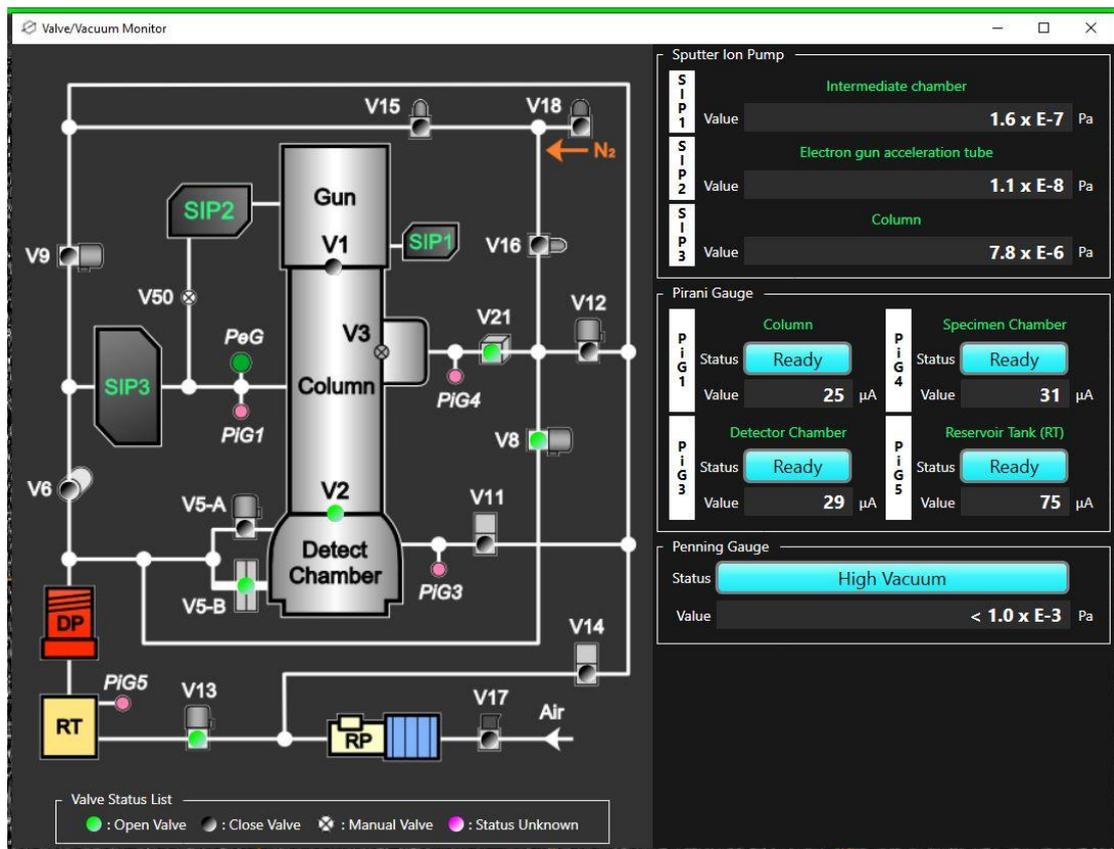


一、使用前检查仪器状态

1.1 、检查仪器真空度 SIP1 Value 小于 3×10^{-7} 、SIP1 Value 小于 2×10^{-8}

电压电流 (HT Voltage=200KV, 电流 Beam Curr.=110~120uA)

1.2 、确认仪器状态正常, 电镜开 beam 阀之前要确保 SIP3 Value 小于 2×10^{-5}



二、装样及进样注意事项 (本设备为自动进样)

2.1 样品安装

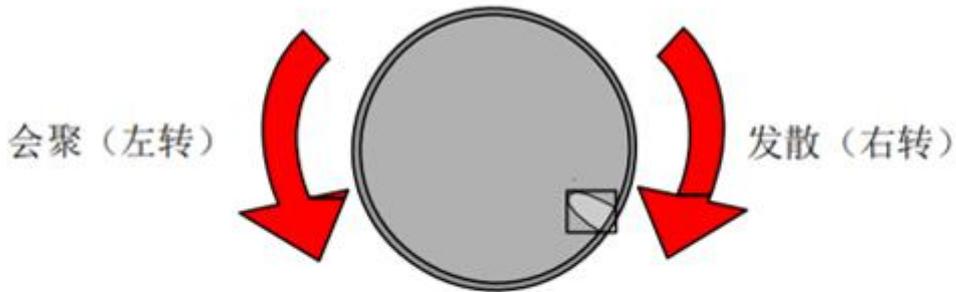
2.2 自动进样步骤

三、TEM 模式-形貌和高分辨拍摄操作步骤

2.1 拍照前光路调节及消像散操作

(注: F200 像散比较稳定一般不需要经常消像散)

