

# 高分解能電子顕微鏡

## **JEM-4000EX**

### 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. 試料の装着法
5. 写真撮影
6. 終了

昭和63年5月 第1版

平成元年6月 第2版

平成3年4月 第3版

平成15年4月 第4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。  
システムの変更とう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

高分解能高圧電子顕微鏡（JEM-4000EX）は、常時 400kV 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、400kV 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 400kV 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  $2 \times 10^{-5} Pa$  より良いことを確認 \*\*\*\*

※1 別室、電源部の陽極室用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】は 10 kV に設定する。

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 300 kV にする。
2. 高圧【HT】を on にする。 [1step 10~20 秒間隔]
3. 5 kV/step で 400 kV まで昇圧。
4. 400 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 300 kV にする。
2. 高圧【HT】を on にする。 [5 分間保持]
3. 5 kV/step で 400 kV まで昇圧。 [1step 20 秒間隔]
4. 400 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 300 kV にする。
2. 高圧【HT】を on にする。 [5 分間保持]
3. 5 kV/step で 350 kV まで昇圧。 [30 秒間隔]
4. 350 kV で 5~10 分間保持。
5. 350 kV から 2 kV/step で 400 kV まで昇圧。 [20 秒間隔]
6. 400 kV で 20 分間保持の後使用。

※ 400 kV 以下 300 kV までの使用の後、400 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 - 4000EX に用いられている電子線のフィラメントは LaB<sub>6</sub> 熱陰極が用いられ、円錐角 60° 曲率半径 10 μmR が使用されています。なお、当電顕室の分析電顕 (JEM - 2000FX) に使用されている LaB<sub>6</sub> 熱陰極は、円錐角 90° 曲率半径 15 μmR が使用されています。

円錐角および曲率半径が小さいということは、干渉性が良く高分解能像には向いている反面、輝度が落ち、さらにフィラメント像も未飽和になりやすいという欠点もあります。

LaB<sub>6</sub> 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。

\*\*\*\*\* フィラメント加熱電流の流しすぎ、真空度の悪い状態での加熱はさける \*\*\*\*\*

### 2-1 《Beam の出し方》

1. 陽極室の真空度が、 $3 \times 10^{-5}$  Pa より良いことを確認する。  
さらに鏡筒の真空度が、 $5 \times 10^{-5}$  Pa より良いことを確認する。
2. 【AIR LOCK】を押して、V 1 および V 2 のエアロックバルブを開く。
3. 約 1 分間経過後 【FILAMENT READY】ランプが点灯することを確認する。  
(ランプが点灯する前に 【FILAMENT】つまみを回すと on にならない。)
4. 【MAG2】で倍率を 5K~25K に設定する。(通常、【MAG2】ボタンで 25K に設定してある)
5. 【BIAS】値が COURSE、FINE とともに 4 以下に設定する。
6. 【FILAMENT】つまみをゆっくり回し、4 番で約 1 分間保持する。
7. 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。
8. 【BIAS】の FINE を上げて Beam Current が 6~10 μA 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 【DEFLECTER-GUN】を on に 【DEF】つまみで調整する。フィラメントの状態が良い場合は、通常は高輝度になるようにする

【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、15 μA 以上流さない用に注意してください \*\*\*\*\*

### 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6.71(400kV時)にする。
3. Beamを蛍光版の中心に集束させ、【MAG2】で倍率を25Kに設定する。
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。

\*\*\*\*\* 通常は調整する必要は、ありません \*\*\*\*\*

- 4-1 【COND ALIGN - TILT】をonにする。
- 4-2 【DEF WOB-TILT】をX側にします。
- 4-3 Beamが一致するように【SHIFT】と【DEF】つまみで調整する。
- 4-4 同様に【DEF WOB-TILT】をY側にします。
- 4-5 Beamが一致するように【SHIFT】と【DEF】つまみで調整する。
5. 【DEFLECTER-GUN】をonにする。
6. 【SPOT SIZE】を1にして、Beamの中心を【GUN-SHIFT】で蛍光版の中心に持ってくる。
7. 【SPOT SIZE】を5にして、Beamの中心を【COND-SHIFT】で蛍光版の中心に持ってくる。
8. 6および7の操作の繰り返して【SPOT SIZE】1と5のビームの中心が共に蛍光版の中心にくるようにする。
9. 【GUN-DEF】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。
10. 使用する【SPOT SIZE】を選ぶBeamを集束(通常の使用では2あるいは3番)、【STIGMATOR-COND】で、コンデンサーレンズの非点補正を行う。

