

Tecnai 透射电子显微镜操作规程

一 样品及样品杆的安装

1. 样品的安装

- 1) 将单倾样品杆（图 1）放入有机玻璃管 holder 中,注意手不要接触样品杆前端位置;
- 2) 如图 2 所示,将针尖状 Tool 轻轻插入 Spring Clamp 尾部小孔中(注意一定要插到底,否则抬起时可能断裂针尖),并轻轻抬起,露出 Specimen carrier;
- 3) 将样品**正面朝下**放入样品杆中心圆孔台中,然后轻轻放下 Spring Clamp;
- 4) 样品安装完成后需要用手轻敲样品杆黑色塑料尾端数次,确认样品位置无变化且无掉落的风险;
- 5) 取出样品时先用针尖 Tool 将 Spring Clamp 抬起后,可将镊子尖端插入 tweezer notch,将样品取出。如果担心碰碎样品,可旋转样品杆 180° ,使样品自然掉下在干净的滤纸上。

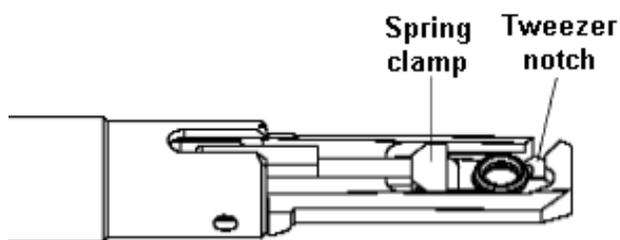


图 1

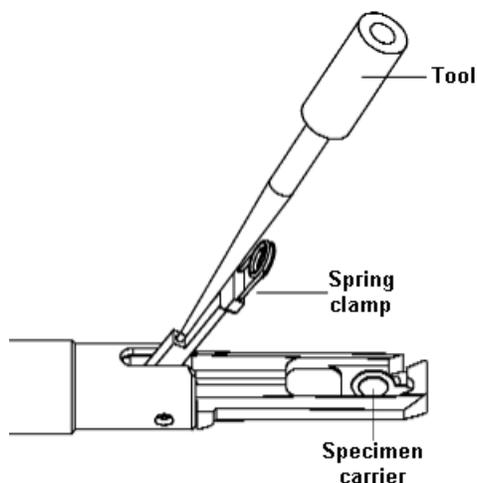


图 2

2. 样品杆的插入步骤

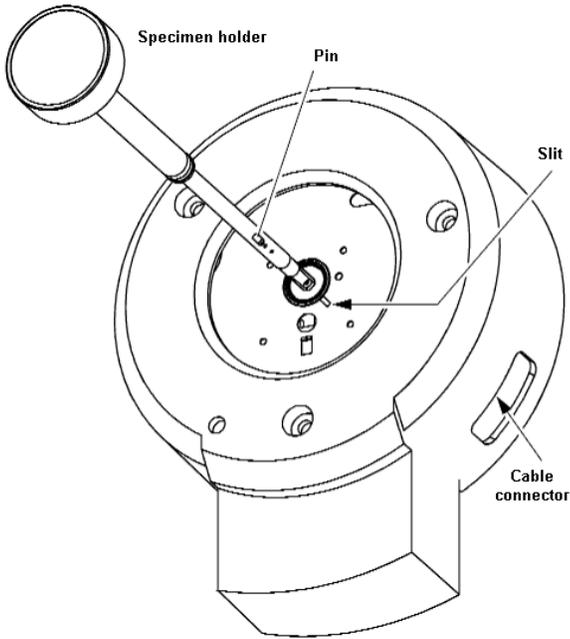


图 3 样品台示意图



图 4 真实样品台面板

- 1) 首先检查高压，真空是否正常，包括 Gun/col 小于 20，camera 小于 35，P1 小于 37；
- 2) 确认“column valves closed”的显示为黄色（图 5）；物镜光阑是否移出（钮在右侧）；样品台的 X. Y. Z, A. B 应已经归零，否则在 Workset 面板中选 Search --- stage---- control---reset the holder 或者 AB；复位样品杆。

