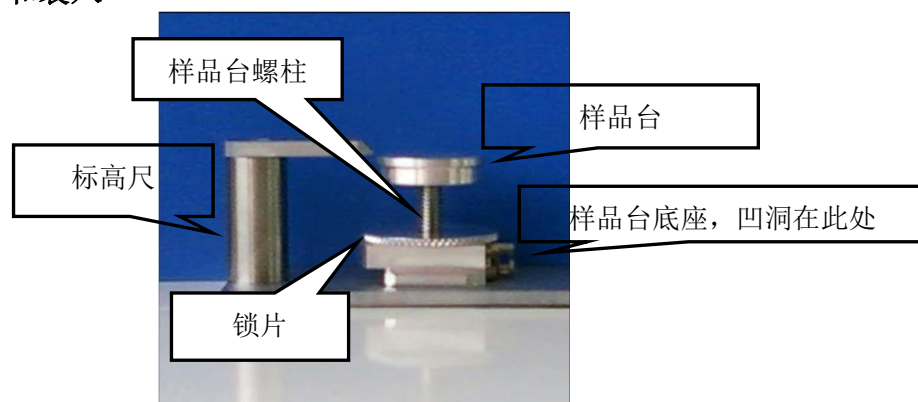


主要上机操作

5-1. 样品制备和装入



1. 刷卡上机。首先，剪下适量导电胶，将其贴在样品台的上表面（没有螺丝洞的那一面），样品台的大小由样品数目和单个样品尺寸决定。之后撕下导电胶上表面的白膜。
2. 若样品为块体、片状样品，将待观测的表面朝上，把样品粘附在导电胶上。若要观察样品的截面、立面，则须使用专用的截面样品台，将导电胶贴在样品台的纵截面上，与样品台上表面恰好呈90度垂直，再把样品粘附在导电胶上，确保观察的立面朝正上方。为了保持样品粘附稳定，还须用导电胶在样品立面的前后左右侧面作进一步加固；若样品有磁性，也须用更多的导电胶加固样品的四周，磁性要弱，而且必须为薄片，不然不好加固，必要时样品须进行消磁。待测试的样品必须保持干燥清洁。
3. 若样品为粉末状，取少量粉末，将其分散地洒在导电胶上的某个区域内，然后用空气清洁罐吹走没有粘附好的粉末。磁性粉末不能直接进行测试，须溅射在一个基底上面，无法自由移动才能进行测试，否则会污染电子光学系统。液体样品、含有油状物的样品、易分解和低熔点的样品不能进行测试，否则会影响真空系统以及干扰成像。待测试的样品必须保持干燥清洁。若样品为高分子样品或涉及高分子，要在仪器的杜瓦瓶（液氮罐）中加满液氮以减缓电子束轰击下的样品分解。
4. 若样品导电性较差，在完成上述2或3之后还需进行喷镀。样品台和样品一起进行喷镀，喷镀时间和喷镀的厚度有关，喷镀厚度和样品观察的维度有关，一般来讲，纳米级的样品喷镀时间不要超过1分钟，微米级的样品喷镀时间可延长至2分钟。
5. 将螺丝状的样品台螺柱旋转装入装有样品的样品台下表面螺丝洞内，拧紧；然后往螺柱下方旋入锁片（旋入一定程度放松即可），接着往螺柱下方旋入样品台底座（旋入一定程度放松即可），通过旋转样品台来调节高度、样品排布方向，通过旋转锁片来锁定样品台。比较最高样品的上表面高和标高尺的下表面，上下表面高度差在1-2 mm左右最为理想（若无法满足，保持在5 mm以内也可，勿差太多以免聚焦不方便），样品最高点不能超过标高尺下表面。此时，将样品台底座的凹洞垂直对准自己的身体，眼睛俯视样品台的上表面，此时我们在样品台上表面看到的样品上下左右排布，就是我们即将在电脑屏幕上观察时看到的样品上下左右排布。调节好合适的高度差和样品排布方向后，即可通过拧紧锁片来锁定，拧紧锁片时，保持样品台不要旋转。
6. 按仪器交换舱上的“AIR”键放气，蜂鸣器响后，“AIR”灯长亮；稍等5秒钟，右手打开交换舱，保持进样杆旋钮至“UNLOCK”位置，将样品台底座连同样品台放入，底座的凹洞对

准进样杆末端的插头，装好底座，旋转旋钮至“LOCK”位，合上交换舱门；按“EVAC”键抽气，蜂鸣器响后，“EVAC”灯长亮；按“OPEN”键打开样品舱门，等蜂鸣器响，用进样杆将样品台底座推入样品舱并推到底（进样杆推拉时请推拉金属滑块而不是推拉旋钮），旋转旋钮至“UNLOCK”位，然后将进样杆拉出并拉到头（拉到头时需要更换左手进行捏操作），按“CLOSE”键，等蜂鸣器响后，进样结束。需要注意的是，进样杆旋钮的刻度线已经发生偏移，使用时，请按照对应的箭头方向轻轻转到尽头即可，不要用力过度以免旋钮松脱。



5-2. 样品观察与拍照

1. 点击右边“STAGE”标签，点击“Set”选择使用的样品台尺寸，可设定1英寸、2英寸两种尺寸，分别对应**硬币大小**、**乒乓球大小**的样品台，如果之前所设定的样品台尺寸与当前所用的样品台尺寸不一致，就要更改设定的尺寸，更改完后点“OK”，之后将会弹出样品台位置记忆功能窗口，点击“No”之后点击窗口右下角的“Close”关闭窗口。务必要在设置样品台尺寸之后再继续进行下一步的“HOME”操作，否则后面将无法再设置尺寸。如果之前设定的尺寸与当前所用的一致，则不需要更改设定。

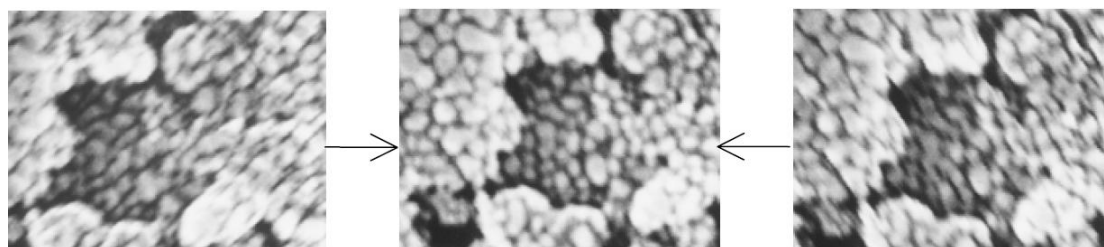
2. 点击右上角“HOME”键使样品台从样品舱边缘移动到样品舱中心，到位后蜂鸣器响。

3. 根据样品特性与观察要求，在左上角“Vacc”选择合适的加速电压。对于**金属样品**，可选择**10 kV**观察形貌，对于**高分子、陶瓷纤维、氧化物、盐类、MOF**等绝大多数样品一般选择**5 kV**观察形貌，如果是EDX能谱成分测试则选择20 kV（如果只测试第2、3周期元素可选择10 kV）。待“ON”按键变为红色后，按“ON”键加电压，点击“OK”。

4. 在低倍模式（上方工具栏放大倍率窗有显示“LM”，没有显示就点击一下“H/L”）下用滚珠球或鼠标拖拽定位至样品台上的某一个样品，点击“H/L”按键切换到高倍模式，在右边“STAGE”标签下调整样品台高度Z为5-15 mm之间（**一般可以设置为15，需要观察更高清图像时再调小到5，能谱测试选择15 mm，要按回车键**）。此时，图像窗口中可能只有模糊的影像，这就需要检查WD值和Z值是否匹配：在右边“SEM”标签下设定“WD”值，使其接近“Z”值（比如Z = 15则设置WD = 15），再用旋钮盘上的“FINE”仔细聚焦调整（COARSE粗聚焦不使用），使图像形貌变得清晰。如果图像噪点很多，**图像明暗反差较大，影响观察**，就用旋钮盘上的亮度对比度调节钮调节图像，**降低对比度、同时升高亮度，直到形貌可看**。如果图像亮度对比度离谱，则点击上方工具栏的“ABC”自动调节亮度对比度，之后再手动调整。

5. 在高倍模式下用滚珠球或鼠标拖拽定位寻找合适的观察区域，用旋钮盘的放大倍率旋钮放大和缩小，调整到合适的放大倍数，用旋钮盘上的“CONTRAST”和“BRIGHTNESS”调节合适的对比度和亮度，再用“FINE”精细聚焦，使图像清晰并满足拍照需求。如果样品表面较为光滑，形貌不突出，难以用电镜直接观察，可以将视野移到样品的边界，对样品边界的缺陷，裂痕等进行聚焦，聚焦清楚之后再移动到样品的中央，此时样品表面的形貌哪怕不突出，也能看清。

