

九州大学 超高压電子顕微鏡室
補助電子顕微鏡(JEM-200CX)
講習会テキスト

.電子顕微鏡の操作法

昭和 52 年 4 月 第 1 版
平成 2 年 5 月 改 訂
平成 15 年 4 月 改 訂

編 集：九州大学 超高压電子顕微鏡室
連絡先：福岡市東区箱崎 6-10-1
092-642-4028
e-mai : hvem@zaiko.kyushu-u.ac.jp

試料挿入前の電子線の確認

(使用加速電圧は安定し電子線の出せる状態とみなす)

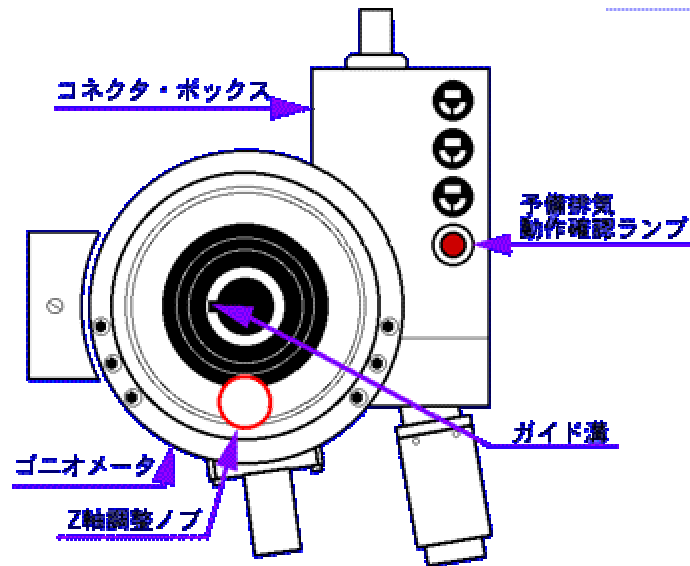
- 1) CONDENSER LENS(以下 CL と略す)絞り以外の対物レンズ絞り、制限視野絞りを電子線通路より除く。
- 2) FUNCTION ボタンを LOW MAG(x200)に切り替え、CONDENSER 外側つまみを反時計方向いっぱいにまわす。
- 3) FILAMENT EMISSION つまみをストッパーの位置まで徐々に回し、ビームが蛍光板上に得られていることを確認する。(フィラメントの寿命はストッパーの位置で大きく作用されるので注意すること)

大まかな照射系の軸調整

- 4) FUNCTION ボタンを MAG(x400 から 1000)に切り換え、ビームの蛍光板中心からの逃げを補正しながら 5000 倍程度に拡大する。(ビームを収束したり発散させる CONDENSER つまみと、平行に移動させる CL ALIGN TRANS(X,Y)つまみを使って調整する)
- 5) SPOT SIZE を 1 に切り換え、CONDENSER つまみと GUN ALIGN TRANS X,Y つまみを使ってビームを蛍光板中心へ移動させる。
- 6) 次に、SPOT SIZE を 3 に切り換え、CONDENSER つまみと CL ALIGN TRANS X,Y つまみを使ってビームを蛍光板中心へ移動させる。
- 7) 5),6)の操作を数回繰り返し、SPOT SIZE を切り換えてもビームが蛍光板中心から移動しないようにする。その後、通常使用する SPOT SIZE の 2 に切り換える。

試料挿入と検鏡準備

- 8) FUNCTION ボタンを LOW MAG(x200)に切り替え、CONDENSER 外側つまみを蛍光板いっぱい程度にしておく。
- 9) 試料が機械的中心にくるように試料移動を調整しておく。
(試料移動つまみは全部で約 40 回転する。従って、つまみを一方向に止まるまで回した後、逆方向に 20 回転動かすと良い)
- 10) FILAMENT EMISSION を OFF にする。次に高圧および真空計を OFF にする。
- 11) 試料をセットしたホルダーのガイドピンをゴニオメータのガイド溝に合わせ、中へ押し込む。少しの間(ランプが点灯するまで)手で押し込んだままにする。



- 12) ゴニオメータ横の赤色ランプが点灯する。これはゴニオメータ内部の予備排気が開始されたことを意味する。一回の排気時間は約 40 秒なので、排気が終了し、ランプが消灯したら、ゴニオメータにぶら下がっているリセットボタンを押して、再度排気を行う。これを最低 5 回繰り返す。
- 13) ホルダーを時計方向一杯に軽く回し、慎重に試料室へ挿入する。試料挿入の際は 10^{-6} Torr に試料室が減圧されているためホルダーが急激に引き込まれ、ホルダー受けなどを破損する危険性がある。この操作は十分注意を払って行うこと。
- 14) 真空計を ON にする。真空度が 5×10^{-6} Torr 以上であれば 160kV 程度から高圧を印加し、徐々に昇圧する（真空度の変化に注意すること）。
- 15) 真空度が 10^{-7} オーダーに入ったら FILAMENT EMISSION を回す。

