

Quick Guide for TEM

Dr. Fritz Schulze-Wischeler

Content

1. Preliminary Remarks.....	2
2. Occupational Safety.....	2
TEM Bright Field.....	3
3. Starting the Session.....	3
4. Place the specimen in the single-tilt specimen holder	6
5. Probenhalter in die Compustage einbringen.....	7
6. Control Panel.....	9
7. Alignments.....	10
8. Messen mit Digital Micrograph.....	17
9. Contrast Aperture.....	19
10. Ending the Session.....	20
TEM other Modes.....	23
11. Dark-Field Imaging.....	23
12. Selected Area Diffraction	24
13. STEM.....	26
14. STEM-EDX.....	29
Troubleshooting & Maintenance.....	33
15. Known Problems & Solutions.....	33
16. Restart TEM Server.....	34
17. Restart FEG and High Tension.....	35
18. Set up new TEM user on TEM control computer.....	37
19. Recalibrate Camera References.....	41
20. Change of an Aperture.....	43
21. Maintenance.....	44
More Information.....	45
22. Contact information.....	45
23. Features of the TEM	45
24. Book a Session.....	45
25. Analysis Software	47

1. Preliminary Remarks

- Only instructed users may work on the TEM.
- This quick guide is intended as a quick reference for trained users. Press F1 to access the Online Help on the TEM computer.
- The instructions on occupational safety must be fully understood.
- Please do not eat or drink at the TEM (it is ok in the anteroom).
- If you want to leave the TEM room, the column valves must *always* be closed.
- The session must be booked and the cost coverage by the institute/working group must be clarified in advance. (220 Euro per session, plus sample preparation if necessary).
- The instructions for publications must be known and followed. Usage regulations: "When using the TEM, users agree to thank the LNQE in publications."
- Things that can be damaged most quickly on the TEM due to incorrect operation:
 - Bending the holder - Therefore, always handle the holder carefully and never with force.
 - Vacuum collapse on the FEG - Therefore, always keep Column Valves closed when changing anything on the vacuum system.
 - Red light on the Compustage means: Never insert or remove a specimen holder in the Compustage.
 - Damage scintillator on camera due to too much beam power - Therefore, double check that the shield is closed when switching to Diffraction Mode.

2. Occupational Safety

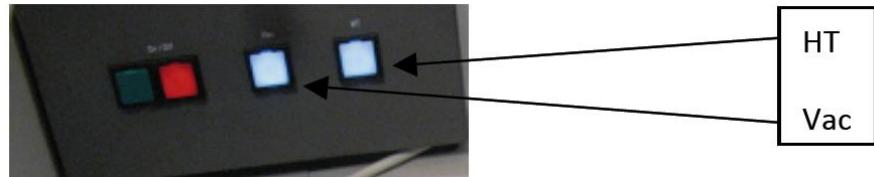
- **X-ray protection:** The initial briefing for LNQE equipment subject to radiation or X-ray protection is carried out by the technical manager. Thereafter, the instruction must be refreshed to the day at the latest. These briefings are then possible online.
- **Liquid nitrogen LN2:** briefing by Fritz Schulze-Wischeler. The hazards are: Cold burns, lack of oxygen due to displacement, explosion hazard for closed containers, O₂ accumulation on cold surfaces. => Wear protective cryogenic gloves and goggles when filling.
- **SF6:** There is SF6 in the TEM at the FEG and in the equipment room. SF6 has two hazards:
 - Risk of suffocation: If it escapes, it displaces oxygen and there is a risk of suffocation (SF6 is heavier than air).
 - Fluorine poisoning: SF6 decomposes to sulfur and fluorine at over 250 °C, releasing highly reactive fluorine. Fluorine is very toxic.
- **In case of emergency:** In case of fire or other emergency situation (building evacuation), press the OFF key on the System On/Off panel. The microscope will shut down, minimizing any danger to persons in its vicinity or to yourself. Switch off the TEM PC. Immediately leave the room with the microscope.



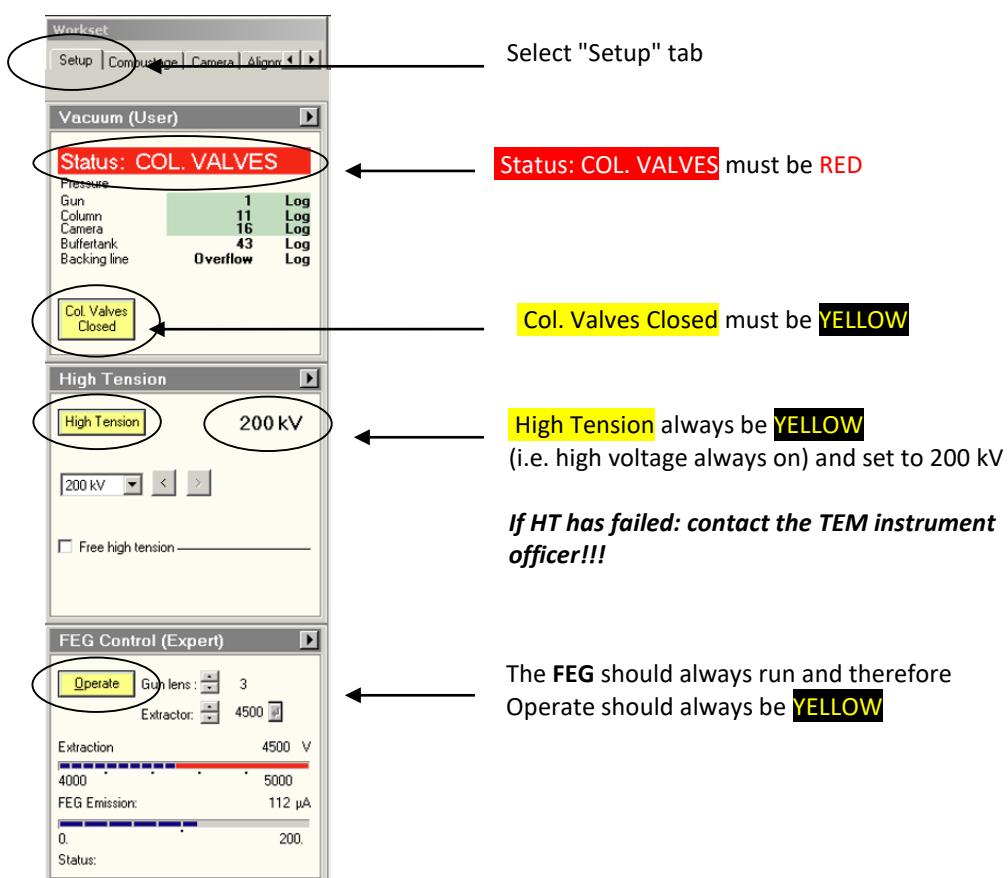
TEM Bright Field

3. Starting the Session

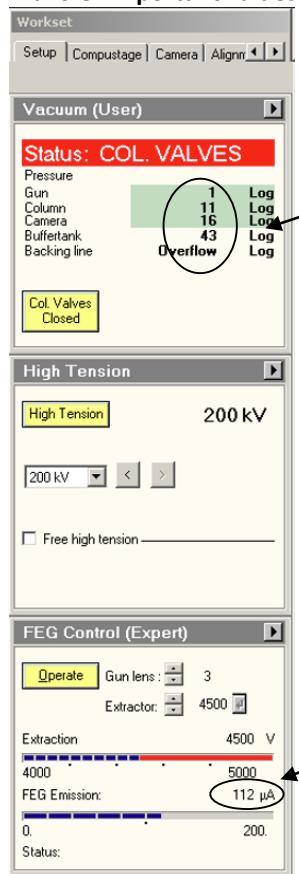
- **Check that the HT and Vac switches on the control panel are illuminated**
This only works if the room light is on. If not both control lamps are lit, do not continue, but contact the TEM instrument officer.



- **Log in to the computer in the anteroom and check the asset ledger**
Logging into the LNQE domain. In the "TEM" group drive, the asset ledger "Anlagenbuch TEM FEI Tecnai F20.XLS" is located in the main directory. Check here (especially the "Special" column) in which state the TEM is currently is.
- **Log in to the TEM computer and start control programs**
 1. log in with the individual user name.
 2. start programs (in this order):
 1. TEM User interface
 2. digital micrograph (wait a while until the menus are loaded)
 3. TIA
- **Check whether "Column Valves" are closed, HT and FEG are on**



- Transfer important values to the asset ledger.

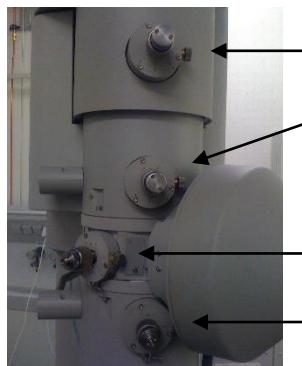


Write the vacuum values in the asset ledger.

Write the FEG emission current in the asset ledger. If the current has changed significantly from the last session, contact the TEM instrument officer.

- Check apertures

C2 to 4 for TEM, Objective & Selected Area aperture **out**

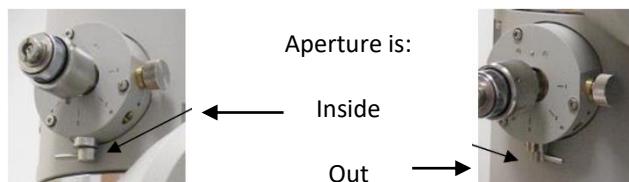


Condenser Aperture 1 (C1, always at position 4)

Condenser Aperture 2 (C2 always on position 3).

Objective Aperture

Selected Area Aperture



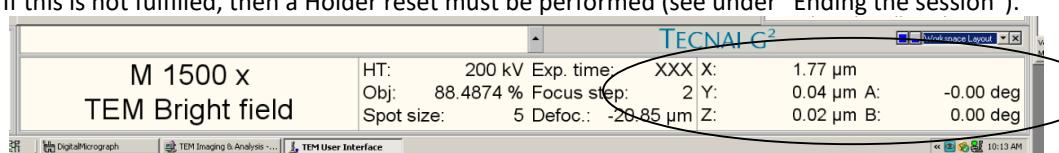
Aperture is:

Inside

Out

- Check Compustage

The Compustage must be in the zero position, i.e. X, Y, Z and α , β must all be approximately 0. If this is not fulfilled, then a Holder reset must be performed (see under "Ending the session").



- **Fill liquid nitrogen**

1. Cover the viewing screen on the TEM with the rubber cover.
2. Put on protective goggles and gloves.
3. Carefully fill the cold trap on the TEM to approx. 1 cm below the edge.
4. After approx. 10 minutes, you can load the trap.

- **Open vacuum overview**

(At the bottom right of the screen)

The different values represent logarithmic values of pressures.

IGP = Ion getter pump

Pen = Penning vacuum gauge

Pir = Pirani vacuum gauge

IGP2 and IGP3 are the FEG vacuum (IGP2 must be 1)

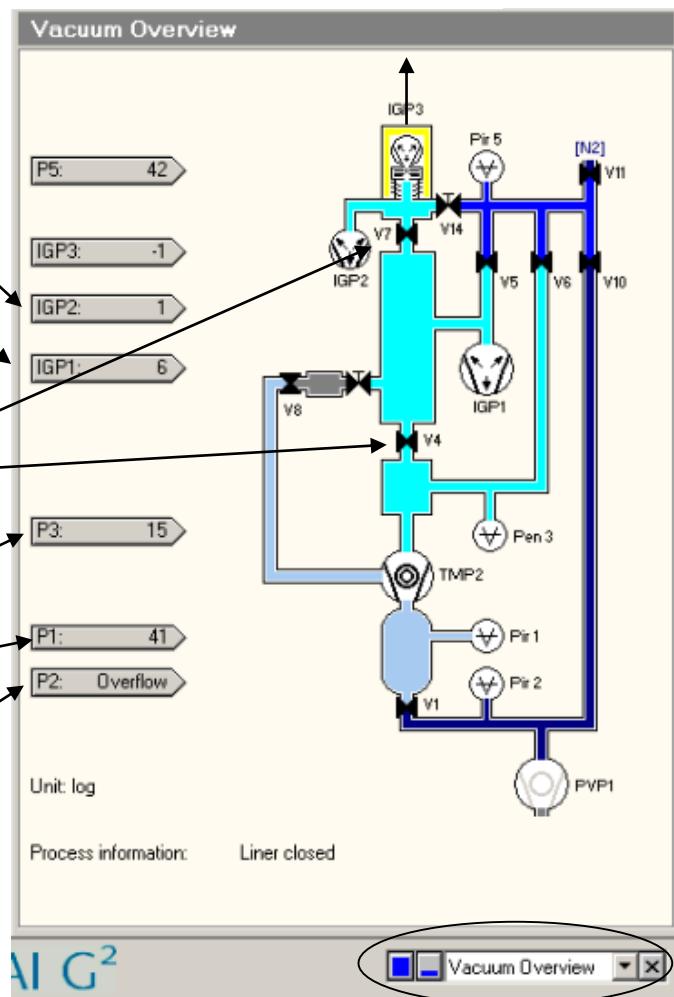
IGP1 is the column vacuum (must be 6 if ideally pumped down)

V7 + V4 closed correspond to the "Column Valves: Closed" state

P3 is the vacuum at the camera

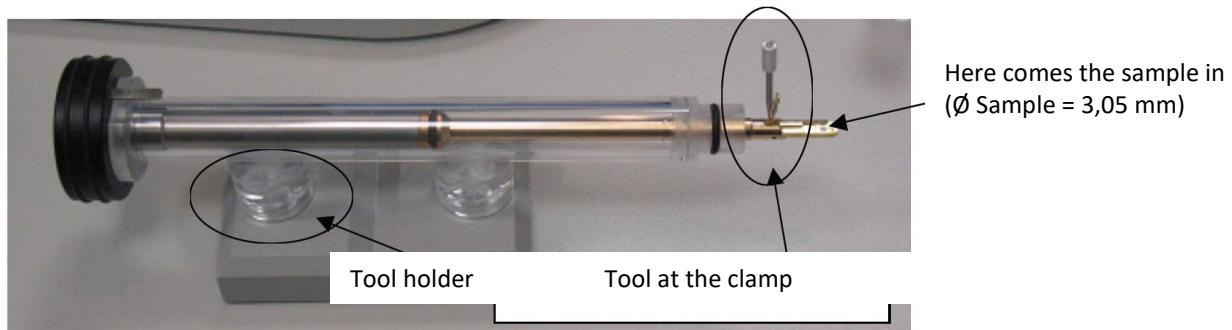
P1 is the vacuum at the buffer tank

P2 is the backing line vacuum



Open the vacuum overview here

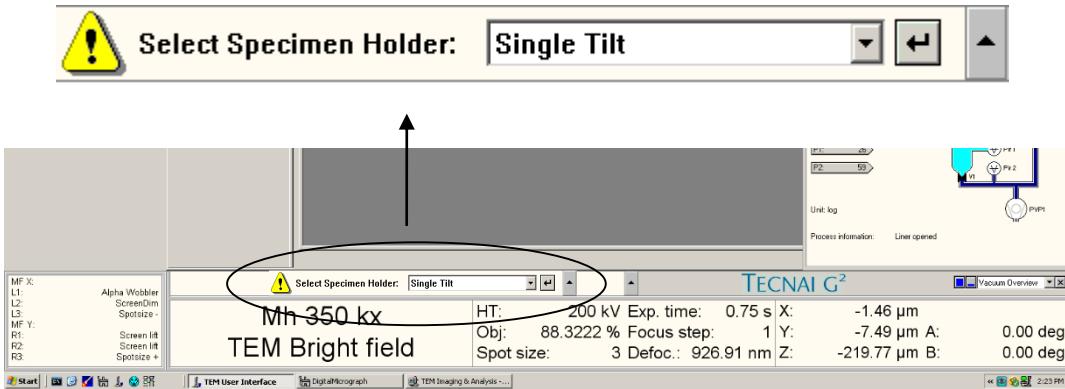
4. Place the specimen in the single-tilt specimen holder



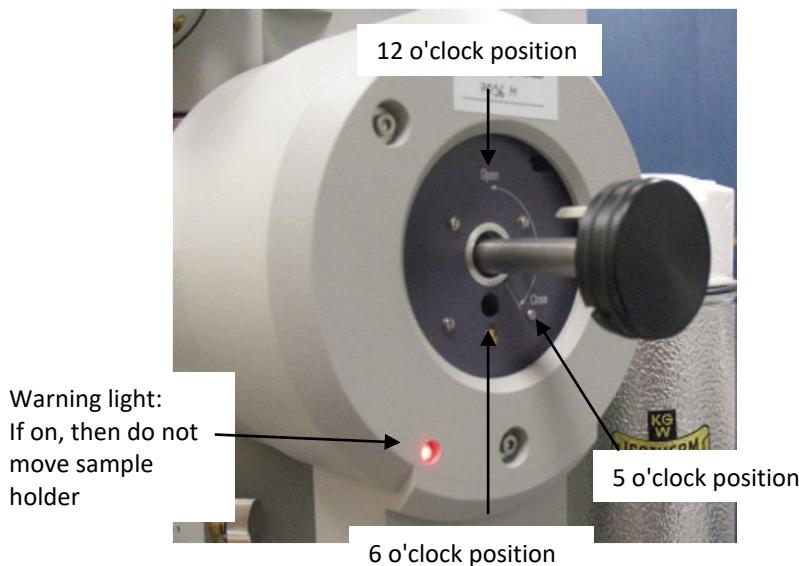
- The brass-colored part between the O-ring and the head end of the holder must never be touched with the hand or other parts that are not suitable for vacuum. wear protective gloves if necessary.
- Press lightly against the black end of the holder with one hand to prevent it from slipping out of the protective tube.
- Insert the tool (located in the holder, see illustration) into the hole at the head end of the clamp. Then **carefully and without force**, lift the clamp straight up until it is at right angles to the holder (see photo).
- Place the specimen as centered as possible in the circular depression of the tip of the specimen holder. Lift the sample with the small sample suction pump as close to the edge as possible (or alternatively with tweezers). For TEM & STEM, the sample should be placed around so that the material to be microscoped is now facing down. When mounting in the TEM, the sample holder is rotated 180° so that the material is now facing upwards.
- Lower the clamp with the tool **carefully and without force** straight down onto the sample. Guide the clamp during this process and do not allow it to snap. Make sure that the specimen remains correctly in position. The spring in the specimen holder presses the clamp against the specimen, so it is not necessary to press it yourself. Put the tool back into the holder.
- Gently pull the holder out of the protective tube and rotate the holder 180° so that the specimen is facing down. Tap the black end of the holder a few times. Turn the holder back and check that the specimen has not moved (movement is an indication that it was not properly inserted and clamped).
- Pull the holder out of the protective tube and inspect the O-ring closely for dirt, hair, etc. under the magnifying glass. Dirt can be carefully removed with a tweezer or toothpick.
- If the O-ring has become too dry: Never grease the O-ring independently, but contact the TEM instrument officer.

