

Talos L120C 用户操作快速指南

一、开始实验

1、填写实验登记册，确认设备状态良好。

- a. 每天第一个用户，检查登记册上昨天最后一个状态记录；
- b. 如果你不是当天第一个用户，检查登记册上上一位用户的使用记录，确认电镜状态良好。

注：检查设备状态，是每个电镜用户的责任。若在使用前，设备有任何异常，请联络设备管理员确认。

2、检查样品杆，确认样品杆的状态良好。

3、给电镜冷阱（图1）加注液氮：

- a. 如果你是当天第一个用户，请把液氮加满。

具体操作方法如下：将冷阱竖着放置桌面上，向冷阱中倒入半罐液氮，待液氮表面平稳后，再将冷阱转移至电镜铜导线位置处，缓慢地将铜导线放到冷阱中后放稳冷阱。完成以上步骤后再将冷阱中加满液氮，盖好盖子，冷却15分钟后再开始使用电镜。

- b. 如果你不是当天第一个用户，实验开始前请确认液氮是否已经加满。

4、升高压（High Tension）

液氮加好后，确认高压（High Tension）是否为关闭状态。如右图2所示，在【Setup】界面中，当【High Tension】按钮为灰色时（图2红色箭头所示），表示此时高压为关闭状态。

升高压的具体操作方法如下：

在【Setup】界面中，找到 High Tension 以及 Filament 两项。鼠标左键单击 20kv 旁边的下拉三角形打开下拉菜单，选择 60kv，如图 3 所示。然后鼠标左键单击【High Tension】，按钮颜色由灰色变为黄色，如图 4 所示。先将高压升至 60kv。观察 Filament 中



图1

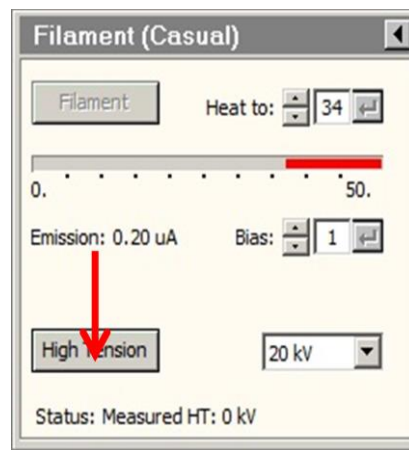


图2

Emission 电流变化情况，（图 4 中红色方框所示位置），待电流值基本不变后，点击 High Tension 菜单旁边向右按钮，高压值由 60 kV 增至 80 kV，再次观察 Filament 中 Emission 电流变化情况，待电流值基本不变后，再点击 High Tension 下拉菜单旁边向右按钮增加高压值，如此几次直至高压升至 120 kV。