観察箇所の搜索

- 16) 試料の LOW MAG200 倍像から電子線が透過する部分を試料移動つまみを使って探す。
- 17) 目的の箇所が定まったら CONDENSER つまみで収束させたビームの中へ、試料移動つまみを使ってその箇所を移動する。
- 18) FUNCTION ボタンの LOW MAG から、MAG または SA MAG に切り換えて、1 万倍程度の倍率を得る。このとき、ビームの拡がり、像位置等が変わるので、その都度、CONDENSER、CL ALIGN TRANS X,Y、試料移動つまみを使って補正する。
- 19) FUNCTION ボタンを SA DIFF に切り換えて、CONDENSER および SA/DIFFRACTION:CAMERA LENGTH 内側つまみを使ってスポットを作る。対物 LENS 絞りを挿入し、絞り径の中心にスポットがあることを確認する。
- 20) FUNCTION ボタンを元に戻し、FOCUS つまみを使って大まかな像の焦点あわせを行う。

試料高さ(Z)の調整

(この調整を省くと倍率、試料傾斜の変更により像が逃げる原因となる)

- 21) Z 軸調整を行う
 - イ) 観察領域のある目標物を蛍光板中心へ移動させる。
 - ロ) ゴニオメータで試料を一方向へ 25 度程度傾斜させる。像の逃げが大きい場合は

傾斜角度を小さくし、逃げの量の減少に応じて大きくする。

ハ) 目標物の逃げを Z 軸調整ノブで中心へ戻す。

二) ゴニオメータの傾斜角度を 0 に戻し、像の目標物を再度、蛍光板中心へ合わせ直す。

ホ) ゴニオメータ傾斜による目標物の逃げが無くなるまでイ) から二) の操作を繰り返す。

ゴニオメータを 25 度程度傾斜しても目標物の逃げがなければ、Z 軸調整は完了(この電子顕微鏡では水平軸が半固定になっているので Z 軸調整を完全にはできない)。

22) 再度、像の焦点あわせを行う。

通常、以上の操作を行えば明視野像の大まかな撮影条件が整う。像質を追求される方は電流中心、電圧中心、対物の非点補正の項へ飛んで下さい。

明視野像 (透過波による像) の撮影

23) 条件 (倍率など) を設定して目的の視野を撮影領域内に移動させる。

24) 蛍光板傾斜ボタン (右の試料移動つまみ脇の下のボタン) を押して小蛍光板を傾斜させ、双眼鏡で像を観察しながら FOCUS(MEDIUM,FINE)つまみを使って焦点あわせを行う。

25) 蛍光板傾斜ボタンを押して小蛍光板を元の水平に戻す。

フィルムを一枚ずつ送って自動露出で撮影する方法

26) FILM ADVANCE:SINGLE ボタン、SHUTTER:AUTO ボタンが押していることを確認する。

27) FILM COUNTER の数字をセットする。

28) CAMERA:FILM ADVANCE ボタンを押す (この操作でフィルムが撮影位置へ完全に送られると FILM ADVANCE ボタンが点灯し、FILM COUNTER に表示された FILM No. がフィルムの端に記録される。)

29) SCREEN BRIGHTNESS メータの指示が緑帯の範囲内であることを確認する (指示が緑帯以外の時は自動露出での撮影はできない)

30) EXPOSER:SHUTTER SPEED つまみを希望する露出時間 (通常 2 ~ 4SEC) に設定する。

31) EXPOSER ランプがグリーンになっていることを確認する。そうでなければ均一な明るさの範囲内で CONDENSER つまみを使ってビームを収束または拡げる。

32) 観察窓にふたをして、蛍光板垂直ボタン(右の試料移動つまみ脇の上のボタン)を押して像を撮影する (露出が終了すればフィルムを自動的に回収箱へ収納される。収納が完了すれば FILM ADVANCE ボタンのランプが消える)

フィルムを一枚ずつ送って手動露出で撮影する方法

33) FILM ADVANCE:SINGLE ボタン、SHUTTER:MANUAL ボタンを押す。

34) FILM COUNTER の数字をセットする。

35) CAMERA:FILM ADVANCE ボタンを押す (この操作でフィルムが撮影位置へ完全に送られると FILM ADVANCE ボタンが点灯し、FILM COUNTER に表示された FILM No. がフィルムの端に記録される。)