5. Insert specimen holder into the Compustage

- Touch the Selected Area control once with your left hand to discharge any static charges. Now stand still.
- Carefully insert the specimen holder into the compustage with the small pin near the holder tip at the 5 o'clock position so that it fits into the small notch inside the compustage.
- Alternatively: Carefully insert the specimen holder with pin at 6 o'clock position until you feel a resistance at the end. Then turn to 5 o'clock so that the specimen holder can be inserted all the way in. (Here the warning light is on briefly - this is ok and normal).
- The pump starts automatically and evacuates the Compustage. The red warning lamp is on: Do not move the specimen holder! The Single-Tilt-Holder can be released carefully. The double-tilt holder should be held carefully for the entire pumping time.
- The respective holder (single or double) must be selected on the control interface on the PC and confirmed with the small arrow button ↵.



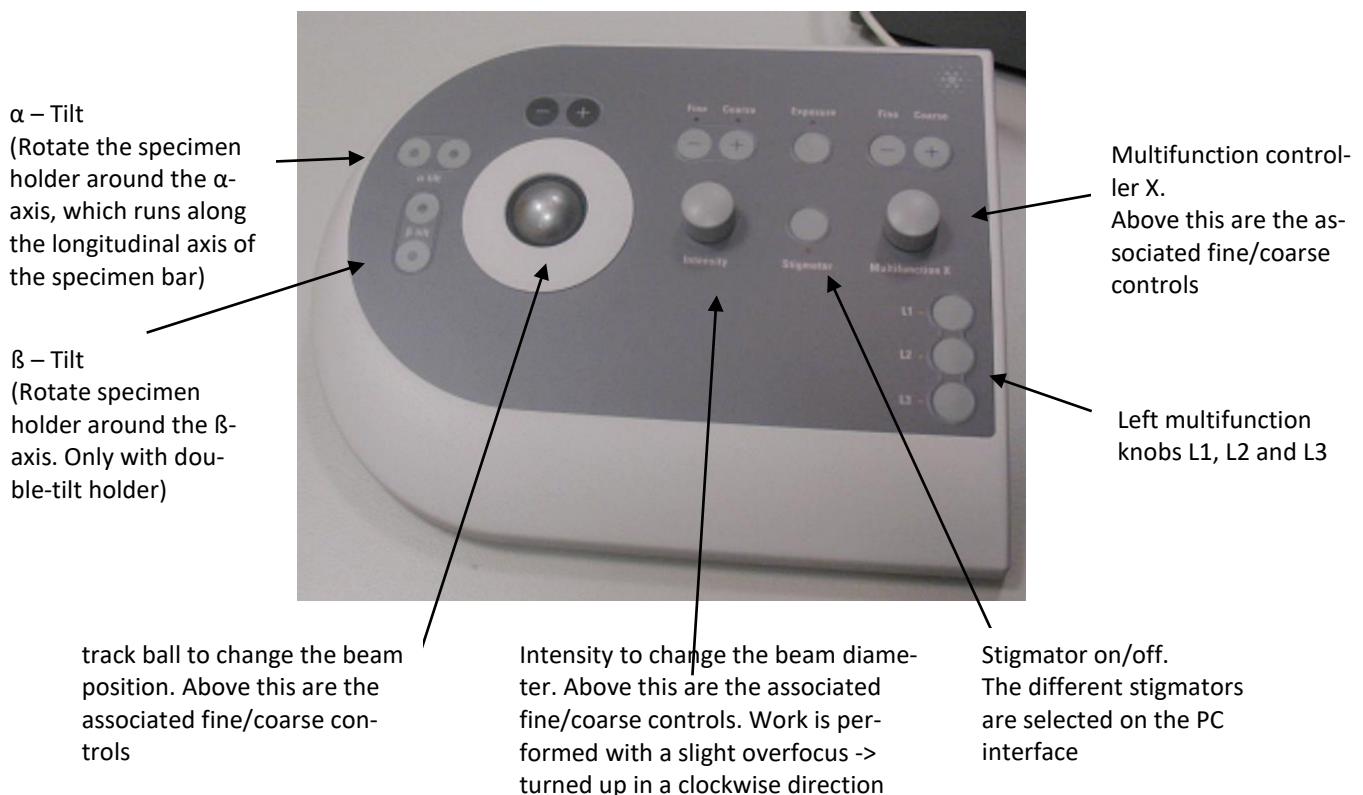
- For Double-Tilt only: Connect the cable from the holder to the Compustage. The cable must not block later or touch the protective cap (otherwise vibrations will be coupled in).



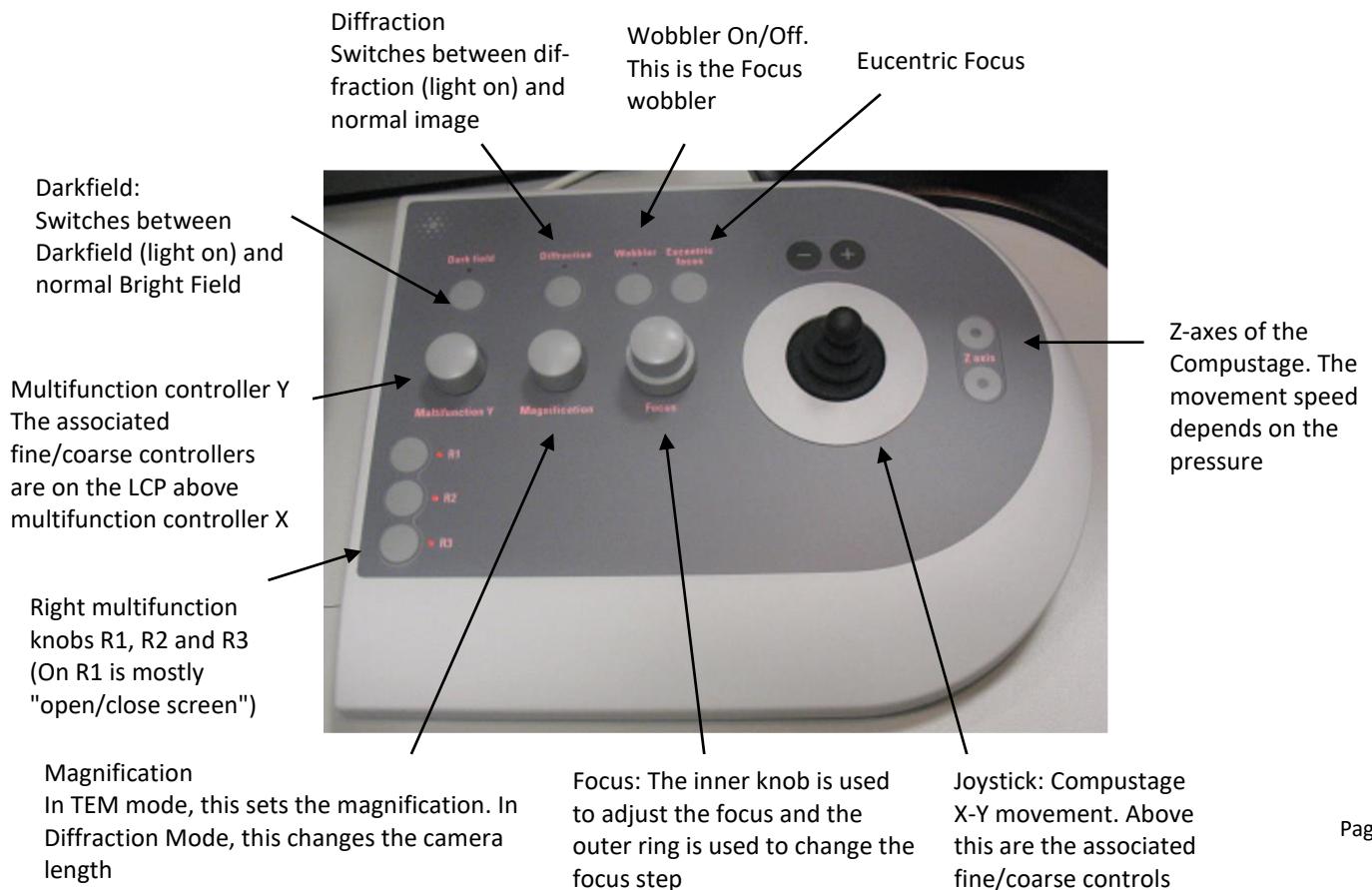
- The remaining **pumping time** is displayed at the bottom of the vacuum override (**180 seconds**). (Experienced users set "save numbered" in Digital Micrograph during this time).
- When the pumping time is over, the pump will stop and the red warning light will go off.
- Then the sample holder should be inserted completely: with the left hand press lightly against the purple surface on the Compustage and with the right hand turn the sample holder carefully counterclockwise so that the inner pin comes to the 12 o'clock position. The large pin visible on the outside, near the black end of the holder, is thus moved to the 6 o'clock position. This "unlocks" the Compustage. ***Caution: The vacuum pulls the specimen holder in! Therefore, hold it firmly!***
- Slowly slide the specimen holder in to the end. The large pin disappears into the shaft at 6 o'clock. Check whether the specimen grip is completely in.
- Knock loosely against the end of the specimen holder a few times.
- Attach the large gray protective cap.

6. Control Panel

Left Control Panel = LCP



Right Control Panel = RPC



7. Alignments

- **Darken**

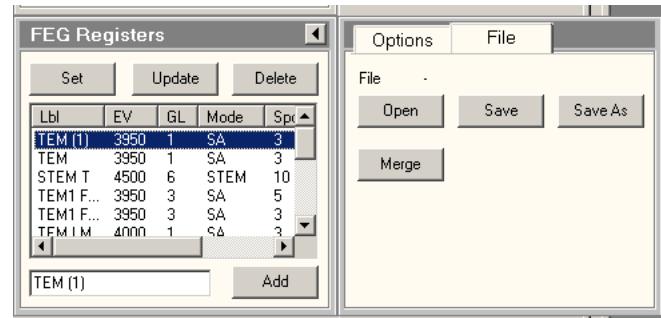
Usually the light is off when microscoping. With the dimmer (to the right of the TEM) you can make yourself some dim light.

- **Open Column Valves**

The phosphorescent screen in the TEM must be closed. When the pressure in **Column IGP1** is ≤ 15 , the Column Valves may be opened. The pressure should continue to drop to 6. If the pressure does not reach 20 or 6, then the sample holder should be ejected again and the O-ring inspected for dirt.

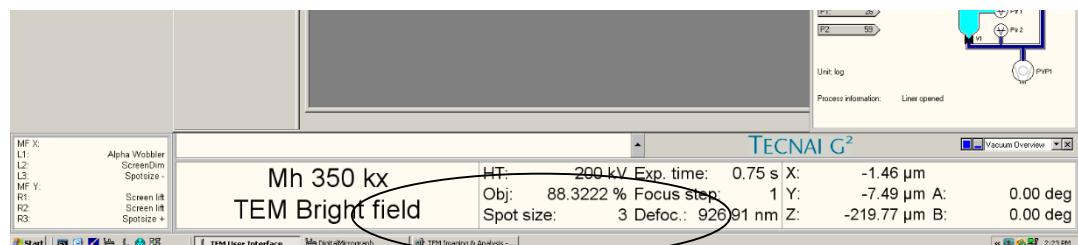
- **Load FEG-Registers (Optional)**

If the beam alignment looks very bad, then an older, known FEG register for TEM mode should be loaded. Or of course, if you want to change the mode (TEM, STEM, tomography). To do this, open Setup -> FEG Registers, see figure. Select a register and press Set to load it. The TEM will continue to work with the individual settings of each user where they finished the last session. So if you continue to work in the same mode, then loading new FEG registers should be the exception.



- **Control Spotsize**

At this point you should check whether **Spotsize = 3** (for TEM mode) is set (otherwise change it). Without specimen holder, the TEM automatically switches to Spotsize = 5 for safety reasons.

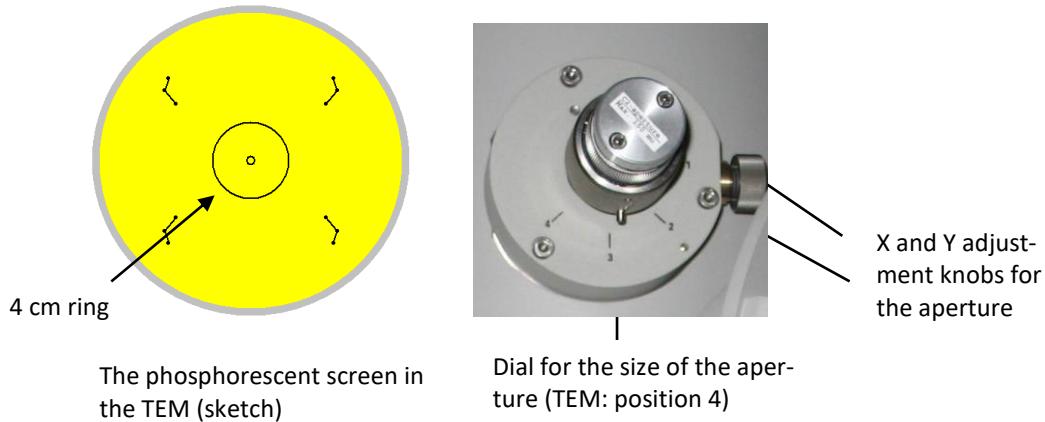


- **Find the beam**

- Often the beam is on the grid of the sample -> move joysticks a bit (change xy-position). This almost always works. Otherwise you can still try:
- The magnification is too large -> set to 4400 x to 1500 x
- The beam brightness is very far away from the focus point -> change the intensity at the LCP
- Maybe the beam is not directed to the center of the screen -> make magnification very small and change the position with the trackball at the LPC
- If nothing works: Load another FEG register.

- **Condenser Aperture C2 centered**

- For TEM mode, C2 is set to 3.
- Increase magnification slightly, at least 44,000 x.
- Use Intensity on the LCP to focus the beam to a small spot.
- Use the trackball on the LCP to center the spot beam absolutely on the phosphorescent screen.



Faster method

- Then wind the beam fully clockwise with Intensity so that almost the entire screen is illuminated.
- Use the X and Y adjustment knobs of the aperture to adjust it so that the expanded beam is as centered as possible. The four outer markings on the phosphorescent screen can be used as a guide.
- The whole procedure is iteratively repeated until the beam remains centered and uniformly wound (both clockwise and counterclockwise).

More accurate method

- Then pull up the beam with Intensity clockwise until the 4 cm ring on the screen is illuminated.
- Place the trackball exactly on the 4 cm ring.
- Now move Intensity into subfocus (counterclockwise) and illuminate the 4 cm ring again. The difference between the 4 cm ring and the round beam is the misalignment.
- Now using the X and Y adjustment knobs, adjust the aperture so that the beam is slightly better to the 4 cm ring (but not perfect).
- And back to overfocus with Intensity and see how well it fits now.
- Repeat the whole procedure iteratively until the beam stays centered and winds up uniformly (both clockwise and counterclockwise).

• Set eucentric height

There are several methods, all of which should be mastered. Preferably, the sample is always shifted in the z-direction so that it is at the eucentric height (rather than shifting the focus to the sample). This, among other things, makes the calibration of the scale display most accurate, since all base alignments of the TEM were made for the eucentric height.

Method: Minimum contrast

- Press Eucentric Focus on the RCP. This sets the focus for the eucentric height defined in the base alignments of the instrument.
- Set a magnification of 30,000 - 50,000 x.
- Searching for a specimen detail
- Use the z-axis buttons on the RCP to move the specimen up and down so that the specimen detail has minimal contrast.

Method: Minimum scattering

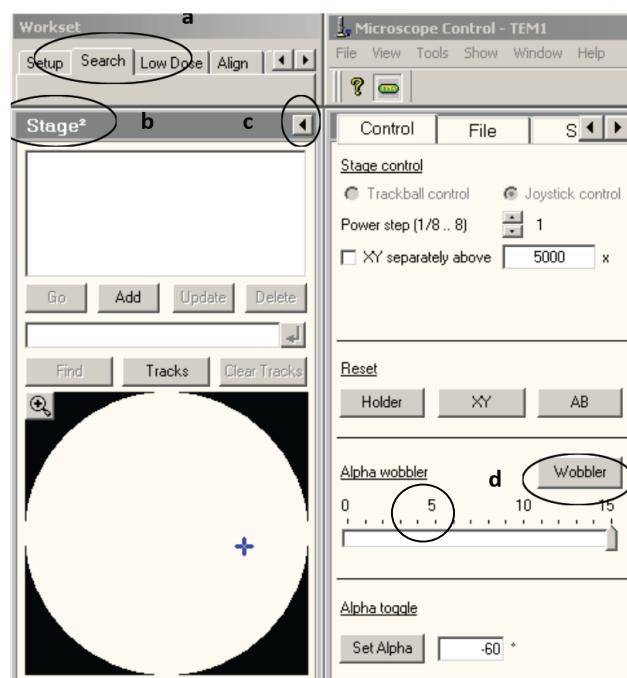
- Press Eucentric Focus on the RCP.
- Set a magnification of 30.000 - 50.000 x.
- Find a sample detail. Collections of amorphous material are best.
- Condense the beam to a point using Intensity on the LCP.
- Use the z-axis buttons on the RCP to move the specimen up and down so that the scattering around the central bright spot is minimized.

Method: focus wobbler

- Press Eucentric Focus on the RCP.
- Set a magnification of 30,000 - 50,000 x. (Also depends strongly on the size of the specimen detail).
- Search for a specimen detail.
- Now fix the sample detail well with the eyes and start the focus wobbler with the "Wobbler" button on the RCP. This will cause the beam to wobble around the specimen (similar to the α -wobbler where the specimen wobbles in the fixed beam - the relative motion is the same).
- Amplitude and spatial direction of the wobble can be changed with the two multifunction controllers.
- Wobbling produces two superimposed images of the sample. Use the z-axis buttons on the RCP to move the specimen up and down so that the two images overlap again. If necessary, correct with the joystick so that the specimen detail does not move out of the image.
- If the eucentric height is correct, then you can set the wobbler amplitude both high and low without changing the image. Turn the wobbler off again.

