝光时间,若手动曝光.多少时间为宜?

电子衍射不能用自动曝光,要凭经验。一般 5 秒,如果斑点比较弱,要延长曝

光时间。

(7) 透射电镜观察时尤其是 STEM 模式下，图像非常容易变黑？

样品表面吸附有机分子如表面活性剂作为分散剂时，有机分子在电子束辐照下聚合碳化附着在样品表面，妨碍观察，可以通过等离子清洗或者 Beam Shower 解决或减弱这种效应。

(8) JEM-2100F 电镜测试过程中会出现无法点击动态采集？

这是由于相机的软件没有连接，需要关闭软件，重启软件、电脑或者将主机后的 CCD 数据连接线重新插拔即可。

(9) JEM-2100F 电镜 Z 轴高度无法调好？

首先，按下 STD Focus，回到物镜标准焦距。如果此时仍然无法调节且样品厚度合适，可能是样品没有装好或者样品台污染造成，应及时处理。

三、双束电镜常见问题及解决方法

(1) 聚焦离子束与电子束的位置关系？

①电子束：与水平面垂直成 90° 直角。

②离子束：在电子束的左侧面，与电子束成 52° 夹角，与水平面成 38° 夹角，在电子束下方 4mm 的位置两束交汇形成共焦点。

(2) 电子束的极限分辨率？及离子束的极限分辨率？

①电子束的最佳工作距离 4mm 的分辨率 0.8nm @ 30kV。

②离子束的交叉点分辨率： $\leq 4.0\text{nm}$ @ 30kV。

(3) 聚焦离子束能谱吗？聚焦离子束有冷台吗？

目前电镜室的双束电镜没有能谱，没有冷台。

(4) 聚焦离子束不能做磁性的样品。