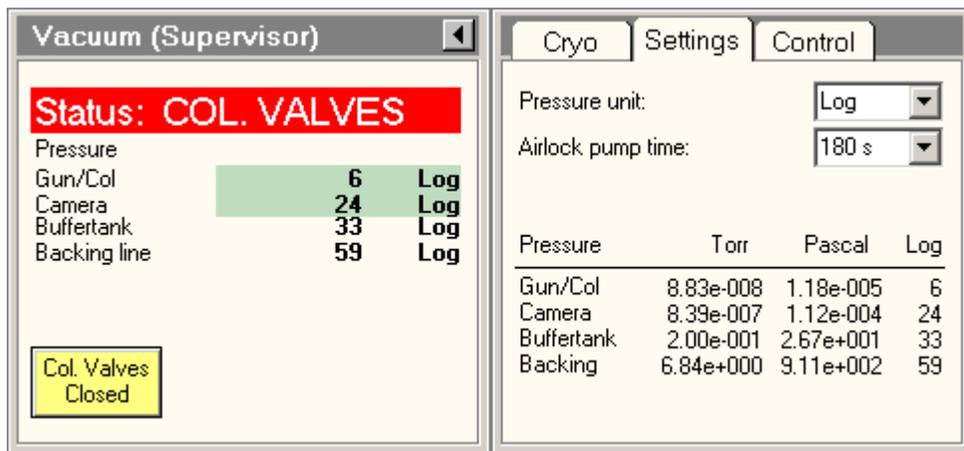


图 5

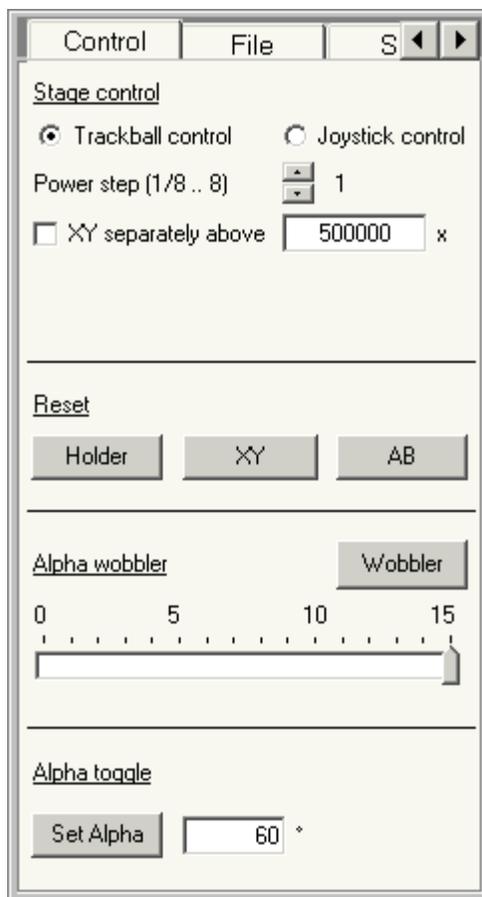


图 6

X:	0.03 μm	A:	0.00 deg
Y:	-0.07 μm	B:	0.00 deg
Z:	0.00 μm	Obj Lens:	90.4540 %

图 7

- 3) 将样品杆前端黄铜上的 pin 对准 compustage 前面板上的 close 线, 并且样品杆保持和待插入孔平行居中, 然后将其插入 airlock 孔中至不能往前插 (不要用大力, 注意感觉)。此时, 样品台面板上的红灯亮, airlock 开始预抽气。
- 4) 在 Tecani User Interface 软件界面中选择正确的样品杆类型, 并点击该选项旁边回车键。
- 5) 等待一段时间(约 3 分钟), 样品台红灯熄灭, 且屏幕提示 airlock 真空已经抽好, 逆时针旋转样品杆大约 120 度, 使黑色塑料帽上不锈钢长杆对准面板下部的小孔 (在 Close 线的左侧附近), 注意拿稳样品杆 (因为里面真空度高, 所以如果不拿稳, 样品杆会快速往前), 轻轻将样品杆送入镜筒到底。

- 6) 样品杆完全进入镜筒后,轻敲其尾部黑色塑料帽数下,使其状态稳定。插入样品杆后注意观察 column 真空变化,其 Log 值应当是减少才正常,否则可能是样品杆插的不对,有漏气。