6. 如果第5步的操作无法得到足够清晰的图像，并且在“FINE”细聚焦时图像形状发生两个相互垂直方向的拉伸畸变（上下畸变，左右畸变，斜向畸变，见下图左和下图右），则需要消除像散：**1）、先寻找到图像有明显的明暗反差的样品区域（如果反差不足可适当调大对比度）；2）、用“FINE”细聚焦逆时针-顺时针来回旋转，观察畸变变化趋势，并旋转至图像形状没有拉伸畸变（见下图中，可称为像散零点，图像模糊但是没有拉伸而显得圆润、柔和）；3）、然后才转动旋钮盘上“STIGMA/ALIGNMENT”区的X和Y旋钮进行调整，X和Y要分别调而不是一起调，用惯用手调整，调整至图像相对更加清晰为止，更模糊就往回调；4）、调整完后再重复步骤2）检查图像是否还有畸变，若有，重复步骤2）和步骤3）直至没有畸变。**



带有像散的图像，左图和右图图像有畸变，
中间图像没有畸变，是消除像散的起始点，又称像散零点。

如果像散比较严重，则需要进行2-3次的消除。消除像散可从低倍往高倍逐步推进，低倍消像散，高倍进一步消像散，直至图像没有像散为止。在没有像散的时候，“FINE”聚焦逆时针和顺时针旋转能得到相同的模糊效果，聚焦时图像应该是放射状地整体模糊、整体清晰，没有方向拉伸感。

7. 如果从低倍模式切入高倍模式发现图像窗口没有图像，调整对比度后窗口依然是黑色，或图像窗口一边亮一边暗，则需要进行**电子枪对中**：点击上方工具栏的“Align”键打开Align窗口，点击“Beam Align”，然后轻微转动旋钮盘上**X和Y旋钮进行调整，X偏横向移动，Y偏纵向移动**，直到光斑的圆心和靶心重合，若看不清光斑形状请用旋钮盘上的“CONTRAST”提升对比度，直至光斑成明亮的圆形，调整完毕后将对比度降低回原来的大小。

如果“FINE”聚焦时图像有明显移动，则需要进行**物镜光阑对中**：点击上方工具栏的“Align”键打开Align窗口，点击“Aperture Align”，调整放大倍数到10000倍左右，然后仔细转动**X和Y旋钮进行调整，X和Y要分别调而不是一起调，X消除横向晃动，Y消除纵向晃动，调整至窗口中的图像不再左右上下晃动，而只是如心脏般舒张-收缩（或者叫闪烁）**，如果图像是斜向晃动，则先用X调至纵向晃动，再用Y调至没有晃动。如果晃动更厉害，就往反方向调。对中的旋转幅度应比消像散小很多。

如果消像散时图像也有明显移动，也需要进行对中：在Align窗口中分别点击“Stigma Align X”和“Stigma Align Y”进行**消像散系统对中**，也是X和Y分别调，调到图像不再晃动为止。其中，对于Stigma Align X，调X消除纵向晃动，调Y消除横向晃动，对于Stigma Align Y则两者刚好相反。调整过两个Stigma Align之后要点击Aperture Align检查是否又有晃动，是则再进行一次光阑对中。

对中和消像散可以交替进行。光阑对中最好能在10000倍的放大倍率下完成，否则光阑对时时图像漂移明显。下表中列举了消像散和物镜光阑对中的区别：

区别类型	消像散	物镜光阑对中
观察到的	手动聚焦时图像不清楚，图像有	手动聚焦时图像有定向移动，不聚

	两个相互垂直方向的变形拉伸	焦时不移动
操作环境	不需要额外打开任何窗口	需要点击Align按钮，打开Align对中窗口
方向性	调整旋钮盘的X和Y直到图像最清晰	调整旋钮盘的X消除横向晃动，调整旋钮盘的Y消除纵向晃动
放大倍数	调节像散没有固定的放大倍数，从数千倍到数十万倍均可调	在10000倍左右放大倍数下调整
旋钮盘旋转幅度	旋转旋钮盘X和Y的幅度较大，逆时针-顺时针往复式旋转	旋转旋钮盘X和Y的幅度较小，精确调整式旋转

8. 聚焦、对中、消像散均完成后，可进行拍照。拍照时可直接点击“1280”按钮拍照，拍照完成后，左上角的“Freeze”按钮会变成“Run >”，点击它，继续观察图像，此为**快拍法**。**慢拍法**则是在“Fast1”扫描速度下（见工具栏上方偏左，有蓝色小短横的按钮表示扫描速度）定位至观察区域，点击“CSS1”或“CSS3”，在“CSS1”或“CSS3”（若没有显示CSS1、CSS3，则点击Red1右边的小箭头，在“Use CS Scan”前面打勾）扫描速度下，按“1280”拍照；如果样品导电性不好，导致图像因荷电积累出现黑白条、扭曲变形、高倍漂移模糊等情况，影响成像质量，则应采用快拍法；拍照完成后，左上角的“Freeze”按钮会变成“Run >”，点击它，再点击“Fast1”，继续观察图像。

请注意，若是选择“1280”拍照，则**图片只会捕捉到电脑缓存**，在界面下方图片区会显示，若要保存到硬盘，**还需选中下方图像**，点击左下角的“Save”，根据需求输入照片名字、照片注释和选择照片存放路径，保存图片到D盘USERS目录下相应用户文件夹中；若需快速保存多张图片，可先选中所有需要保存图片（选中**第一张**，按Shift同时选中**最后一张**），点击左下角“Save”，在窗口右侧选中“All Save”，再根据需求输入照片名、注释和选择存放路径，保存图片，保存后的图片名字为“输入的照片名 + 下划线 + m00x”（x为图片拍摄顺序）。图片保存到硬盘后，在图片区里会被打上“Save”的红色记号，此时可将打上红色记号的图片选中，点击“Delete”，再点击“All”删除，此过程不会删除硬盘里已经保存的照片。

另外，下方图片区默认**最多捕捉16张图片到系统缓存**，若当前已经捕捉16张图片到缓存，**新捕捉的图片将会从第一张起覆盖原来捕捉的图片**，所以**图片捕捉后请及时保存到硬盘**。建议一个样品拍一组照片，批量保存后，清空缓存区。

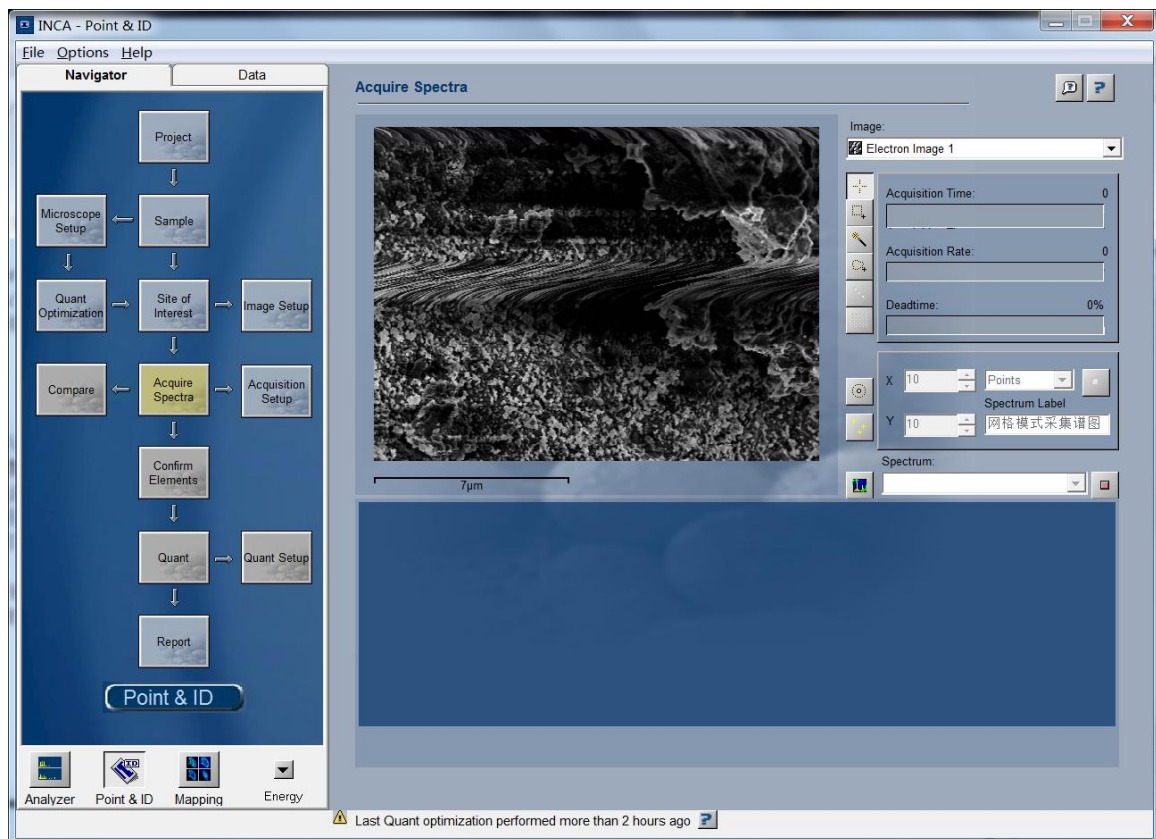
9. 如果需要拍摄更高倍率、更高清的图像，可以降低Z值到10 mm以下，甚至5 mm以下，同时要降低加速电压Vacc以减轻高能电子对样品表面的损伤，一般来讲，在5 mm以下，电压须降至5 kV以下，在3 mm以下，电压须降至2 kV以下，在2 mm，电压须降到1 kV以下。值得注意的是，改变电压，改变Z值之后，均需要**重新进行消除像散、光学系统对中和图像聚焦**。

