

JEOL JEM-1400PLUS

上机培训说明

杨贤锋

czxfyang@scut.edu.cn



华南理工大学
South China University of Technology

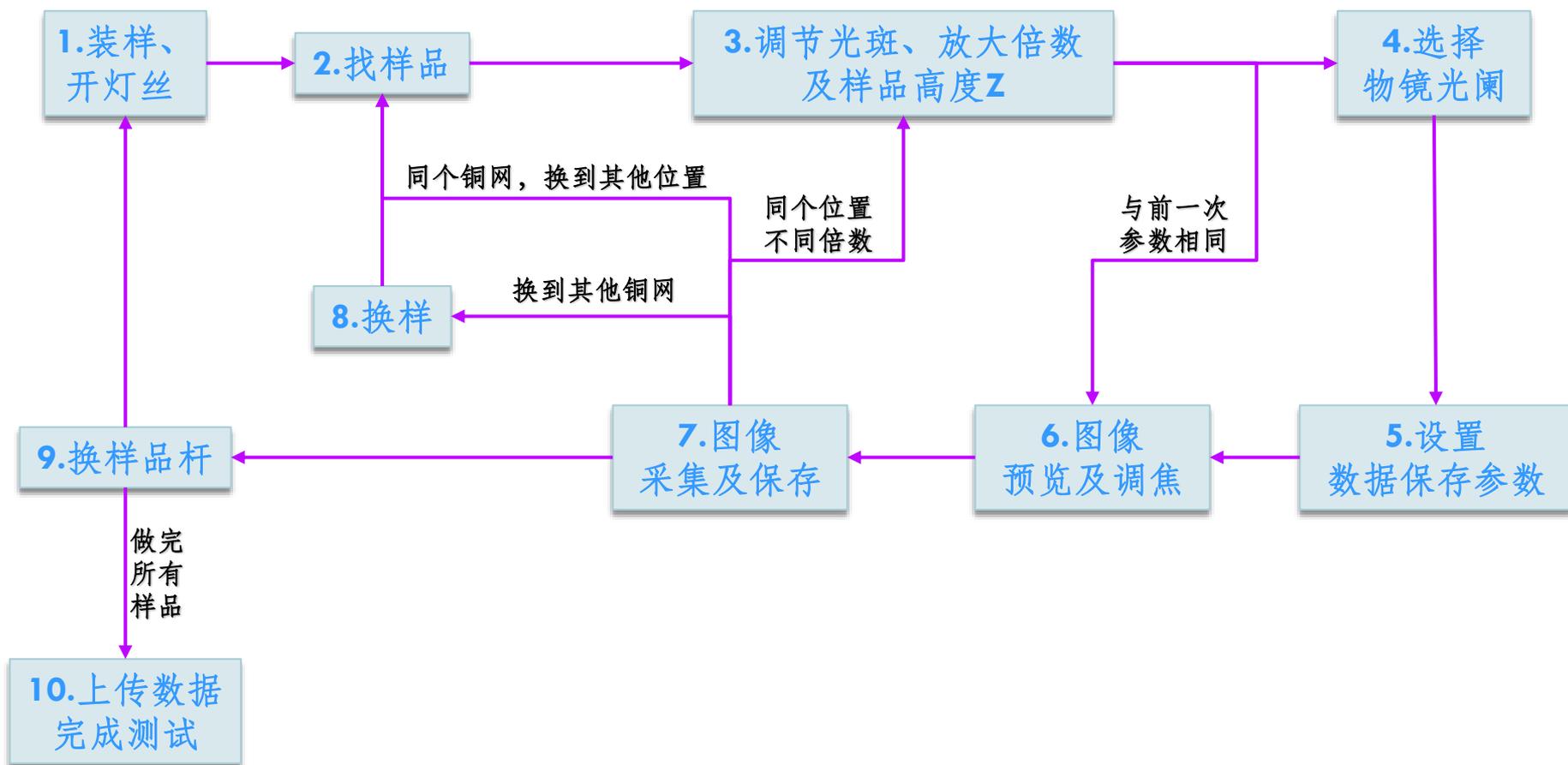
分析测试中心
ANALYTICAL AND TESTING CENTER OF SCUT