Method: α -Wobbler

- Press Eucentric Focus on the RCP.
- Set a magnification of 30,000 - 50,000 x. (This also depends on the size of the specimen detail).
- Find a sample detail and move it to the center of the screen.
- Now start the α -wobbler. This causes the specimen holder to tilt periodically about the α -axis. The α -wobbler can be controlled either via one of the multifunction keys L1 or via the user interface of the Compustage (see figure). There you can also set the amplitude, e.g. to 5.

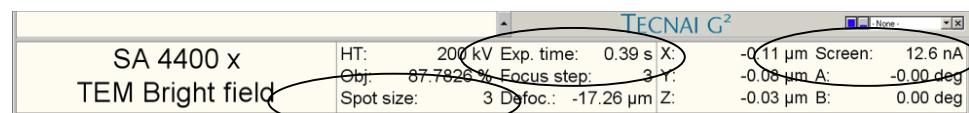
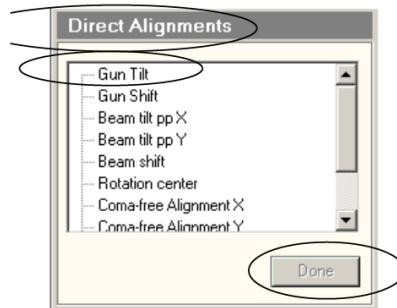


- The z-axis buttons on the RCP are used to move the specimen up and down so that the movement of the specimen detail is minimized.
- When the movement of the specimen detail is minimal, then one is in focus and the α -wobbler can be issued.

- **Alignment: Gun Tilt (Optional)**

Gun Tilt and Gun Shift only need to be redone if the beam intensity has become too weak. **Typical values for the Screen Current ~10 nA and Exposure Time ~0.5 s.**

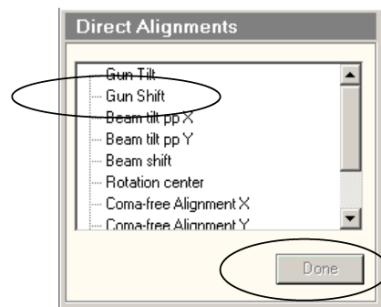
- Set typical magnification, e.g. 44,000 x
- Illuminate the 4 cm ring (wound up clockwise)
- Click Alignments -> Direct Alignments -> Gun Tilt.
- Now use the two multifunction controls to move the beam back and forth so that the Exposure Time is set to minimum. If necessary, use the trackball to bring the beam back to the center.
- End with Done.



- **Alignment: Gun Shift (Optional)**

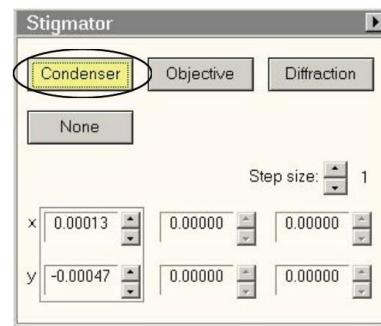
Gun Tilt and Gun Shift only need to be redone if the beam intensity has become too weak.

- Set a typical magnification, e.g. 44.000 x.
If the spot moves out of the field of view, start with a smaller magnification.
- Set Spot Size to 9 with R3.
- Use Intensity to contract the beam and center it with the trackball.
- Set Spotsizes to 3 with L3. (Now it is no longer in the center if Gun Shift is not ideal).
- Click Gun Shift in the Direct Alignments.
- Spot the beam with Intensity and center it with the two multifunction sliders.
- Press Done when done.
- Repeat the last steps iteratively until the beam stops moving when the Spotsizes are changed from 9 to 3.
- When Exposure Time has increased again, then readjust Gun Tilt again.
- If necessary, correct the astigmatism of the Condenser Lens again.



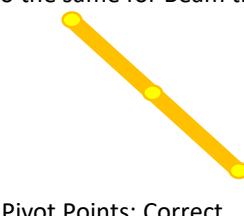
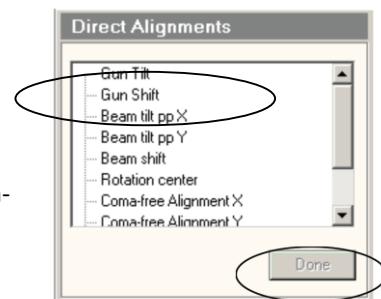
- **Alignment: Astigmatismus der Condenser Lens**

- If the beam on the phosphorescent screen is not round, the astigmatism of the Condenser Lens must be corrected.
- Press the stigmator on the LCP.
- The correct stigmator (here: Condenser) must be selected on the PC interface. The menu is at Alignments -> Stigmator.
- With the two multifunctional controllers, the beam can now easily be brought into a round shape. The easiest way is to orientate at the 4 cm ring on the phosphorescent screen.
- Finally, press Stigmator again to turn off the control.



- **Alignment: Pivot Points**

- Set typical magnification, e.g. 175,000 x
- Use Intensity to constrict the beam to a point and center it with the trackball.
- Click on Beam tilt pp X. The beam now wobbles back and forth.
- Adjust the beam with the two multifunction controls so that it has a bright point in the center around which the beam wobbles (see illustration).
- Press Done when done.
- Do the same for Beam tilt pp Y.



Pivot Points: Correct



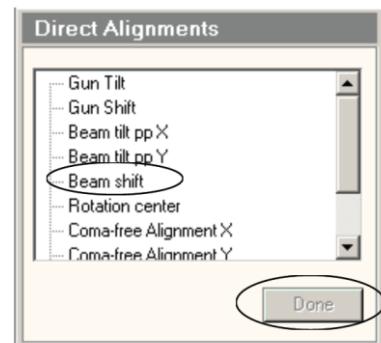
Pivot Points: Wrong



Pivot Points: Wrong

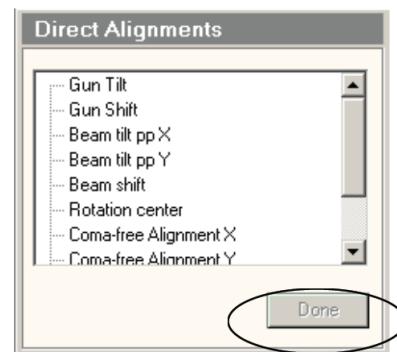
- **Alignment: Beam Shift**

- Set the typical magnification, e.g. 175,000 x.
- Use Intensity to contract the beam to a point and center it with the trackball.
- Press Beam Shift. The beam now moves to the side. If it disappears from the field of view, reduce the magnification until you find it again.
- Center the beam with the two multifunction controls.
- Press Done when finished.



- **Alignment: Rotation Center**

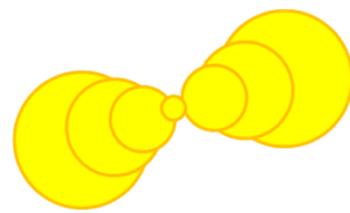
- Set the typical magnification, e.g. 175,000 x.
- Use Intensity to contract the beam to a point and center it with the trackball.
- Press Rotation Center. The beam now begins to oscillate. Use the ring on the focus control to change the amplitude of the oscillation.
- With the two multifunction knobs you can influence the movement of the beam. It should be adjusted so that it oscillates in the center (and not back and forth), see figure.
- Press Done when finished.
- If Rotation Center is set, then briefly check Beam Shift and Rotation center again, since the alignments influence each other.



Rotation Center: Correct
The beam oscillates
around a bright spot in
the center



Rotation Center: Wrong
The beam oscillates
around a bright point at
the edge



Rotation Center: Quite wrong
The beam oscillates back and forth
so much that a dumbbell-shaped im-
age is created

- **Alignment: Coma-Free (Optional)**

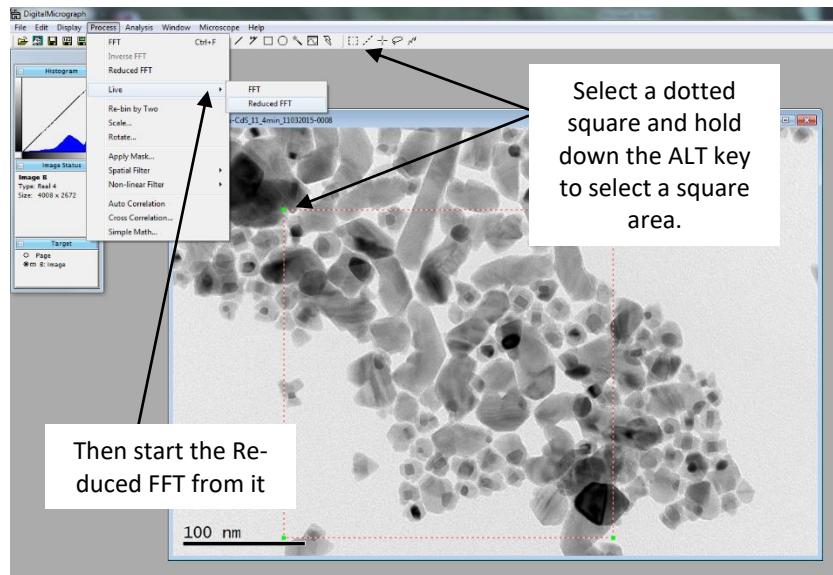
Only necessary at maximum resolution for best images. Coma-Free Alignment and Rotation Center influence exactly the same beam parameters - only the adjustment method is different.

- Set Magnification very large, 440,000 x
- Place a sample detail in the center of the screen and pull the beam wide open with the Intensity.
- Now press Coma-Free Alignment X. This will cause the beam to start bouncing back and forth. The beam should be pulled up so far that the specimen detail always remains visible.
- Now use the multifunction knob on the LPC to focus the specimen detail as it jumps back and forth. The best way to see this is in Digital Micrograph in the FFT. The sample detail itself will look slightly different as it bounces back and forth, because the beam is shining through it in different ways.
- The same for Coma-Free Alignment Y.

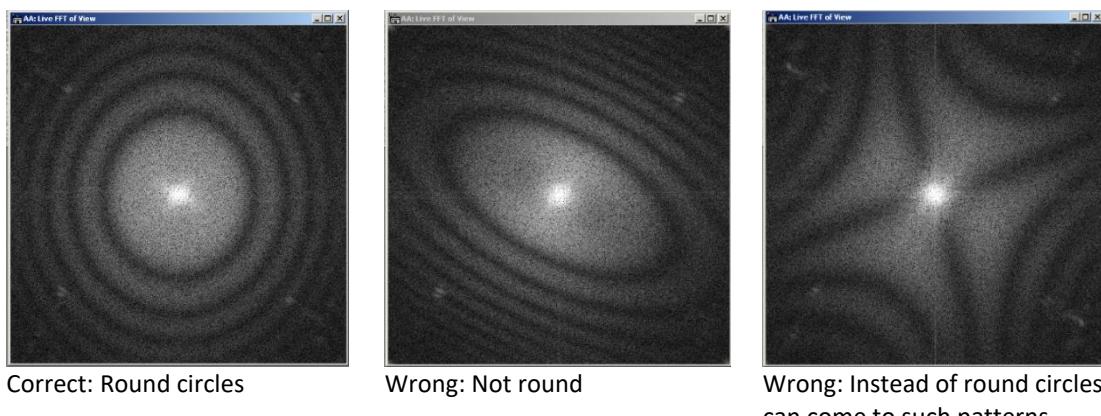
- Alignment: Astigmatism of the Objective Lens**

This alignment is made with the support of FFT in Digital Micrograph.

- Holding down the ALT key will bring up a dotted square on the live image. (Start far left at the top and then drag it up).
- Then the Fast Fourier Transform is taken from it.
- Process -> Live -> Reduced FFT



- In the live image of the FFT you can see circles if the eucentric height is not set quite correctly.
- Now you can adjust the eucentric height ideally with z-axis at the RCP. Then the image is well illuminated in the FFT.
- Then use the focus knob to go back to subfocus a bit to see the circles in the FFT.

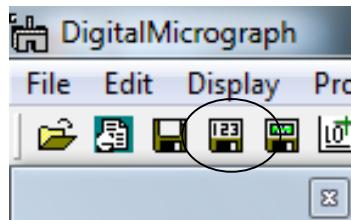


- If the circles in the FFT are oval, then the astigmatism of the objective lens must be corrected. To do this, press the stigmator on the LCP. If the astigmatism is very strong, the objective lens aperture is probably not set well (correct again if necessary).
- The correct stigmator (here: Objective) must be selected on the PC interface. The menu is at Alignments -> Stigmator. By default, the Objective stigmator is already selected when the Stigmator button is pressed.
- Now use the two multifunction controls to make the circles as round as possible. Sometimes it is helpful to place a circle from the upper menu in the FFT image to see exactly when the circles are round.
- Finally, press Stigmator again to make out the control.
- Use the focus button to go back into focus.

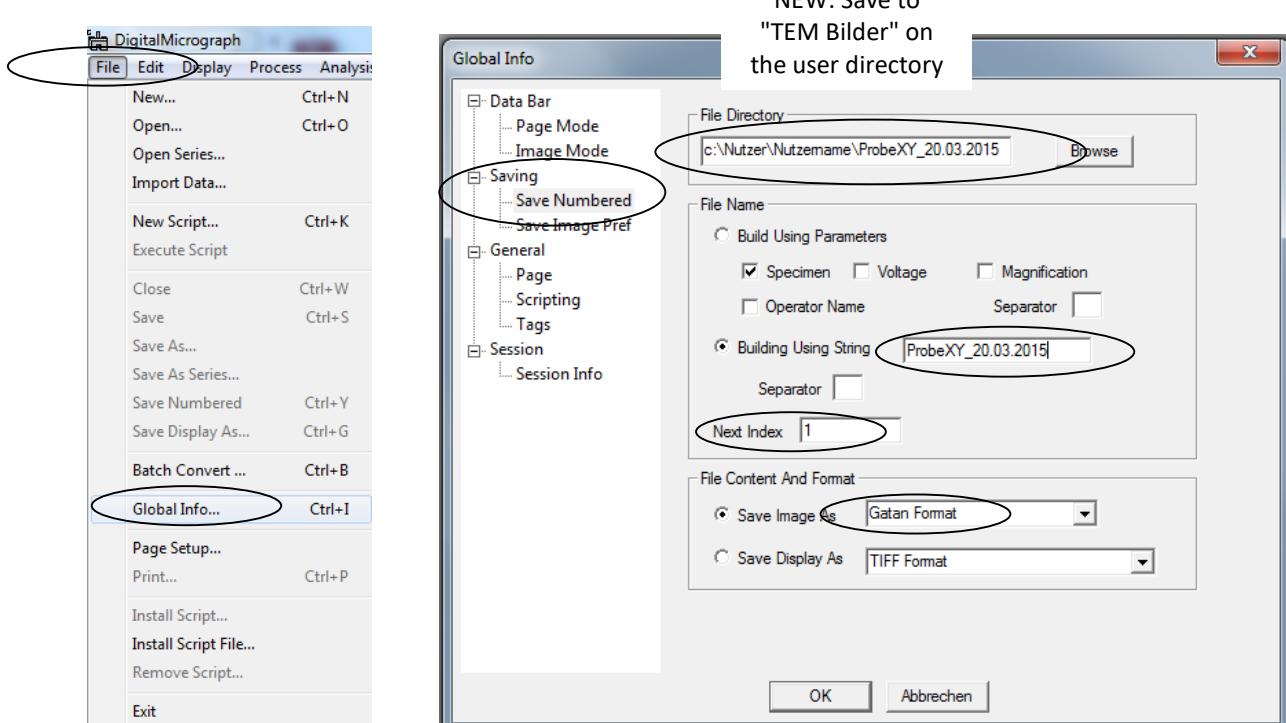
8. Measuring with Digital Micrograph

- **Save images:**

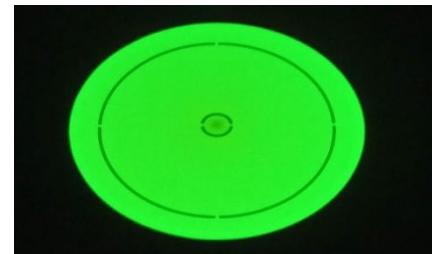
- With "Save Numbered" you only have to enter the sample designation and the date once. Each time you save, the images are automatically labeled and assigned a sequential number.



- File -> Global -> Global Info -> Saving -> Save Numbered
- Then specify there:
 - The path where it should be saved (please, the own directory).
 - The string that should identify the files. Typically sample name + date.
 - Set Next Index to 1.
 - Save as Gatan Format.
 - Confirm with OK.

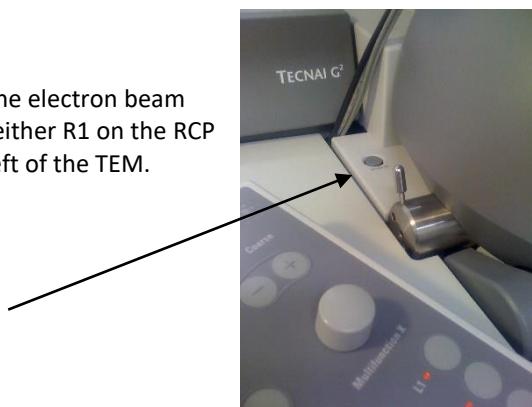


- **Capture images:**
 - The beam should illuminate the 4 cm circle well.