1) 进样之后, 移动轨迹球找样品位置。可以搭配 brightness 旋钮和 Mag 旋钮, 改变倍数和光亮度。

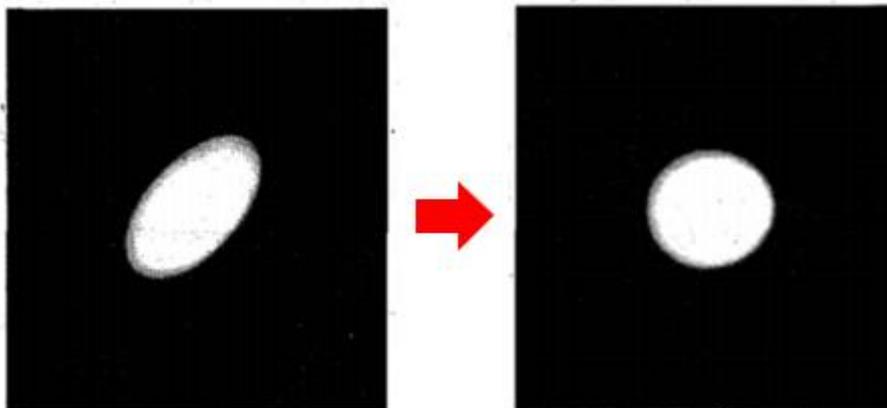


Brightness 旋钮的旋转方法, 不要进入逆光路状态

2) 找到样品区域, 放大倍数调至 25K, 进行光路调整:

a、用 Brightness 旋钮将光束会聚成一个小点, 再用 shiftX/Y 旋钮将光调到荧光屏中心。

b、**消聚光镜像散:** 将光稍微发散一点些, 此时若光斑不圆, 点亮 COND STIG 按键, 旋转 DEF/STIG X/Y 旋钮, 将光斑调圆, 并取消 COND STIG 。



c、调节样品高度: 双击 **STD/FOCUS** 对 Z 高度进行复位, 点亮 **(IMAGE@WOBB)/X**, 通过 **Z+**、**Z-** 按键进行调节样品高度, 至样品无

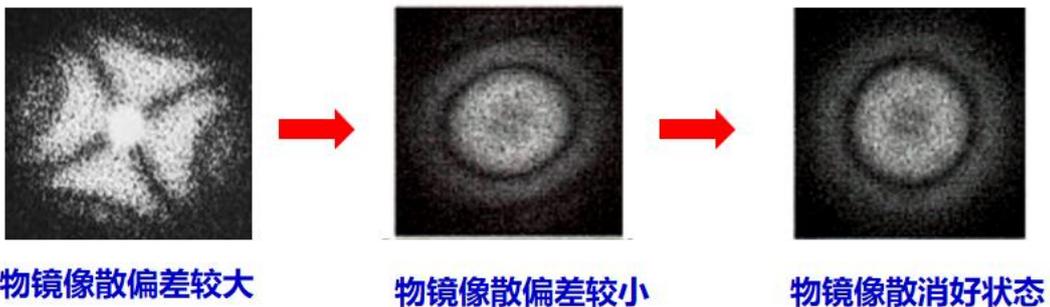
明显晃动，并取消(IMAGE@WOBB)/X；

d、移动轨迹球找到样品的非晶区域（可以移动到碳膜位置），放大倍数切换到 **100K**，将光散开至比荧光屏大一些，按 **screen retract** 抬屏使用底部 CCD 观察（抬屏的时候一定要保证，光散开。）

e、在 GATAN 相机窗口点击 process LiversonFFT，调出 2D FFT 图。一边观察 FFT 图像，一边旋转 OBJ FOCUS 旋钮，在图上看到圆环时停止。