3.样品杆的移出步骤

- 1) 首先确认“col. valves closed”的显示为黄色(图5); X, Y, Z, A, B 值应在零附近;物镜光阑已退出(钮在右边)。
- 2) 将左手压住 compustage 样品杆周围部位并轻轻用力,右手将样品杆拉出至不能拉出为止(不要用力过大),然后顺时针轻轻旋转约 120 度至不能转动,最后将样品杆取出。

二 电镜观察

1. 准备工作

- 1) 检查气水架上的气压、水压,各流量计浮子都应在两个设定的红块之间,气压指示在 12 点钟位置上。
- 2) 将液氮放入冷阱液氮容器中;
- 3) 检查真空状态,要求 Gun/Col <20;
- 4) 将样品杆插入镜筒中;
- 5) 逐步加高压到所需高压值

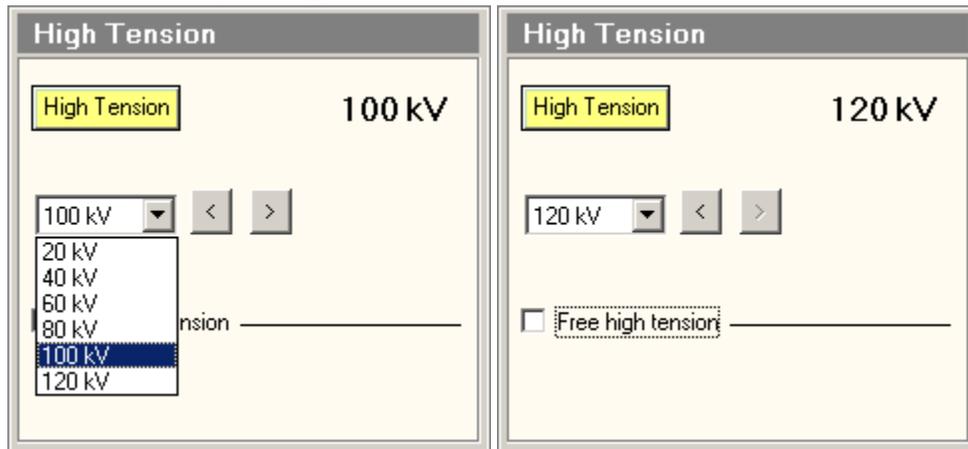


图 8

- 6) 加灯丝

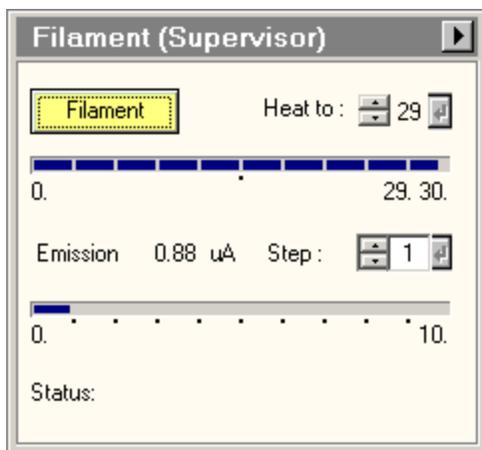


图 9

- 7) 点击图 10 中 Vacuum 面板上的 Col. Valves Closed 按钮，使其变灰，此时镜筒真空阀门 V7、V4 阀门会打开。（注：此项操作目的是使电子束能够通过镜筒，进行各项电镜操作前均应进行此操作。但须注意，电镜停止工作或取、放样品时均应关闭镜筒真空阀门，以保护电子枪室的真空）。