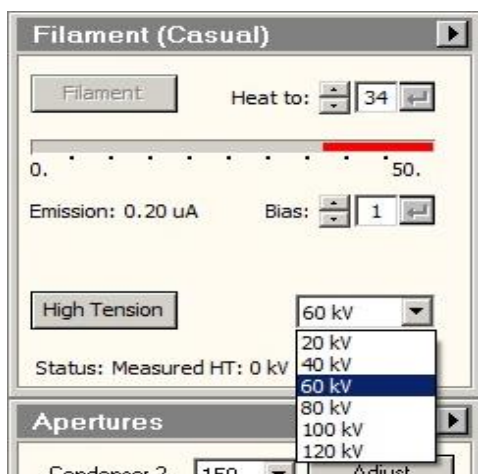


图3

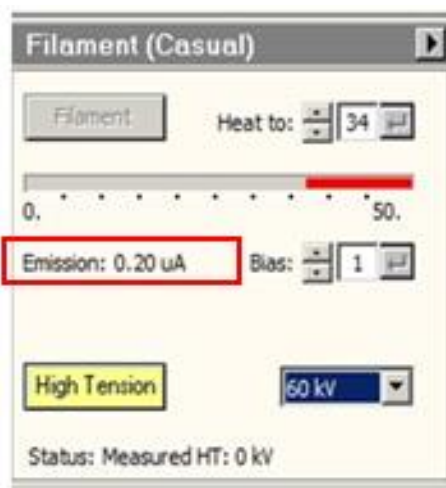


图4

二、常温样品杆载样

准备工作做好之后，可以将样品载入常温样品杆（Single tilt holder）中，准备上样。常温样品杆如图 5 所示。

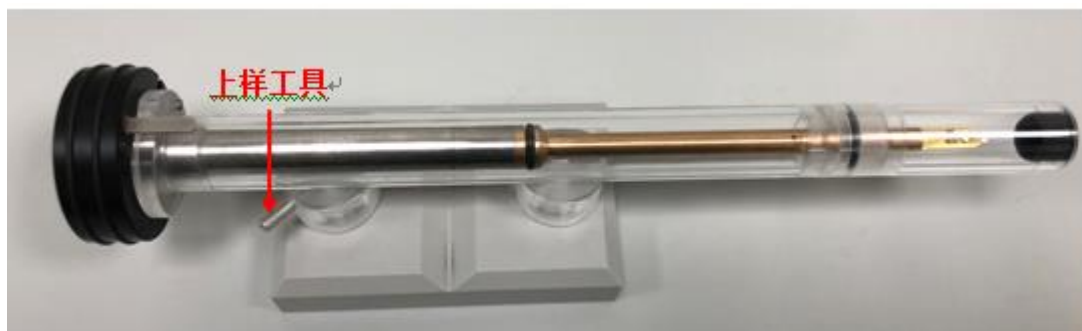


图 5



图 6



图 7

如图 7 所示，用上样工具将样品夹具抬起后，将样品正面朝下放置于样品位置而后将夹具放下夹住样品。旋转样品杆 180° 确认样品已夹好不会掉落。

三、常温样品杆上样

1、上样前准备工作如下：

a. 归零样品台

在【Search】界面下，点击向右三角按钮，选择【Control】界面下的【Holder】按钮（图8、9），以归零样品台（归零状态如图10所示）。

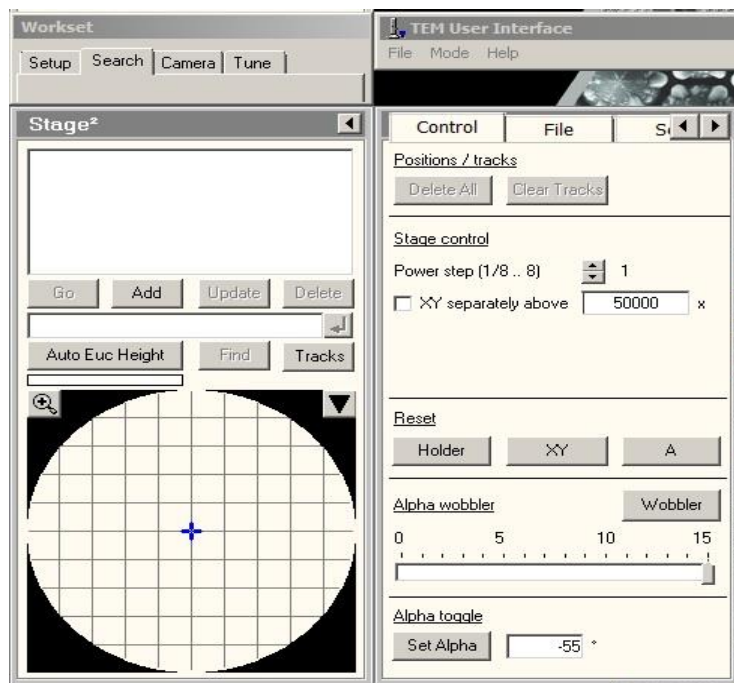


图8

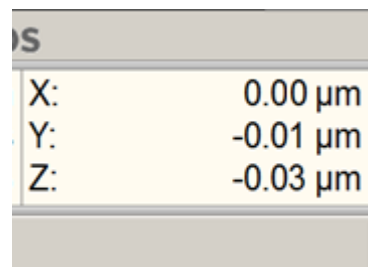


图10

b. 确认物镜光阑退出。

c. 确认此时电镜灯丝为关闭状态。

- d. 确认荧光屏为放下状态。
- e. 在电脑屏幕右下角菜单中打开【Vacuum Overview】菜单。

注：在插拔样品杆时，一定要随时观察镜筒内的真空度变化。破真空会对电镜灯丝造成不同程度的损坏，严重情况可能造成灯丝的直接损毁。

2. 将样品杆插入样品台

- a. 样品台标有Close和Open字样，表示了样品台预抽室与镜筒相连通的阀门的开关方向。将图6中销钉的位置对准Close方向（即样品台5点钟方向）后，将样品杆插入样品台（如图11所示），此时样品台红色指示灯亮起（如图12所示），Turbo泵开始抽真空。