#### 3-2 《集束レンズ絞りの選択》

JEM-4000EXに用いられている集束レンズの絞りサイズは、大きい●より400-200-150-50 $\mu\text{m}\phi$ (絞りサイズが変更になる場合がある)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。通常の使用時、および高分解能では150 $\mu\text{m}\phi$ 以上を極微電子線回折( $\mu$ -ED)は50 $\mu\text{m}\phi$ 以下を使用します。

メモ

### 3-3 《対物絞りの挿入法》

1. 倍率を【MAG2】25Kに設定し、Beamを蛍光板の中心に収束させた後、Beamを蛍光板いっぱい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。  
\*\*\*\*通常は調整する必要は、ありません\*\*\*\*  
3-1 【STIGMATOR-INT】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のなるように【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-PROJ DEF】で中心に持ってくる。
5. 【MAG1】(あるいは2)にして、Beamを蛍光板の中心に収束させる。
6. 再度【DIFF】にして対物絞り装置のつまみを時計方向に1段ずつ回す。  
対物絞りのサイズは、大きい●より、ナシ-70-50-30-20 $\mu$ m $\phi$ となっている。
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。

### 3-4 《電圧軸調整》

1. 【MAG1】で倍率を300k~800kに設定する。
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くなるように【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。

使用上の注意：【LOW MAG】にすると対物レンズが冷えるため、使用後はすぐに【MAG】に戻してください。

またコントロール画面を付けたままにするとモニターが焼きつくので、長時間使わない時や使用後は必ず切ってください。



## 4. 試料の装着法

試料ホルダは清浄に保つために通常交換室下部にある試料ホルダ収納庫に常時真空中に納められている。

試料ホルダは清浄に保つために、ポリの手袋を着用して、絶対に素手などで触らないように、また息を吹きかけないように注意すること。

注意：JEM-4000EX に用いられている試料ホルダは非常に高価であり、さらに修理交換等を依頼しても数ヶ月を要することがあります。

**使用に際しては十分に注意する必要があります。**

**必ず、オペレーターの指導を受けて下さい。**

### 4-1 《試料を標準試料ホルダ（無傾斜）に入れる方法》

1. ポリの手袋を着用する。
2. 標準試料ホルダのキャップを引き下げる。
3. 試料をキャップの底に正しく入れる。
4. キャップを押し上げ、試料を試料ホルダの下面に密着させる。
5. 試料交換室下部にある試料ホルダ収納庫にピン位置を合わせて装着する。

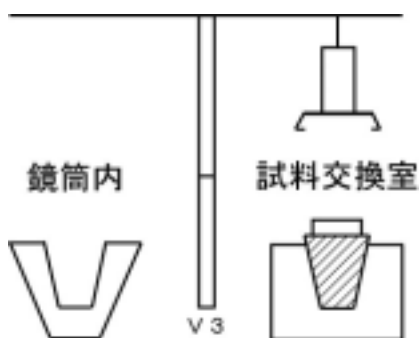
### 4-2 《試料を傾斜ホルダに入れる方法（ねじ止め式方式）》

1. ポリの手袋を着用する。
2. 試料ホルダ・ケースの下蓋をはずす。
3. 試料ホルダ・ケースの上蓋をはずす。つまみの先端部が突き出ていれば、つまみ2個を反時計方向に緩める。
4. 試料ホルダのピン位置をあわせて、試料ホルダ・ケースに納めて上蓋を閉める。
5. つまみ2個を回して、試料ホルダ先端部の試料の受け皿部分を水平にする。
6. 試料を試料受け皿部分に載せてから、ワッシャーを必ず用いて専用治具でねじを回して試料を固定する。