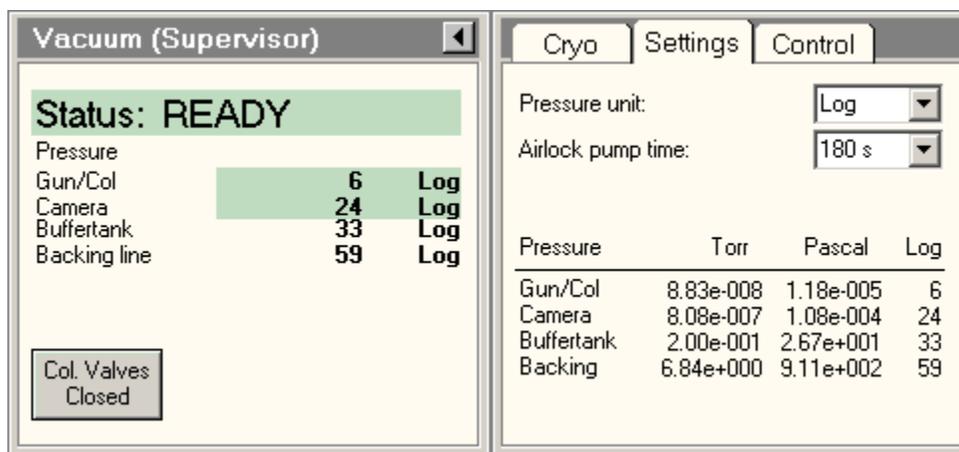


图 10

2 消聚光镜像散和聚光镜光阑对中

2.1 消聚光镜像散

如果发现电子束呈椭圆形，则需要调整聚光镜 C2 像散：

- 1) 在 Stigmator 面板，选中 Condenser 选项；

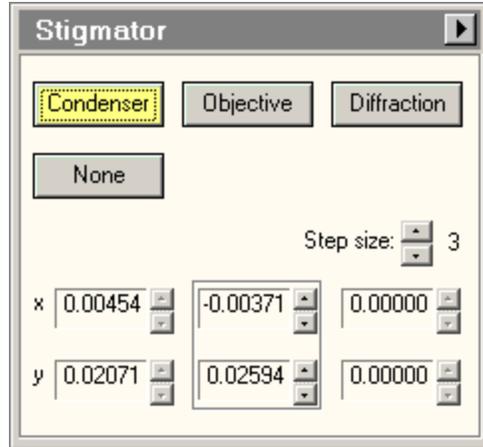


图 11

- 2) 调整多功能键 MFx 和 MFy, 使电子束光斑变圆。之后再利用 Intensity 旋钮使电子束光斑变到最小 (直径不应小于 2 mm, 否则电子束可能会打坏荧光屏!), 继续调整并反复操作, 直至电子束变圆。

2.2 聚光镜光阑对中

在 SA 状态下, 用 Intensity 旋钮缩小电子束, 利用轨迹球 (beam shift) 移动电子束至荧光屏中心位置, 顺时针旋转 Intensity 扩散电子束约至第二个环的大小, 如果电子束不在荧光屏中心, 用聚光镜光阑的两个旋钮把电子束拖回中心。重复上述操作直至顺/逆时针旋转 Intensity 扩散电子束时, 电子束同心扩大或缩小。

3 电镜样品 eucentric height 的调整

- 1) 选择适当的放大倍数 (SA 状态) 和电子束强度, 并选择感兴趣的观察区域将较明显的特征点移至荧光屏中心;
- 2) 使用 search—stage panel 上的 α wobbler 功能 (图 12) (或者直接按功能键上选择的按钮, 本机为 L2 图 13);