f、消物镜像散：点亮 OBJ STIG 按键，旋转 DEF/STIG X/Y 旋钮，将圆环调至最圆状态，并取消 OBJ STIG。

g、像散消完后，点击 F1 将荧光屏放下，（注意：抬屏时不可进行 Brightness 调光和 Mag 切换放大倍数操作）



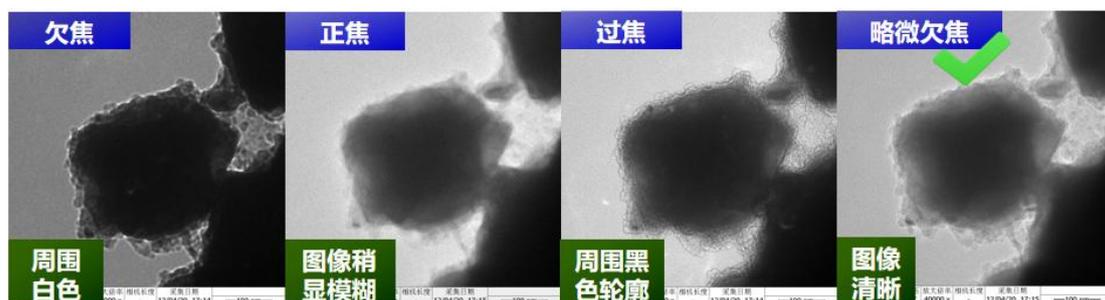
2.2 拍照步骤

1) 更改文件保存路径及文件名称：上方任务栏中 My Setting –Data Filling，更新数据文件夹及样品名称、编号；

2) 将目标样品移至荧光屏中心，调整放大倍数及荧光屏亮暗，按“F1”抬起荧光屏；

3) 此时开始实时采集，调整样品聚焦，（OBJ FOCUS，COARSE 粗调、FINE 细调）：焦距有三种状态：欠焦、正焦和过焦。通常图片以略微

欠焦为宜。不要拍出过焦的照片，以免将黑色的菲涅尔条纹当做壳层。



4) 聚焦调至最佳状态后，点击 Single 按钮拍照。

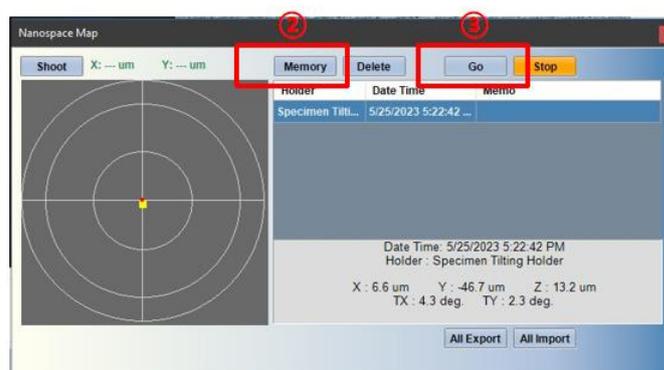
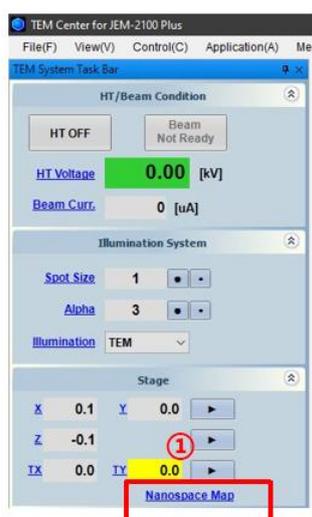
3) 按“F1”放下荧光屏，使光源信号从拍照软件切换回荧光屏（使荧光屏亮）；

4) 更换拍照区域，重复上述调焦步骤，拍照。

2.3 记录样品位置

1) 样品的高分辨像或者其他问题，调不出最佳图像需要帮助时，可以先记录样品位置，之后联系管理员辅助拍摄。

2) 点击 Nanospace Map ,在弹出的任务框中选择 Memory 即可记录样品位置，单击选择样品位置信息，点击 Go，可移到到样品记录位置。



四、STEM 模式明暗场成像

1、点击 TEM Center 软件上模式切换，由 TEM 切换至 Scanning，

自动执行 Relaxation，切换至 STEM 模式。

2、Probe size 一般选 6~8（仅采图，不做 EDS 的情况下）。EDS 可根据情况选择大一些的束斑，推荐 3~5。如配置了 BEI 探测器，推荐使用更强的 1~3 束斑。

3、点击 Ronchigram（TEM Center—Scan—Ronchigram，如选配了附加右面板可直接点击 Ronchigram 按键）。

4、样品移动至非晶或多晶区域（一般选择 FIB 的 Pt/C 喷镀层即可）。

5、Mag~200k 以上，退出全部 CL 光阑或选择 200 μ m CL 光阑，用大荧光屏相机观察，相机长度设置到 1000mm。

6、调节 Z 至正焦（Ronchigram 最小最圆）。

7、消除 CL 像散，如果 Ronchigram 不圆，可点击左面板 CL STIG+DEF/STIG 将 Ronchigram 调圆。

8、插入 3 号 40 μ m CL 光阑，调节光阑的位置使之刚好套住 Ronchigram 的圆。

9、退出 Ronchigram，STEM 探测器自动插入开始 Scan。

1) 如果要做 ADF: 设置 Camlength 400mm 或 300mm, 最好 400mm;

2) 打开大荧光屏相机，用 PLA+DEF/STIG 将光斑移至 ADF 探测器中心;