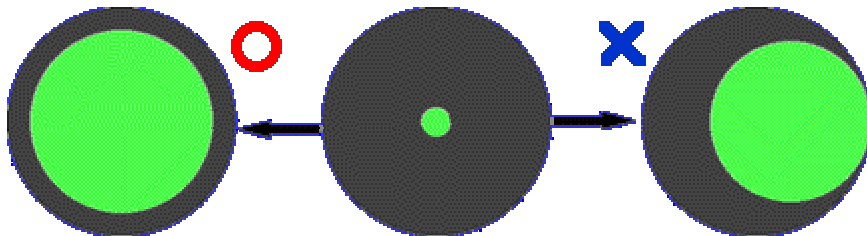
36) CONDENSER つまみで露出量を調整する。

37) 観察窓にふたをして、蛍光板垂直ボタン(右の試料移動つまみ脇の上のボタン)を押して像を撮影する(露出が終了すればフィルムを自動的に回収箱へ収納される。収納が完了すれば FILM ADVANCE ボタンのランプが消える)。

制限視野回折とその撮影

- 1) FUNCTION ボタンを SA MAG に切り換え、SA/HD DIFFRACTION:MAGNIFICATION 外側つまみを使って適当な倍率を設定する。
- 2) 観察する視野の大きさに応じた視野制限絞りを電子線通路に挿入し、SA/HD DIFFRACTION:MAGNIFICATION 内側つまみで絞りの焦点を合わせる(電子線通路より対物 LENS 絞りを除いた方が制限視野絞りの焦点あわせがしやすい)。
- 3) 電子線通路から制限視野絞りを除き、対物 LENS 絞りを元に戻す。
- 4) 像の焦点あわせを行う。
- 5) 目的の視野を蛍光板の中心に移動させ、その領域へ制限視野絞りを挿入する。それと並行して電子線通路より対物 LENS 絞りを除く。
- 6) FUNCTION ボタンを SA DIFF に切り換える。カメラ長は SA/HD DIFFRACTION:CAMERA LENGTH 外側つまみで適当な長さを選択する。
- 7) スポットの焦点あわせをやすくするため、CONDENSER で適度にビームを拡げる。SA/HD DIFFRACTION:CAMERA LENGTH 内側つまみで SPOT の焦点あわせを行う。
- 8) 撮影する。NET PATTERN のときは、十分に並行ビームにして 10~20 秒露出する。単に g (励起反射)の確認ならあまりビームを絞らず、5 秒以内で充分である。
また、オーダースポットなどの弱い反射の場合は平行ビームにして長時間露出を行う。

CONDENSER 絞りの位置の調整・・・通常ほとんど不要



位置不良の時は同心円上に収束発散しないで非対称に動く。

- 1) ビームを収束させ、蛍光板の中心に CL ALIGN TRANS(X,Y)つまみで持ってくる。
- 2) CONDENSER つまみでビームを蛍光板の円の大きさに拡げる。
- 3) ビームの拡がりの円周が蛍光板の円と一致しないときは CL 絞りの調整ノブで一致するように調整する。

フィラメント像および CL 非点の補正

- 1) CONDENSER つまみでビームを絞る。
- 2) FILAMENT EMISSION を少し下げ(未飽和にし)、フィラメント像を出す。
- 3) フィラメント像が対称になるように GUN ALIGN TILT(X,Y)つまみで調整。
- 4) CONDENSER STIG(X,Y)つまみによりフィラメント像が最も鮮明になるよう CL 非点を補

正する。

5) FILAMENT EMISSION を元の位置に戻す。

電流中心

対物レンズに励磁電流を変えると、ある点を中心にして像が回転する。この回転中心を電流中心という。

- 1) まず、倍率を一万倍程度にし、像の焦点あわせを大まかに行う。
- 2) 像の目標物を蛍光板中心に移動させる。
- 3) 対物レンズ絞りを電子線通路より除く。
- 4) CONDENSER つまみを使ってビームをアンダー側（反時計方向）へ広げる。
- 5) FOCUS:MEDIUM 外側つまみをゆっくりと反時計方向へ回す。目標物の逃げが蛍光板内で収まる範囲で軸調整を行う。
- 6) CL ALIGN TILT(X,Y)つまみを使って逃げた目標物を蛍光板中心へ戻す。明るさの逃げは CL ALIGN TRANS(X,Y)つまみを使って補正する。目標物のボケは CONDENSER つまみをつかってビームを平行にし、見かけ上合わせる。
- 7) 最高 5 万倍程度まで合わせる。このとき CONDENSER によるビームの開きは常に同一方向で大きさも同じにする必要がある。

この補助電子顕微鏡は電流中心と電圧中心が近いので通常の観察においては電流中心のみで充分である。

電圧中心

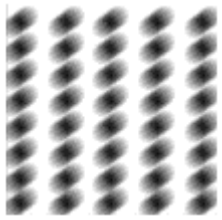
HV WOBBLER スイッチを ON にすることにより加速電圧を周期的に変化させると像がある点を中心にして求心運動をする。この求心運動の中心を電圧軸という。

