

分析電子顕微鏡

JEM-2000FX

◇基本操作法◇

1. 通常の高電圧印加法
2. 電子線の発生
3. レンズ系の調整
4. 試料の装着時における注意
5. 写真撮影
6. 微小領域回折法 (μ -ED)
7. 収束電子線回折法
8. 終了時における注意事項

昭和59年4月 初版

平成元年5月 第2版

平成15年5月 第3版

実際の操作の前によくお読みのうえ、正しく操作してください。
お読みになった後は必ず保存し、わからないとき再読してください。
システムの変更等により書かれている内容が変わることはあります。

編集：九州大学 超高压電子顕微鏡室
住所：福岡市東区箱崎 6-10-1
電話：(092) 642-4028

1. 通常の高電圧の印加および昇圧法

分析電子顕微鏡 (JEM-2000FX) は、200kV まで昇圧された状態でエージングされています。通常の使用では、200kV での使用が多いと思いますが、なんらかの理由で高圧を off にした時や、低い加速電圧で使用したあとに瞬時に 200kV まで昇圧するような事は、高圧の放電、および高圧リークの発生原因となります。そこで、下記のような操作法を行って高圧を昇圧してください。

***** 陽極室の真空度が $1 \times 10^{-4} \text{Pa}$ より良いことを確認 *****

* 1 電源部のイオンポンプの真空計で確認すること。

* 2 測定時のみ **【METER RANGE】** を切り替える。

測定終了後は **【METER RANGE】** を 1 桁下げる。

測定時メーターの指針はスケールオーバーさせない。

A. << 10 分間以内の高圧停止後の印加 >>

1. 高圧設定値を 180 kV にする。

2. 高圧 **【HT】** を on にする。

3. 2 kV/step で 200 kV まで昇圧。

[1step 10~20 秒間隔]

4. 200 kV で 10 分間保持の後、使用する。

B. << 10 分間~30 分間の高圧停止後の印加 >>

1. 高圧設定値を 170 kV にする。

2. 高圧 **【HT】** を on にする。

[5 分間保持]

3. 2 kV/step で 200 kV まで昇圧。

[1step 20 秒間隔]

4. 200 kV で 10 分間保持の後、使用する。

C. << 30 分間以上の高圧停止あるいは 300 kV 以下での使用 >>

1. 高圧設定値を 160 kV にする。

2. 高圧 **【HT】** を on にする。

[5 分間保持]

3. 2 kV/step で 180 kV まで昇圧。

[30 秒間隔]

4. 180 kV で 5 分間保持。

5. 180 kV から 1 kV/step で 200 kV まで昇圧。

[20 秒間隔]

6. 200 kV で 20 分間保持の後使用。

※ 200 kV 以下 160 kV までの使用の後、200 kV まで昇圧する場合は、上記の C の方法に準じます (C. 3 から)

2. 電子線の発生

JEM-2000FX に用いられている電子線のフィラメントは LaB₆ 熱陰極が用いられ、円錐角 90° 曲率半径 15μmR が使用されています。LaB₆ 熱陰極は、非常に高価であり、使用方法で FILAMENT の寿命が著しく違ってきます。正しく使用して寿命をのばすように注意して使用するよう心がけてください。

*FILAMENT 電流の流しすぎによる過加熱。真空度の悪い状態での加熱は避ける。

特に JEM-2000FX は陽極室・鏡筒を同じイオンポンプ 1 台で排気しているために試料交換時に陽極室の真空度が悪くなりやすい。

2-1 《Beam の出し方》

1. 陽極室の真空度が、 7×10^{-5} Pa より良いことを確認する。
2. 【MAG2】で倍率を 5K~25K に設定する（通常、【MAG2】は 25k）。
3. 対物レンズ電流値を 6.90 に設定する。
4. 【BIAS】値が COURSE、FINE とともに 4 以下に設定する。
5. 【FILAMENT】つまみをゆっくり回し、4 番で約 1 分間保持する。
6. 1 ノッチ/分程度でストッパー位置（通常 6~7 番）まで小刻みに 【FILAMENT】つまみをゆっくり回す。
7. 【BIAS】の FINE を上げて Beam Current が 10~15 μ A 程度流れるように加熱電流を設定する。