10. 如果在拍摄图像的同时需要进行EDX能谱测试，可能需要多次更改电压，这就需要多次消除像散、光学系统对中等操作，较为繁琐。我们建议，先完成所有样品的拍摄，然后再从第一个样品开始做EDX，具体方法如下：点击右边“STAGE”标签下的“Disp”按钮，调出样品台位置记忆功能窗口，在圆形区域中点击选中第一个样品代表的点，之后单击“Go”按钮两下，程序会自动定位到第一个样品的区域。

11. 如果需要用到其它进阶功能，比如旋转、倾斜、更改光学条件等，请联系仪器管理员。

5-3. EDX能谱测试（样品原子百分比测定）

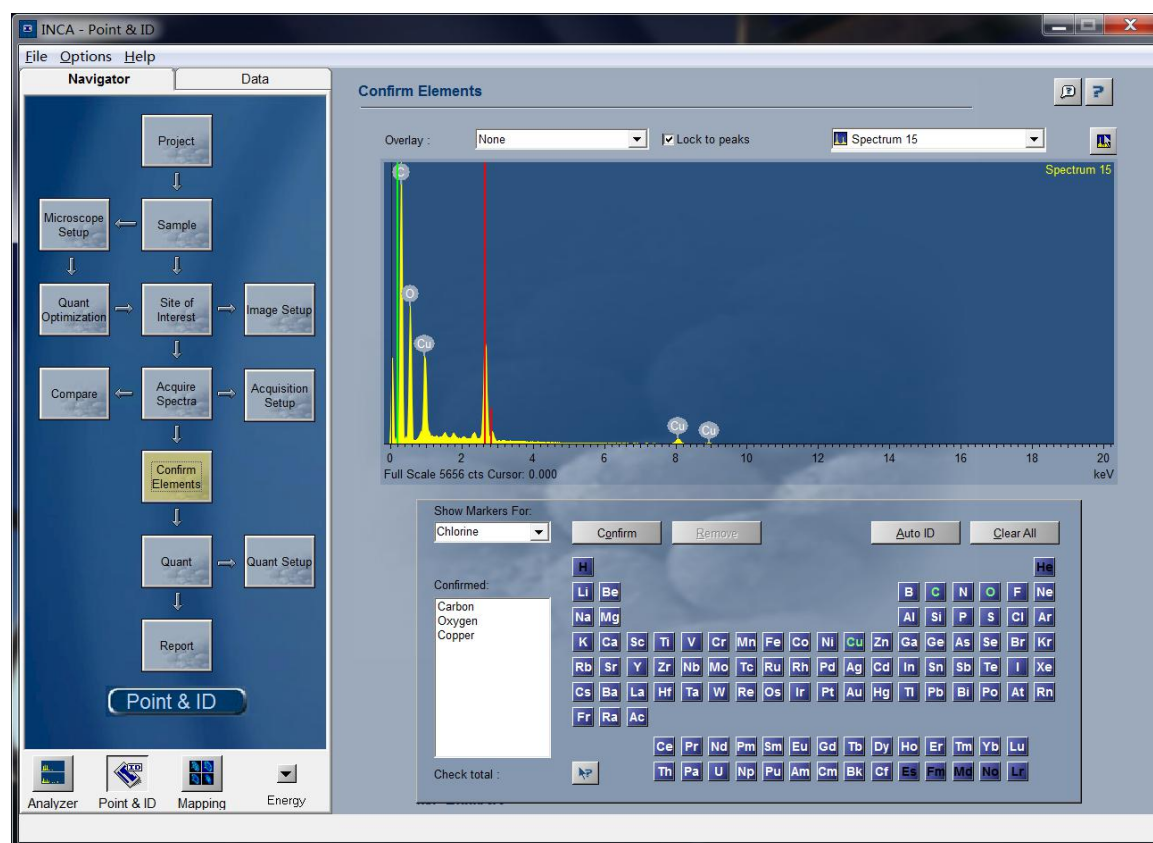
1. 如果在拍摄图像结束后进行EDX能谱测试，请将加速电压升高到20 kV（如果是测碳、氮、氧、氟等第2、3周期轻元素的百分比，可用10 kV），将Z值调整到15 mm，之后执行上文的6~7步，进行适当的消除像散和对中，使图像大致清晰即可，然后调整放大倍率，找到待测试的样品区域。
2. 在右边EDX能谱电脑桌面上双击INCA®图标，打开INCA能谱软件，选择第一项“Full Acquisition Mode”。进入程序界面，点击“Options”菜单下的“Microscope Control”命令，对照电镜SU-70程序的放大倍率和WD值，将能谱“Microscope Control”下的加速电压、放大倍率Magnification和工作距离WD设置为同样的数值，设置完后要按回车键才能生效。
3. 点击左下方的“Point & ID”（INCA主要用来测点和区域百分比，分布图“Mapping”主要依靠另一个能谱软件AZTec®来完成），进入点和区域元素百分比测量模式。先后点击左侧流程图中的“Project”和“Sample”，输入相关备注（也可留空）。其余仪器参数请勿修改。
4. 点击“Site of Interest”，右方出现图像捕捉窗口，此时确保SU-70程序中图像扫描仍在进行（即没有处在“Freeze”状态），点击右上方的绿色录制按钮（“Start Acquisition”），SU-70中的图像将会被捕获到INCA当中。
5. 捕获图像后，点击“Acquire Spectra”，见下图，在图像右侧有一排正方形的选取按钮，第一个表示选择一个点进行测量，第二个表示选择一个矩形区域进行测量，第三个表示点击图像上任意一个位置将自动选择一个区域进行测量，第四个表示选择一个任意形状的区域，第五个和第六个暂时无法使用，一般用第一个和第二个进行测量。点击其中任意一个按钮，然后在图像上选取一点或一个区域，或多个点，或多个区域，测量会自动开始。测量后的谱图显示在下方的谱图区域内。



6. 测量结束之后点击“Confirm Elements”，见下图，在元素周期表中双击取消不需要的元素，双击加入没有扫描出来的元素，点击上方的谱图，可按住鼠标左键不放左右移动拖动谱图移动查看轻元素峰和重元素峰，可按住鼠标左键不放上下移动增高或减低谱峰的整体强度，可用鼠标滚轮缩放谱图宽度大小，也可右键单击谱图，选择“Reset Scale”恢复最初的谱图尺度和峰强度，选择“Export”->“EMSA”可导出谱图数据文本txt，该文本可用Excel®或Origin®处理。

如果发现不同元素的谱峰有重叠现象，或有的谱峰未被正确识别，可点击上方“Overlay”旁边的下拉菜单，选择“Reconstruction”，得到黄色区域（测量结果）和红色线条（计算拟合）重叠的谱图，用鼠标滚轮放大后，如果元素A的红色线条与对应黄色区域的峰形契合度高，元素B的线条与对应区域峰形契合度低，则为元素A的峰。处理完毕后再点击此下拉菜单，选择“None”。

双击加入没有扫描出来的元素之后，可点击“Quant”，查看各种元素的百分比，如果新加入元素百分比为零，说明该元素百分含量为零，若为百分之零点几，说明该元素含量低，被Inca忽略了。