3) 用右面板 Gain 和 Offset 分别调节图像的对比度和亮度至最佳衬度。

2) 如果要做 HAADF, 设置 Camlength 150mm 或 200mm。打开大

荧光屏相机，用 PLA+DEF/STIG 将光斑移至 ADF 探测器中心；3) 用右面板 Gain 和 Offset 分别调节图像的对比度和亮度至最佳衬度。

3) BF 和 DF 可同时成像。

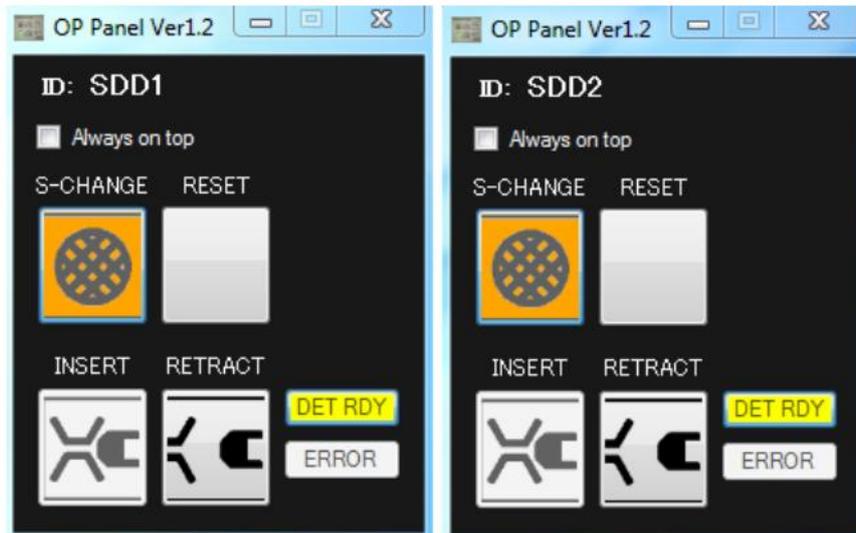
4) 配置有 BF 光阑，可做 ABF。Ronchigram 250nm or 300nm，通过底插相机观察，插入 BF 1 号 ABF 光阑，通过光阑的大小确定合适的 camera length (Ronchigram 圆环与 ABF 光阑外环大小差不多)，暂时退出 ABF 光阑，插入 CL 3 号光阑套住 Ronchigram，再插入 ABF 光阑，退出 Ronchigram 开始扫描，此时 BF 探测器所成即为 ABF。

5) TEM Center 软件界面，Search 模式可快速查看图像，Focus 模式可以用来区域或全屏聚焦，Record 模式为实际拍照的设置，一般低倍像拍照可设置 1024*1024，Dwell Time 30~50 s，视样品倍率和漂移情况确定。点击 Capture 拍照。STEM 图像可以调整 TEM Center 软件右下方 Scan rotation 方向，从而获得个人想要的图像方向。测试工作结束请务必回复至初始状态，以免条件混乱影响他人使用。

注：在 DM 软件中采集数据；原子像一般在 15M 以上才能看到，关键是 Focus、像散、亮度对比度调节。如果需要做分析，需要增到束斑到 0.5nm 以上，并用三号聚光镜光阑得到较好的信噪比。