基本要求

1. 初级用户预约培训并通过考核后可成为中级用户，可约工作时间的自主上机时段，中级用户有效期120天（即如果120天没有用过一次，自动降为初级用户）；中级用户可申请成为高级用户，可约中午时段，高级用户有效期90天（即如果90天没有用过一次，自动降为中级用户）。
2. 进入实验室的师生，需遵守本室各项规章制度，听从仪器管理员老师安排；
3. 爱护设备，严格遵守仪器操作规程，实验室所用仪器、试剂和工具等不得带出实验室；
4. 严禁将食品带入实验室，保持实验桌面、地面、仪器台面整洁；
5. 磁性样品需预先告知仪器管理员老师，由老师判定样品安全性；
6. 未经仪器管理员老师允许，严禁自行换样品等操作，因学生违反相关规定或违章操作造成仪器设备损坏，造成的损失由操作者及其课题组导师须承担相关责任，并赔偿相关损失。

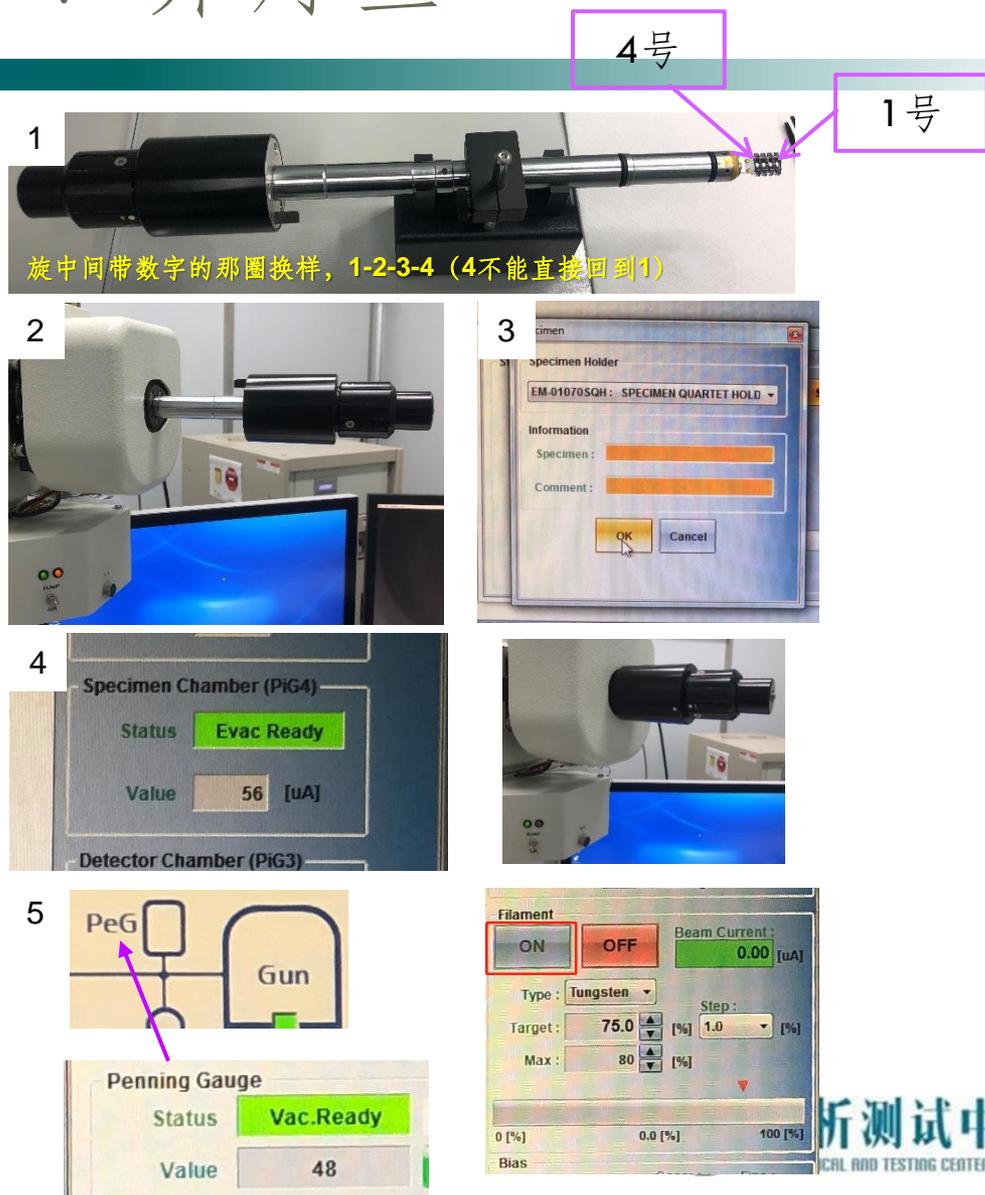
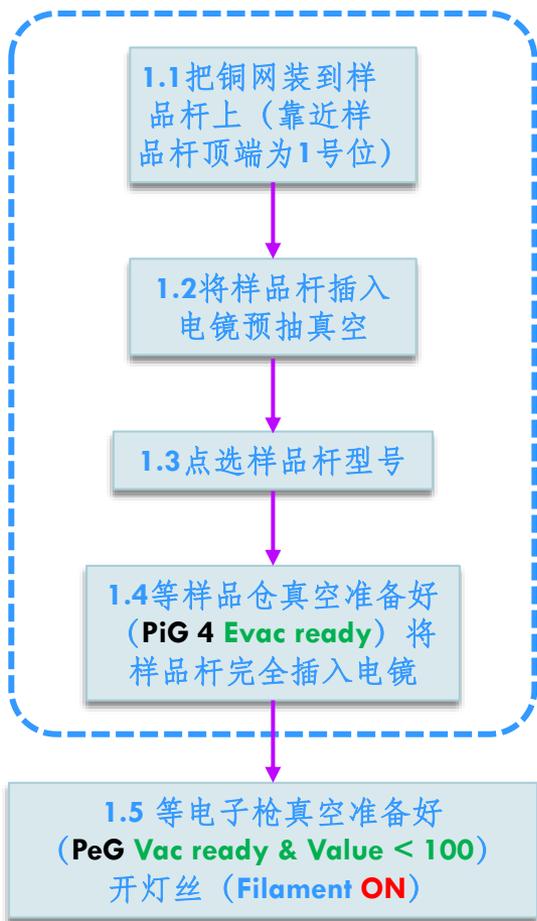