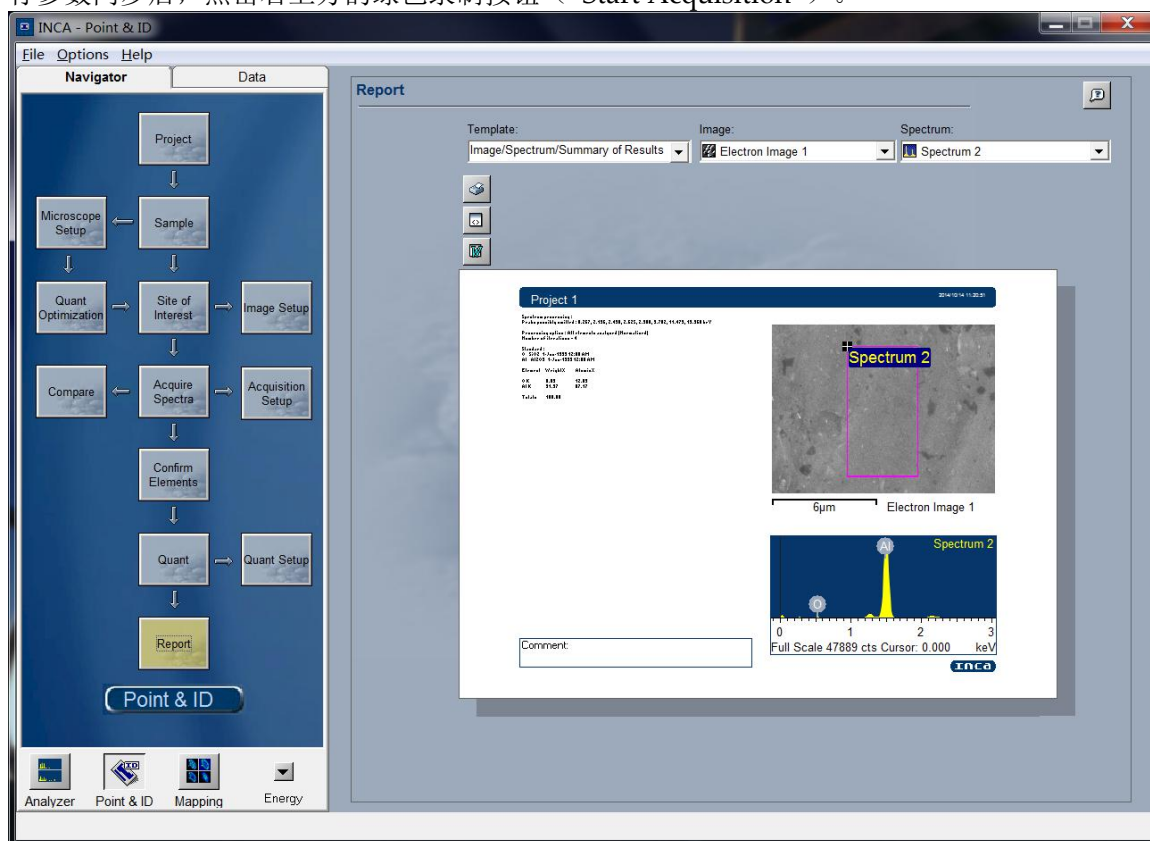


7. 接下来点击“Quant”，查看各种元素的百分比，点击图表下方的标签（比如“Pie Chart”、“Bar Chart”）可以查看不同形式的百分比表示图（目前，切换百分比表示图功能不太稳定）。注意，碳、氮、氧、氟等轻元素的百分比在20 kV下准确度较低。

8. 最后点击“Report”，输出测试结果，见下图，点击青色的“W”符号按钮，将启动Word®程序并将测试结果输出到Word。如果需要更改文档内容排版，可以在上方的“Template”下拉列表中选择（请联系管理员，勿自行更改）。如果有多个电子图像和多个谱图，请点击右上方的“Image”和“Spectrum”，在下拉列表中切换，调出相应的测试结果，每调出一个结果，就点击“W”符号按钮，将结果导出到当前打开的Word文档，测试结果将按导出的先后顺序

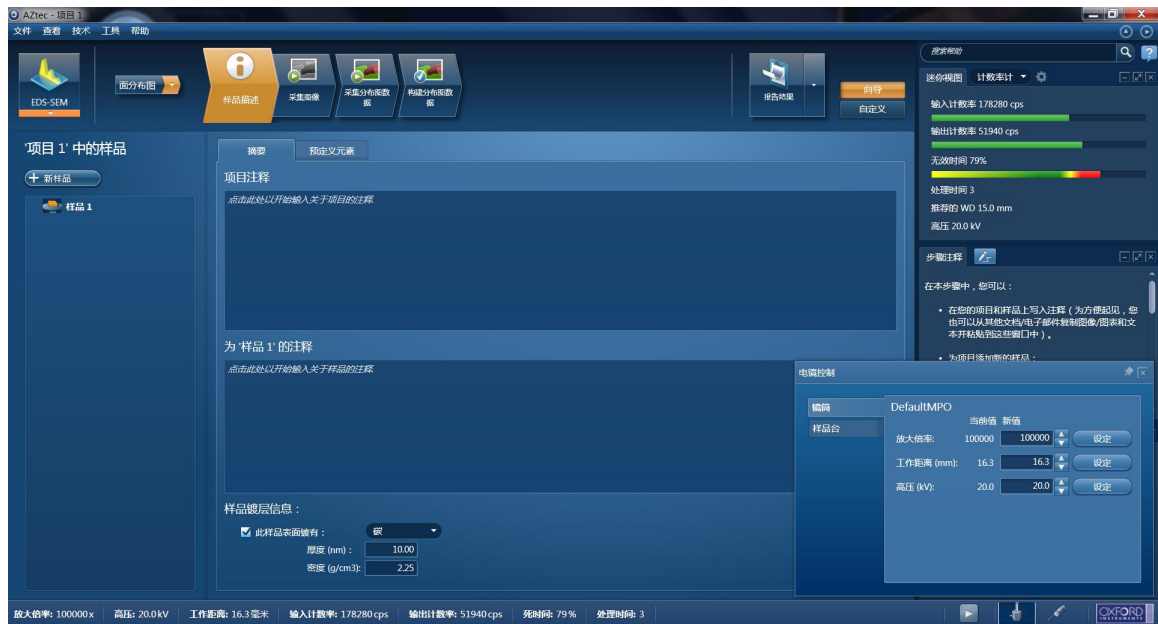
先后出现在文档当中。如果有多个样品或多个区域，请点击左侧“Data”标签，在树状目录中选择相应的“Sample”和“Site of Interest”，调出相应的测试结果并按次序导出到Word文档。

如果需要测量多个区域的元素百分比，则点击“Site of Interest”，点击“Add New Site of interest”按钮，之后在电镜电脑里定位到新的分析区域，调好像散，聚焦好，参照步骤2进行参数同步后，点击右上方的绿色录制按钮（“Start Acquisition”）。

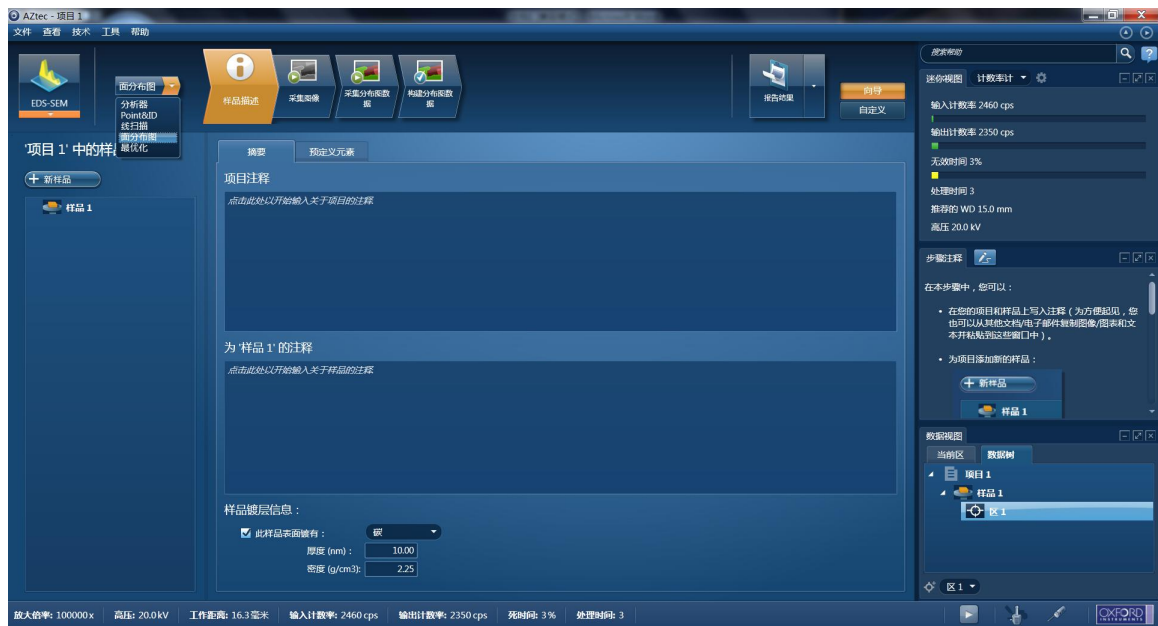


9. 将Word文档保存到D:\User下的相应用户目录中，关闭Word程序，关闭INCA并保存项目到D:\User下的相应用户目录中，若测试结果不重要也可不保存。