次にビームを集束させ、少し 【FILAMENT】つまみを下げて、フィラメント像を出し、フィラメント像が上下左右対称になるように 【GUN・TILT】を用いて調整する。【BIAS】値は高くすれば輝度が得られるという訳ではありません。フィラメントの設定条件と BIAS 値で高輝度が得られるように調節してください。

***** Beam Current は、20 μ A 以上流さない用に注意してください *****

2-2 《集束レンズ絞りの選択》

JEM-2000FX の集束レンズ絞りサイズは、レバーが左側で大きい・より 200-100-70 μ m、右側で小さい・から 40-20 μ m と絞り無し の順に設定されています。絞りサイズが小さくなると像質は向上しますが、明るさが暗くなります。

通常、高分解能では 100、70 μ m、極微電子線回折(μ -ED)では 40、20 μ m を使用します。

3. レンズ系の調整

3-1 《照射系の軸調整》

1. 倍率を 【MAG2】で倍率を 5k~25k かそれより低い倍率に設定する。
2. 対物レンズ電流値を 6.90 (200 kV 時) にする。
3. Beam を蛍光版の中心に集束させる。
4. 【WOBBLER-IMAG】X あるいは Y を on にして Beam が 2 重あるいは分かれたりする場合は次の操作をします。
 - 4-1 【WOBBLER-IMAGE X】を on にする。
 - 4-2 Beam が一致するように 【IMAG WOBBLER ADJ-X】で調整する。
 - 4-3 同様に 【WOBBLER-IMAGE Y】を on にします。
 - 4-4 Beam が一致するように 【IMAG WOBBLER ADJ-Y】で調整する。
5. 【SPOT SIZE】を 1 L にして、Beam を集束させて 【GUN-ALIGN SHIFT】で蛍光版の中心に持って

くる。

6. **【SPOT SIZE】** を 3 L にして、Beam を集束させて **【SHIFT】** で蛍光版の中心に持ってくる。
7. 5 および 6 の操作の繰り返しで **【SPOT SIZE】** 1 と 3 のビームの中心が共に蛍光版の中心にくるようにする。
8. **【GUN-ALIGN TILT】** でフィラメント像が上下左右対称になるように（またはもっとも明るくなるように）調整する。
9. 使用する **【SPOT SIZE】** を選び Beam を集束（通常の使用では 2 L あるいは 3 L）、**【DEFLECTOR-COND STIG】** を on にして、**【DEF】** にてコンデンサーレンズの非点補正を行う。

3 - 2 《対物絞りの挿入法》

1. 倍率を **【MAG2】** 5k~25k に設定し、Beam を蛍光板の中心に集束させた後、Beam を蛍光板いっぱいにオーバー側に広げる。
2. **【DIFF】** を押し、**【SELECTER】** でカメラ長を 1~2.5nm・mm に設定する。
（通常の使用では 2.0nm・mm が適当である）
3. **【DIFF FOCUS】** つまみでカウスチックスポットを得る。この時、スポットになる前にカウスチック像が上下左右に対象でないときは次の操作を行う。
 - 3 - 1 **【INT-STIGMATOR】** で上下左右が対象になるように非点補正を行う。
 - 3 - 2 カウスチック像がスポットになるように **【DIFF FOCUS】** つまみで設定する。
4. カウスチックスポットが蛍光板の中心にない時は **【DEFLECTOR-ALIGN】** で中心に持ってくる。
5. **【MAG1】**（あるいは 2）にして、Beam を蛍光板の中心に集束させる。
6. 再度 **【DIFF】** にして対物絞り装置のレバーを左側に向けてから、必要な穴径をつまみを回して選択する。
対物絞りのサイズは、大きい●より、40-20-30-10 μ m と 120-80-60 μ m の 2 列になっている。
7. 必要な大きさの絞りが、蛍光板の中心にくるように調整する。