操作流程



操作步骤：1.装样、开灯丝

(由老师或高级用户操作)



操作步骤：2.找样品

全屏按F12；电脑重启时，为了能正常连接摄像头，需要按F8，在出来的界面选择最后一个disable...；选择Administrator登录系统



CRS亮表示粗调；
如果Super fine亮，
轨迹球控制失效



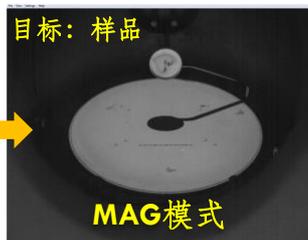
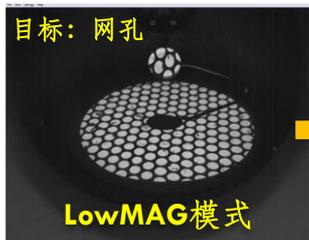
2.1用轨迹球移动样品台，同时观察中间显示器上荧光屏的影像

荧光屏不够亮
找不到样品

能找到样品

2.2把目标移到小荧光屏中心

能找到样品

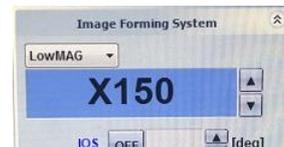


2.1.1 退出物镜光阑

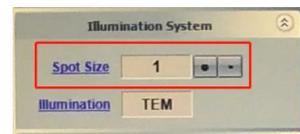


旋大圈切换光阑孔（顺进逆退）；红点对黑点表示完全退出；大白点表示大孔、小白点表示小孔；红点与最小白点不能直接切换，要经过中间的白点。

2.1.2 缩小放大倍数



2.1.3 减小Spot size



操作步骤：3. 调节光斑、放大倍数及样品高度Z

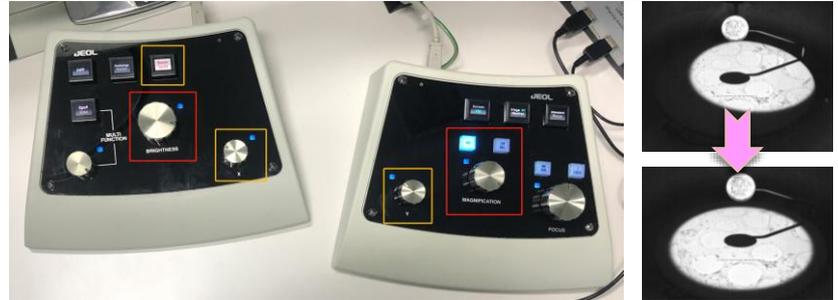
3.1 调节光斑大小，方法如下：

在6000倍下，按亮小蓝灯（粗调），顺时针旋BRIGHTNESS至报警；逆时针旋BRIGHTNESS（缩小光斑）使荧光屏慢慢变亮，直至光斑小于大荧光屏，按灭小蓝灯（细调），调节光斑比大荧光屏略小。



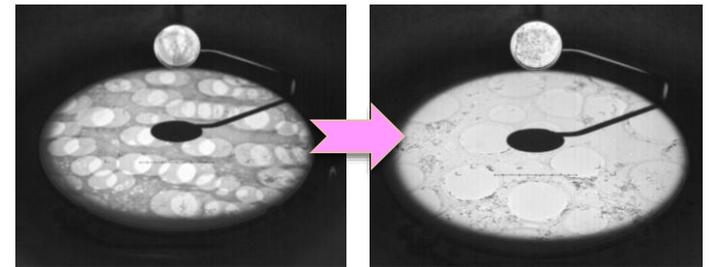
3.2 改变放大倍数，使待拍摄区域占小荧光屏面积约80%，保持光斑尺寸比大荧光屏略小且光斑与荧光屏同心。方法如下：

A) 如果当前倍数小于目标倍数，增大倍数同时逆时针缩小光斑；如果当前倍数大于目标倍数，减小倍数同时顺时针扩大光斑。
B) 上述调节过程中，如果光斑偏离大荧光屏中心，在Beam shift按钮已被激活时（白底红字），转动X旋钮和Y旋钮，调节光斑居中。



3.3 按Standard Focus使Defocus归零。按亮IMG WOB，观察待拍摄区域是否出现重影。如果没有出现重影，按灭IMA WOB。否则调节样品高度，方法如下：

如果图像出现明显重影，先按亮FOCUS小蓝灯（粗调）再按Z FOCUS，否则直接按下Z FOCUS。转动FOCUS如果重影接近，表示转动方向正确，继续转动FOCUS直至重影消失；否则反向转动FOCUS直至重影消失。最后，按灭Z FOCUS和 IMG WOB。



注意：调节原则为先低后高、先粗后细。即：如果当前倍数调不清楚，先在低倍下调好，然后放大到目标倍数再微调；重影明显就粗调，否则细调。选取不同样品或者同一样品的不同放大倍数，需重新按亮IMG WOB检查是否需要调节Z FOCUS。

操作步骤：4.选择物镜光阑

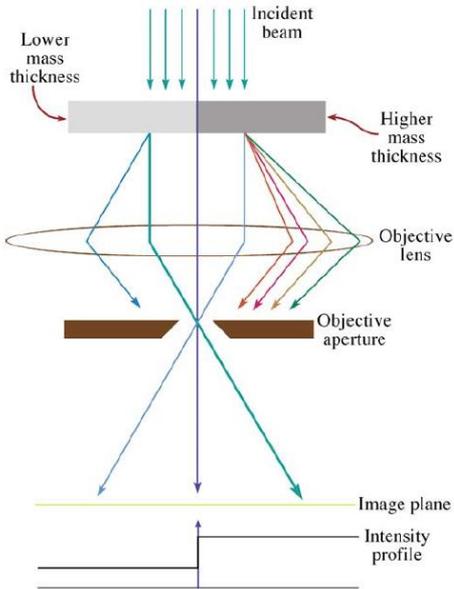


FIGURE 22.4. Mechanism of mass-thickness contrast in a BF image. Thicker or higher-Z areas of the specimen (darker) will scatter more electrons off axis than thinner, lower mass (lighter) areas. Thus fewer electrons from the darker region fall on the equivalent area of the image plane (and subsequently the screen), which therefore appears darker in BF images.