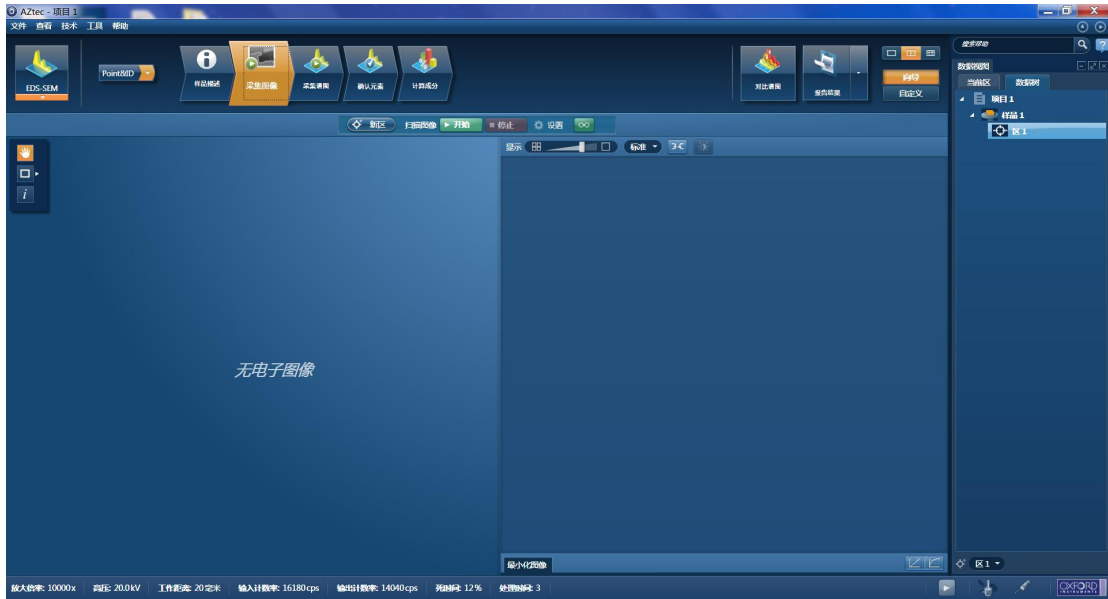
10. EDX能谱测试原子百分比还可以通过AZTec®能谱软件来进行。在右边EDX电脑桌面上双击AZTec图标，打开AZTec能谱软件，进入程序界面，点击右下角的电镜控制按钮（见下图右下方，三个按钮中的中间那个），对照电镜SU-70程序的放大倍率和WD值，将放大倍率和工作距离设置为同样的数值（目前工作距离仅支持整数数值），分别点击两个“设定”，关闭电镜控制。



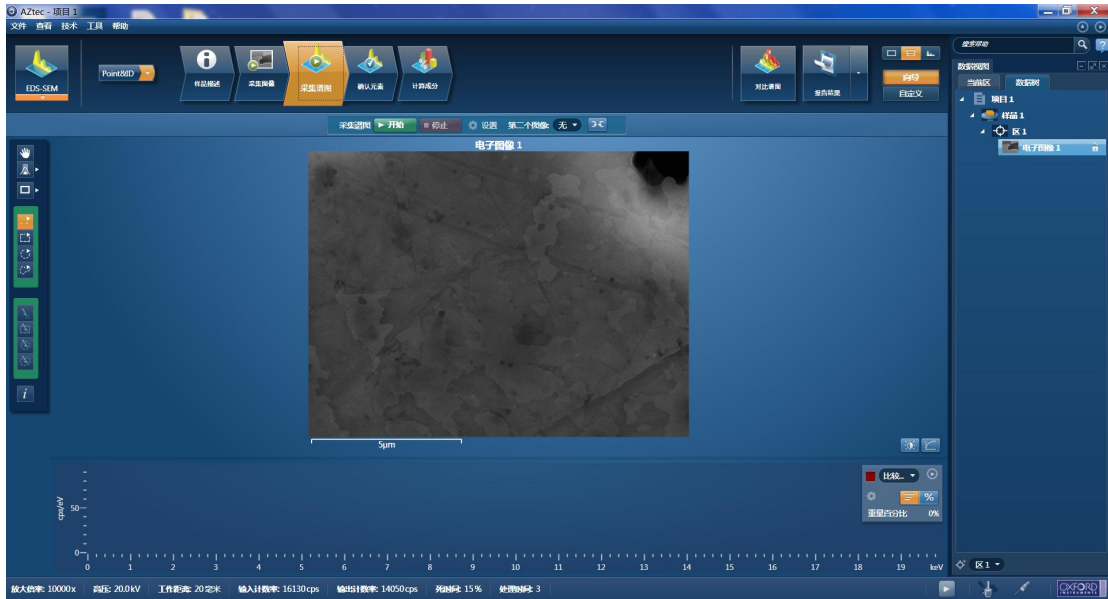
11. 之后在左上角“样品描述”按钮旁边的下拉列表中选择“Point&ID”，见下图。



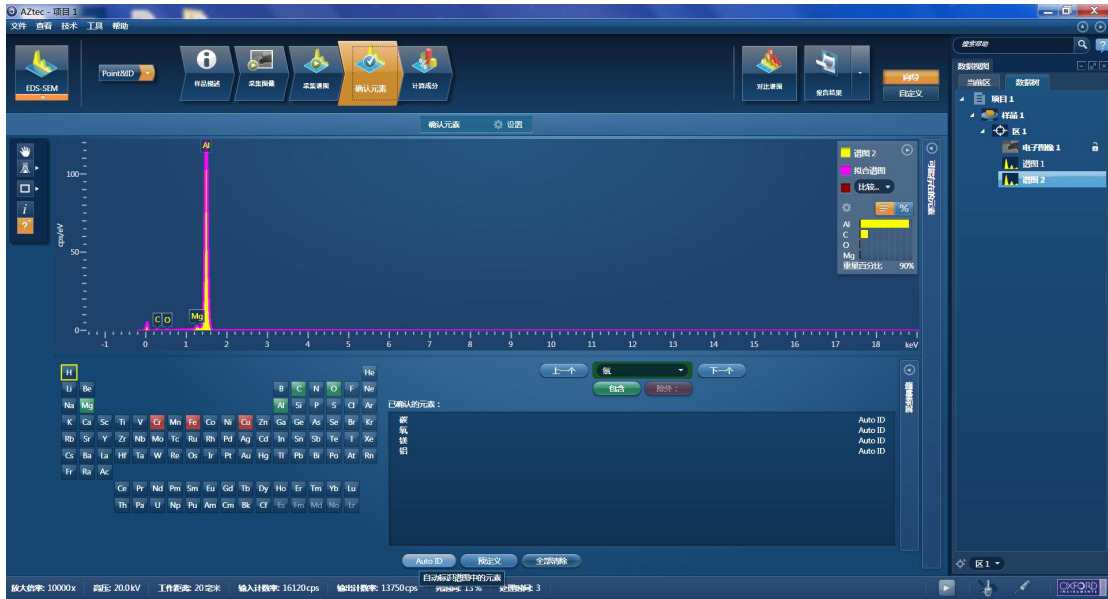
12. 点击上方“采集图像”，并点击“开始”，见下图。



13. 图像采集完毕后，点击上方“采集谱图”，左侧有一排正方形的选取按钮，第一个表示选择一个点进行测量，第二个表示选择一个矩形区域进行测量，第三个表示选择一个椭圆形区域进行测量，第四个表示手动绘制一个区域进行测量，点击其中任意一个按钮，然后在图像上选取一点或一个区域，测量会自动开始，见下图。



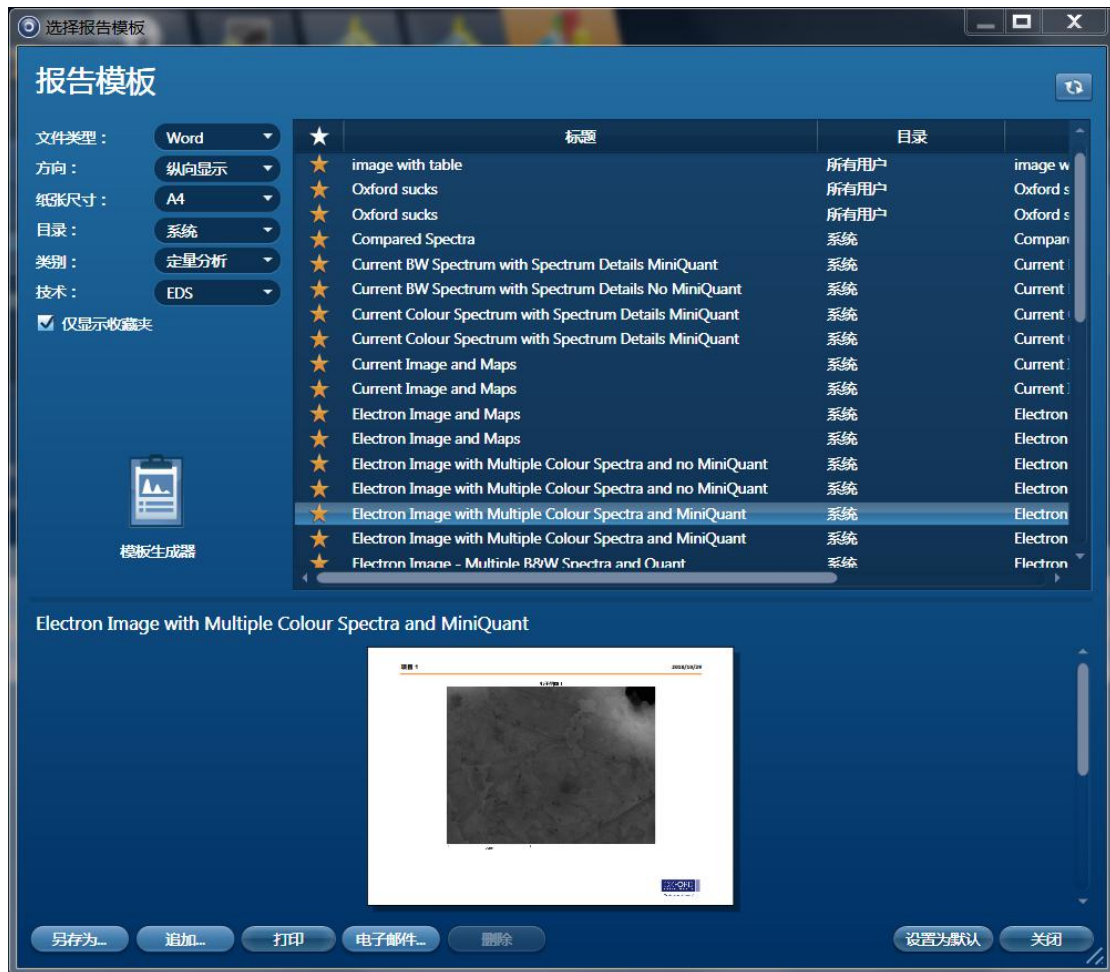
14. 点击上方“确认元素”，点击下方“Auto ID”，程序会根据谱图自动识别元素，之后可以在元素周期表中双击相应的元素进行添加或删除，见下图。