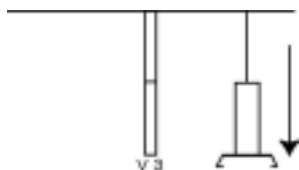
\*\*\*\*\* ワッシャーは必ず用いること \*\*\*\*\*

7. つまみ2個を反時計方向に1回転以上回してゆるめる。上蓋を外してから、試料ホルダを取り出す。
8. 試料交換室下部にある試料ホルダ収納庫にピン位置を合わせて装着する。

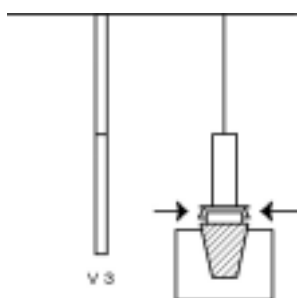
### 4-3 《試料を電頭内ステージに装着する方法》



1. 【IN/OUT】つまみが OUT 側にあること。(H1-OUT ランプ点灯)
2. 【DOWN/UP】つまみが UP 側にあること。(H2-UP ランプ点灯)
3. 【FREE/HOLD】つまみが FREE 側にあること。(H3-OPEN ランプ点灯)  
 ※上記、3種類のつまみはランプで確認するのみでなく、実際にそのつまみがそれぞれの位置で止まっていることを確認すること。
4. ホルダ収納庫手前にあるレバーを【・A】に合わせて試料交換室をリークする。
5. 10秒後、試料交換室が完全にリークされてから【・】に合わせてホルダ収納庫が開きます。この時、ホルダ収納庫の下部を手で支える。
6. 必要な試料ホルダをホルダ収納庫より取り出して、ホルダ収納庫を閉めてからレバーを【・P】に合わせて真空に引く。
7. 4-1, 4-2および4-3により試料を装着した試料ホルダに取り付けた後、4. と5. の操作をして、ホルダ収納庫のソケットにガイドピンを合わせて納める。この時、ソケットの番号をメモしておく。
8. ホルダ収納庫を閉めてレバーを【・P】に合わせて真空に引く。  
 \*\*\*\*\*真空に引く時間は約50分を要する\*\*\*\*\*
9. 【DOWN/UP】つまみを DOWN 側に止まるところまで回す。

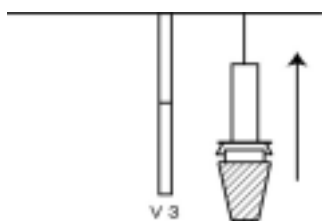


10. 【FREE/HOLD】つまみを HOLD 側に止まるところまで回す。





1 1. 【DOWN/UP】つまみを UP 側に止まるところまで回す。



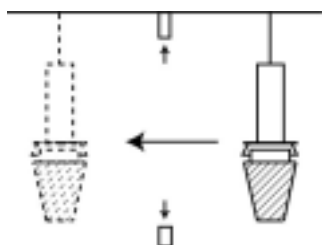
(試料観察窓から試料ホルダが保持されているのを確認する。)

1 2. ホルダ収納庫手前にあるレバーを【・0】に合わせると、試料交換室と鏡筒の仕切弁 V3 が開く。

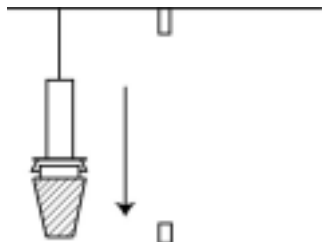
※もし、間違って試料交換室をリークしてしまった場合には、再度レバーを【・P】に合わせ、40分間待つこと。