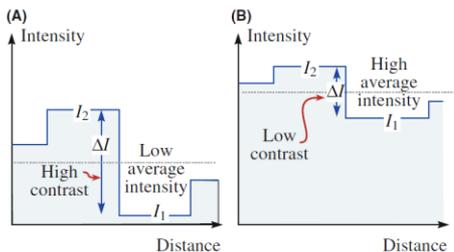
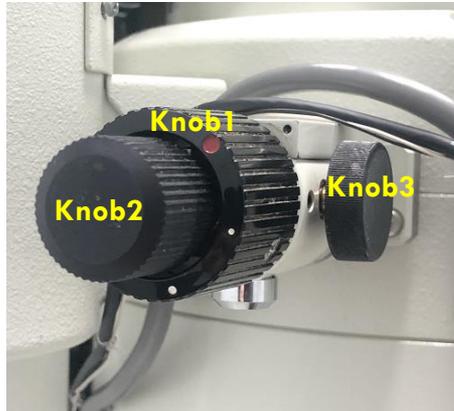
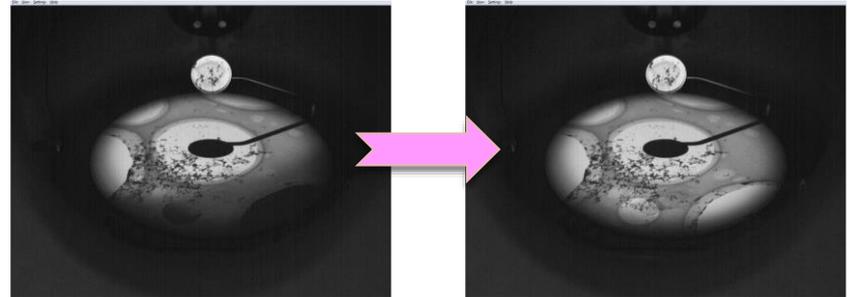


FIGURE 22.1. Schematic intensity profiles across an image showing (A) different intensity levels (I_1 and I_2) and the difference (ΔI) between them which defines the contrast. Generally, in a TEM, if the overall intensity is increased (B) the contrast decreases.



物镜光阑通过挡住部分透过滤网的衍射电子束，提高电子束透过不同样品和碳膜后的强度差，达到提高TEM图像明暗对比度（即图像衬度），使黑的更黑、白的更白。

当观察的样品时，特别是轻元素含量较高时（如碳材料、高分子切片、 SiO_2 、 C_3N_4 等）加物镜光阑可以提高图像的清晰度。方法：转动物镜光阑的大圈（Knob 1，中间圈，顺进逆退）选择合适的光阑孔径（孔径越小、清晰度越高、视野越小，一般情况下建议用最大孔），如果此时光阑孔边缘投影出现在大荧光屏中，用Knob2和Knob3把光阑孔边缘投影调到大荧光屏外面（高倍下光阑孔影子大于大荧光屏）或把光阑孔影子调到与大荧光屏同心（低倍下光阑孔影子小于大荧光屏）。



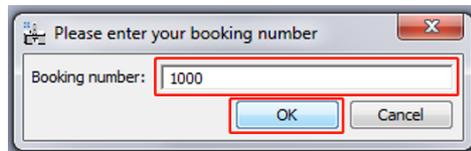
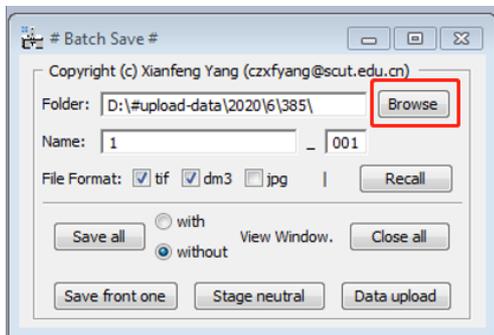
注意：若加物镜光阑后大荧光屏变黑，看不到光阑孔时，必须缩小放大倍数，同时用BRIGHTNESS顺时针放大光斑，直到看见光阑孔边缘才可调节Knob2和Knob3。如果一直看不到，找值班老师处理，严禁私自转动Knob2、Knob3盲调，否则造成设备损坏，后果自负！