15. 能谱测试结束后，点击谱图右上角的百分比符号，生成数值，之后点击上方“计算成分”，并选择“原子百分比”，可查看定量分析结果，见下图。



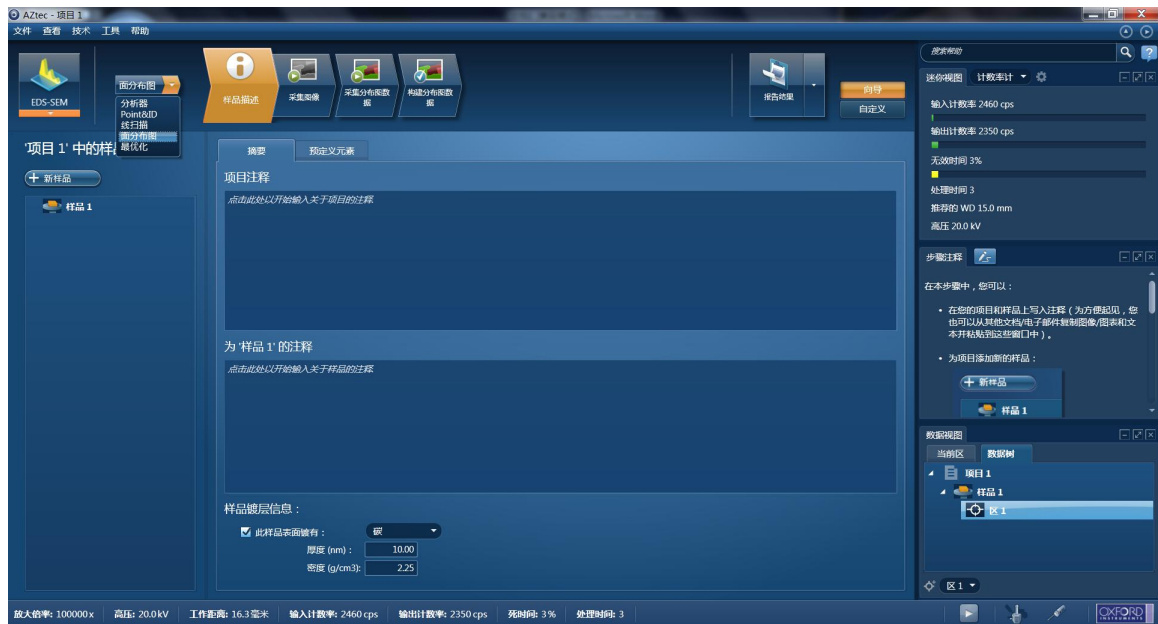
16. 导出结果可点击右上角“报告结果”，点选“报告模板”，并在弹出的窗口中左侧“类别”选择“定量分析”，在窗口右侧选择合适的报告模板，下方有模板预览图，选定后点击左下角“另存为”将结果以Word文档格式保存到D:\User下的相应用户目录中。



17. 关闭程序，根据需求保存或不保存项目文件。

5-4. EDX能谱测试（样品元素分布图观察）

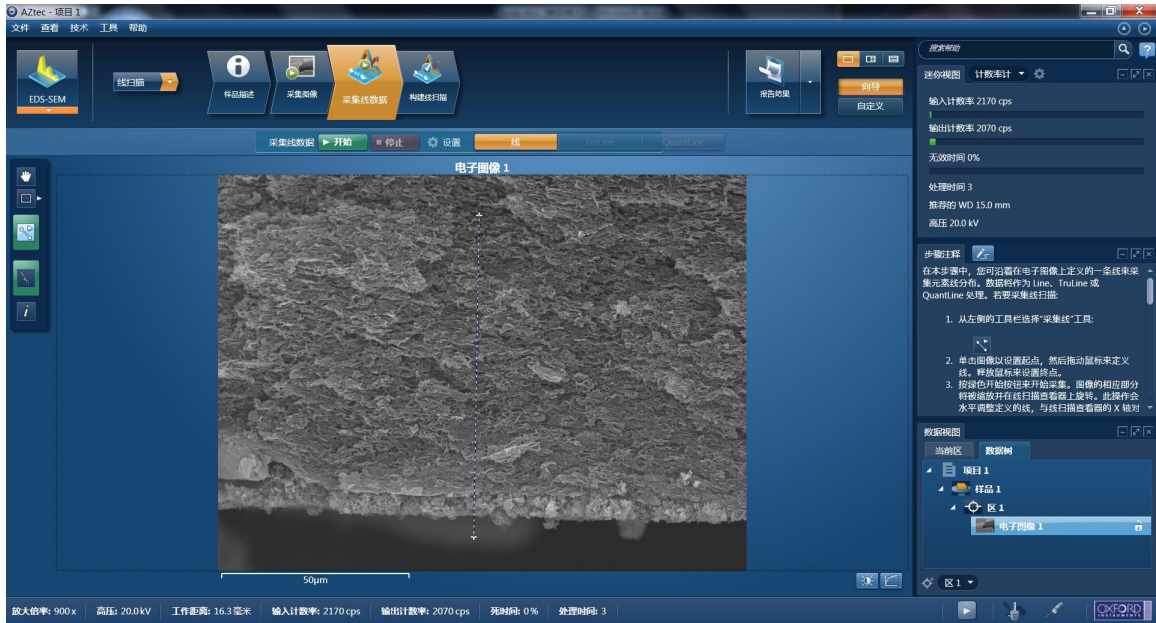
1. 如果在拍摄图像结束后进行EDX能谱测试，请将加速电压升高到20 kV（如果是测碳、氮、氧、氟等第2、3周期轻元素的百分比，可用10 kV），将Z值调整到15 mm，之后执行5-2小节的6~7步，进行适当的消除像散和对中，使图像大致清晰即可，然后调整放大倍率，找到待观察的样品区域。
2. 在右边EDX电脑桌面上双击AZTec图标，打开AZTec能谱软件，进入程序界面，点击右下角的电镜控制按钮，对照电镜SU-70程序的放大倍率 and WD值，将放大倍率和工作距离设置为同样的数值，分别点击两个“设定”，关闭电镜控制。
3. 之后在左上角“样品描述”按钮旁边的下拉列表中选择元素分布图测试模式，选择“线扫描”或“面分布图”，见下图。