五、能谱操作

能谱探测器插入/拔出窗口



S-CHANGE: 探测器处于未制冷状态, 未插入。通常 1 小时不操作时, 探测器会自动加

热。此时右图下方的计数 cps 可能较大, 属于正常状态。

RESET: 停止报警蜂鸣器, 此时间问题并未解决, 需要仔细排查或联系售后工程师。

INSERT: 转换为分析模式, 探测器插入分析位置。

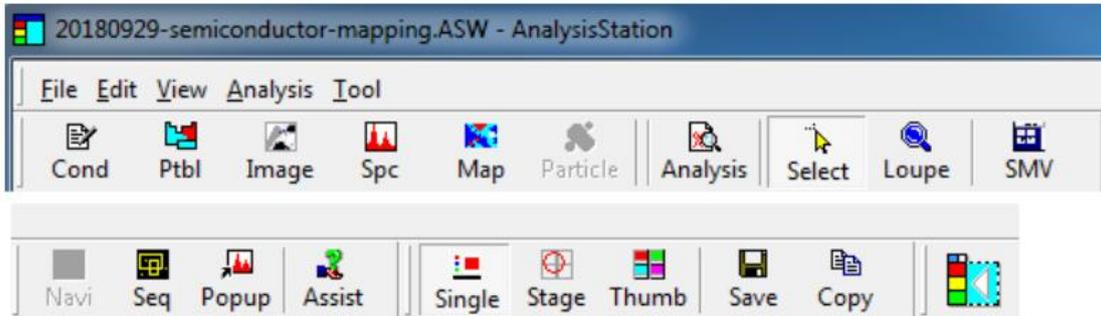
RETRACT: 探测器处于制冷状态, 未插入。

1、插入能谱探头, 首先从 S-CHANGE 切换到 RETRACT 状态, 然后再 INSERT。

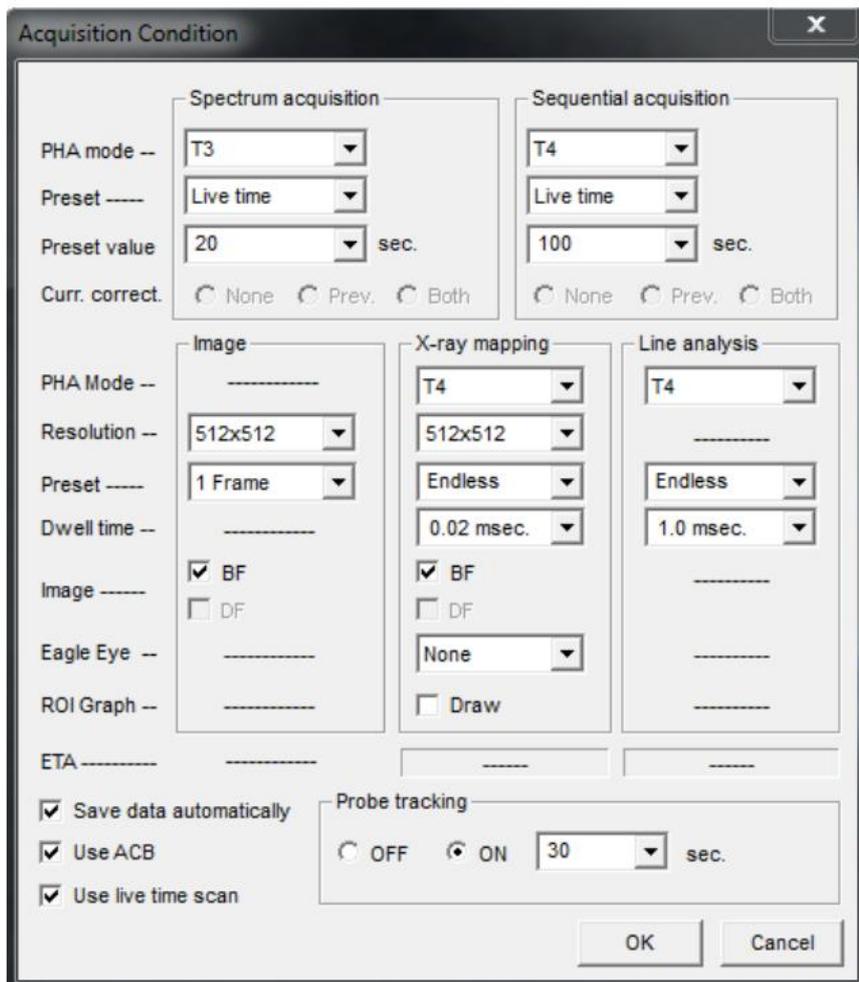
注: 点击 RETRACT 时, 能谱探测器首先开始冷却, 此时会发生颜色变化, 当颜色变成浅绿时, 方可点击 INSERT, 插入能谱探头。探头插入状态下, 不可插入或者拔出样品杆 (F200 自动进出样品杆时, 能谱探头会自动退出, 但是切换成手动模式时需要谨慎)。

参数设定

1. 打开 Analysis Station 软件。菜单栏和工具栏。



2. 点击 Cond 后，打开参数选择窗口，。其中左侧英文部分表示选择参数的名称，对应右侧可以选择不同的参数。比如 PHA mode 可以选择 T1~T4 这 4 个参数。右侧分为 5 个模块，分别是 Spectrum acquisition、Sequential acquisition、Image、X-ray mapping 和 Line analysis。



3、Spectrum acquisition 设定采集某个位置能谱的参数。采集时，在 TEM center 软件的 scan 项目下，选择 spot 出现十字交叉点，即可测量交叉点位置的能谱图，不需要把 STEM 的图像传输到 Analysis Station 软件中。Sequential acquisition 设定连续分析参数，连续分析对应工具栏中的 Seq。它可以进行点和区域的能谱采集，也可以实现多点分析构成的线分析。进行此项采集时，需要把 STEM 图像传输到 Analysis Station 软件中，再进行测量。

4、Image 设定传输图像的参数。

5、X-ray mapping 设定面扫描分析的参数，同样需要传输 STEM 图像。Line analysis 设定线扫描分析的参数，它与 Seq 中的线扫描原理不同，需要传输 STEM 图像。