操作步骤：5. 设置数据保存参数

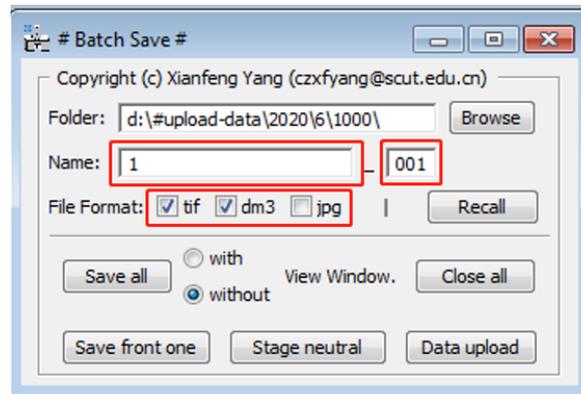
5.1 打开CCD软件Digital Micrograph (DM)，打开Batch Save插件；



5.2 点击Browse，输入预约单号 (booking number)，点OK；



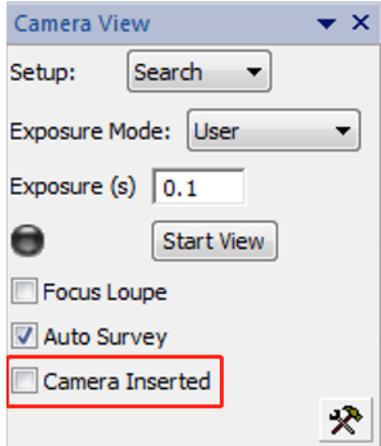
5.3 输入样品名 (每次换样时改动)、文件名序号 (换样后改为1)、勾选合适的图片文件格式 (tif: 清晰度高、不能保存彩色标记, dm3: DM源文件、可以进行后处理、只能用DM打开, jpg: 文件小、可保存彩色标记。)



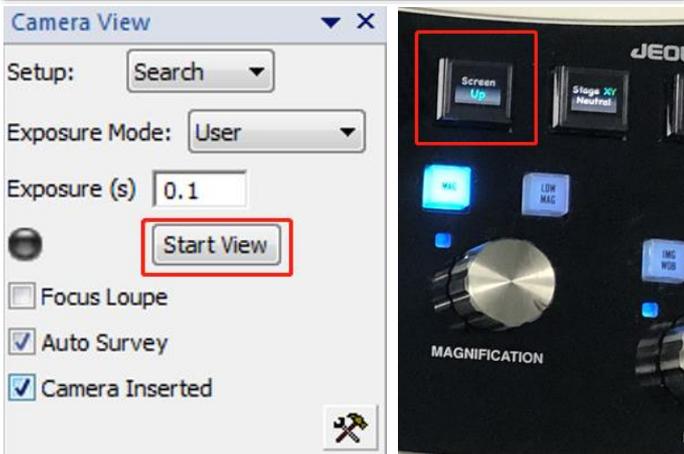
操作步骤：6. 图像预览及调焦

6.1 确认图像预览 (Camera View)

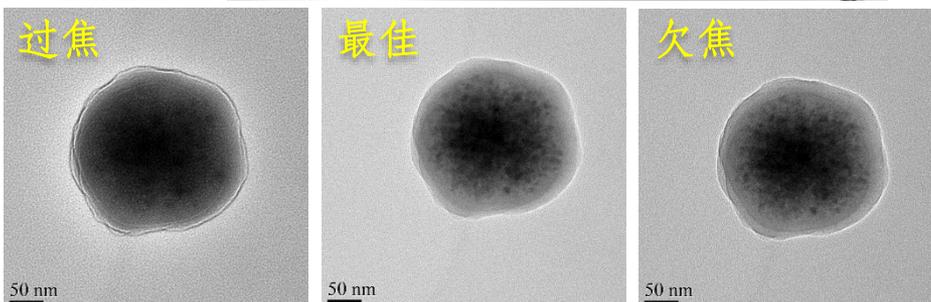
参数（如果与右图不同，请改回）；插入**CCD**相机探头（点**Camera Inserted**前方框，如果已经打勾，表示相机已插入，可跳过此步）；