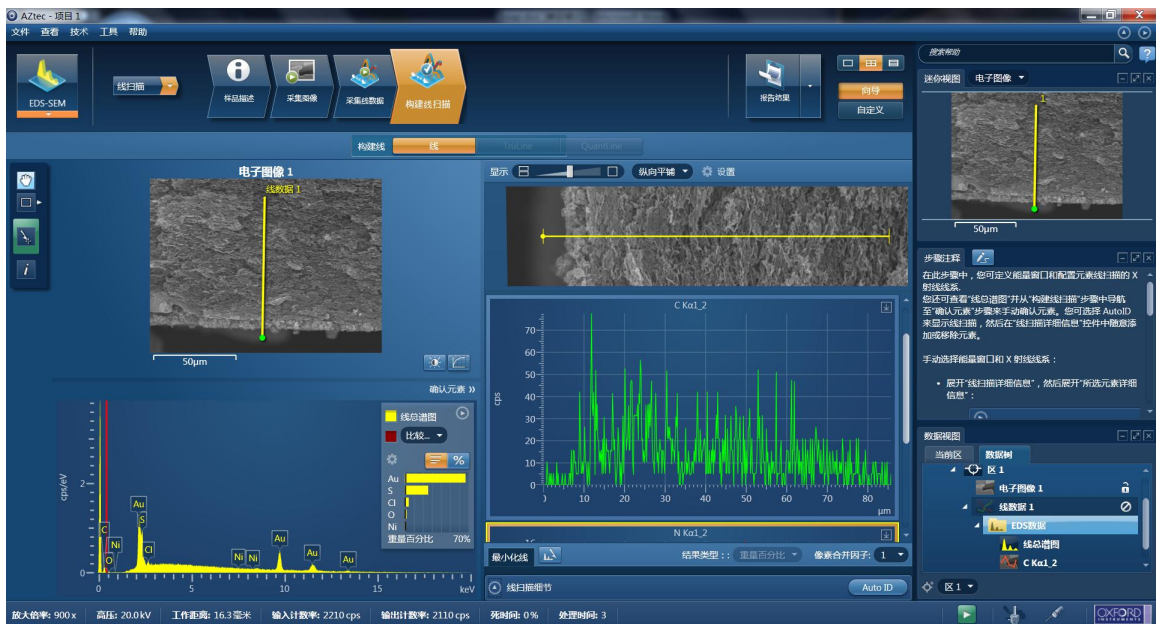
4. 如果选择线扫描，在选择之后点击上方的“采集图像”，点击“开始”按钮，将自动将电镜电脑图像窗口的图像扫描至AZtec窗口，见下图。



5. 之后点击上方的“采集线数据”，在图像中用鼠标左键划出一条直线，作为线扫描的分析线，点击“开始”按钮启动线扫描，见下图。



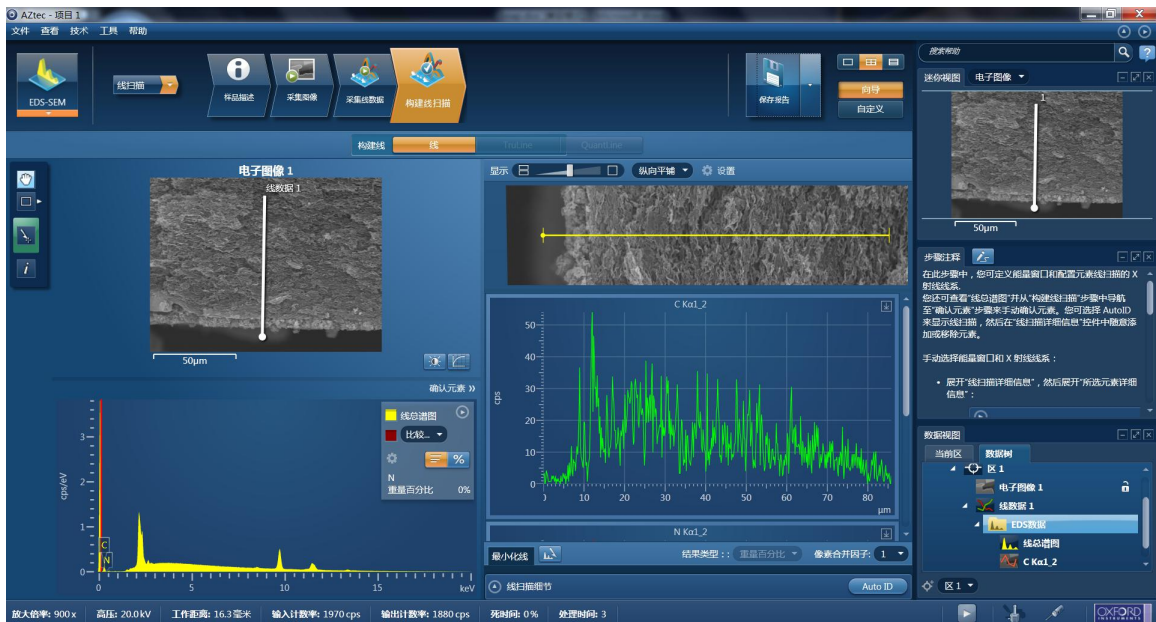
6. 点击“构建线扫描”，查看扫描状况，拖动元素峰形（下图中“C K α 1_2”）右侧的滚动条查看每个元素峰形的变化，粗略得出元素在扫描线上的分布，见下面两张图，可点击下方“线扫描细节”左边的小箭头，调出元素周期表，将不需要的元素双击去掉，将需要但未扫描出的元素双击调出。





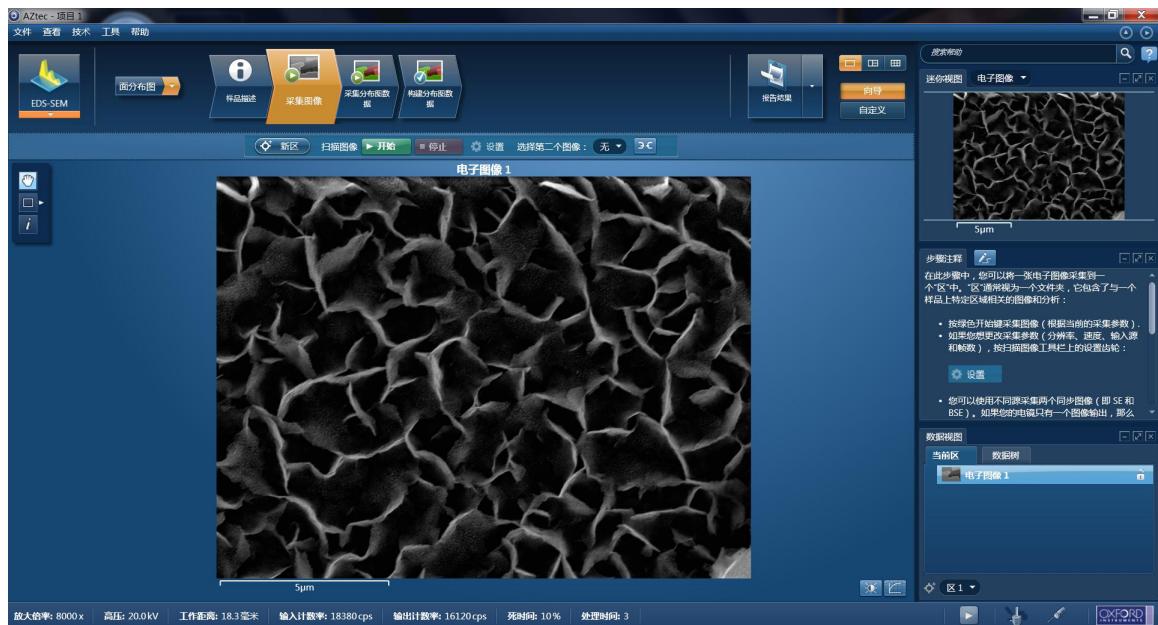
7. 对于左下角的谱图，可以通过点击“线总谱图”面板右上角的“确认元素”，剔除不需要的元素，加入需要的元素。之后再点击“样品描述”左边的下拉菜单，回到“线扫描”。如果需要停止扫描，点击“采集线数据”，点击“停止”，否则会持续扫描下去。

8. 回到“构建线扫描”，点击右上方“保存报告”右边的下拉菜单，选择“报告模板”，见下图，在“选择报告模板”窗口左侧选择“类别”为“线扫描”，在窗口右侧选择合适的报告模板，下方有模板预览图，选定后点击左下角“另存为”将结果以Word文档格式保存到D:\User下的相应用户目录中。