图11

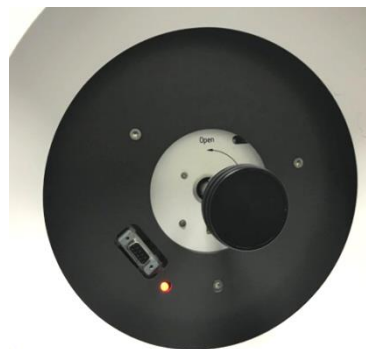


图12

- b. 电脑屏幕提示选择样品杆。选择【Single Tilt】，然后鼠标左键点击回车按钮。Turbo到100%左右后，【setup】界面提示倒计时（如图13所示）。

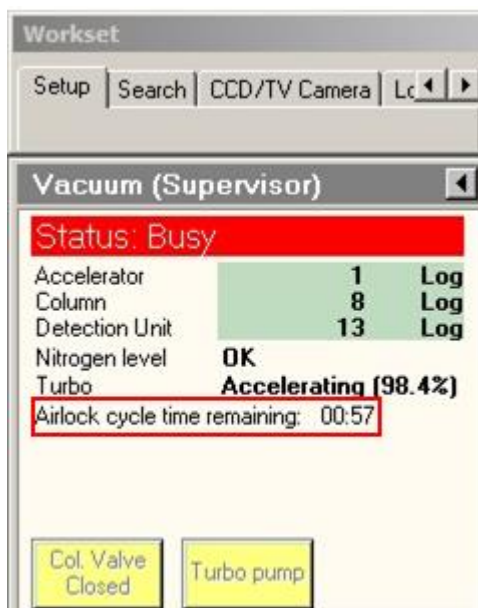


图13

c. 机械泵工作倒计时完毕后，样品台指示灯熄灭。此时，手握样品杆，缓慢逆时针（朝open方向）旋转，直至销子对准样品台6点钟方向，然后缓慢将样品杆完全放入样品台。

d. 样品杆放入镜筒后，稳定3分钟，观察镜筒真空度。待镜筒真空度（Column）稳定15Log以下之后（如图14所示），可以开始加热灯丝。

注：更换样品之前，一定要确保先关掉灯丝；待再次放入样品且真空稳定后，再加热灯丝。防止熔融态灯丝接触大量空气而过度损耗。

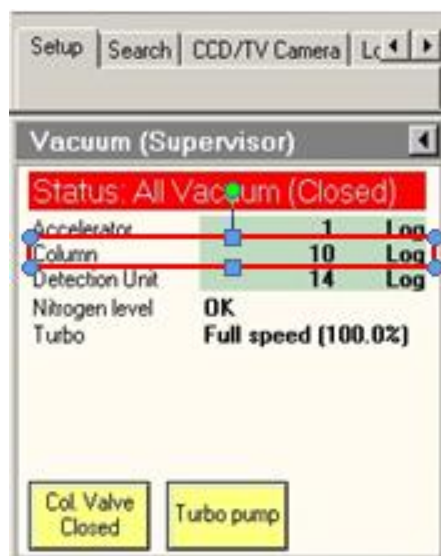


图 14

e. 加热灯丝：真空稳定后，开始加热灯丝。鼠标左键单击【Filament】按钮（图15中红色方框所示），按钮由灰色变为黄色（图16）。此时，灯丝开始自动加热至设定的饱和点。Emission值最终稳定在4-5 μ A。灯丝加好后，如图25所示。灯丝加好后，可以打开镜筒阀门准备光路合轴。