6.2 先点**Start View**，打开图像预览窗口；再按下**Screen Up**按钮，抬起荧光屏；



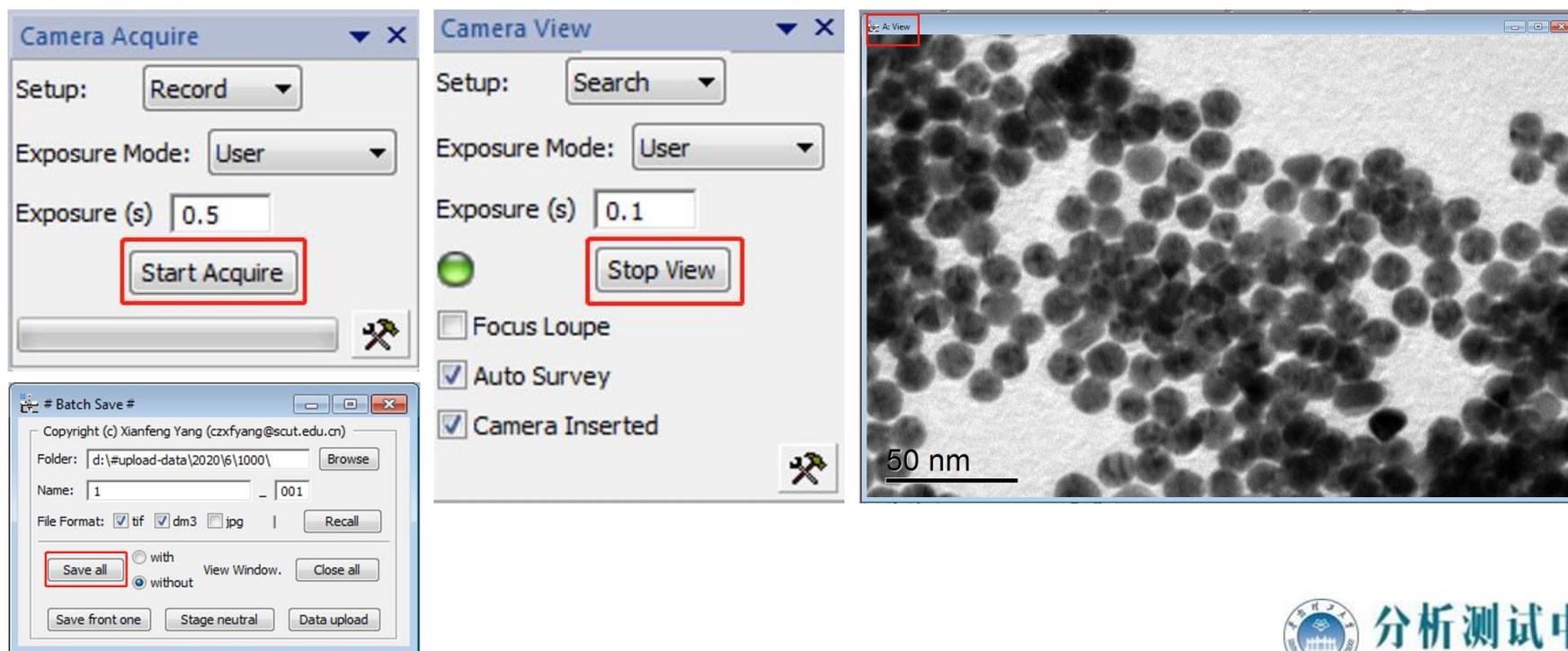
6.3 观察预览窗口中的图像，转动**FOCUS**进行调焦（如果样品边缘有**黑边**，表示图像**过焦**，需**逆时针转FOCUS**到黑边消失。如果样品边缘有明显的**白边**，表示图像**欠焦**，**顺时针转FOCUS**到白边不明显）。如果焦距调乱了，可以按下**Standard Focus**后，重新调焦。调节到**最佳焦距**时，图像背景最亮，画质最细腻。