3 - 3 《電圧軸調整》

1. **【MAG1】** で倍率を 300k~500k に設定する。
* 高分解能の使用時で、倍率が 600k-1M まで使用する場合は 600k 以上を設定する。
2. 中間サイズの対物絞りを入れる。
3. 電圧中心が取りやすい視野を探す。
4. **【OBJ FOCUS】** で焦点合わせをする。
5. Beam が蛍光板いっぱいかそれより広がるように **【BRIGHTNESS】** をオーバー側にする。
6. **【WOBLER-HT】** を on にする。
7. **【BRIGHT TILT-DEF】** で電圧軸の中心になるように調整する。
電圧中心が蛍光板の中心に一致していない状態で像を撮影すると全体的に不鮮明な写真になります。特に高倍率の撮影において顕著に現れます。

電圧中心が蛍光板の中心に一致していない状態で像を撮影すると全体的に不鮮明な写真になり、時に高倍率の撮影において顕著に現れます。

4. 試料の装着時における注意

4-1 試料ホルダー

1. X・Y 軸傾斜ホルダー(EM-STH10) および X・Y 軸傾斜ベリリウム・ホルダー (EM-STHB10) を使用する時は、専用の着脱台を使用すること。
2. 試料ホルダーの真空部分(先端から O-リングまで)は、素手などで触らないこと、さらに、息などを吹きかけないようにして下さい。
3. 必要に応じて、O-リングをクリーニングするか真空グリース (フロンブリン 白色) を塗布する。
4. 試料ホルダーをドライヤーで十分に乾燥させた後、O-リングに塵などが付着していないことを確認の上、予備排気を行う。
5. 予備排気は、5 分以上(ランプの点滅)行った後、【HT】を off にしてから、ゆっくり回して鏡筒内に挿入する。

4-2 試料交換時における【HT】と【FILAMENT】の注意事項

試料ホルダーを電頭内から挿入・取り出しは、【FILAMENT】を off、【HT】を off にしてから行う(予備排気時は除く)。高圧は $3 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 以下に真空が回復したのを確認してから【HT】を on にする。さらに、ホルダーを電頭内に挿入直後は、10 分以上経過後、真空度が回復することを確認すること。もし、真空度が良くならない場合は、ホルダーの O-リングを点検する。

ビームを出す時は、真空度が $7 \times 10^{-5} \text{Pa}$ より良いことを確認して、【FILAMENT】つまみをゆっくりと(3 分程度かけて)あげる。また、ビームを切るときもゆっくり (同程度)さげる。

【FILAMENT】つまみは、絶対にストッパー以上回さないこと。通常は、ストッパーから 1 ないし半目盛り手前で使用し、必要に応じてストッパー位置まで回す。

4-3 イオンポンプの真空計

イオンポンプの真空計はメーターが振り切れないようにすること。特にホルダーの挿入・取り出し時等、真空が悪くなる恐れがあるときはレンジを切り替えること。

5. 写真撮影

5-1 写真撮影法

A. 《自動露出による撮影》

1. 【SHUTTER AUTO】を on にすると、ランプが明燈になり自動露出になる。
 2. 撮影したい視野を試料移動つまみで撮影範囲の中に入れる。
- ※ 高分解能の撮影時において、わずかに視野を移動したい場合は、【DEFLECTOR-IMAGE SHIFT】を使用する。
3. 【OBJ FOCUS】で焦点を合わせる
 4. 希望する露出時間になるように【BRIGHTNESS】で明るさを調節する。(クロスオーバーより時計方向に回す)

5. **【PHOTO】** を押し、フィルムを撮影位置に送る。(ランプ明燈)
 6. もう一度 **【PHOTO】** を押し、撮影が開始される。露出されている間は横の **【EXP】** ランプが点灯する。
- ※ 多重露出を行う場合は、露出中に**【PHOTO】**をもう一度押しとフィルムは自動的に送り出されない。
6. の繰り返しで2重、3重、……露出が可能となる。
 7. 露出が終わると、フィルムは自動的に送り出され **【PHOTO】** ランプが暗燈になる。

B. 《手動露出による撮影》

1. **【SHUTTER AUTO】** を off にすると、ランプが暗燈になり手動露出になる。
露出したい時間を **【EXP TIME】** で決定する。設定できる露出時間は 0.12～90 秒および B (バルブ) である。
2. 以下、自動露出による撮影 2. ～7. と同じ。