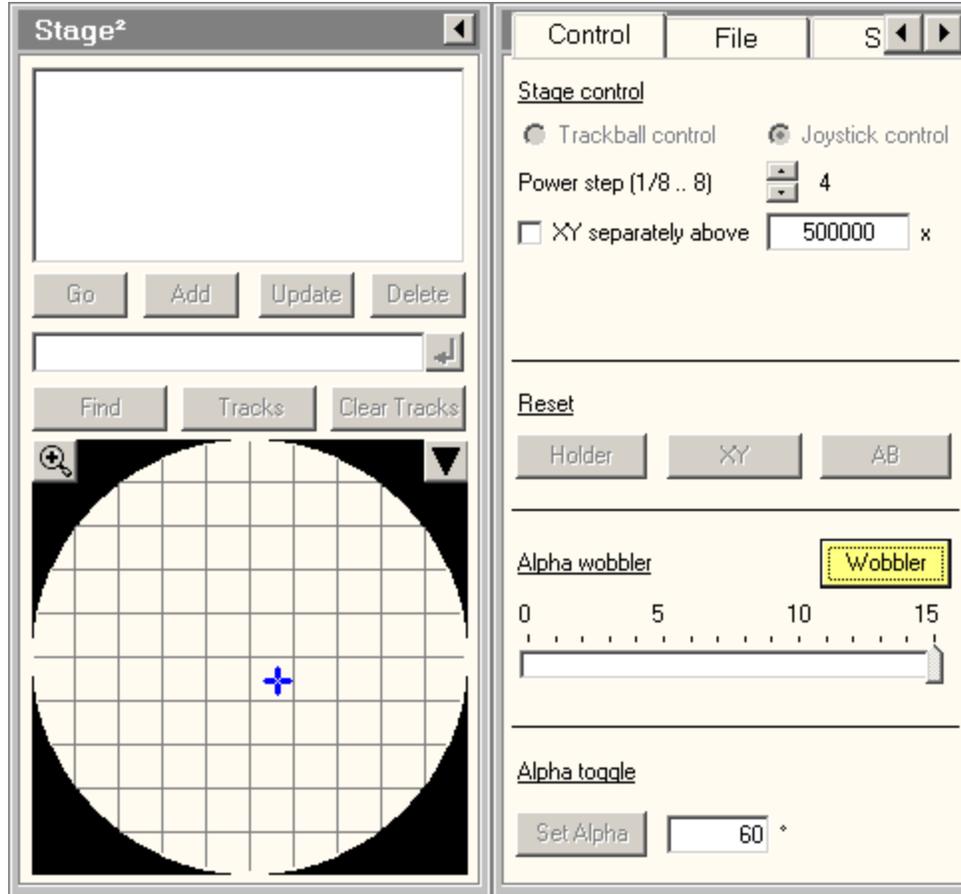


图 12

MF X:	
L1:	Norm all lenses
L2:	Alpha Wobbler
L3:	Spotsize -
MF Y:	
R1:	Screen lift
R2:	Reset Defocus
R3:	Spotsize +

图 13

3) 此时样品会随着样品台的摆动而摆动，通过调整 Z 轴使图像摆动最小或几乎不动即可。

4 Direct Alignment

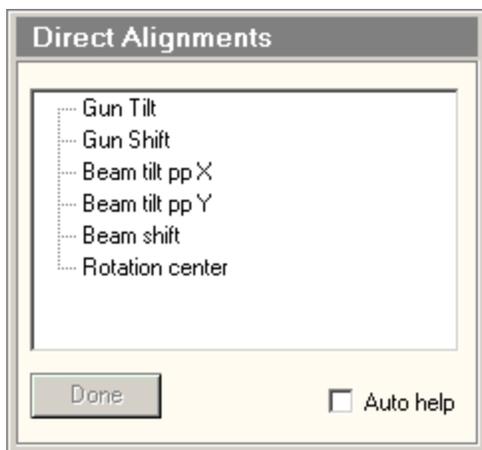


图 14

4.1 Beam tilt PPX、PPY

- 1) 选择 Direct Alignment 里的 Beam tilt PPX 选项，然后用 MFx 及 MFy 功能键调整两个电子束至重合
- 2) Beam tilt PPY 的调整同上

4.2 beam shift

选择 Direct Alignment 里的 beam shift 选项，然后用 MFx 及 MFy 功能键调整电子束至荧光屏中心

4.3 样品旋转中心的调整 (Rotation Center)

- 1) 若在聚焦过程中图像随焦距的变化而变化，则需要调整 Rotation Center。
- 2) 选择适当的放大倍数(从 1 万倍开始调，一般应调整到 10, 0000 倍以上)和电子束强度，并选择适当的观察区域（通常将较明显的特征点放至荧光屏中心）；
- 3) 选择在 Workset 的 tune 选项，选 Direct alignments -- Rotation Center，此时图像开始晃动，调整右面板上 Focus 的步长改变晃动幅度，利用左右面板上的多功能钮 MFx 和 MFY 使位于荧光屏中心的区域的晃动减少至最低即可。
- 4) 如果高倍观察特别是高分辨观察，最好每次都确认 Rotation Center. 如果高倍不易调整，可从低倍开始，逐级调整。

4.1-4.3 做完后点击 Done。

5、加物镜光阑

加入物镜光阑时，保证 $\alpha < \pm 25^\circ$ ；选择合适的放大倍数（SA 范围）

- 1) 点击右操作面板上的 Diffraction（打开）
- 2) 用 intensity 调电子束至最小
- 3) 加入光阑（钮拨至左侧）
- 4) 调整光阑的位置（在物镜光阑的两个旋钮）至电子束的中心
- 5) 用 MFx、MFy 调整电子束至荧光屏中心
- 6) 点击 Diffraction（关闭）