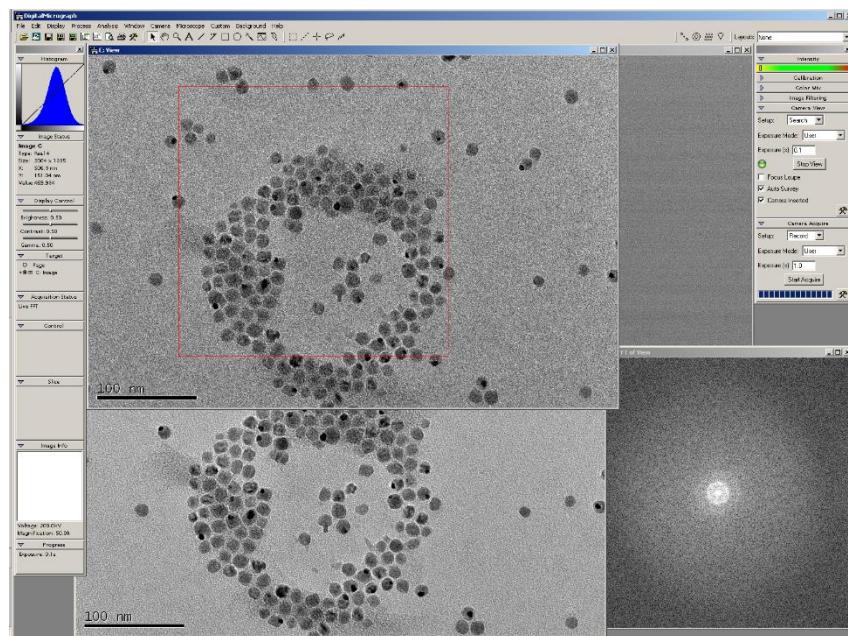


- Open the phosphorescent screen so that the electron beam falls on the CCD camera. To do this, press either R1 on the RCP or the mechanical button directly on the left of the TEM.

Mechanical button
for lift screen



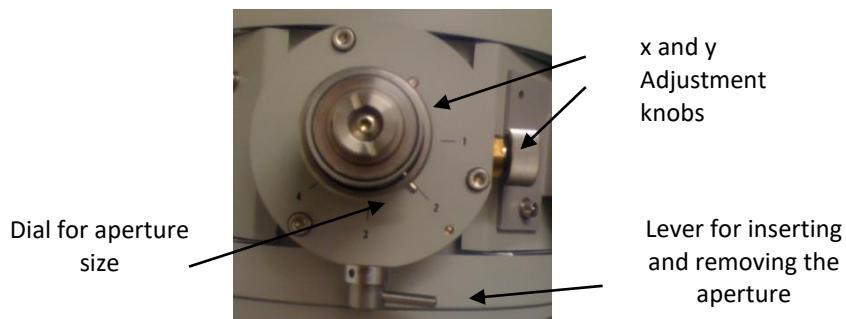
- With the "Start/Stop View" button in the right menu the camera takes live pictures in fast search mode. (If the camera is still retracted at the beginning, DM asks if you want to extend the camera: Yes).
- Camera modes:
 - Search: Lower resolution (with binning 2) with fast repetition rate for real-time images.
 - Preview: Higher resolution with medium repetition rate.
 - Acquire: Acquire the image with the set exposure time.
- A dotted square is placed on the live image. To do this, select the corresponding symbol in the menu, hold down the ALT key, click in the upper left corner of the image and then drag to the lower right. Then the Fast Fourier Transform is created from it. Under Process ->Live -> Reduced FFT. The FFT is used to control focus and astigmatism (see Alignments).
- Normally you only need Search and Acquire mode. Both are set to the same 2004 x 1336 field, where Search works with 0.1 seconds and binning 2, Acquire with binning 1. You can check this by pressing the small tool icon.
- Normally you only set the exposure time e.g. 1 second.



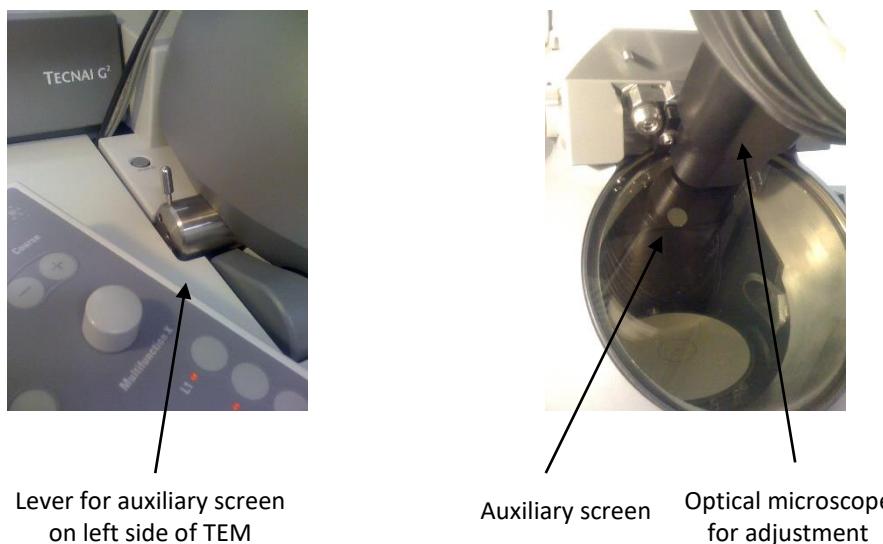
9. Contrast Aperture

A better contrast is obtained with the objective aperture as the contrast aperture. However, an aperture also limits the maximum resolving power that can be achieved. Typical values:
At 50,000 x aperture 2, at high resolution 350,000 x aperture 4 or no aperture.

- The phosphorescent screen must be closed. Otherwise the scintillator of the camera may be damaged! The objective aperture is still out.
- The sample site that is currently visible in the TEM will be strongly irradiated in the next step. It is therefore advisable to move the joystick slightly to the side to avoid damaging the area of interest.
- Diffraction button on the RCP. This now maps the intermediate image plane of the Objective Lens onto the phosphorescent screen. The spot in the center is very bright. The "Magnification" button is used to set the camera length in Diffraction Mode; set 460 mm here. The spot in the center can be adjusted with the two multifunction controls.

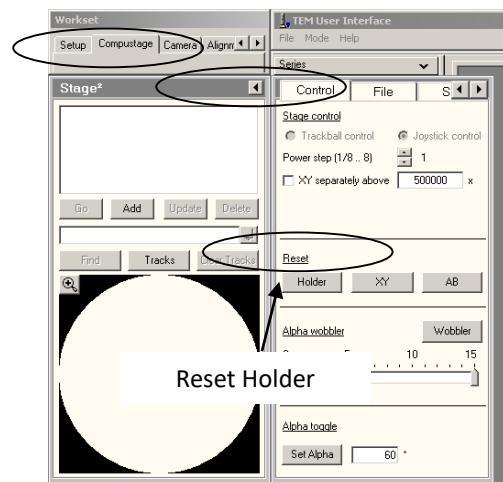
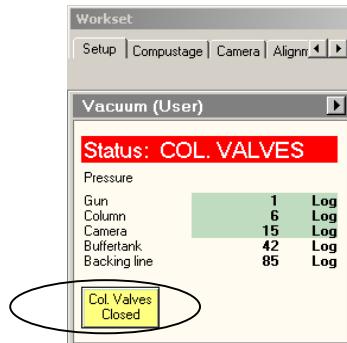


- Now use the control dial to set the aperture size and bring in the aperture (lever to the left).
- Using the two x and y adjustment knobs on the aperture, the aperture must now be set so that the direct beam passes through as centrally as possible.
- For aperture 1-2, the apertures are very narrow compared to the beam. Therefore, it is best to move the small auxiliary screen in with the lever on the left of the TEM and look at the beam through the optical microscope when adjusting the aperture.
- Finally, press the Diffraction button again and return to Bright Field.

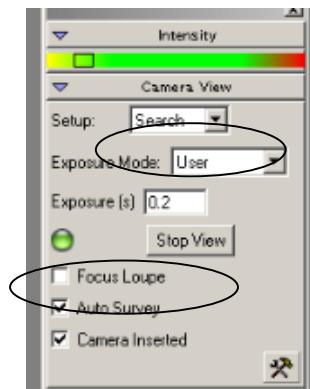


10. Ending the Session

- Set magnification to SA 4400 x and illuminate 4 cm circle on screen
- Drive Compustage to the center
First move the joystick to the center, then the rest can be done with Compusage -> Stage² Flapout -> Reset: Holder.
- Take out objective & SA apertures
I. e. both levers to the right.
- Close Column Valves



- Stop camera and move back
"Stop View" and uncheck "Camera Inserted" in Digital Micrograph.
- Remove the sample holder from the Compustage
 - Remove the cover of the Compustage.
 - Touch the Selected Area aperture control once with your left hand to discharge any static charges. Now stand still.
 - Then press against the purple surface on the Compustage with your left hand. This is important, otherwise the Compustage can be damaged when the sample holder is pulled out.
 - **Carefully** pull out the sample holder until you feel a slight resistance. Then turn the sample holder clockwise by about 180° until it stops moving. This "closes" the compustage.
 - For the double tilt holder: Disconnect cable connection.
 - Now carefully pull out the sample holder against the resistance. Stabilise with your left hand. At a certain point it is very easy. Then do not hit the sample holder against the opening.
 - If the red warning light is still illuminated on the Compustage: Select "no holder" on the control interface on the PC and confirm with the small arrow button.
 - Finally, fit the cover of the Compustage.
- Remove sample
 - The part between the O-ring and the head end of the holder must never be touched by hand or other non-vacuum-compatible parts. Wear protective gloves if necessary.
 - Return the sample holder to the holding device.
 - Insert the tool into the hole at the head end of the clamp. Then **carefully** lift the clamp straight up **without force** until it is at right angles to the holder.
 - Remove the sample. Trick: Turn the sample holder and drop the sample directly into the sample box.
 - Close the clamp again.

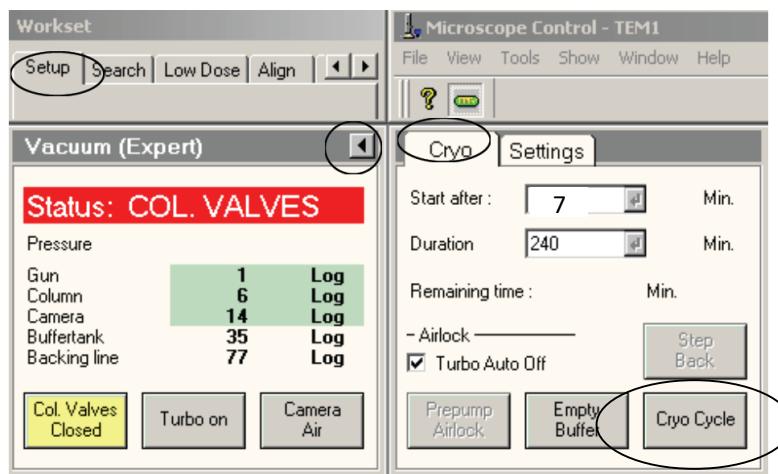


- **Refit the empty sample holder in the Compustage**
 - This keeps the holder clean and reduces the amount of dirt that gets into the Compustage
 - Finally, slide the protective cap onto the holder.

- **Set FEG to 4500 V (if nobody wants to measure afterwards)**

- **Pour back the remains of liquid nitrogen (if nobody wants to measure afterwards)**
 - Cover the viewing screen on the TEM with the rubber cover.
 - Put on safety goggles and protective gloves.
 - Pour the remainder of the cold trap and the transfer container back into the large nitrogen container.
 - The cold trap and the transfer container are placed upside down in the polystyrene device so that condensation can drop out of the containers.
 - Place a paper towel where the cold trap was on the TEM to collect condensation water.

- **Start Cryo Cycle (if nobody wants to measure afterwards)**
 1. Setup –Flapout > Cryo ->Press Cryo Cycle.
 2. the Cryo Cycle starts automatically after 7 minutes. The TEM user interface can be closed, the programme for the Cryo Cycle continues to run in the background.



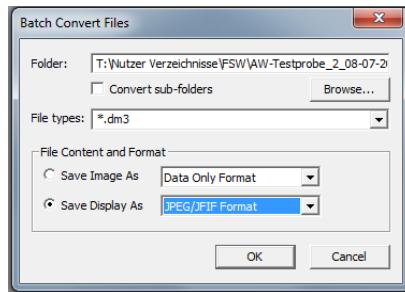
- **Exit the three programmes (File -> Exit)**

- **Log out of the TEM control computer (DO NOT shut down), switch off the monitors**
 - **Attention:** A short waiting time (at least 10 seconds) should be observed between closing the three programmes and logging out so that all programmes are really closed.
 - **Attention:** Sometimes the TEM control computer freezes or crashes immediately after logging out. Then inform the TEM instrument officer.

- **Move data**
Data from TEM Bilder:\Nutzer\Username move to TEM:\Nutzer Verzeichnisse\Username.

- **Batch Convert of the DM3-Data**

The images are in DM3 format and each 42 MB in size. They can be edited with Digital Micrograph or with the freeware imageJ. To convert the images in Digital Micrograph into common formats: File -> Batch Convert. Then select the folder where the images are saved and select the format to which you want to convert (BMP, JPEG or TIFF). Confirm with OK and the converted images will be created in the same folder.



- **Make any final entries in the logbook and shut down the computer in the anteroom (if nobody wants to measure afterwards)**

- **Clean up!**

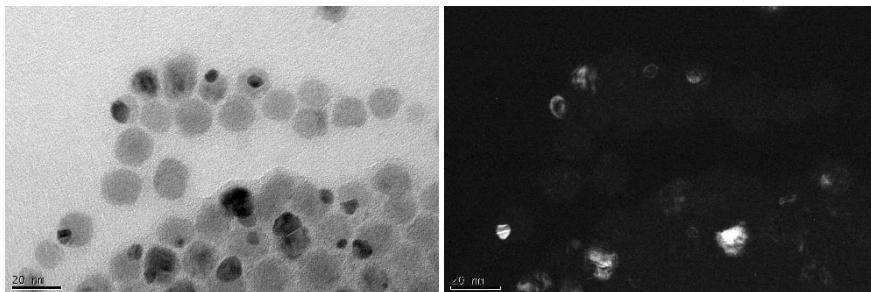
The laboratory should be left at least as tidy and clean as you found it.

TEM other Modes

11. Dark-Field Imaging

Im normalen TEM-Modus (bright field, BF) wird der direkte Strahl (direct beam) aufgenommen, im Dunkelfeld-Modus (dark field, DF) wird ein Teil des gestreuten/gebeugten Elektronenstrahls aufgenommen, wobei der direkt beam mit der Objektiv-Blende abgeblendet wird. Daher geht DF-Imaging mit dieser Methode nur, wo auch eine Objektiv-Blende eingesetzt werden kann (d. h. im SA-Mode z. B. bei 50,000 x Maginification). Bei zu hohen Magnifications würde eine Blende die Auflösung beschränken.

- Probe wie im normalen TEM-Modus einbauen, C2 einstellen, Euzentrische Höhe einstellen, direkt Alignements durchführen.
- Z. B. 50,000 x Magification. Objektivblende auf 2 einbauen (siehe Alignement: Objective Aperture). Hierbei sollte der zentrale Strahl immer ideal mittig auf den Schirm kommen (ggf. mit den Multifunktionsreglern nachregeln).
- Jetzt wieder im BF-Mode und die Blende rausnehmen.
- Der Schirm ist geschlossen! Diffraction-Knopf am RPC Drücken. Jetzt hat man in der Mitte einen direct beam (hellen Punkt) und darum herum die gestreuten/gebeugten Strahlen. Camera length auf 650 mm (mit dem Magnification-Knopf einzustellen). Darkfield-Knopf am RPC drücken und mit den beiden Multifunktionsreglern den gewünschten Ring oder gebeugten Strahl in die Mitte bringen. Der helle direct beam ist dann nicht mehr mittig. Mit dem Darkfield-Knopf kann zwischen diesen beiden Positionen gewechselt werden. Objektiv-Blende wieder reinschieben und testen. Jetzt sollte mal nur der direkt Beam und mal nur der selektierte Ring durchscheinen.
- Difraction drücken und so zurück im bright field wechseln.
- Schirm aufmachen und das bright field image mit Digital Micrograph sichtbar machen. Bild der gewünschten Probenstelle aufnehmen (im bright field). Darkfield-Knopf drücken und die gleiche Stelle aufnehmen. Meist muss die Exposure Time erhöht werden (z. B. von 0.2 s auf 1 s oder höher), um ein scharfes Bild zu erhalten.



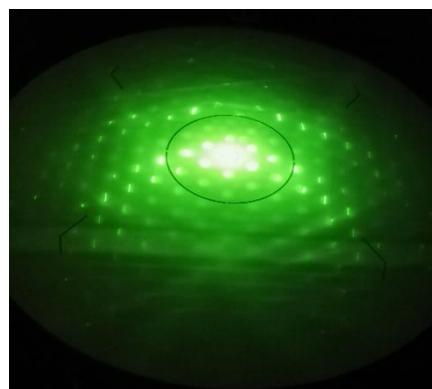
Exemplarische Nanopartikel gemessen in bright field-modus (links) und die gleiche Probenstelle in Darkfield-Modus (rechts)

12. Selected Area Diffraction

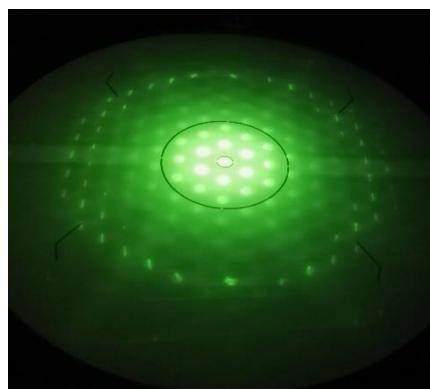
The diffraction mode images the back focal plane onto the screen or detector. The diffraction pattern is an image of the electrodes diffracted and scattered in the sample. ATTENTION: The single points (especially the point in the center) of the diffraction pattern can become very intense and thus damage the scintillator of the CCD camera! Therefore:

- **This imaging mode is only allowed for specially trained users!**
- **always work with the utmost caution!**

- Mount sample and insert (for crystalline samples take double tilt holder if necessary, if α AND β are to be tilted).
- For double tilt holder: Sample, washer, conical ring. First turn a little counterclockwise so that you find the place where the thread goes in, then turn clockwise very carefully without force a little pure and "butter soft" only tighten. It must be flush (look at it from the side). For cross section specimens: Install the adhesive edge perpendicular to the rod.
- Mount specimen as in normal TEM mode (bright field), set C1, set eucentric height, perform alignments directly.
- Align specimen with α and β : Press Diffraction (screen must be closed, of course!). In the image, if the sample is thick enough, you can also see Kikuchi lines. Then tilt with α and β , so that in the pole. Finally press Diffraction to go back to bright field.



DP with Kikuchi lines.