5-2 カメラ室よりフィルムマガジンを交換する方法

1. **【FILAMENT】** つまみをゆっくり 0 まで回して (ビームの出し方を参照) off にする。
 2. カメラ室扉に付いているハンドルを時計方向に 90°回すと自動的にカメラ室内がリークされて、約 1 分間経過した後、自動的にカメラ室扉が開く。
 3. ポリの手袋を着用して必要ならば未撮影フィルムの送りマガジンおよび空の受けマガジン (共に、真空ドライデシケーター中に保管) を用意する。
 4. カメラ室扉が開いたら扉を全開にしてハンドルを引きマガジン台を引き出す。
 5. マガジンの交換をして、マガジン台のハンドルを押し込む。
 6. マガジン台を完全に押し込まれ、正常な状態になっていることを確認して、カメラ室の扉内側にある O-リングにゴミ等が付着してないこと、さらに外れていないことを確認する。
 7. カメラ室扉を強く押し込んで、カメラ室ハンドルを 90°反時計方向に回す。
 8. 自動的にカメラ室が排気され、正常に排気されているかどうかをピラニゲージで確認する。
 10. フィルムを各自が間違いのないように 40 枚補充して真空デシケーターに保管する。
- ※ 注意 1 : マガジン、カセットは真空中に置かれているので汚さないように (特に暗室内で汚れやすい : 現像定着などの薬液には要注意) 十分に注意をすること。必ずポリの手袋を着用して、絶対に素手で取り扱いほしないこと。
- ※ 注意 2 : フィルムを補充する場合に特に以下のことを注意する。
- ・ フィルムを感光させない。
 - ・ フィルムの裏表を間違えない (ノッチを確認する)。
 - ・ 受けマガジンを送りマガジンと間違えない。
 - ・ 受けマガジンにカセットを納める場合、カセットの入る方向を間違えない。

マガジンを正確に入れないと、マガジン台を押し込む途中で引っ掛かり故障の原因となる。

- ※ 注意 3 : フィルムを補充した送りマガジンを真空デシケーターに保管する場合は、正常に真空が引かれていることを確認する。(O-リングの点検をしてから、真空デシケーターの上蓋をしばらく押し続けて排気される音が小さくなっていくことを確認する。)
- ※ 注意 4 : 他の電頭のカセットと混合しないように現像終了後、速やかにフィルムの詰め替えを行う

6. 微小領域回折法 (μ -ED)

分析電顕を使用した μ -ED は電子線をきわめて細く集束することによって試料面上の電子線照射範囲 (L モード: $\sim 20\text{nm}$, S モード: $\sim 2\text{nm}$) が制限視野絞りを用いた場合よりきわめて微少な領域からの回折像を得る方法です。ここで注意しなければならないのは、この分析電顕は収束角が大きくなるように設計してありますから(これは収束電子線回折には有利)回折像が円板状になります。そこで、回折像を得る場合は収束角が小さくなるように、必要に応じて集束レンズ絞りサイズの小さいものを選択して、スポット状の回折斑点が得られるようにします。

1. 集束レンズ絞りサイズ $40\mu\text{m}$ 以上を選択して、電子線通路の中心にあわせる
2. 【DIFF】 を押し、【SELECTOR】 で任意のカメラ長を得る。
3. 【BRIGHTNESS】 を時計方向にいっぱい回す(ピーと音がする)。
4. 【DIFF FOCUS】 で、カウスチックスポットの焦点をあわせる。
5. 【SAM/ROCK】 で、 $50\text{k}\sim 500\text{k}$ の範囲で倍率を選択する。
6. 回折したい領域の中心をフォーカススクリーンの中心に試料移動を用いてあわせる。微小領域の像を撮影する場合は、次の(a)の操作をする。
(a)多重露出法を用いて、視野全体の1度目の撮影をする。
7. 集束レンズ絞りサイズ $40\mu\text{m}$ 以下を選択して、電子線通路の中心にあわせる
8. 回折したい領域に電子線を L モードあるいは S モードでスポットサイズ 4 \sim 6 を用いてビームを集束させる。
9. (a)の操作を行なった場合は、2度目の撮影をします。これにより回折される領域が(a)のフィルム上に重ねて記録されます。
10. 【DIFF】 を押して、得られた回折斑点を撮影します。