- 1) まず、倍率 2~3 万の像の焦点あわせを行う。
- 2) 像の目標物を蛍光板中心に移動させる。
- 3) ビームをアンダー側(反時計方向)へ CONDENSER つまみを使って広げる。
- 4) HV WOBBLER スイッチを ON になる
- 5) 求心運動の中心が蛍光板の中心よりずれている場合、CL ALIGN TILT(X,Y)つまみを使ってこの中心を蛍光板中心へ移動させる。明るさの逃げは CL ALIGN TRANS(X,Y)つまみを使って補正する。
- 6) 倍率を上げて同様に調整する（撮影する倍率よりも一段大きい倍率で調整する）。このとき、CONDENSER によるビームの開きは常に同一方向で大きさも同じにする必要がある。

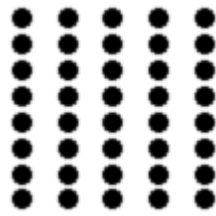
非点補正

- 1) SA DIFF に切り換え、挿入した対物絞りの中心位置にスポットがあることを確認する（スポットが絞りの中心になかったり、絞り径を変えたときは補正值が異なる。また、絞りが汚れたり、ホールピース中に試料が落ちていると同様に補正值は異なる）。
- 2) MAG にして試料の薄いところを視野に入れる。試料の端のコンタミや酸化膜がよい。倍率を 20~30 万倍にして焦点を合わせる。

3) OL STIG X,Y つまみで、点が点になるように調整



非点が出ている場合



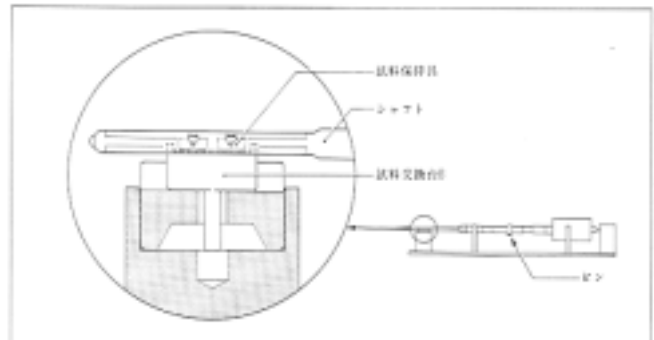
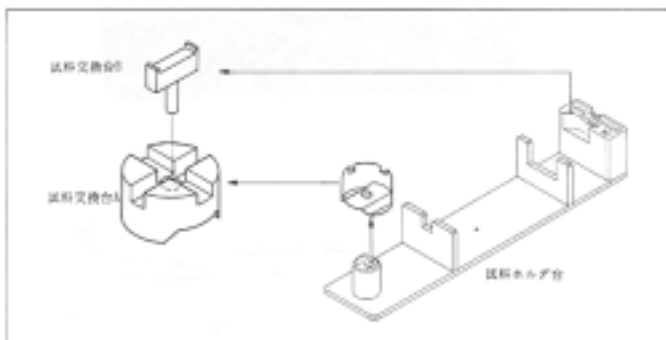
非点補正終了後

点像の流れがなくなるように調整

非点の有無が解らないときは OL STIG スイッチを OFF にしてその状態と比較してみる。
補正が完全なときは、just focus(一番ピントがあっているとき)で、像が見えなくなる。
over focus, under focus では像が確認できるが just focus では見えなくなるのがよい

試料交換

- 1) 倍率 FUNCTION を LOW mag($\times 200$)にする。
- 2) CODENSER つまみで蛍光板一杯にビームを拡げる。
- 3) 対物絞り、視野制限絞りを抜く。
- 4) FILAMENT EMISSION を下げる。
- 5) HT200 160Kv OFF。
- 6) 真空計 OFF。
- 7) ゴニオ XY (二軸ホルダー) or XY (回転ホルダー) を 0° に戻す!!
- 8) 試料ステージを抜き試料を入れ替える。XY ホルダーのときは「支え台」を確実に!!!



- 9) SPECIMEN POSITION を中心に。
- 10) ホルダーを挿入、5回以上荒引後、コラムに入れる。
- 11) 試料選択ノブ 1or2 をノッチ位置に合わせる。
- 12) 真空計 ON 5×10^{-6} Torr 以上の真空度を確認。
- 13) HT ON 160 200kV。
- 14) 10^{-7} Torr 確認後、FILAMENT EMISSION を徐々に飽和点までまわす。
- 15) 孔が見つかったら倍率を上げてZ軸調整へ。