6、PHA (Pulse Height Analyzer) mode 表示采样速率，数值越大能量分辨率越高，但是测量时间也越长。T4 时间最长，也最常使用。扫描电镜也用此款软件，扫描样品厚，X 射线多，故常用 T1 和 T2 态，透射样品多用 T3 和 T4 态。

7、Preset 表示能谱测量时计算时间的方式，Preset value 对应设定分析的时间。在 Spectrum acquisition 和 Sequential acquisition 中，Preset 包括 Endless、Live time、Real time 和 C-K、O-K 等，其中 Endless 为连续分析方式，需要手动停止测量；Live time 表示分析校正死时间系数后的测量方式，例如死时间为 20%，那么预设 20s 时，实际用时为 $20 \div (1-20\%) = 25s$ ；Real time 表示实时分析，即正常计时时间；选择 X-K (X 表示某一元素) 时，preset 改为 counts 计数 (默认

10000), 即 X 元素峰值计数达到 10000 后停止。在 X-ray mapping 和 Line analysis 中, preset 包括 Endless 和 Frame, Endless 表示手动停止能谱分析;

8、Frame 表示扫描的帧数。

9、Dwell time 表示每个 pixel 的分析时间。

10、Use ACB 表示传输图像的时候软件自动调节衬度和对比度。

11、Probe tracking 是漂移校正功能, 在 on 状态下设定时间, 每隔设定的时间系统会自动漂移校正, 低倍下可以设置较长时间。在原子级别面扫描时, 关闭漂移校正功能, 使用皮米级移动样品功能, 即开启滚轮操作仪上的 Fine。