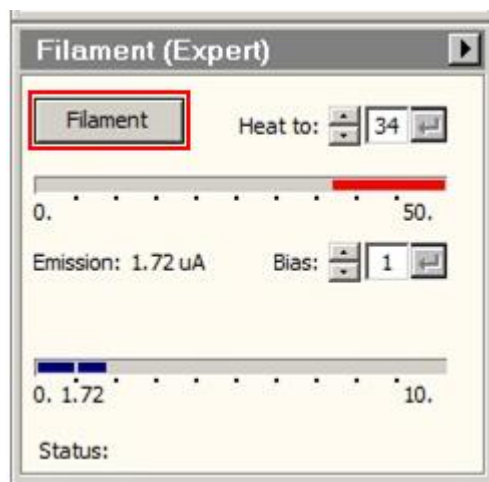


图15

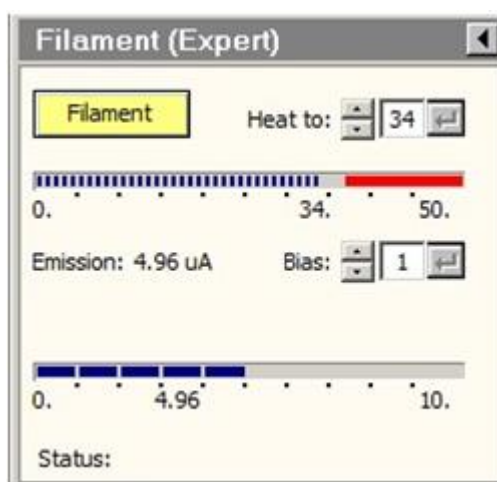



图16

四、基本光路合轴

打开镜筒阀门，如图17，鼠标左键单击【Col. Valve Closed】按钮（红色方框所示）。按钮由黄色变成灰色，表示此时镜筒阀门从关闭状态变为打开状态。打开Flu Cam  可在屏幕界面上看到绿色的光，即为电子束。

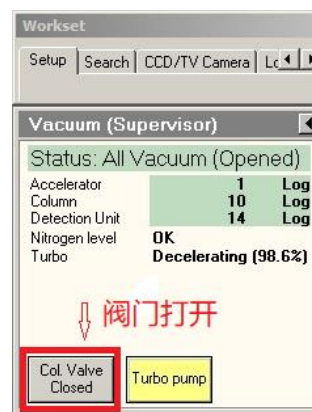


图 17

注：若打开镜筒看不见电子束，按顺序依次尝试以下操作，直至看到电子束为止：

- 通过调节【Magnification】旋钮将放大倍数降至500倍左右，然后适当调节【Intensity】旋钮；
- 用【Joystick】适当移动样品位置
- 将Spot Size 降至1；
- 联系管理员。

电镜的左手控制面板（LHCP）和右手控制面板（RHCP），请掌握面板上的各个主要按钮功能。

按RHCP上的【Eucentric】按钮，将各级聚光镜调至Eucentric位置，即磁透镜默认的最佳聚焦位置。



1、样品高度调节（Z axis）

几百倍下找到样品中的一个标志点（如脏东西或碳网边界处），移动样品台使标志点处于荧光屏的正中心。顺时针旋转Magnification旋钮，调节电镜放大倍数至2000X至3000X，微缩光斑（逆时针旋转Intensity）直至充满荧光屏状态。鼠标左键单击【Search】——【Control】，方法1：点击【Control】界面中的【Set Alpha】（变为黄色）（图19），使样品台倾转-15°，此时原处于荧光屏正中的标志物会偏移出中心位置，按右侧控制面板最右侧的【Z axis】的上键（+）或下键（-），使标志物重回荧光屏的中心。再次点击【Set Alpha】（颜色由黄变灰），使样品台恢复为0°；方法2：点击Control界面中的【Wobbler】（变为黄色）（图20），此时样品台开始左右摆动。在荧光屏上可以看到样品沿某个方向来回晃动，按右侧控制面板最右侧的Z axis的上键或下键，将样品的晃动幅度调节至最小，以静止不动为最佳位置，最后鼠标左键单击【Wobbler】按钮结束操作。