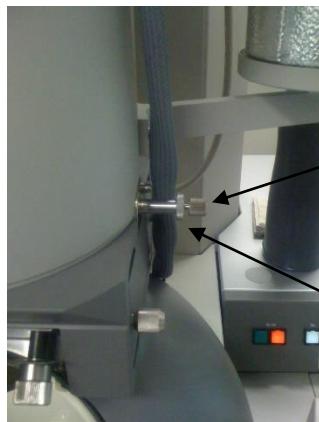
By tilting, the sample is now in the pole.

The photos show the 111 direction of silicon.

Examples of Kikuchi lines in various materials can be found in Wiliams Carter Volume 2 (available in the TEM anteroom). Diffraction patterns and Kikuchi lines for various materials can be calculated online at: <http://emaps.mrl.uiuc.edu/>

- Bring the interesting specimen detail to the center. Set the selected area aperture (lowest aperture), set the aperture size (usually no. 2 or even 1) and center it with the two sliders.
- Screen closed to protect camera! Now press the Diffraction button on the RPC. Now the rear focal plane is imaged.
- Use the multifunction knobs to center the centrally transmitted beam. Use the magnification knob to set the camera length, which corresponds to magnification in this figure (typically: 285 or 460 mm).
- Spread the beam with the "Intensity" control on the LPC until the pattern shows rings, ideally with dots for crystalline samples.
- Focus the diffraction pattern with the focus button RCP. If necessary, you can also see this well with the light microscope on the auxiliary screen

- Bring in beam stopper so that the central spot is blocked. This is very important to protect the camera!



On the right of the TEM column is the control for the beam stopper

Turn here to bring the beam stopper in/out

Turn here to change the length of the beam stopper slightly.

- Possibly readjust the central spot with the multifunction controllers so that it is blocked by the beam stopper.

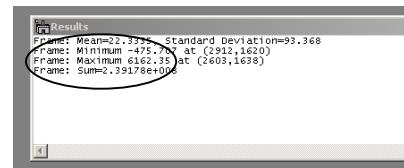
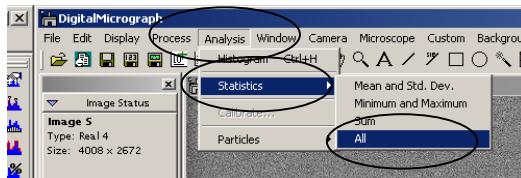
- In the following: DO NOT use the search mode in Digital Micrograph (or TIA), otherwise the camera will be illuminated during each search process. If necessary, press "Stop-View" in DM. To be on the safe side, always close the screen quickly after each image.

- In Digital Micrograph: Acquire with Exposure time 0.01 s (with Binning 1, which is set by default). Acquire an image, close the screen and read the max. intensity of this image. To do this, click on the captured image and call up the statistics under Analysis->Statistics->all and read off "Frame: Maximum...".

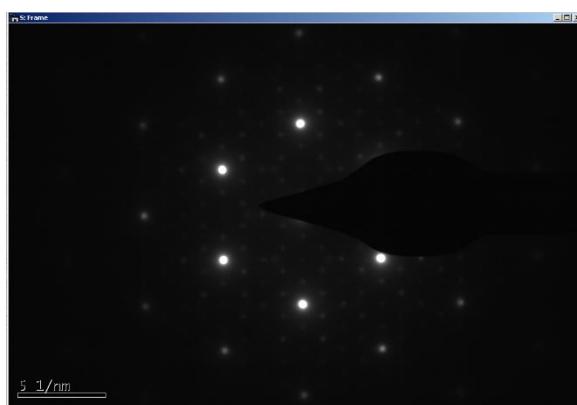
The max intensity should not exceed 7.000. Now take some test images with higher times (up to 1 s). If the intensity and the expo-sure time are well adjusted (good image at not more than 7,000 max. intensity), then take and save the image.



-



- Ready. Screen closed. Exit Diffraction mode. Beam stopper out. SA aperture out.

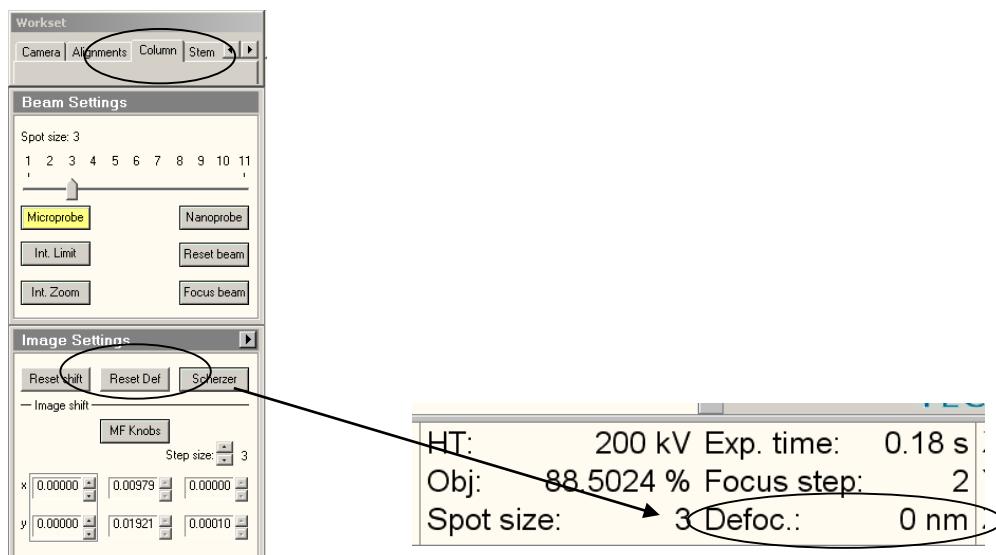


13. STEM

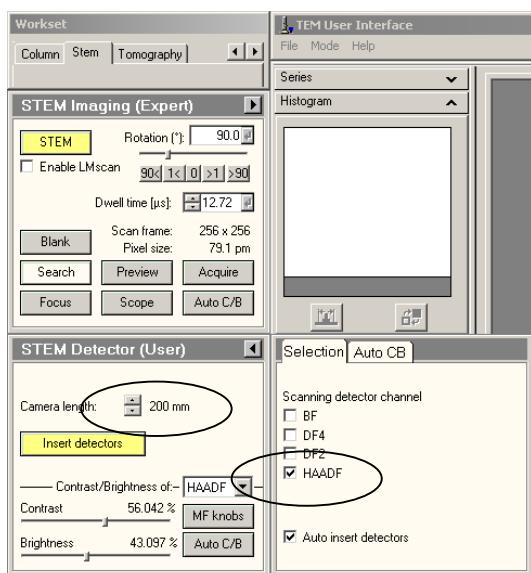
Im STEM (=Scanning TEM) wird der Strahl punktförmig zusammengezogen und damit die Probe abgerastert (wie in einem REM). Vorteile gegenüber normalem TEM sind die Möglichkeit viel besserer Auflösung/Höhere Vergrößerung und besserem Kontrast. Nachteile sind aufwendigere Justierung des Strahls, aufwendigeres Scharfstellen für jedes Bild und höhere Strahlendosis auf der Probe, wodurch die Probe noch freier von Verunreinigung sein muss.

Für STEM hat Nicholas Rudawski (Univ. Florida) ein sehr hilfreiches Video insbesondere für Halbleiterschichten gemacht: „[FEI Tecnai F20 S/TEM: STEM mode operation](#)“ auf Youtube

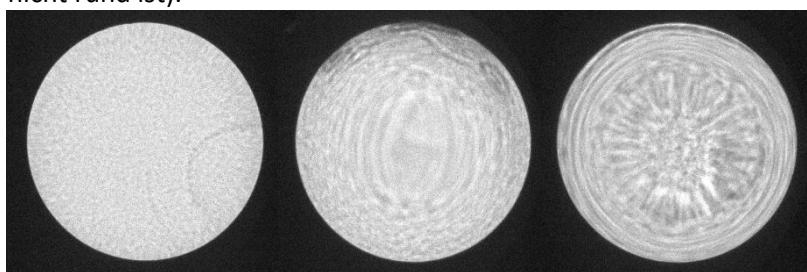
- Die Probe sollte möglichst sauber sein. Neue Proben sind in der Regel sauberer als alte Proben. Ggf sollten die Proben gecleaned werden mit dem Plasmacleaner.
- Für STEM muss das zu betrachtende **Probenmaterial im TEM oben liegen** (umgekehrt wie beim normalen BF TEM-Modus)! Daher die Probe im Probenhalter nach unten einbauen, da der Stab dann noch um 180° gedreht wird.
- Noch mal überprüfen, ob die Objective und selected Area **Apertures wirklich raus** sind (Hebel nach rechts).
- Probe in das TEM einschleusen
- **Euzentrische Höhe** einstellen (euzentric fokus drücken, mit z die Höhe so verstellen, dass der Kontrast minimal wird).
- Kristalline Proben: Mit double Tilt holder einschleusen und Zonenachse einstellen d. h. beide Winkel richtig kippen, so dass die Atome im Gitter „hintereinander“ im Strahl sind und durchscheint werden können. Dass nahe der Oberfläche, Area of Interest (wo man Messen will). Später muss man das im STEM noch mal genauer machen.
- **Condenser Apertur C2** auf Position 4 drehen und mir den beiden Reglern an der Blende mittig einstellen. Ggf. Astigmatismus der Condenser-Linse (Strahl nicht rund) korrigieren. (Bemerkung: Später wird C2 auf Position 2 gedreht für die Messungen. Position 4 ist notwendig, um das Ronchigram richtig einstellen zu können)
- Im BF TEM-Modus die **euzentrische Höhe** einstellen: Eucentric focus drücken, z-Höhe einstellen (Wie in normalen TEM). Dann am besten in Digital Micrograph mit der FFT die z-Höhe **exakt** einstellen, so dass man wirklich zu 100 % in der euzentrischen Höhe ist.
- Dann mit Column ->Image Settings-> Reset Def. den **Wert von Focus auf null setzen**. (Dies macht man, damit man später noch diese Höhe wiederfindet.)



- **Schirm muss geschlossen sein! Kamera zurückfahren** (DM -> Stop View & Camera inserted: uncheck)! Weil gleich mit STEM der Defraction Modus gestartet wird und der direkte Strahl sonst die Kamera beschädigen könnte.
- **FEG-Register für STEM laden** (mit Extraction Voltage = 4500 V, Gun Lense = 6, Spot Size = 10 und Nanoprobe mode). Jetzt ist man im STEM-Modus, difraction ist ON.
- **Eucentric focus drücken.**
- **Wenn mit EDX gemessen werden soll** (Optional)
Jetzt kippen auf typisch Alfa = +20,0° ,
Spotzise = 5 . Dadurch wird der Strahl größer, was mehr Counts gibt, aber auch größer abrastert. Je nach Probe gehen auch andere Spotsize-Werte.
- User interface: **STEM: HAADF-Detektor selektieren** in "Stem detector(user)" ,
Camera Length = 200 mm einstellen.

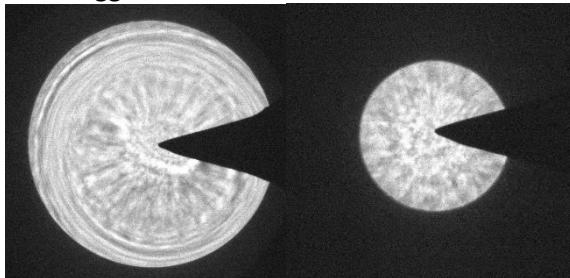


- Magnification 40.000 x einstellen und STEM: Search anmachen. Mit Focus-Knopf scharf stellen und dann wieder Search stoppen.
Kein Bild?
-> HAADF-Detektor noch mal raus- und wieder reinfahren.
-> „INT SCAN“ muss an der Box für das EDX gedrückt sein.
- **Ronchigram:** Magnification 7000 x STEM. Kameralänge 200 mm. Ronchigram entweder am kleinem Schirm mit dem optischen Mikroskop oder im DM search modus anschauen. Eine Amorphe Stelle suchen (z. B. Kohlefilm bei TEM-Gritts, Kleber bei MBE-Proben). Den Wert der jetzige z-Höhe gut merken. Die Z-Höhe so verändern, das Ronchigram gut aussieht. Feinjustage mit Fokus-Knopf. Ronchigram in die Mitte bringen mit „Differential Alignment“. Dann: Stigmator: Condensor und mit den beiden Multireglern das Ronchigram einstellen (wenn es nicht rund ist).



Kein R. (Fokus falsch) R. etwas Astigmatismus R. optimal

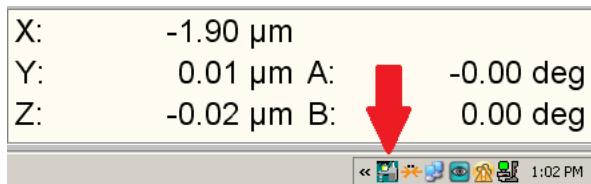
- **Strahl zu Alignen im Ronchigram:**
- **Rotation Center (intensity):** Focus Step auf 4, dann Direct Alignment: Rotation center drücken und am Focus Step drehen, bis das wobbeln aufhört. Jetzt am Focus hin und her drehen (manuell wobbeln) und mit den Multireglern gegensteuern, so dass das Rotation Center eingestellt wird. Ronchigram soll konzentrisch expandieren und kontrieren.
- **Stigmator: Condenser**
- Die Mitte des Ronchigram mit Beamstopper markieren. Dann **C2 auf Position 2 (oder gar auf 1) stellen.** Anhand des Beamstoppers jetzt die Blende Mittig einstellen. Beamstopper raus. Schirm ggf. schließen.



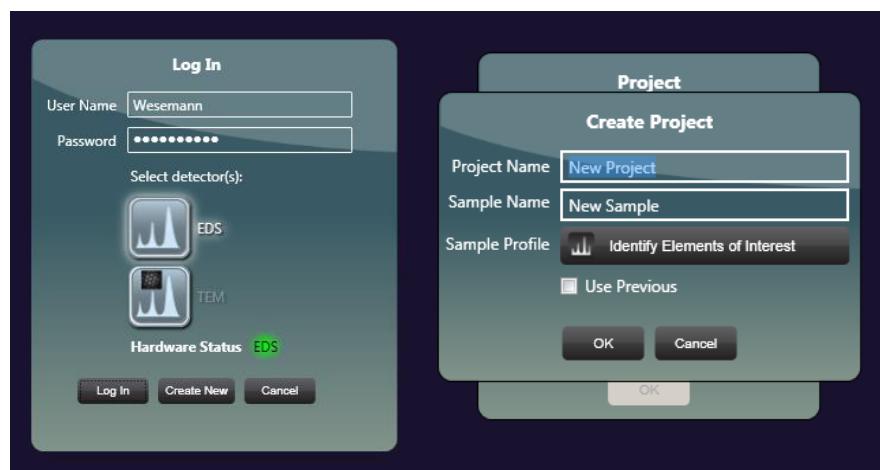
- Tia STEM: search modus. 256 x 256 pixel, 1 sec frame time. Kameralänge 100 mm (oder gar 50 nm) einstellen. Vergrößerung deutlich höher.
- STEM: Search läuft. **Alignment: diffraction alignment und Multifunctionsregler** centern.
- **Contrast und Brightness einstellen:** Unter dem Histogramm ist ein Knopf, wo man Hell-Dunkel vertauschen kann (wer will). Mit **Auto C/B** versucht TIA, Contrast und Brightness automatisch gut einzustellen. Mit **Scope** sieht man Contrast und Brightness und kann es mit den Multifunktionsreglern (in der Steuerung anklicken) einstellen bzw. mit der Maus auf die Regler klicken.
- **Noch mal Probe mit α und β ausrichten:** Schirm geschlossen, STEM ist an. Beam Position Marker in TIA auf eine Stelle im Kristall nahe der Area of Interest. Am Schirm kann man dann an genau dieser Stelle das Difraction pattern sehen. Magnification erhöhen. An amorpher Stelle z. B. Kleber die Höhe in den euzentrischen Fokus bringen. Jetzt iterativ: α und β vorsichtig verändern und in den Pol bringen (Zone Axis Alignment), jeweils in TIA die Höhe korrigieren z.
- **Mit Focus und Stigmator:condensor scharf stellen.** Stigmator Steuerung aufrufen und jetzige Werte in ein anderes Register kopieren, damit es nicht verloren geht. Drehen, so dass es schärfer wird.
- **Atomic Level:** Magnification sehr hoch 1.8 Mio min, 5-7 Mx. Slowly focus mit Stig:condensor
- Wenn alles gut aussieht: **Bild aufnehmen mit Acquire.**
- **Abspeichern der Bilder:** Save as: *.emi file. Die Bilder können dann mit TIA wieder geöffnet werden (gibt es im TEM-Vorraum auf dem PC dort) oder mit ImageJ (benötigt extra Plugin). In TIA kann man die Bilder exportieren mit: Rechtsklick auf Bild, export data: Save as: With Scale! Wichtig, sonst ohne Scale. Zb. JPG w/scale
- **Beenden:** STEM aus, FEG register für TEM laden. Blende C2 wieder auf 3 stellen und mittig machen. Dann wie bei TEM BF beenden. (Blenden raus, 4400 x magnification, reset holder, column valves schließen, Probe ausbauen, aufräumen, ggf. Cryo circle starten).