1 3. 試料位置 X, Y : 0°、 X, Y 傾斜軸 : 0°、 Z 軸 : 0° であることを確認する。

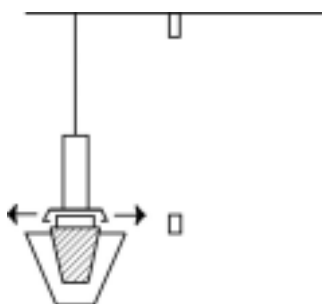
1 4. 【IN/OUT】つまみを IN 側に止まるところまで回す。



1 5. 【DOWN/UP】つまみを DOWN 側に止まるところまで回す。



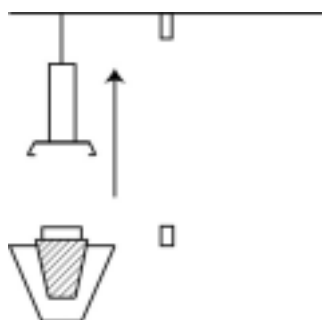
1 6. 【FREE/HOLD】つまみを OPEN 側に止まるところまで回す。(H3 ランプ点灯)



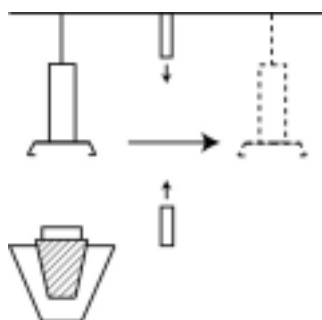
これで試料ホルダがステージに納められます。

メモ

17. 【DOWN/UP】つまみを UP 側に止まるところまで回す。(H2 ランプ点灯)



18. 【IN/OUT】つまみを OUT 側に止まるところまで回す。



19. 試料室下部にあるレバーを【・P】に戻す。

\*\*\*\*\* これによって試料交換室と鏡筒の仕切弁 V3 が閉じられる \*\*\*\*\*

20. 約 10 分以上待つてから、鏡筒内の真空度が  $5 \times 10^{-5}$  Pa より良いことを確認した上で観察する。

#### 4-4 《試料ホルダを鏡筒ステージから取り出す方法》

1. 【IN/OUT】つまみが OUT 側にあること。(H1-OUT ランプ点灯)

2. 【DOWN/UP】つまみが UP 側にあること。(H2-UP ランプ点灯)

3. 【FREE/HOLD】つまみが FREE 側にあること。(H3-OPEN ランプ点灯)

※上記、3種類つまみはランプで確認するのみでなく、実際にそのつまみがそれぞれの位置で止まっていることを確認すること。

4. 試料位置 X, Y :  $0^\circ$ 、X, Y 傾斜軸 :  $0^\circ$ 、Z 軸 :  $0^\circ$  であることを確認する。

5. 料交換室下部にあるレバーを【・0】に合わせて、V3 が開いたことを確認する。

6. 【IN/OUT】つまみを IN 側に止まるところまで回す。

7. 【DOWN/UP】つまみを DOWN 側に止まるところまで回す。

8. 【FREE/HOLD】つまみを HOLD 側に止まるところまで回す。

9. 【DOWN/UP】つまみを UP 側に止まるところまで回す。(H2 ランプ点灯)

(試料ステージ観察窓から試料ホルダが保持されているのを確認する。)

10. 【IN/OUT】つまみを OUT 側に止まるところまで回す。

- 1 1. 試料交換室下部にあるレバーを【・P】に合わせてV3を閉じる。
- 1 2. 試料収納庫のソケットに他の試料ホルダが納められてない位置を確保する。
- 1 3. 【DOWN/UP】つまみをDOWN側に止まるまで回す。
- 1 4. 【FREE/HOLD】つまみをFREE側に止まるまで回す。(H3ランプ点灯)
- 1 5. 【DOWN/UP】つまみをUP側に止まるまで回す。(H2ランプ点灯)
- 1 6. 試料交換室観察窓試料ホルダが外されていることを確認する。
- 1 7. ホルダ収納庫手前にあるレバーを【・A】に合わせて試料交換室をリークする。
- 1 8. 数10秒後、試料交換室が完全にリークされてから【・】に合わせてホルダ収納庫が開きます。この時、ホルダ収納庫の下部を手で支える。
- 1 9. 必要な試料ホルダをホルダ収納庫より取り出し、ホルダ収納庫を閉めてレバーを【・P】に合わせて真空に引く。
- 2 0. 試料を試料ホルダから取り外した後、ホルダ収納庫のソケットにガイドピンを合わせて、納める。
- 2 1. ホルダ収納庫を閉めてレバーを【・P】に合わせて引く。