6、CCD set up

1) 选择 CCD camera (Eagle 或 Orius)

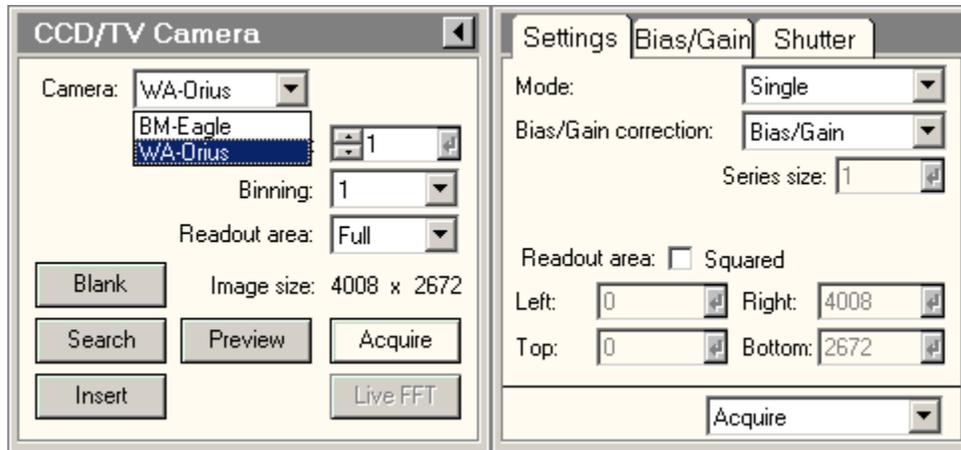


图 15

2) 设置 Search、Preview、Acquire 三种模式的参数 (integration time、Binning、Readout area)