14. STEM-EDX

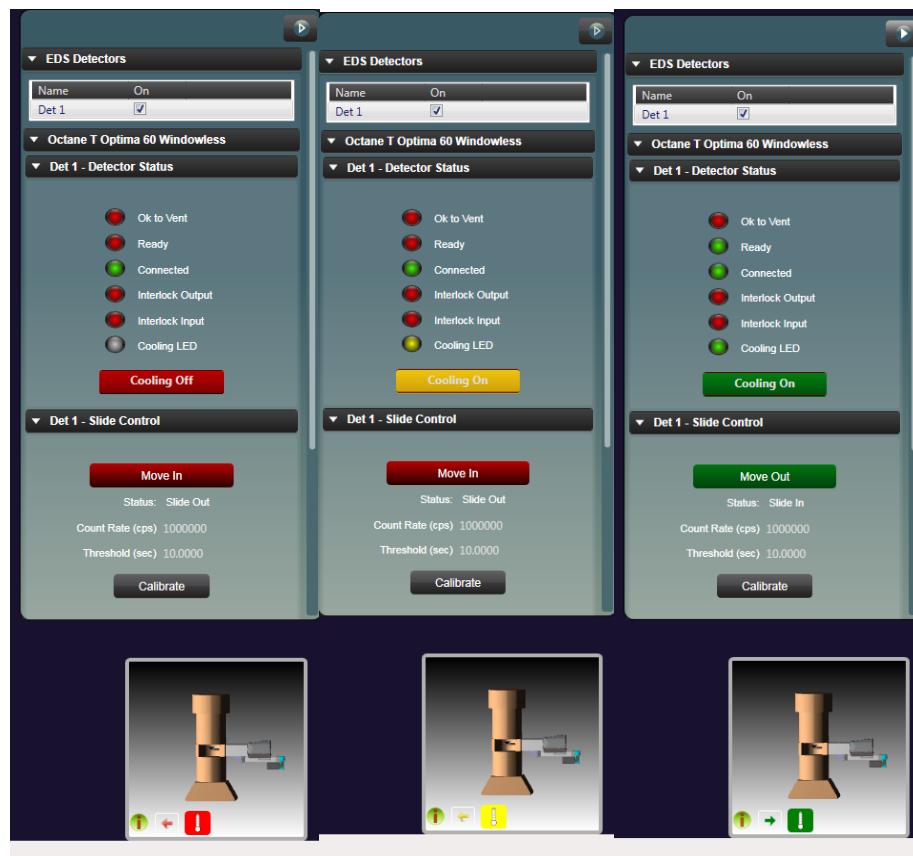
- Wichtig:** Das Programm „clmserver“ auf dem TEM Rechner muss gestartet sein. Dies ist in der Taskleiste sichtbar. Ist es nicht an, können die Daten (z.B. eingestellte Vergrößerung) nicht vom TEM an den EDX Rechner übertragen werden. Eine Fehlermeldung beim Starten der TEAM Software weist darauf hin. Dann „clmserver.exe“ manuell starten (C:\Edax32\IMG) und TEAM Software neu starten.



- Proben, an denen EDX Messungen durchgeführt werden sollen, müssen sehr sauber sein und lange/hohe Strahlendosen aushalten können. Es empfiehlt sich dies zunächst durch Aufnahme eines STEM Bildes zu prüfen. Wenn hier schon eine Zerstörung der Probe oder Verbrennen von Verunreinigungen sichtbar ist, kann eine weitere Probenvorbereitung notwendig sein. Intensiveres Waschen (oder, wenn die Probe es zulässt, Plasma cleanen) kann Abhilfe schaffen.
- Probeneinbau und Einstellungen wie in STEM beschrieben. **Probenthalter muss auf ca. 20° gekippt werden.** Dabei gilt zu beachten, dass ein größerer Strahl (über Spotsize oder die C2 Blende einstellbar) zu deutlich mehr Signal führen kann, aber entsprechend die Auflösung der Messung verringert. Dies muss von der Probe abhängig entschieden werden.
- Edax-PC starten, Einloggen mit dem Passwort „apollo“, TEAM Software starten
- In der TEAM Software anmelden, ggf. neuen User anlegen.



- Neues oder existierendes Projekt auswählen und eine Probe anlegen.
- Vor der Messung muss der EDX Detektor eingekühlt werden. Dazu auf rechts das Menü ausklappen und im Reiter „EDS Detectors“ auf die rote Schaltfläche „Cooling Off“ klicken. Diese wechselt dann zu gelb, „Cooling On“, und wird grün, wenn der Detektor bereit ist. Dies wird ebenfalls über das Thermometer-Symbol im Kasten unten rechts angezeigt und kann auch darüber gesteuert werden. Wenn der Status grün ist, kann der Detektor eingefahren werden. Dazu auf die Schaltfläche „Move In“ klicken oder auf den Pfeil (neben dem Thermometer im Kasten unten rechts) klicken.

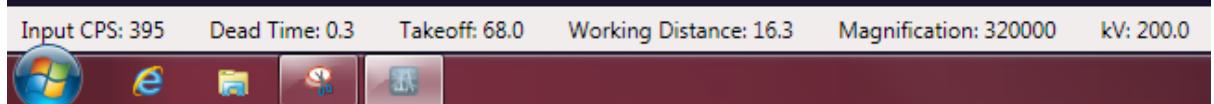


- Das Bild des TEM ist immer nur auf einem Rechner verfügbar. Mit dem Kasten kann dies umgestellt werden zwischen Int Scan (Bild auf TEM Rechner/TIA Software) und EDX scan (Bild auf EDX Rechner/TEAM Software)



In der TEAM Software:

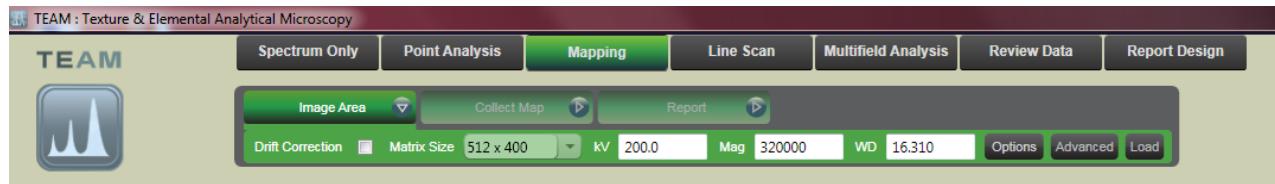
- Achtung auf ausreichendes Signal (cps). Die aktuellen cps werden unten links angezeigt.



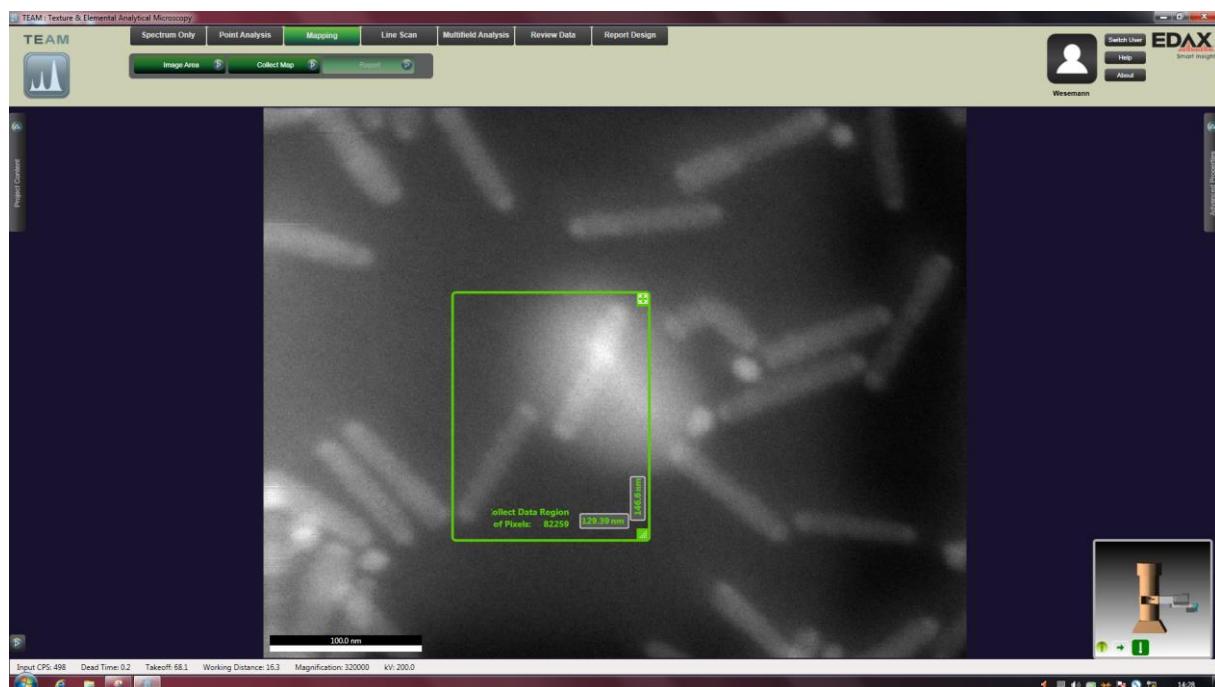
Wenn diese sehr gering sind:

- Ist tatsächlich Probe im Strahl?
- Ist der Probenträger gekippt (nötig sind Winkel 20-40°)?
- Ist der EDX-Detektor an und reingefahren?

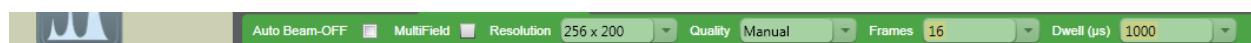
- Auswahl der Messung über die oberste Reihe. Es können reine Spektren („Spectrum Only“), Elementarverteilung in einem Bild („Mapping“) oder auf einer bestimmten Linie/Punkt („Line Scan“ bzw. „Point Analysis“) der Probe gemessen werden. Über „Multifield Analysis“ lassen sich mehrere dieser Operationen in einer Anweisung kombinieren. Im Weiteren wird ein Mapping als Beispiel beschrieben.



- Vor der Messung ein Bild der Probenstelle aufnehmen. Dazu mit der Maus über den Reiter „Image Area“ gehen, hier lässt sich die Auflösung dieses Bildes einstellen und weitere fortgeschrittene Einstellungen über die Schaltfläche „Advanced“ oder direkt im Menü an der rechten Seite. Durch Klicken auf den Reiter wird ein Bild aufgenommen.
- Um die Abbildung der Probenstelle erscheint ein grüner Kasten. Mit diesem kann der Bereich, der untersucht werden soll, nochmals feiner eingestellt werden.



- Zunächst wieder mit der Maus über den Reiter „Collect Map“ gehen. Einstellungen auf **manual!** Nur dies erlaubt das freie Einstellen der dwell time (Zeit die der Strahl an einem Messpunkt verweilt) und der frames (wie oft soll die Probe ab gerastert werden und die Messungen addiert). Zunächst mit sehr geringer Auflösung starten und diese dann anpassen.

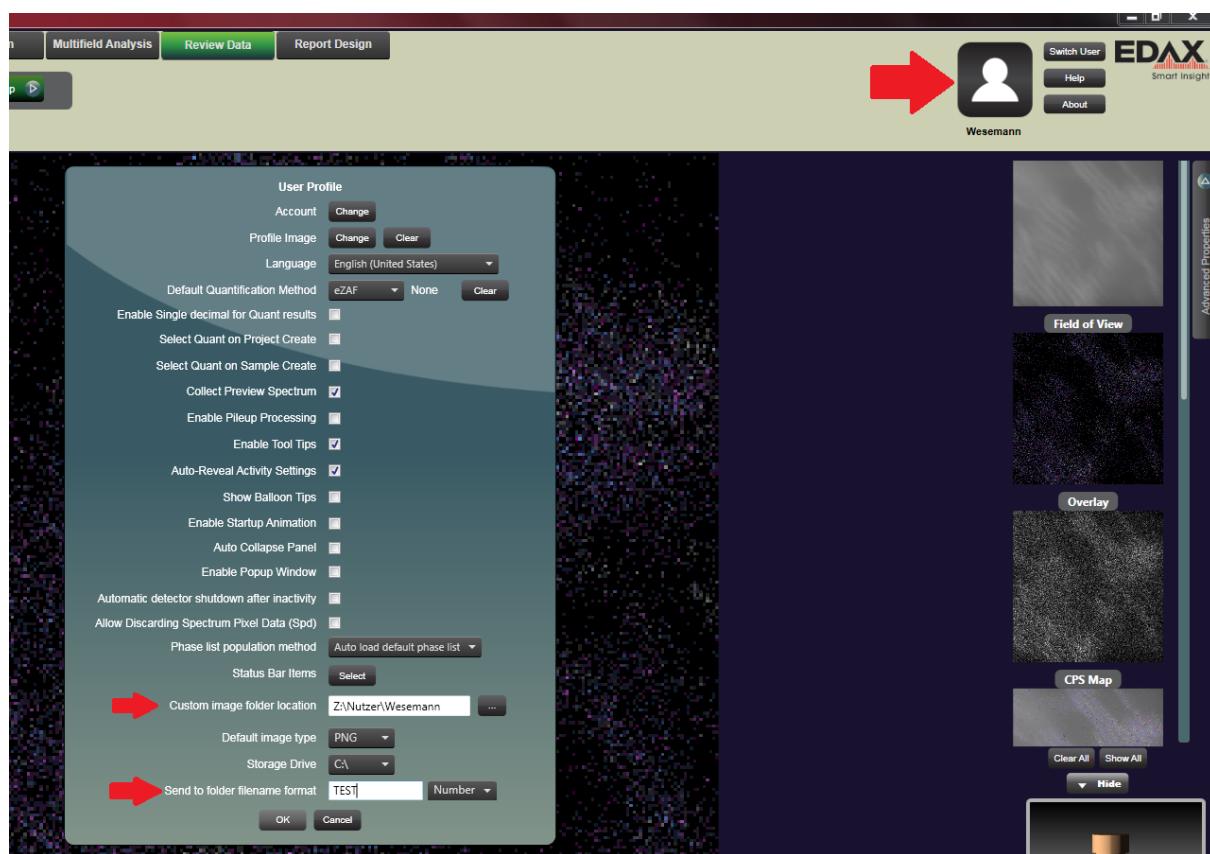


- Mapping durch Klicken auf den Reiter „Collect Map“ starten. Durch erneutes Klicken auf den Reiter wird das Mapping abgebrochen und im jetzigen Zustand gespeichert.
- Haken setzen bei „Elemente zuweisen“. Wenn das Mapping beginnt, die relevanten Elemente im angezeigten Periodensystem auswählen und bestätigen.

- Die Farbe, die für die Elemente verwendet wird kann über „Display Options“ -> „Assign Element colors“ angepasst werden.



- Nach dem Mapping steht auf dem Reiter „Finish“, durch Klicken auf den Reiter diese Probenstelle abschließen.
- Die Messungen können zusammengefasst als pdf-Report (über Klicken auf den Reiter „Report“) exportiert werden. Einzelne Bilder können über Klicken auf das Ordner Symbol an diesen exportiert werden. Dazu im Nutzer*innenprofil (durch Klicken auf das Profilbild oben rechts) die „custom image folder location“ angeben und das „send to folder filename format“. Die Bilder befinden sich dann im angegebenen Ordner in einem Unterordner benannt nach dem Projekt, mit dem entsprechenden Namen.



- Am Ende: EDX-Detektor wieder rausfahren, Kühlung beenden, Programm TEAM beenden, Rechner runterfahren

Troubleshooting & Maintenance

15. Known Problems & Solutions

- **CompuStage zeigt rote Lampe zu Beginn der Session**
 - Select „No Holder“ und Enter, dann sollte es gehen
- **Gatan Digital Micrograph will plötzlich keine Bilder mehr aufnehmen /Gibt unsinnige Fehlermeldungen**
 - Dann hat man vermutlich bereits viele Bilder gemacht. Die müssen geschlossen werden. Dann sollte es wieder gehen. Die vielen Bilder nehmen zu viel Platz im Arbeitsspeicher weg.
- **Auf allen Bildern sind immer an der gleichen Stelle komische Flecken oder ein Intensitätsverlauf von einer Seite zur anderen**

Die Gain-Referenz der CCD- Kamera muss neu gemacht werden => Den TEM instrument officer informieren.
- **Vakuum Einbruch beim Probe-Einschleusen**

Wenn beim Einbringen des Probenhalters das Column-Vakuum einbricht, dann:

 - Dem TEM instrument officer Bescheid geben. Wenn der nicht kann, dann kann man versuchen:
 - Probenhalter vorsichtig entfernen
 - Ausloggen
 - Als Supervisor einloggen (siehe kleines TEM-Buch am TEM für Username und Password)
 - Microscope interface starten
 - Vakuum Übersicht öffnen
 - Vakuum -> Flapout -> Vakuum „to Ready State“ knopf drücken. Diesen Knopf hat man als normale Nutzerinnen bzw. normaler Nutzer nicht.
 - Warten, bis das Vakuum wieder normal ist.
 - Den Vorfall im Logbuch notieren.
- **Software Absturz**

Wenn die Software abstürzt: Software neu starten. Evtl. muss mit dem Task-Manager ESVision.exe vorher beendet werden.
- **Bild wackelt plötzlich periodisch**

Vielleicht ist die CompuStage abgestürzt. Dann kann man z. B. keine Track-Punkte mehr setzen. => Probenhalter ausbauen. CompuStage neu starten (CompuStage flapout letzter Reiter auf Enable aus und wieder anmachen. Die CompuStage kalibriert sich neu. Dauert ca. 5 Minuten)
- **Wasserkühler in Störung**

Einmal aus- und wieder an machen (linke Taste) am Kühler. Ggf. etwas Wasser nachfüllen, so dass das Wasser 1 cm unter den Rand gefüllt ist.
- **Steuerpanel ausgefallen**

Das Steuerpanel am Steuerrechner (USB an der Rückseite) aus und wieder einstöpseln. Evtl. ist dann noch ein falscher Steuerbefehl irgendwo im Programm. Dann muss (sowas darf nur der TEM instrument officer) der TEM-Server neu gestartet werden und ggf. sogar der TEM-Steuerrechner ganz neu gestartet werden. Vorher FEG in Standby schalten und HT ausmachen.
- **Probe sehr lange „unruhig“, so dass keine Bilder aufgenommen werden können**

Tipp: Vorsichtig auf die Rückseite des eingebauten Probenhalters klopfen.
- **Die neu eingebaute Probe ist nicht in die Euzentrische Höhe zu kriegen, da diese „Out of Range“ liegt**
 - Ist bisher einmal aufgetreten: Die kleine Halterung an der Spitze des Probenhalters hatte sich um 180 Grad umgedreht. Lässt sich vorsichtig zurückdrehen.
- **Steuerrechner stürzt ab oder „friert ein“ beim Ausloggen**

Wenn das passiert, muss der Steuerrechner neu gestartet werden. Leider muss dann auch der das Programm „TEM-Server“, das Vakuum, die HT und evtl. die FEG neu gestartet werden. Bitte den TEM instrument officer das machen lassen.

16. Restart TEM Server

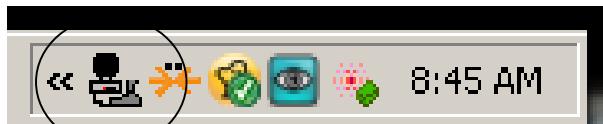
Wenn der Steuerrechner neu gestartet werden musste, ist dies notwendig. Dieser Schritt steht in keiner Anleitung von FEI.