特别提示：图像预览和调焦过程中，可以用轨迹球移动样品，如果要改变放大倍数，须按**Screen Up**按钮放下荧光屏，看着中间电脑显示屏的图像来调。**严禁**在荧光屏抬起时，改变放大倍数（**MAGNIFICATION**）、转动亮度旋钮（**BRIGHTNESS**），否则可能会烧坏**CCD**相机！造成设备损坏，后果自负！

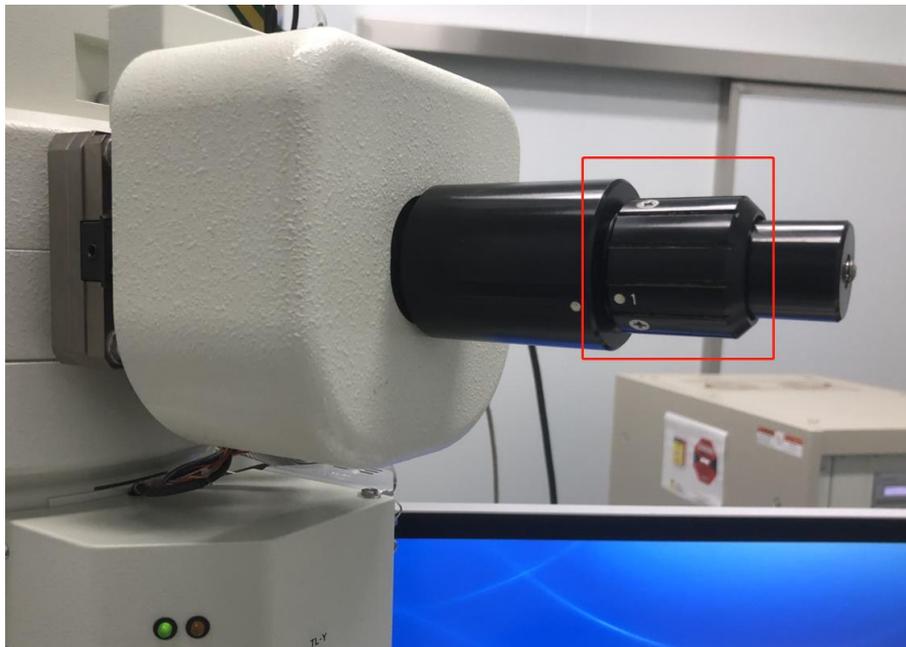
操作步骤：7. 图像采集及保存

- 一般情况下，图像对好焦后，点**Start Acquire**采集图像（建议曝光时间**Exposure**为**0.5**秒）。采集完一幅图后，可以移到附近采集另外一幅。采集完若干幅图后（建议不要超过**10**幅图），点击**Save all**批量保存所有图片。
- 如果样品有明显漂移，点**Start Acquire**无法采集到清晰的图像时，可以在对好焦后，先点**Stop View**停止预览（抓拍），再点**with**前面的圆点，然后点**Save all**保存预览窗口中的图像。



操作步骤：8.换样

看完当前载网上的样品，需要观察其他载网上的样品时，转动样品杆尾部中间带数字的那圈，使待测载网对应的数字对准前面的白点。注意：1号和4号之间的切换，必须经过2号和3号。然后从前面的步骤2（找样品）开始，进行下一步操作。



操作步骤：9.换样品杆

看完当前样品杆上所有载网上的样品后，**双击Exchange Holder按钮**，请值班老师过来帮忙换样品杆。未经老师允许，不得私自拔样品杆！



操作步骤：10.上传数据完成实验

看完所有样品并保存了所有照片后，点击**Data upload**，并通知值班老师进行扣费和登记。扣费成功后，可以在预约系统中，找到对应的预约单，下载实验数据。



后记

测试过程中，遇到任何异常现象，请第一时间通知管理员老师，切勿私自改动任何设置！

管理员老师：

杨贤锋 崔洁