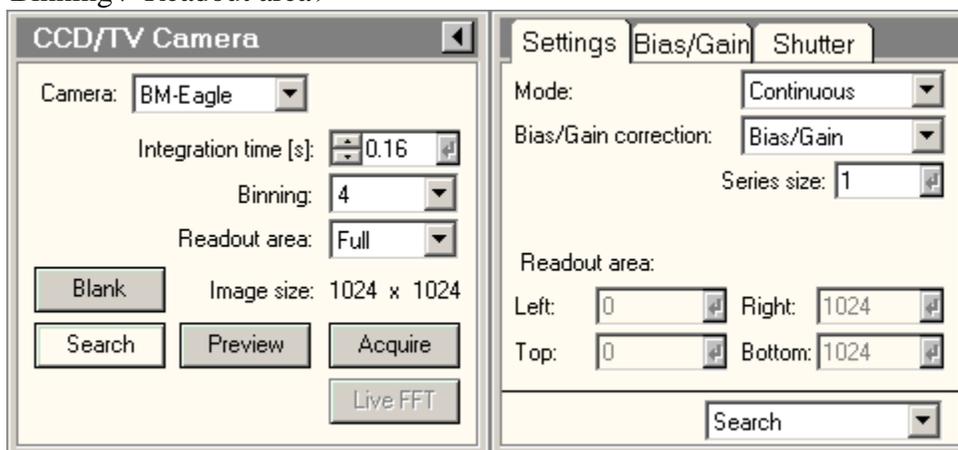


图 16

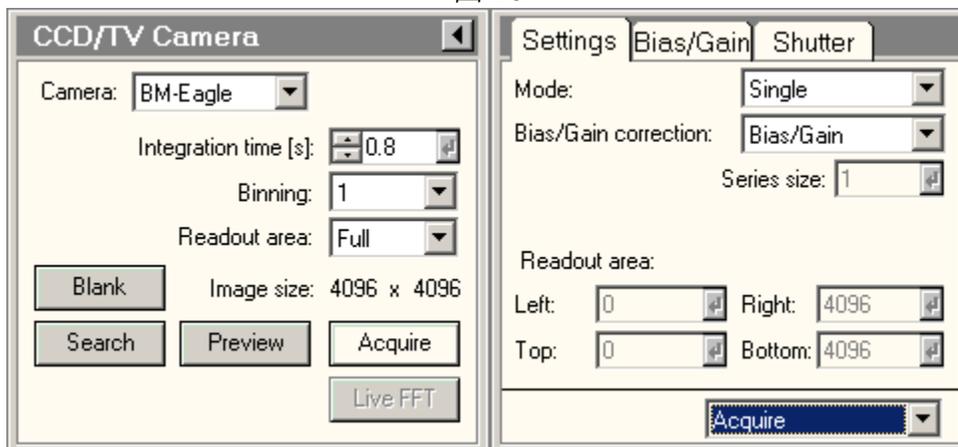


图 17

※无样品情况下，拍一张图，看是光分布是否细致均匀，如有特殊的背景，需做 Gain reference

7. 获取图像

7.1 找图像

- 1) 在荧光屏下找到感兴趣的图像（M、低倍 SA），用样品杆移至中心
- 2) 调整到合适的放大倍数，散开电子束，使其均匀分布于荧光屏上
- 3) 抬高荧光屏（功能键 R1）
- 4) 点击 Search，CCD 上即出现图像

7.2 物镜像散的调整

在拍摄照片前，尤其是高分辨率照片前，应调整物镜像散 Obj. stigmator；

- 1) 选择拍照区域并调整焦距（微欠焦）；
- 2) 在 TIA 软件中择 live FFT 打开 FFT 窗口，同时打开 workset 中的 stigmator 面板，选择物镜像散 objective；

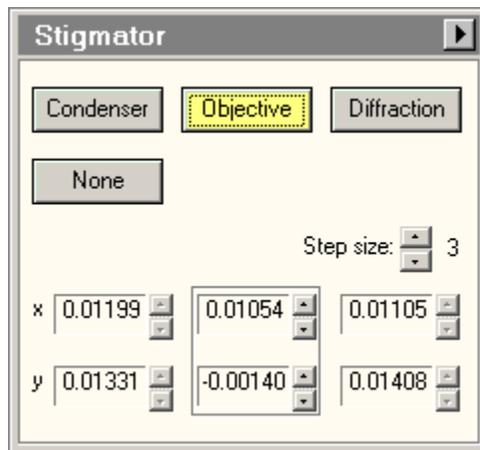


图 18

- 3) 调整焦距，使 FFT 斑点中心圆环变大，同时调整物镜像散，使 FFT 环变圆。调整 Focus 使中心圆环最大，调整物镜像散使圆环最圆（需要反复调整 Focus 和物镜像散）。最后的调整结果是中心圆环变大到几乎看不见。