Um den TEM-Server zu starten,
muss das kleine Ikon rechts unten angeklickt werden



Start -> Microscope -> TEM selektiert



Dann einfach warten, bis das
TEM-Symbol auftaucht



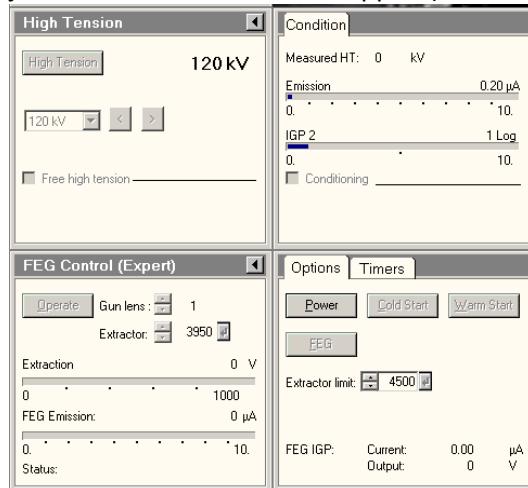
.....sich aufbaut und grün wird

Fertig! Dann das TEM User Interface öffnen, um das Vakuum zu starten. Vakuum-ON Knopf am Panel (Box) drücken.

17. Restart FEG and High Tension

Da die Hochspannung (High Tension = HT) und die Feldemissionskathode (Field Emission Gun = FEG) leider des Öfteren ausfallen, ist hier eine Kurzanleitung, diese wieder zu starten. Prinzipiell sollten FEG und HT vorsichtig d.h. nicht zu schnell gestartet werden, sonst kann es zu elektrischen Überschlägen kommen, die wiederum das TEM schädigen könnte.

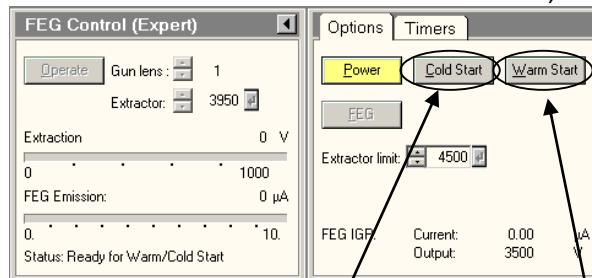
- Im ersten Reiter des Menüs (Setup) sind die Steuerungen für High Tension und FEG. Hier jeweils das Untermenü ausflappen (siehe Bild)



So sieht es aus, wenn FEG und HT komplett ausgefallen sind.

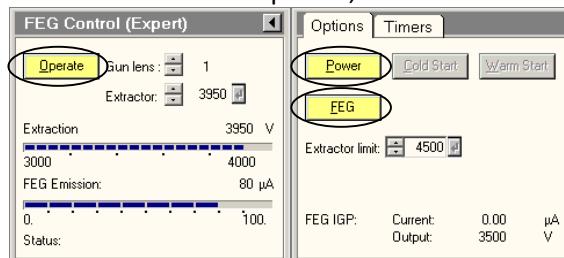
- **Die FEG starten:**

- Power starten (falls Power aus ist). Wenn nur die HT ausgefallen war, dann ist Power noch an. Wenn Power neu gestartet werden muss, dann erscheint im FEG Menu der Hinweis "Status: Waiting for FEG IGP to start up". Das kann etwas dauern... Dann erscheint "Status: Ready for Warm/Cold Start" und es kann weitergehen.
- Wenn die FEG länger als 48 Stunden aus ist, dann Cold Start drücken. Sonst mit Warm Start starten. Wenn man sich unsicher ist, wie lange die FEG aus ist, dann im Anlagenbuch nachschauen. Cold Start dauert 90 mins, Warm Start dauert 27 mins.



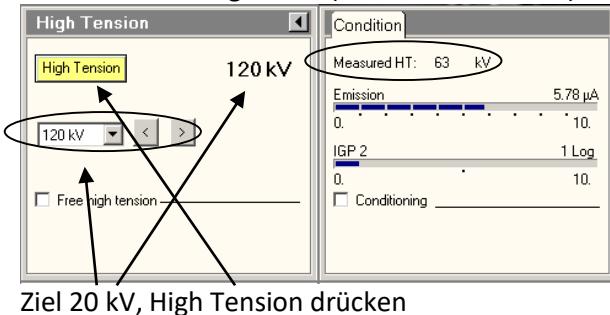
FEG starten: Entweder mit Cold Start oder mit Warm Start.

- Dach ist die FEG an: Operate, Power und FEG-Knöpfe sind an.

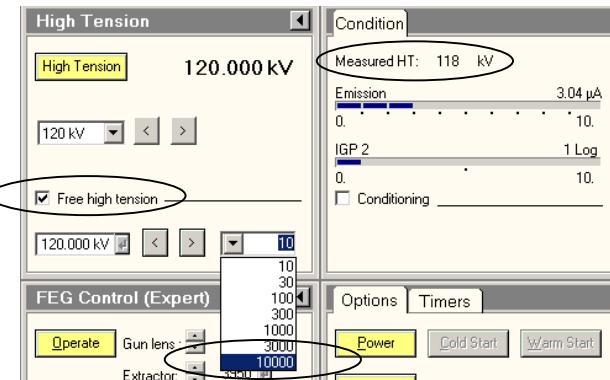


- **HT Starten:**

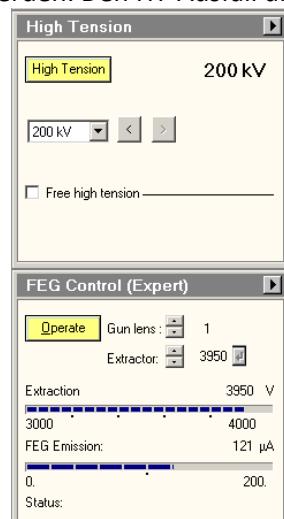
- Wenn die FEG an ist, aber der Knopf „High Tension“ noch grau und nicht drückbar ist, dann muss VAC am Control Panel (kleiner Kasten) gedrückt werden.
- 0-20kV: High Tension Knopf drücken bei Ziel: 20 kV. Die High Tension wird jetzt relativ schnell auf 20 kV geladen (siehe Measured HT).



- 20kV-160kV: "Free high tension" anklicken und Schritte 10.000 einstellen, und dann in 10.000ern Schritten die HT langsam erhöhen. Hierbei die "Measured HT " beobachten und immer einen 10.000ern Schritten machen, wenn die Measured HT nahe dem Zielwert kommt.



- 160kV-190kV: "Free high tension" + Schritte 3.000 einstellen und in 3.000ern Schritten die HT langsam erhöhen. Hierbei die "Measured HT " beobachten und immer einen 3.000ern Schritten machen, wenn die Measured HT nahe dem Zielwert kommt.
- 190kV-200kV: "Free high tension" + Schritte 1.000 einstellen
- HT auf 200 kV: Das Häkchen bei "Free high tension" entfernen. Die beiden Untermeenus von HT und FEG können wieder zugeflappt werden.
- **HT und FEG sind an.** Der FEG-Strom steigt noch ca. eine Stunde, aber es kann schon gearbeitet werden. Den HT-Ausfall und Neustart in das Anlagenbuch eintragen.



18. Set up new TEM user on TEM control computer

- **Neuen Windows-User anlegen**

Als Supervisor einloggen (Siehe Rotes Buch am TEM)
Start -> Programs -> Administrative Tools -> Computer Management
Local Users and Groups -> Users
Rechtsklick und "New User"

User Name: <Nachnahme>
Fullname: Vornahme + Nachname
Description: Z.B. Doktorand*Inn Institutskürzel Professor*In
Passwort: wie immer, sollen die Leute dann ändern
Check-Box: "Password never expires"

Create!

Neuen User anklicken und Rechte vergeben:

Doppelklick auf den User, Reiter "Member of"

Add: Administrators, TEM Experts, Power Users

(Jeweils Objekt-Name einfügen und Check Names drücken, mit OK bestätigen)

- **TIA Rechte**

Als Supervisor

Programs -> FEI Company -> TIA -> TIA User Administration

User -> Add User

<Nachnahme> Eingeben, Checkbox "This is an administrator", und OK, "Create Directoy?" YES
Fertig

- **Mouse Without Boarders**

Ab hier als der neue User einloggen

Das Logo ganz rechts unten anklicken

Passwort ändern zu: TECNAI200

Aply and Close

- **Shortcuts anlegen**

Es sollen drei Shortcuts auf dem Desktop erzeugt werden: Jeweils im Datei-Explorer suchen, rechtsklick, Create Shortcut, auf den Desktop verschieben und ggf. umbenennen.

- a. C:Tecnai\Exe\Peoui.exe , "TEM User Interface"
- b. C:Program Files\Gatan\Digital Micrograph. "Digital Micrograph"
- c. C: Program Files\FEI\TIA\bin\ESVision.exe, "TIA"

- **Cryo Circle 6 Pumpzeit**

TEM userinterface starten

Setup -> Vakuum -> Flapout: Cryo und "Start After: 7 min" eintragen, kleines Return-Zeichen dort drücken für Eingabe.

Ebenso einstellen: Pumpzeit 180 s.

- **DM auf zweiten Bildschirm**

Alle drei Programme starten

Beim kleinem Menue rechts unten im TEM Userinterface auf das blaue Quadrat klicken

Bei erscheinenden "Aplication Selection" auf das <> Symbol klicken

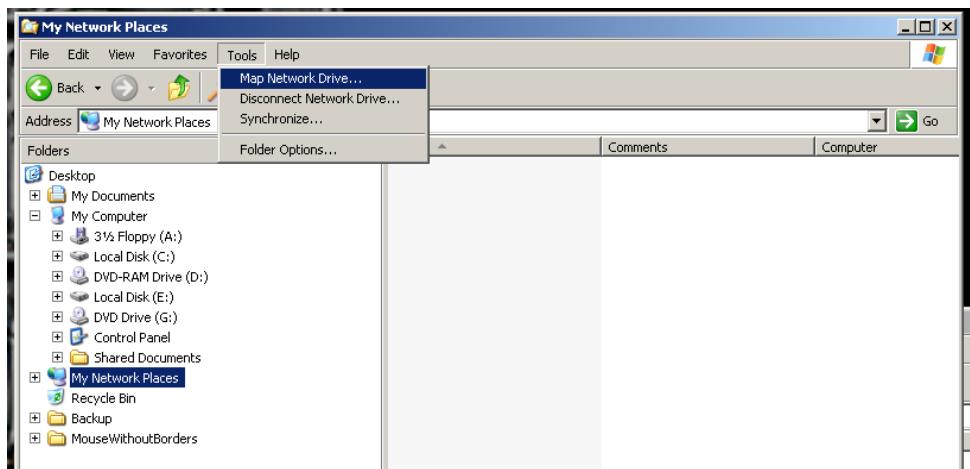
Select application: Digital Micrograph, Check "put on 2nd monitor" und aply drücken

- **EDX vorbereiten**

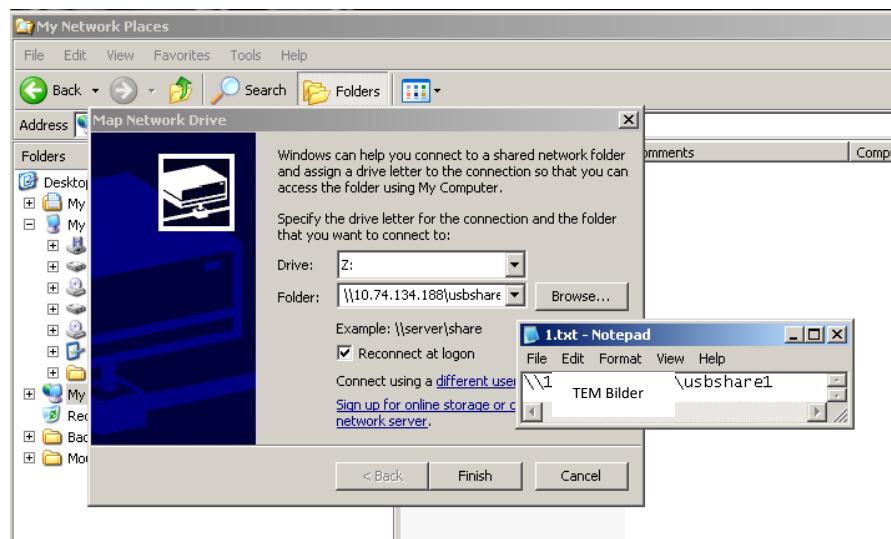
Startup -> Shortcut to clmserver.exe reinkopieren. Das liegt in: c:\Edax32\IMG

- Verbindung mit dem Datenlaufwerk vom TEM-Rechner**

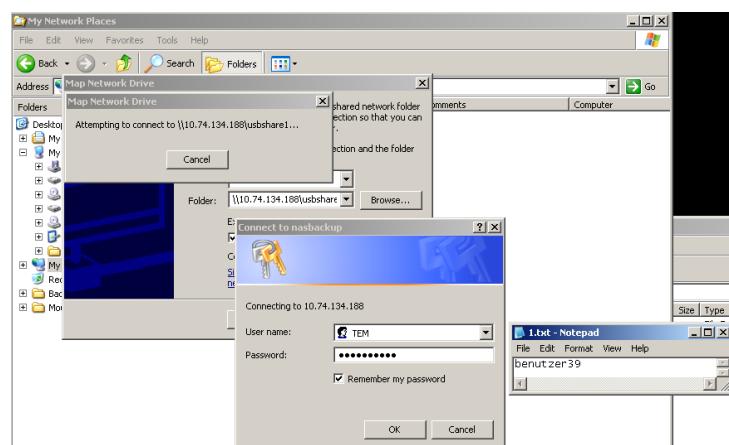
Im Netzwerk gibt es das Laufwerk „TEM Bilder“ für die TEM-Nutzer*innen
Verbindung herstellen mit: Explorer öffnen, Tools -> Map Network Drive



Dort bei Folder eingeben: \\10.74.134.188\TEM Bilder und Finish drücken



Dann muss man sich einmalig anmelden: User Name: TEM, Password: benutzer39
Checkbox an bei „Remember my Password“



Dann ist man auf dem Laufwerk TEM Bilder ☺

Dort im Verzeichnis „Nutzer“ einen eigenen Ordner <Nachname> anlegen.

- **Workspace Layout**

Beim kleinem Menue rechts unten im TEM Userinterface "Workspace Layout" selektieren Screenshots des Standart-Layouts sind in TEM Bilder:Nutzer\FSW. Entsprechend das Layout editieren

- gewünschte Dinge von rechts nach links in die Ordner ziehen
- Zum Löschen Dinge rausziehen
- Ordner umbenennen
- Ordner Kopieren für neue Ordner

Dann noch die Anzeigen Unten im TEM Userinterface editieren (Object Lese und Defocus hinzu)

- **FEG Register**

Setup -> FEG Register -> Flap Out: File Open.

Das Register von FSW laden: usr_FSW.feg

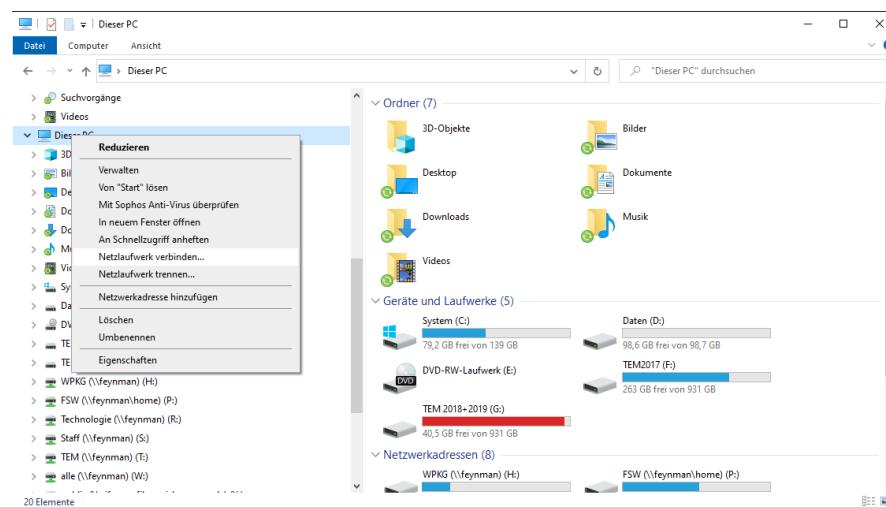
Das zuletzt gespeicherte FEG-Register für TEM laden (Selektieren und Set drücken. Dafür ggf. die FEG in Operate schalten und danach wieder aus).

Ausloggen (NICHT herunterfahren). Fertig

- **Verbindung mit dem Datenlaufwerk von der LNQE-Domain**

Auf einem Rechner in der LNQE-Domain einloggen (z. B. dem Rechner im Vorraum beim TEM)

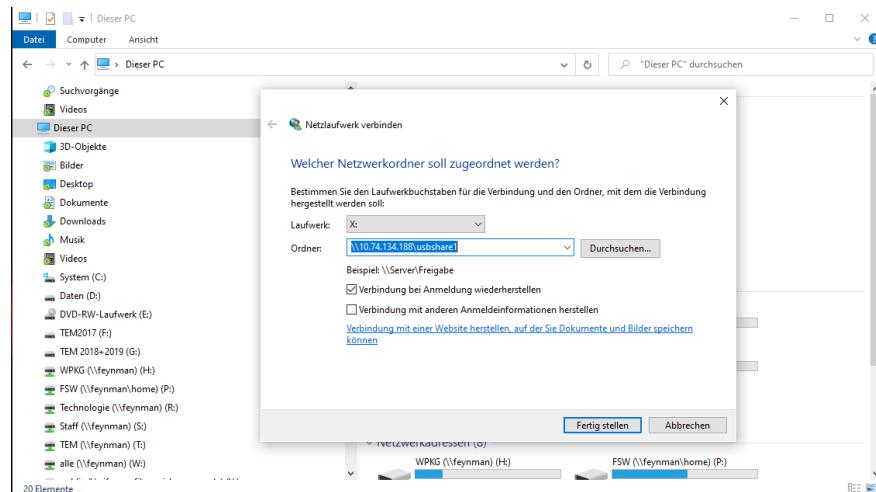
Datei-Explorer öffnen, Dieser PC mit rechter Maustaste anklicken, dann Netzlaufwerk verbinden... anklicken



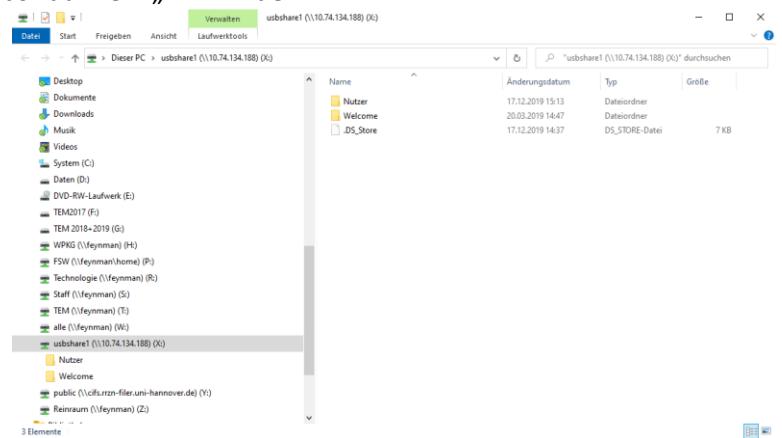
Dort Ordner: \\10.74.134.188\TEM Bilder eingeben.