点分析

1、点或区域的能谱测量: 移动样品至分析区域。点击 Analysis Station 中的 image, 把图像传输到软件中。

2. 点击 Seq, 打开分析窗口, 从分析窗口中选择点或矩形, 并在传输的图片上选则点或矩形的位置。

3. 点击 Start 即可开始分析, 所得的结果为点或矩形区域的 EDS 谱图。

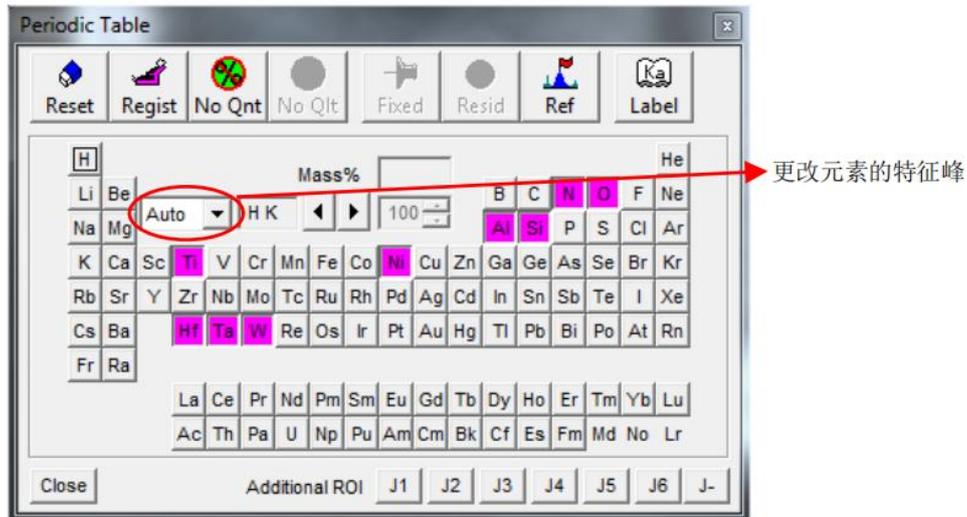
寻峰

1、当开始测定时, Analysis Program 窗口打开, 并且显示图谱。

2. 点击工具栏中的 Qual.弹出周期表窗口。

3. 在能谱图上会自动标识检测到的元素, 但部分元素可能因为峰值相对较低而无法标识。某些元素未自动识别时, 可以双击周期表上的

元素，标记为粉红色后即可。



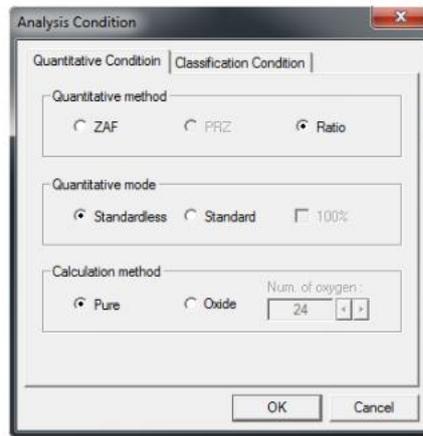
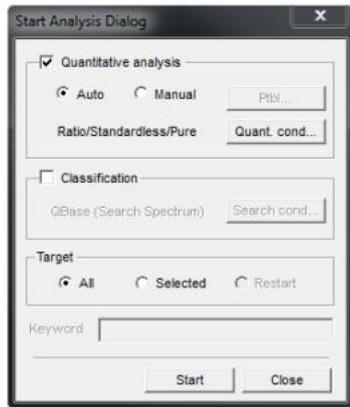
4. 如果周期表没有打开，可以点击能谱窗口工具栏中的 Ptbl，打开元素周期表，然后选择需要分析的元素（双击）。

5. 如需更改元素的特征峰，例如从 K 峰转为 L 峰，可以从下拉箭头处选择。

定量

1. 点击 Analysis Program 菜单中的 Quant，弹出 Quantitative analysis results 对话框。

2. 设定计算参数：Quant method 中选择 Ratio，Quant mode 选择 standardless，Calc. method 选择 pure。注：这三个选项卡中另一项适用 SEM 样品定量分析。



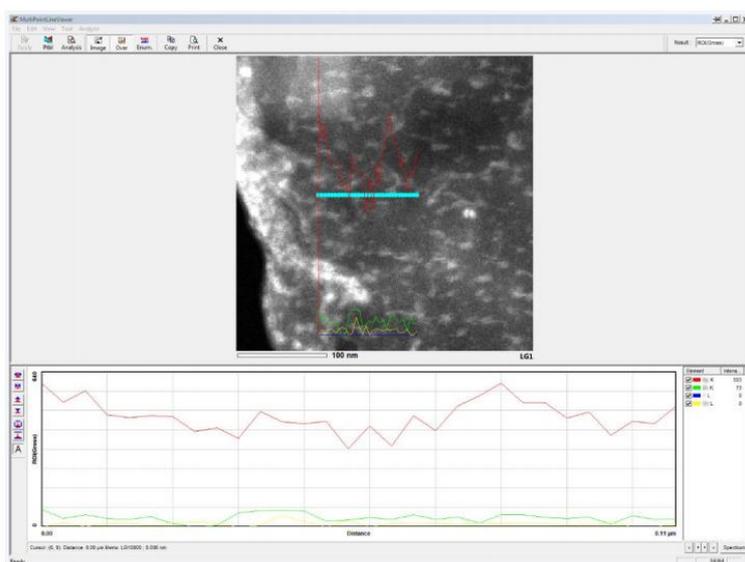
3. 窗口下方显示的是定量结果。在 Element 栏中，包含元素种类和计算所用的峰。Ref 表示计算所用的基准元素。
4. 从周期表中选择需要排除计算的元素，点击 No Qnt，所选元素变成绿色，在定量分析结果的窗口中该元素仅显示名称，而无计算数值。其余元素计算总和为 100%。
5. 图像上存在多个测量点位时，点击 Station Analysis 工具栏上的 Analysis，在弹出的对话框中选择“定量调节”，设置参数同上，点击开始即可同时定量分析多个点或区域的元素信息，它们测量的元素是统一的。

线分析

多点分析构成的线分析：

1. 在 Sequential acquisition 中选择 Line 分析选项，在下方的点数位置设置在这条线上分析的点的数量。
2. 在传输的图像上选择线的位置和长度，开始测量，点击 Start。
- 3 测量完毕后，选择 Analysis，弹出分析窗口。

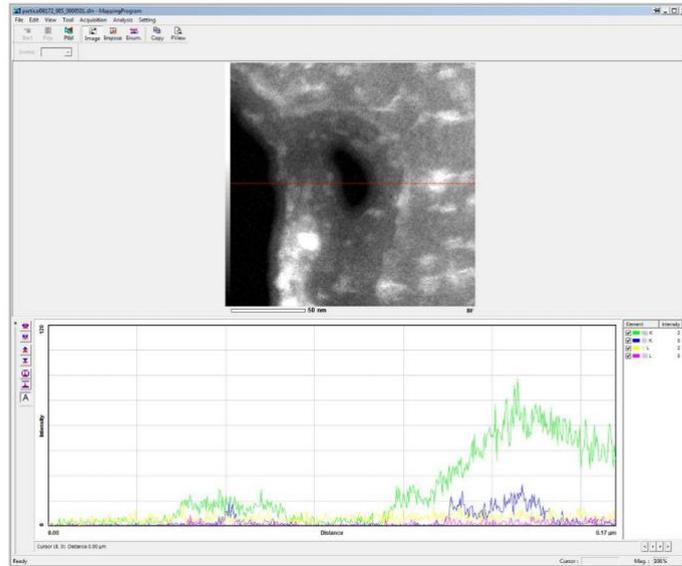
4. 设置参数，ROI 项可随意设置，点击 OK 后，对所有测量点进行定量分。
5. 在弹出的窗口点击 Overlay，可以把线（多点）分析的结果叠加到图像上。