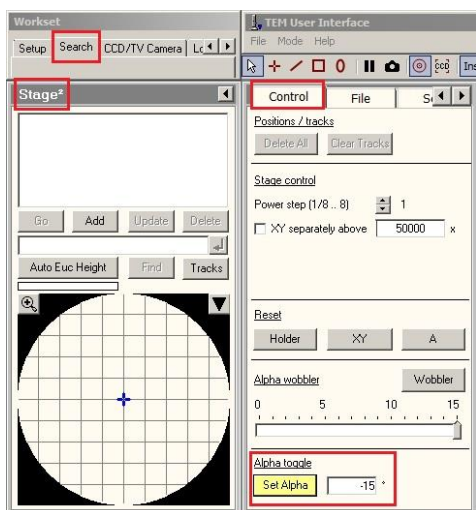


图19

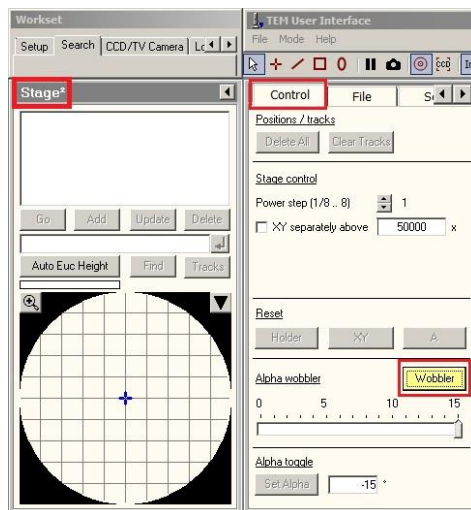


图20

2、 Direct Alignment

在菜单下找到【Direct Alignment】界面（不同账号下的Direct Alignment在菜单中的位置会有不同）。如图21所示。需要调节的项目只有4项（图3红色方框所示）：

Beam tilt pp X

Beam tilt pp Y

Beam shift

Rotation center

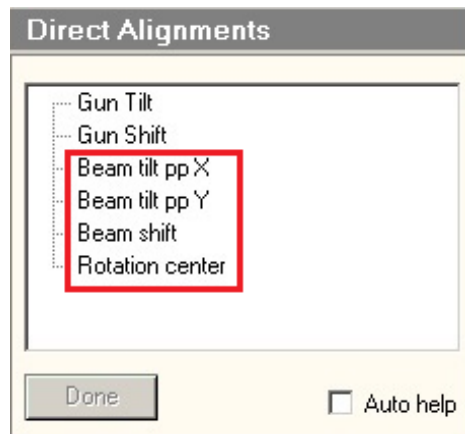


图 21

注：灯丝状态十分稳定，请不要自行调节【Gun Tilt】和【Gun Shift】。如果光束亮度十分弱，请联系管理员调节。具体调节方法如下：

Beam shift 调节：

放大倍数增加至 13500 倍左右或至高倍（LH）区间，用 LHCP 上的【Intensity】旋钮将光束汇聚为一点。鼠标左键单击【Beam shift】，用多功能键 X/Y 旋钮(即 MF X/Y)将光斑调至荧光屏中心位置。调好后，鼠标左键单击【Done】。

Beam tilt pp Y 和 Beam tilt pp X:

放大倍数不变，鼠标左键单击【Beam tilt pp X】(图 22)，此时会观察到汇聚光束光斑沿 X 方向闪烁跳动，如图 23 所示。通过多功能 X/Y 旋钮将两个跳动

的光斑调至重合，调好后鼠标左键单击【Done】。

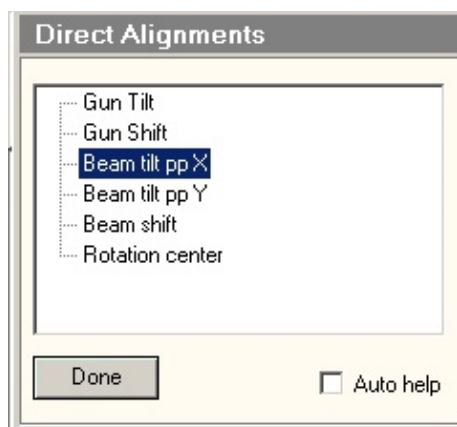


图 22



图 23

同样的，鼠标左键单击【Beam tilt pp Y】，此时观察到汇聚束光斑沿 Y 方向闪烁跳动。通过多功能 X/Y 旋钮将两个跳动的光斑调至重合，调好后鼠标左键单击【Done】。

Rotation center 调节：

放大倍数调至35000 倍左右，在样品上找到一个标志物（feature），鼠标左键单击【Rotation center】，此时观察到标志物会左右来回摆动。通过多功能 X/Y 旋钮，将标志物摆动幅度降到最低。好的 Rotation center 下，标志物的变化应当像呼吸一样同心缩放。调好后选【Done】。