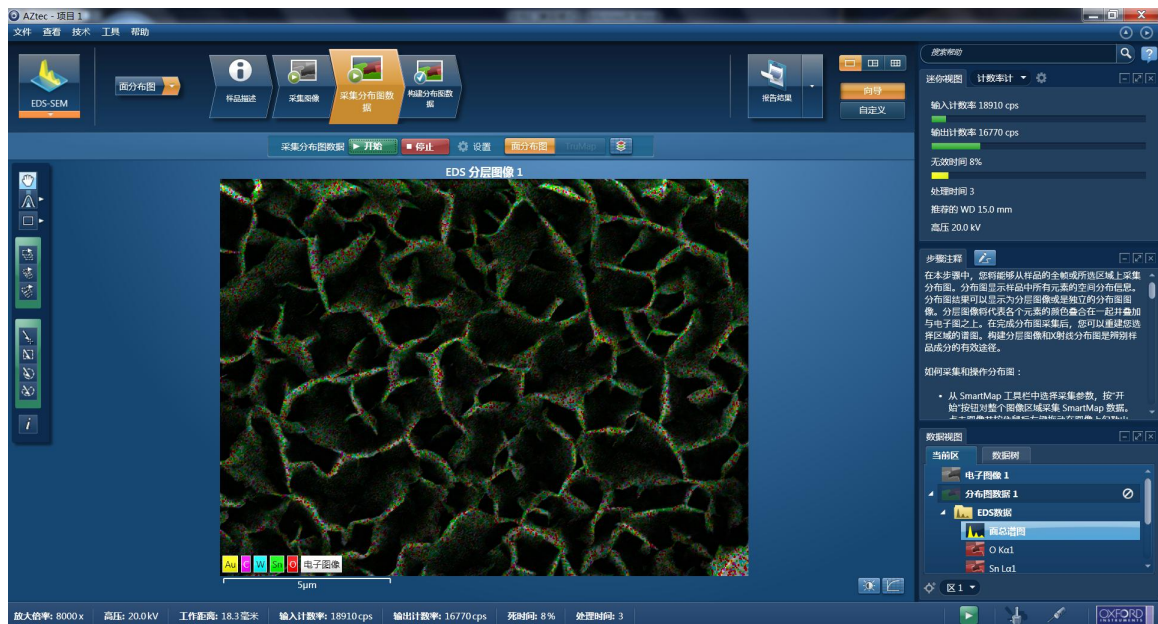
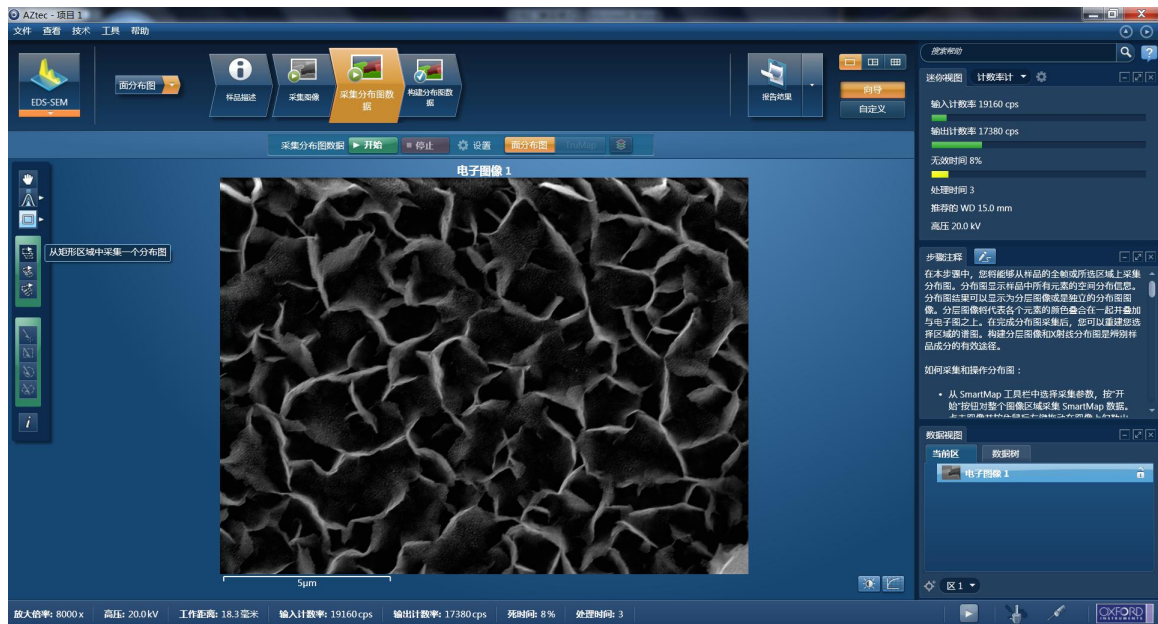




9. 如果在第3步中选择面扫描，在选择之后点击上方的“采集图像”，点击“开始”按钮，将自动将电镜电脑图像窗口的图像扫描至AZTec窗口，见下图。



10. 点击“采集分布图数据”，在左侧工具列点击“从矩形区域中采集一个分布图”（见下图），之后在图像窗口中用鼠标左键划定一个区域，点击“开始”按钮启动面扫描。



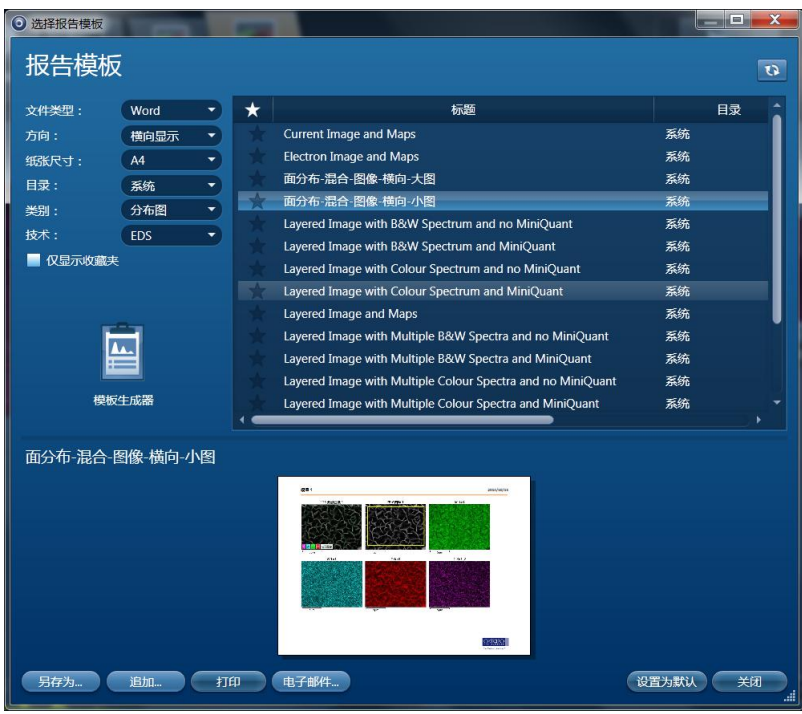
11. 点击“构建分布图数据”，查看扫描状况，查看每个元素在扫描区域内的分布变化，见下面两张图，可点击下方“分布图细节”左边的小箭头，调出元素周期表，将不需要的元素双击去掉，将需要但未扫描出的元素双击调出。



12. 对于左下角的谱图，可以通过点击“面总谱图”面板右上角的“确认元素”，剔除不需要的元素，加入需要的元素。之后再点击上方“样品描述”左边的下拉菜单，回到“面分布图”。如果需要停止扫描，点击“采集分布图数据”，点击“停止”，否则会持续扫描下去。回到“构建分布图数据”，见下图。



13. 见上图，点击右上方“报告结果”右边的下拉菜单，选择“报告模板”，之后见下图，在“选择报告模板”窗口左侧选择“类别”为“分布图”，在窗口右侧选择合适的报告模板，下方有模板预览图，选定后点击左下角“另存为”将结果以Word文档格式保存到D:\User下的相应用户目录中。



14. 关闭程序，根据需要选择保存或不保存项目文件。

5-5. 样品退出与数据拷贝

1. 在右边“STAGE”标签下调整样品台高度Z为15 mm，等待其恢复到15 mm。如果有使用旋转或倾斜，请将角度恢复到0度。然后按“H/L”键切换到低倍模式，点击“OFF”键关电压，

按“EXC”键使样品台回到样品舱边缘。

2. “EXC”指示灯停止闪烁长亮后，按“OPEN”键，蜂鸣器响后，将进样杆推入并推到底，旋转进样杆旋钮至“LOCK”位，拉出样品台底座并拉到头，按“CLOSE”键合上样品舱，蜂鸣器响。

3. 按交换舱上“AIR”键放气，蜂鸣器响后，“AIR”灯长亮，打开交换舱，旋转旋钮至“UNLOCK”位，卸下样品台底座，关上交换舱，按“EVAC”键抽气，蜂鸣器响后，“EVAC”灯长亮，代表退样结束。

4. 把螺柱、锁片和样品台从底座上卸下，之后用镊子刮掉样品和导电胶。

5. 使用房间门侧的戴尔电脑拷贝数据：在桌面上双击“SEM Data”，里面映射了电镜电脑的“D:\USERS”共享文件夹；在桌面上双击“能谱数据”，里面映射了能谱电脑的“D:\User”共享文件夹。将数据发送至U盘即可，若无U盘，可将文件或文件夹压缩成RAR包，然后用微信扫描二维码登录发送文件。

6. 刷卡下机，清理制样区。

5-6. 注意事项

1. 螺柱的螺丝不要拧得太紧，不然很难取下来。

2. 进样时一定要注意样品上表面高度低于标高尺下表面，大概 1-2 mm 最佳，也不能低太多。

3. 粉末样品工作距离 WD 不能低于 5 mm。

4. 进样换样时，进样杆进出样品舱要轻拉轻推，直进直出，推到底，拉到头。

5. 高分子样品要加液氮。

6. 能谱工作距离 15 mm。

7. 磁性粉末和液体样品不能进行测试。

8. INCA 和 AZTec 程序都会占用能谱电脑的固定端口，不能同时使用。

9. 若修改了本章中未提及的其它参数，请在退样前将它们恢复原来的设置。