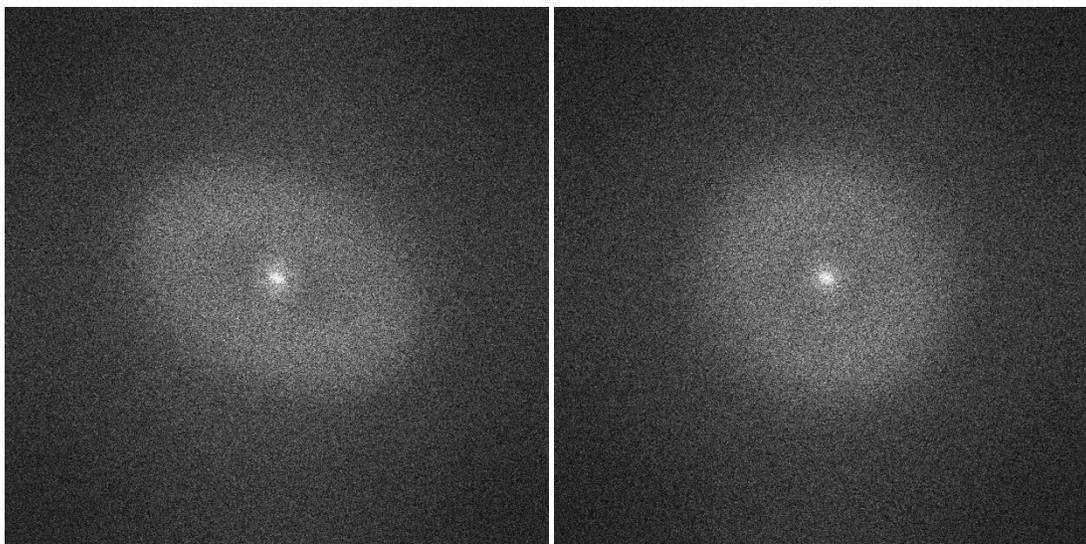


图 19a 消像散前

图 19b 消像散后

7.3 获取照片

点击 Acquire 即可拍照。

※ 不拍照时，荧光屏应该落下。

三 工作结束操作程序

- 1) 降低放大倍率到 SA 级别，电子束扩散至满荧光屏，以方便下次观察。
- 2) 取出样品杆（参见取出样品杆程序），装上样品杆堵头。
- 3) 关灯丝

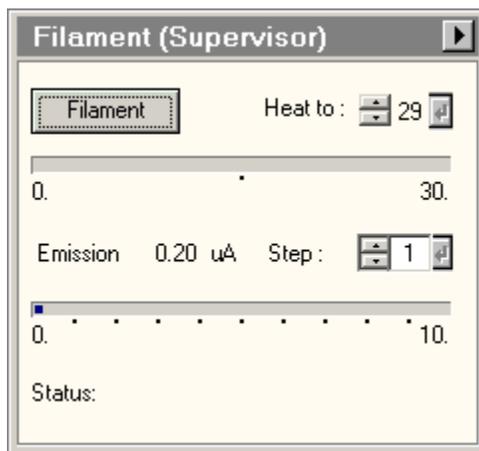


图 20

- 4) 逐步降低电压至 40kV 后关闭电压（点击 High Tension 使其变灰）

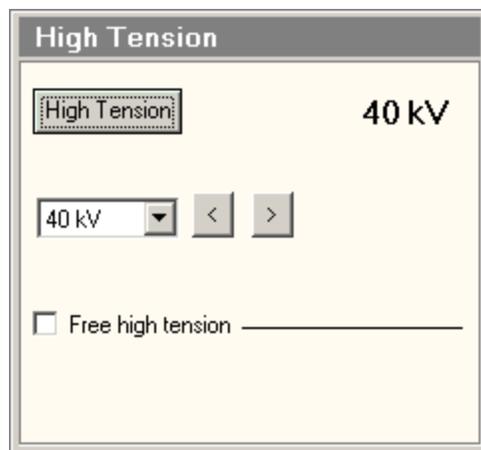


图 21

- 5) 移出冷阱，在原位放置一块干毛巾以免冷凝水滴入电镜。
- 6) 点击 Vacuum 弹出框，在如下图面板中设置点击 Cryo Cycle 使其变黄。

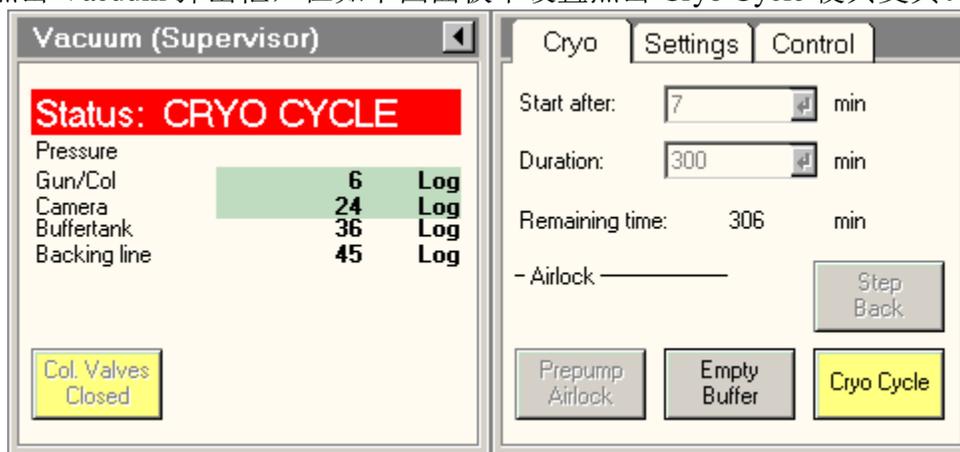


图 22

- 7) 关闭显示器。

四、 特别注意事项

- 1、在荧光屏上调电子束光斑时，任何时候都要防止束斑聚得太细，以防止烧坏荧光屏，在 TEM 模式下，目测光斑直径以不小于 2 mm 为宜，且不要在该尺寸保持太久。
- 3、软件打开顺序：UI 然后 DM 最后 TIA，关闭时顺序相反。
- 4、如果遇到软件不反应之类情况，可以先尝试 log off 账户，再 log in，以重启程序 (Ctrl+Alt+Delete)