3、聚光镜消像散（Condenser lens stigmator）

若扩大或收拢光斑时，光斑不圆或为椭圆形（如图24），则表示存在聚光镜像散。消除聚光镜像散的方式如下：Workset-Stigmator中选中【Condenser】（按钮由灰色变成黄色，如图25），通过左右控制面板中的Multifunction X/Y调圆光斑，调节完成后点【None】（变为黄色），系统会记录调整结果。调节时可以以屏幕界面上的圆圈为参考系。

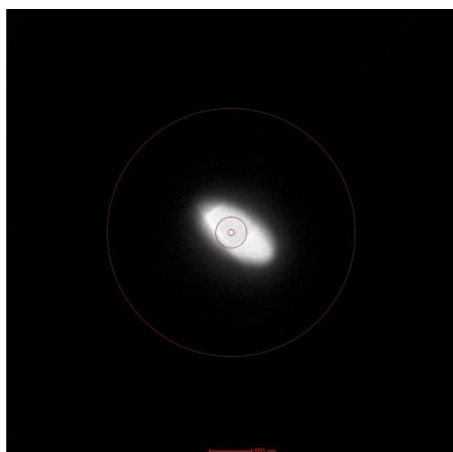


图 24

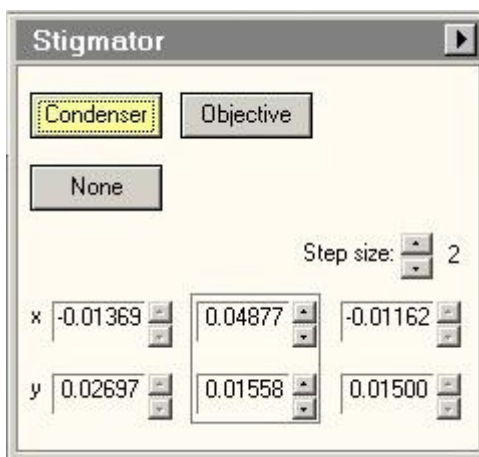


图 25

4、调整Rotation center

2000X至3000X左右倍数下微聚拢光斑，选中Workset-Direct Alignment的Beam tilt PP X，用左右两侧控制面板上的Multifunction X/Y将荧光屏上（两个）跳到的光斑调至不动，调节完成后点Done。再切换至Beam tilt PP Y，同样用左右两侧控制面板上的Multifunction X/Y将荧光屏上（两个）跳到的光斑调至不动，调节完成后点Done。调节完成后检查光斑是否处于荧光屏正中，若不在则选中Workset-Direct Alignment的Beam shift，通过左右控制面板中的Multifunction X/Y将荧光屏上的光斑调至正中，调节完成后点Done。扩散光斑至充满荧光屏状态，以便后续操作。上述调节完成后，选中Rotation Center，通过左右控制面板中的Multifunction X/Y将荧光屏上的光斑调整成原地抖动状态；或光斑扩大情况下，中心像抖动最小，调节完成后点Done。进行此步调节前，可将标志物移至荧光屏中央以便观察调节。

顺时针旋转Magnification旋钮，调节放大倍数至50KX或希望拍照的更高倍数，聚拢光斑以便观察。在此倍数下重复上述步骤。

5、物镜消像散（Objective lens stigmator）

插入CCD相机，打开操作界面中的傅里叶变化（Fourier Transform）窗口，旋转右侧控制面板focus上旋钮，

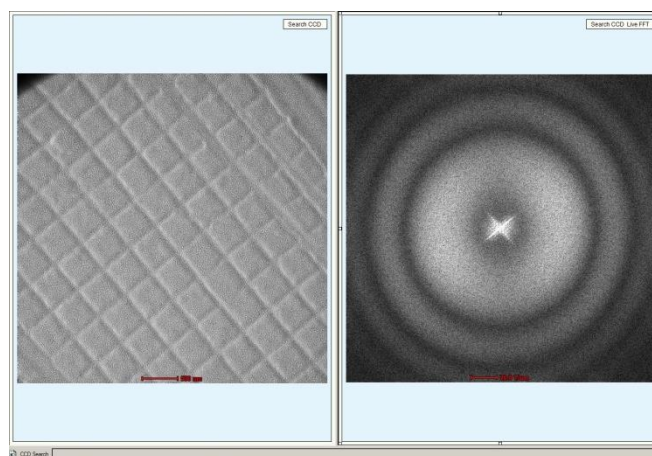


图 26

将图像调至略微欠焦状态。观察此时FFT环是否圆，若不圆，则说明存在物镜像散（图26）。物镜像散调节方法如下：打开Workset-Stigmator，点击Objective（变为黄色）（图27），调节左右控制面板中的Multifunction X/Y，将FFT环调圆，调节完成后点【None】。调节过程中可改变每次调节步长（Step size），数值越大调节速度越