连续扫描线分析：

1. 移动样品至分析视野，点击 Image，把图像传输至软件中。
2. 点击 Ptbl，打开周期表，选择需要分析的元素。
3. 在传输图像上需要测量的位置点击鼠标右键，选择 Line Analysis。
- 4 启动 Mapping Program 和 Analysis Program，开始测量。

注：连续扫描仅限于水平方向的扫描，不能做垂直方向的扫描，但 STEM 下可以转动图像。



面分析

1. 移动到分析视野，点击 Analysis Station 中的 Image，把图像传输到软件中。
2. 同样点击工具栏上的 Map，开始面扫描。注意，如果此时有其他 Mapping 文件处于打开状态，Map 不可选择。
3. 打开元素周期表，选择需要分析的元素，点击 Mapping Program 中的 Play，显示其面扫的实时/最终结果。
4. 当设定的分析时间结束时，面扫结束，参数设定见 6.1 节。如果设定为 Endless，需要手动停止扫描。停止时，在停止窗口点击 STOP，在弹出对话框选择 FrameEnd，则面扫描会在此帧结束后停止，如果选择 Immediately，扫描立即停止。前者可以继续进行面扫，再点 Mapping Program 工具栏中 Map 即可；后者不可继续扫描。
5. 扫描过程中或结束后可做滤波处理。扫描时点击 Mapping Program 工具栏中 Setting 下的 Real time Filter 即可滤波，扫描结束时点击

Tool 下的 Filter 滤波。低倍下常用 3 x3A 的 auto 模式，原子级别用 Wiener 模式。

6. 更改元素颜色，选择 Mapping Program 菜单 Tool 中的 edit element palette 项，从调色板编辑的元素列表中选择需要变更颜色的元素，对窗口下方色彩栏右侧点击右键，选择 Change color，选择合适的颜色，Apply Now 即可。

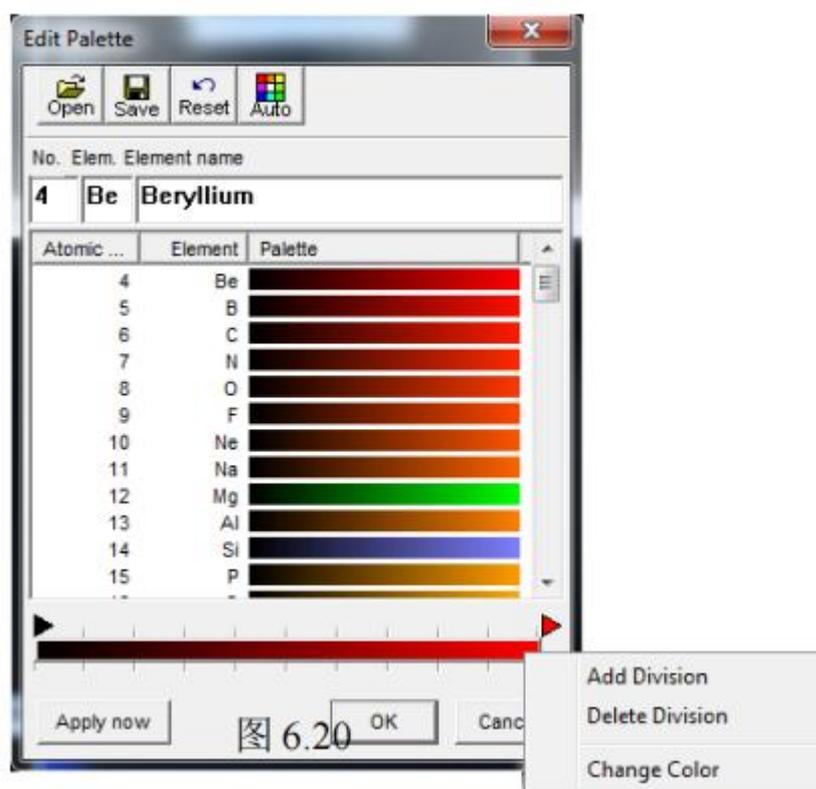


图 6.20

7. 元素图像的叠加：点击 Mapping Program 中的 overlay。拖动想要复合的元素进入红、绿、蓝方块中即可实现元素面扫图像叠加。

注：可实现三种元素叠加，叠加颜色为红绿蓝三原色。