7. 収束電子線回折法(Convergent Beam Electron Diffraction: CBED)

収束電子線回折法は、対物レンズの強い前方磁界を用いて小さく収束された($\sim 2\text{nm}$)大きな収束角(開き角 10^{-2}rad 以上)の円錐状の電子線を試料に照射すると、それから得られる回折像は電子線の開き角に対応して、円板状に広がります。

このような収束電子線回折像を得るために、この分析電顕(FX タイプ)では試料の前方磁界を十分に強くするために対物レンズが C-O (Condenser-Objective)条件になるように設計されています。さらに照射系の集束レンズを3段にして集束ミニレンズ(CM レンズ)が用いられているために S モード(微小領域照射モード)、L モード(広領域モード)が使用でき、かつ S モードにおいては 【 α -SELECTOR】 でスポットサイズを一定にして収束角のみ 11 段階に約 2 倍程度、変化させることができます。

操作方法

1. 集束レンズ絞り $70\mu\text{m}\phi$ 以上を選択して、電子線通路の中心にあわせませす。
2. S モード、L モードを選択して、照射系の軸を調整します。
3. 任意のカメラ長を選択して、【DIFF FOCUS】つまみを回してカウスチック像がスポットと

なるようにします。

4. 【SAM/LOCK】で 50k～500k の間で倍率を選択します。

5. 【SPOT SIZE】で照射する領域になるように選択して、電子線を最も小さくなるように【BRIGHTNESS】つまみで集束させます。

6. 【DIFF】を押すと、CBED が得られます。

- * この時、収束角が適当でない時は、集束レンズ絞りを選択して(S-モードでの使用の時は【 α -SELECTOR】が使用可能)適当なディスクサイズになるようにします。さらに、わずかにディスクのサイズを変えたい場合は、対物レンズ電流を変化させます。

7. 回折条件をわずかに変化させたい場合は、集束レンズ絞りを動かすことによって、正確な回折条件が得られます。

- * 終了後【 α -SELECTOR】つまみは時計方向一杯に、集束レンズ絞りは中心に合わせておくこと。

〈データ〉 Lモードに置く集束レンズ絞り 100 μ mφ を用いたときの収束角およびスポット径

SPOT SIZE	収束角 2α	スポット径
1L	11.8 mrad	700 nm
2L	11.5	500
3L	11.1	400
4L	10.7	200
5L	10.4	60
6L	10.2	30

8. 終了時における注意事項

8-1 JEM-2000FX の終了時について

- * 昼間の利用者で次ぎに夜間の使用がある場合は、ACD に液体窒素を補給して下さい。
- * 昼間の利用者で下記の操作を行う時間がないもの、あるいは全く出来ないか自信がない人はオペレーターにご相談下さい。この場合、使用時間の制限をさせて頂く場合があります。
- * 夜間の利用者は□枠の開始時間の 30 分前に電顕室に来て下さい。もし、電顕の使用を取りやめるようなときは早めに連絡をして下さい。
- * フィルム残数が 30 枚以下の時は、各自主任をもってカセットにフィルムを詰め替えて下さい。カセットの枚数 (40 枚)、フィルムの裏詰め、カセットの正しい収納箱への装着等、次の利用者へ迷惑がかからないように十分に注意して下さい。もし、詰め替えの経験がない者あるいは自信が無い者はオペレーターにご相談下さい。
- * 昼間の利用者で夜間使用がない時、および夜間の利用者は下記の操作を行って下さい。
- * 夜間の利用時間は特別に許可された場合を除き、翌日の午前 2 時までには電顕の使用を終了させて、すみやかに下記の操作を行って下さい。

1. 【FILAMENT】 および 【HT】 を off にする。
2. 高圧の改定値を 160 kV に改定する。
3. 【ACCEL VOLTAGE】 を OPERATE から off 側にする。(TEST 側にはしないこと)
4. 【LENS POWER SUPPLY】 を off 側にする。
5. フィルム交換および試料ホルダーより試料を取り出します。
6. 試料ホルダー(通常 STH-10)をゴニオに挿入して、高真空に保持する。
(予備排気をするときはカメラ室が十分に高真空になってから行うこと)
7. 別記、ACD のアウトガス方法の手順に従い操作します。
8. 真空計に異常がないことを確認する。
*カメラ室、:ピラニーゲージ (CRT) にて 50 μ A 以下であること。
9. 最後に電顕室を退室するものは電顕室全体の見回りをして、異常がないか (特に暗室および便所)を確認する。