#### 4-5 《トップエントリーゴニオの設定法》

##### A. 《Z軸の調整》

1. 【MAG2】にて、【IL1】、【IL2】、【IL3】の各レンズをoffにする。
2. 【OBJ FOCUS】の電源値を6.65(400kV時において)に設定する
3. 【Z】を用いて試料を上下させて焦点を合わせる。上下の速度は【SPEED-Z】で可変する。
4. 焦点が合ったら、【IL1】、【IL2】、【IL3】の各レンズをonにして、試料の焦点を【OBJ FOCUS】つまみで合わせる。

通常、OBJ FOCUSの電流値は6.71(400kV時)位を示す。

##### B. 《X, Y軸の傾斜》

- ・ X, Y軸の傾斜は足踏みスイッチで行う。
- ・ X, Y傾斜のスピードは【SPEED-X, Y】で可変する。
- ・ X, Y傾斜角度およびZ試料位置は、それぞれ表示される。

【トップエントリーゴニオメーター GCU40】ユニットの電源スイッチは常時on状態にしておく。

各高圧値に対するZの調整位置は、【OBJ FOCUS】電源値の200kV(4.09)、300kV(5.24)、400kV(6.65)である。(A.1.を参照)

## 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】を押すと、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】をもう一度押す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 0.1~90 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. 【AIR ROCK】を off にして、V1 および V2 エアロックバルブを閉じる。
3. カメラ室扉に突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 分間ぐらい経過した後、自動的にカメラ室扉が開く。
4. 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。
5. 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。



## 6. 終了

1. **【FILAMENT】** および **【HT】** を off にする。
2. V1 および V2 のエアロックバルブが閉まっていない場合は **【AIR ROCK】** を押してバルブを閉める。
3. 高圧の設定値を 200 k V に設定する。
4. **【ACCEL VOLTAGE】** を OPERATE から OFF 側にする。  
(TEST 側にはしないこと)
5. **【LEN POWER SUPPLY】** を OFF 側にする。
6. **【ACD】** に液体窒素を使用した場合は次の操作をする。
  - 6-1 鏡筒用イオンポンプ **【手動仕切弁】** を止まるところまで回して閉める。
    - ※ 測定端子など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。
    - ※ イオンポンプのメーターレンジは 10 k V になっていることを確認する。
  - 6-2 **【ACD1】** と **【ACD2】** 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ーを接続する。
    - ※ この時、液体窒素が強く排出されるので、周辺機器に液体窒素が降りかからないように注意すること。
  - 6-3 **【ACD2 HEAT】** および **【ACD1 HEAT】** を on (ランプ点灯: 赤) にする。
    - ※ この時、ヒーターに電流が流れ加熱されて液体窒素が噴出すことを確認する。もし液体窒素が噴出さない場合はヒーターの断熱が考えられる。
  - 6-4 約 1 時間 30 分から 2 時間経過後、**【ACD2】** タンク内の温度が常温に戻り、自動的にヒーターの電流が切れ **【ACD1 HEAT】** と **【ACD2 HEAT】** が off (ランプ消灯) になっていることを確認する。
    - ※ **【ACD1 HEAT】** は on 状態である (ランプ点灯)。
    - ※ **【ACD2】** タンク内に入れてある冷却排出器はそのままの状態、ヒーターのコネクターのみ外す。
  - 6-5 鏡筒用イオンポンプ **【手動仕切弁】** を止まるところまで回して開ける。
  - 6-6 ペニングゲージを COLUMN 側にして、鏡筒の真空度がランプ L が点灯してメーターの針が  $5 \times 10^{-3}$  Pa 以下になっていることを確認する。
  - 6-7 **【ACD1 HEAT】** を約 10 秒間押し続けて off (ランプ消灯) にすると自動的にイオンポンプによる排気が始まる。