Checkbox an bei „Verbindung bei Anmeldung wiederherstellen“

Fertig stellen klicken.



Da ist jetzt das Laufwerk „TEM Bilder“



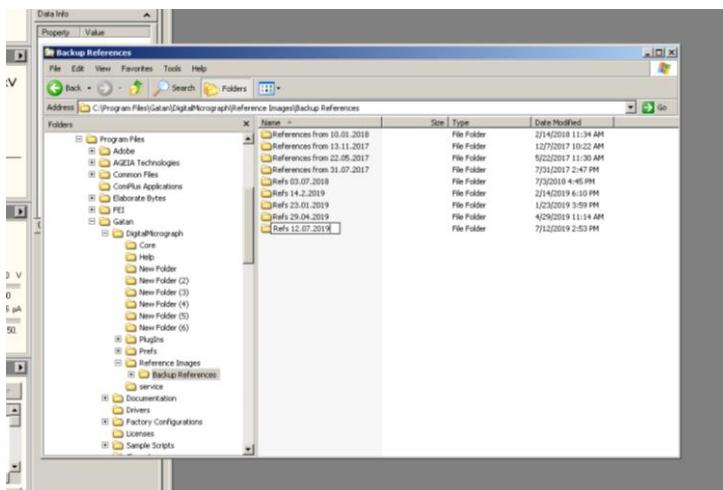
19. Recalibrate Camera References

Typ: Gatan Orius SC 1000 CCD.

- Alle Referenz-Files vorher sichern**

Die Refs liegen in: c:\program files\Gatan\DigitalMicrograph\Reference Images

Die Files dort kopieren und in einem neu anzulegenden Verzeichnis im Unterordner „Backup References“ speichern



- Strahl vorbereiten**

Probenhalter ohne Probe einbauen

C2 mittig einstellen

Direct Alignments

Typische Vergrößerung (135 kx)

Ein Bild mit Digital Micrograph aufnehmen zum späteren Vergleich (Bei ungleicher Intensität bei gleichzeitiger mittiger Ausleuchtung bedeutet, die Kamera muss in der Tat kalibriert werden)

- Dark Referenz**

Schirm geschlossen, Colum Valves closed, Schwarze Plastik-Abdeckung drauf, alles dunkel (so gut es geht)

Digital Micrograph -> Camera -> Prepare Dark Reference

Starten! Alle Fragen etc. mit yes beantworten

Es werden 3 Images aufgenommen mit je 20 Aufnahmen + 8 kleine (ein streifiges Bild). Dauert ca. 7 Minuten.

- Gain Referenz**

Strahl an und 4 cm Kreis gut ausleuchten (d. h. 1 cm darüber)

Typische Vergrößerung (135 kx)

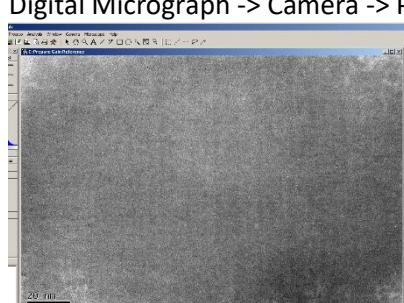
Testen: Intensity im Uhrzeigersinn drehen vergrößert den Strahl

Schirm auf, Abdeckung drauf, Licht aus

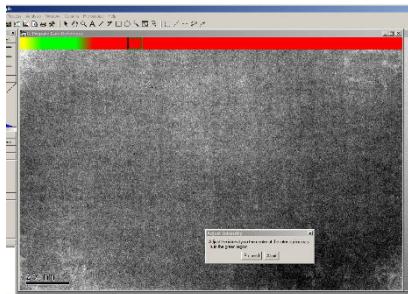
Digital Micrograph -> Camera -> Prepare Dark Reference

Testbild aufnehmen

Digital Micrograph -> Camera -> Prepare Gain Reference



Einstellen: Target intensity: 3000 und Frames to average: 10
Starten! Alle Fragen etc. mit yes beantworten
Es werden wieder diverse Bilder aufgenommen, dauert ca. 5 Minuten
Evtl. ist zwischendurch die Intensität zu hoch, dann muss man vorsichtig den Fokusknopf im Uhrzeigersinn drehen, bis die Kamera wieder „im grünen Bereich“ ist und dann Proceed drücken



- **Test Bild**

Ein letztes Testbild machen. Wenn es jetzt gleichmäßig ausgeleuchtet ist, dann hat die Kalibrierung gut funktioniert

Troubleshooting: Sonst die Referenzen noch mal aufnehmen; wenn das nicht klappt, kann man nur alte Referenzen laden.

20. Change of an Aperture

- Blenden sind aus Platin-Legierung, 3 mm rund, Dicke?
- Gasförmigen Stickstoff anschließen am Wasser-Reck (steht dran)
- Schon mal an der Blende vorsichtig aufdrehen, damit kein Überdruck entstehen kann
- Druck P2 merken (z. B 2E-7)
- Column fluten mit Stickstoff. Dafür das Programm: Tecnai TF20 Vacuum Control nehmen
c:\tecnai\exe\service\tstmdvakuum.exe
- Blende losschrauben, vorsichtig rausziehen. Spezialschraubendreher liegt im Schrank irgendwo
- Handschuhe, Arbeitstisch mit Allufolie auslegen
- Die jeweils 4 Blenden kann man vorsichtig eine nach dem anderen aus der Halterung entnehmen. Dabei darauf achten, wie rum die waren (!!)
- Neue Blende und die anderen wieder einbauen mit einer Pinzette
- Wieder in die Column rein, alles zudrehen
- Im Vakuum-Programm alles evakuieren (einige Stunden, über Nacht), bis P2 wieder so wie vorher
- Dann „Evakuete all“ im Programm drücken, so das normaler Vakuumzustand erreicht wird
- Blende justieren (kleine Vergrößerung)

21. Maintenance

Monatlich

- Überprüfen der Drück von SF6 am Tank (Typisch 4,5 Bar, darf nie weniger als 4,0 Bar sein) und am TEM (etwas mehr als 6 Bar, siehe Markierung).
- Überprüfen der Wasser-Durchflüsse, die zwischen den Markern sein sollten (auf 42 ml/h). Überprüfen, ob es Algenbildung gibt (dann ggf. Thermoclean nachfüllen)
- Kühlwasser nachfüllen. (Normales Wasser)
- Blick auf die USV
- Nach Wasserlecks gucken.
- TEM abstauben, Trackball rausnehmen (gegen den Uhrzeigersinn drehen zum öffnen) und alles säubern.
- Bufferung des TEMs kontrollieren durch Gegendrücken.
- Kleines Lichtmikroskope am TEM: Schrauben festziehen.
- Rarely (every three months): Probenhalter mit Isopropanol reinigen und Dichtringe fetten.
- Gain & Dark-Reference der CCD- Kamera neu kalibrieren.

Selten

- 1-2-mal im Jahr Thermoclean Blue 7 ml ins Kühlwasser geben. Wasser auffüllen.
- Das große Zahnräder in der Compustage fetten (mit Molikote BR-2 plus) ca. alle vier Jahre. Altes Fett abwischen und neues Fett drauf; wenig Fett. Nach dem Zusammenbau testen, ob sich die Compustage in alle Richtungen bewegen lässt. Am besten von Thermo/FEI machen lassen.
- Batterien für die Messung des Beam-Current wechseln. Ist nötig, wenn die Exposure Time falsch anzeigt.
Dazu: 3 Schrauben am Tisch lösen, Tisch vorsichtig gerade nach vorne rausziehen. Kasten Links öffnen. Dann kommen 30 x LR44 Knopfzellen (1,5 V Alkaline) rein (Umbau von Oliver Kerker).
- Am Ende des Jahres: Daten Sichern auf Backup-Platte.
- Staubaugen und ALLES abwischen
- Kappe der Compustage reinigen

More Information

22. Contact information

Leibniz Universität Hannover

Laboratorium für Nano- und Quantenengineering
Schneiderberg 39, 30167 Hannover, Germany

Website: www.LNQE.uni-hannover.de

Telefon Sekretariat: +49 511 762 16017, Fax: +49 511 762 16099

Gebäudenummer: 3430

Geschäftsführer &

TEM Equipment Officer:

Dr. Fritz Schulze-Wischeler

Telefon: +49 511 762 16014

Schulze-Wischeler@LNQE.uni-hannover.de

Technischer Leiter &

Strahlenschutzbeauftragter:

Dipl. Ing. Oliver Kerker

Telefon: +49 511 762 16016

Oliver.Kerker@LNQE.uni-hannover.de

LNQE-Notfallnummer: 0160 4327077

E-Mailverteiler an alle TEM- Nutzer*innen: TEM-Nutzer@LNQE.uni-hannover.de

23. Features of the TEM

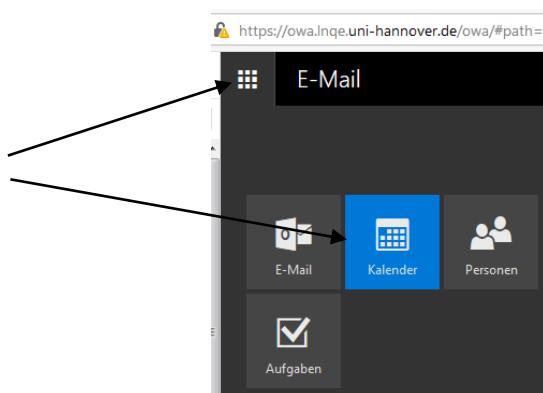
Das TEM im LNQE hat eine Beschleunigungsspannung von 200 kV und als Elektronenemitter eine Feldefektkathode. Wichtigste Parameter sind:

- Gerätetyp: TEM Tecnai G2 F20 TMP von Fa. FEI
- 200 kV Feldeffekt FEG
- Ölfreies Vakuum
- TEM point resolution: 0,27 nm
- Information limit: 0,14 nm (gemessen!)
- STEM resolution: 0,24 nm
- 1 Hellfeld- und 2 Dunkelfeld-Detektoren +1 HAADF-Detektor
- Tomografie $\pm 70^\circ$ (Theoretisch bis zu $\pm 80^\circ$ mit besonderen Halter)

Mit diesem TEM sind alle klassischen Kontrastverfahren möglich: Hellfeld und Dunkelfeld, Beugungskontrast (einschließlich Weak-beam), parallele Beleuchtung bei alle Vergrößerungen (wichtig insbesondere bei der Untersuchung kristalliner Proben), TEM und STEM (scanning TEM). Dabei sind große Kippwinkel möglich. Eine Besonderheit des TEM ist die Möglichkeit der Tomografie.

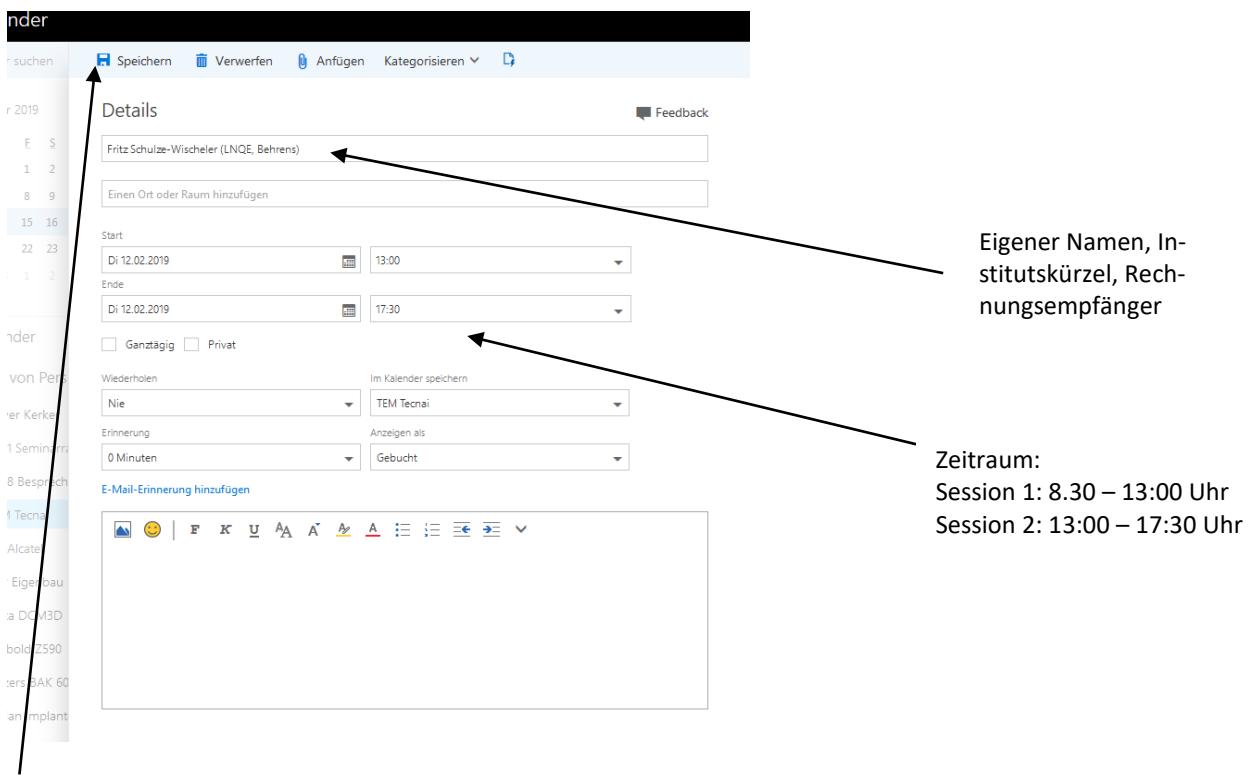
24. Book a Session

- Eine Session kostet 220 Euro.
- Über folgende Adresse kann man sich im Online Web App (OWA) des LNQE einloggen:
<https://owa.lnqe.uni-hannover.de/owa/>
Dies ist eine sichere Verbindung. Ggf. muss man „Erweitert“ „Ausnahmen hinzufügen“ „bestätigen“ drücken.
- Dort ist man am Anfang bei den E-Mails und muss in die Kalender wechseln (Links Oben)



- In den Kalendern muss man *einmalig* den TEM-Kalender hinzufügen mit Rechtsklick auf „Kalender von Person“ auf der linken Seite-> „Kalender öffnen“ und dann eintragen „TEM Tecnai“ und mit OK bestätigen.
- Im TEM-Kalender kann man jetzt die gewünschte Session buchen.
 - Session 1: 8.30 – 13:00 Uhr
 - Session 2: 13:00 – 17:30 Uhr

Doppelklick in das Feld mit dem gewünschten Tag und den neuen Termin eintragen. Bitte immer den eigenen Namen, die Bezeichnung des Instituts und den Namen des/der Professors/in, Gruppenleiter/in etc. angeben, der/die die Rechnung für die Session erhalten wird.



25. Analysis Software

Gatan Digital Micrograph

<https://www.gatan.com/installation-instructions>

ImageJ

Mit der Free-Ware ImageJ lassen sich die dm3-Dateien von Digital Micrograph und die ser-Dateien von TIA öffnen und bearbeiten.

Installation:

- ImageJ herunterladen von: <http://imagej.nih.gov/ij/> (Meist der erste Treffer von Google für ImageJ)
- Download -> Windows -> bundled with Java (neuste Version)
- Das zip-File entpacken in einen Unterordner des eigenen Home-Verzeichnisses
- Die Datei ImageJ.exe startet das Programm. Wer will, kann sich eine Verknüpfung von ImageJ.exe auf den Desktop erstellen.
- Für TIA-Bilder (STEM) muss noch ein extra Plugin installiert werden: TIA_Reader.jar. Hier runterladen: <http://rsbweb.nih.gov/ij/plugins/tia-reader.html> und in den Ordner Plugins/Jars kopieren. In ImageJ: Dateien öffnen mit Plugins->Input-Output-> Tia Reader. Dort den *.ser File öffnen.

Wichtige Funktionen:

- Achtung: Wenn man was in den dm3-Dateien geändert hat, dann bleibt die Änderung drin (schlecht für eine weitere Nutzung). Deshalb entweder mit einer Kopie arbeiten oder nur Bilder mit „Save as“ speichern und das Original dm3 unverändert lassen.
- Undo: Steuerung +z (nur ein Schritt zurück ist möglich)
- Measure: Steuerung +m
- Skale-Bar einblenden: Analyze -> tools -> Scale Bar
- DM3 –Datei laden und dann das Bild mit File->Save as in einem anderen Format (z. B.) jpg abspeichern
- FFT: Bild anklicken, Shift gedrückt halten und ein Rechteck aufziehen (des zu analysierenden Bereiches). Dann Process->FFT->FFT klicken für Fourier-Transformation. Dann interessierenden Bereich auswählen (Rechteck), Image -> Crop. Dann: Analyze -> Set Scale und in „unit of length“ statt nm dann 1/nm reischreiben. Mit Analyze -> tools -> Scale Bar erhält man nun einen Scale Bar in 1/nm.
- Eine Kurzanleitung gibt es auf: <http://imagej.nih.gov/ij/docs/pdfs/ImageJ.pdf>
- Tutorials and Examples gibt es auf der ImageJ-Website: <http://imagej.nih.gov/ij/docs/examples/index.html>