8-2 ACD アウトガス方法

分析電子顕微鏡 JEM-2000FX には手動仕切弁が 2ヶ所追加取り付けられています。これまでは、電顕の終了時における ACD のアウトガスが陽極室内部に逆流し吸着して、次に高圧印加した時に吸着したガスが微小放電の原因となります。さらにイオンポンプ(SIP)内部への逆流がポンプ内壁面へ吸着されてポンプの寿命が著しく短くなる原因となっていました。

- 1 【HT】 off、【LENS】 off、
【ACCEL VOLTAGE】 off の後に ACD のヒーターを差し込み、
コネクターを接続します。
- 2 SIP 電源、【METER RANGE】 を 10kV にします。
- 3 【V2】 の弁を閉める。
- 4 【陽極室手動仕切弁】 を閉める。
*最後の締め付けは軽く締め付ける。絶対に強く締め付けないこと。
- 5 【SIP 手動仕切弁】 を閉める。
*イオンポンプのメーターレンジは 10kV になっていることを確認する。
*測定端子等に接触しないように注意する。
*相当数回転させないと閉まらない。
*最後の締め付けは軽く締め付ける。絶対に強く締め付けないこと。
- 6 【SIP・DP 切替スイッチ】 を DP 側にする。

- 7 **【ACD】** タンク内に冷却剤排出器(ヒーター)をいれてから、ヒーター用コネクタを接続する。
*この時、液体窒素が強く排出されるので、周辺横器に液体窒素が降りかからないように注意すること。
- 8 **【ACD HEAT】** を on にして(ランプが明燈になる)、この時に
*ヒーターに電流が流れ加熱されて液体窒素が噴き出すことを確認する。もし、液体窒素が噴き出さない時は、ヒーターの断線等が考えられます。
- 9 8 の操作後、約 1 時間経過して ACD の温度が常温に戻り、自動的に
*ACD のヒーターの電流が切れます(ランプが暗燈になる)。
- 10 **【ACD HEAT】** が off になっていることを確認して、ヒーターのコネクターを抜く
- 11 **【陽極室手動仕切弁】** と **【SIP 手動仕切弁】** を止まるところまで回して全開にする。さらに **【V2】** を開く。
- 12 11 の操作後、約 10 分待ってから、真空度が 5×10^{-3} Pa 以下になるまで、**【SIP・DP 切替スイッチ】** をイオンポンプ側にする。

【注意】 もし一時間 30 分以上たってもヒーターが切れていないときは、**【ACD HEAT】** を 5 秒以上押し続けてランプが明燈から暗燈にして電流を切ってください。

8-3 ベーキング法

- 1 **【HT】** を off にします。加速電圧の設定は 200 kV にします。
もし低い加速電圧で使用していた場合は**【HT】** off にしてから 200 kV に設定すること。
- 2 **【LENS】** は on のままにします。
- 3 SIP 電源 **【METER RANGE】** を 10 kV に設定します。
- 4 **【陽極室手動仕切弁】** および **【V2】** を閉める。
- 5 **【SIP・DP 切替スイッチ】** を DP 側にする。
- 6 **【PiG 2(陽極室ピラニーゲージ)】** のコネクターを抜く。
CRT 排気系統図を表示して Pi 2 が $66 \mu\text{A}$ になっていることを確認する。
- 7 **【SIP BAKE OUT】** を off にする。
- 8 **【SIP 手動仕切弁】** を閉める。
- 9 **【BAKE OUT-TIMER】** を月曜日(月曜日が休日の場合は火曜日)の朝 4 時から 5 時までに終了するように時間設定する。

- 10 【BAKE OUT】を on にする （ランプが明燈になる）。
- 11 冷却水のバルブ（赤）を閉める。
- 12 アライメント系のスイッチを全て off にする。
*試料ホルダーは鏡筒内に挿入しておくこと。