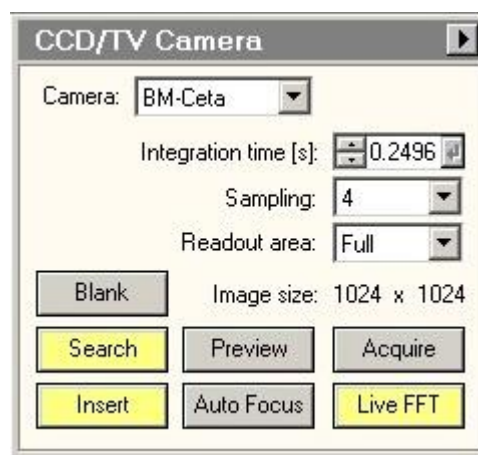


图 27

快。为避免像散越调越大，可将当前像散值（Stigmator三列中某列可点的数字）赋值给其他两列中的一列。像散过大时，可选中被赋值的一列，像散即恢复调前状态。

五、拍照与存储

1、找到In-focus状态

调好物镜像散后，观察样品 live FFT，通过【Focus】旋钮，将其 FFT 上最内圈的圆环调到最大直至将近消失，即为样品的 in focus 状态。确定样品的 In-focus 状态后，reset defocus(按快捷键 R2)，将 defocus 相对值清零。之后可以使用【Focus】旋钮设定需要的 defocus 值，即欠焦量。

2、拍照

用【Joystick】移动样品，选择感兴趣的区域，然后在【CCD】界面中鼠标左键单击【Acquire】照相。相机设定一般是 Binning 1/1 秒。

3、照片保存

存放路径为电镜支持电脑 (supportPC_data) ，如图28。



图28

4、数据拷贝与管理

实验结束后，将自己的数据从支持电脑上的【SupportPC_data盘】拷贝到格式化后的U盘上带走，并及时清理个人数据，平台每三个月清理一次数据。

注：禁止通过U盘或其他移动存储设备直接从电镜控制电脑中直接拷贝数据，一经发现，用户可能被禁止使用电镜平台内任何仪器设备。

六、结束实验

1. 放下荧光屏，停止 CCD 相机【Search】。确认【CCD】菜单中，【Search】【Preview】【Acquire】按钮均为灰色。
2. 关闭灯丝，关闭高压，退出物镜光阑（如有使用）。
3. 归零样品台。鼠标左键单击【Search】菜单中小三角行，在打开的菜单中选择【Control】界面，而后鼠标左键单击【Holder】。
4. 关闭镜筒阀门。鼠标左键单击【Set up】。菜单中的【Col Valves Closed】按钮，按钮由灰色变为黄色，表示此时镜筒阀门被关闭。
5. 拔出样品杆
 - a. 沿样品台内壁水平拔出样品杆，直至拔不动为止。**注：不要用力过度。**
 - b. 顺时针旋转样品杆，直到转不动为止。
 - c. 水平拔出样品杆，小心不要用样品杆撞击样品台内壁，否则会激动机械泵。**注：若拔出时不慎触动机械泵，样品台指示灯变红时，立即联系管理员。**
6. 将样品从样品杆中取出，放入弃置瓶中，样品不要乱丢。
7. 完成实验登记册填写。
8. 将冷阱小心取下，剩余液氮倒入专用回收的液氮罐中，杜瓦瓶放置在电镜桌上警示胶带范围内的位置。
9. 关掉灯丝。鼠标左键单击【Filament】。
10. 关掉高压。鼠标左键单击【High tension】。
11. 做 Cryo cycle。退出当前课题组账号，登入cryo cycle账号（账号名：cryocycle，无密码），在【Set up】菜单中左键单击向右小三角打开下级菜单，在菜单中左键单击【Cryo】菜单，在【Cryo】界面中，鼠标左键单击【Cryo cycle】按钮，按钮由灰色变为黄色，之后界面显示 Cryo 倒计时 600 min（如图）。
12. 清理实验室，整理实验台，关灯关门离开实验室。