

# 金研 TEM (EXII) 簡易操作マニュアル

2015. 9. 24 改訂 5

金研分析電顕室予約管理 HP (<http://aem-www.imr.tohoku.ac.jp/reserve/>) から装置の予約をする (内線 2176). 詳細は分析電顕室 HP を参照 (<http://aem-www.imr.tohoku.ac.jp/wordpress/>). 装置立ち上げは使用開始時に完了している.

## 1. 観察用サンプル作製 <マイクログリットへ試料を固定する>

**注意: 以下は一軸ホルダーについて試料セット手順になります。二軸ホルダーを使用する場合は取り付け方が変わりますので、電顕室スタッフまでご確認ください。**

(a) ベンコット ⇒ フィルターペーパー ⇒ マイクログリット  
の順に重ねる (図 1)

マイクログリットの表裏に注意. 表にカーボンコート.

(b) 分散試料をスポイトで滴下.

(c) 十分に乾燥させる.

**注意: 以下から試料ホルダーを取り扱います. ホルダーの 0 リングから先には絶対に手を触れないように注意してください. 万が一, 触れてしまった場合は素直に電顕室スタッフに相談すること.**

(d) 図 2 の“つめ”を利用してホルダーのストッパーを起こす.

(e) 円の中心にマイクログリットを設置.

(f) ストッパーで固定.

(g) 反転させ落ちないか確認 (軽く振動させて確認).

(h) ぶつけない様注意しながら TEM へと移動.

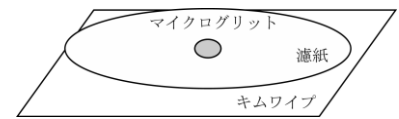


図 1 試料作製手順

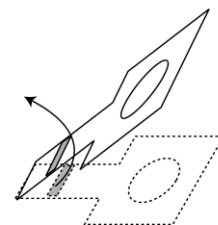
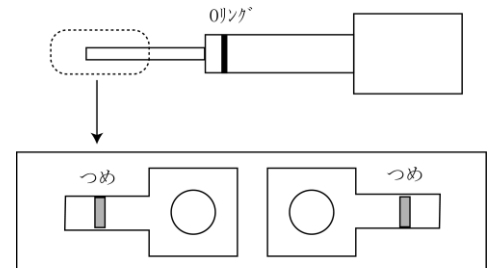


図 2 サンプルホルダーの解説と取り扱い方法

2. サンプルホルダーと TEM のサンプル導入部のガイドを一致させて導入する. 横の赤 LED が点灯すると共に真空ポンプが自動で ON となる (脱気音がする).

3. 赤 LED 点灯 (脱気) ⇒ 消灯 (保持) を 3 回繰り返す.

4. 赤 LED が消灯の状態サンプルホルダーを時計回りにゆっくり回す. 90 度程度回すとストップする. このとき鏡筒内部の排気圧によりホルダーがゆっくりと引き込まれるため手は放さない様に注意. ゆっくりと挿入し停止したらセット完了.

5. 部屋の明かりを消す.

**注意: 左パネルの“BEAM CURRENT (μA)”は通常 101 μA 以下.**

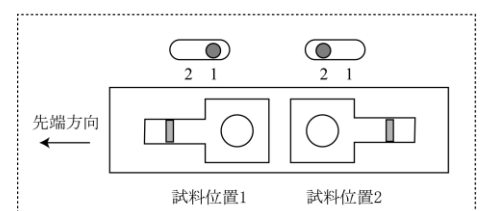
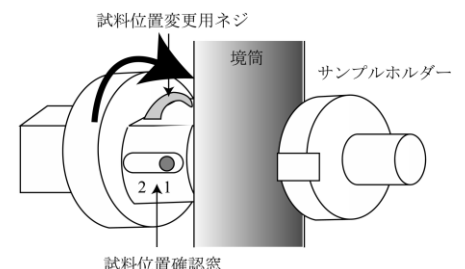


図 3 試料位置調整手段

もし 102 以上の場合電顕室スタッフへご報告ください。

6. 左パネルの“FILAMENT”を非常に遅い速度で（「1 mm 位回す ⇒5 秒程度待つ」を繰り返し）ストッパー位置まで回す。“FILAMENT”上部の“BEAM CURRENT (μA)”が 110~111 程度で安定する。
7. 観察窓を開ける。
8. 右パネル左上部 FUNCTION の“LOW MAG”を選択。

蛍光板に像が現れない場合は「グリットに当たっている」もしくは「試料位置が合っていない」ことが考えられる。対物絞り・制限視野絞りが入っている際も LOW MAG では像が観察されない場合がある為、絞りを抜いた状態にする（図 5 参照）。観察窓左右に在る XY 調整つまみを回して光を探しても見つからない場合、図 3 の試料位置変更用ネジを用いて試料位置が合っているか確かめる。図中の大きい矢印方向に回すと試料位置 1 ⇒ 試料位置 2 に移動する。ホルダーの試料位置を変更する場合も同様の操作を行う。

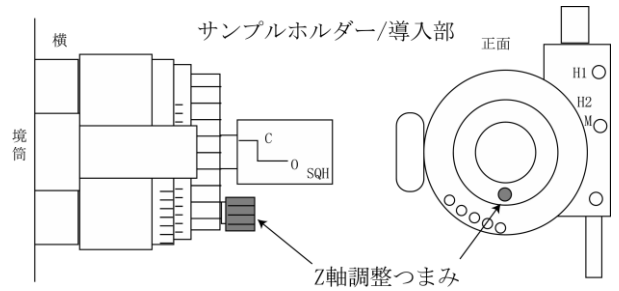


図 4 試料導入部構造模式図

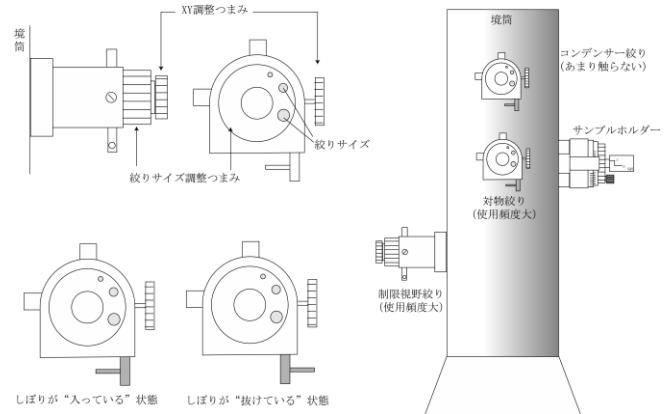


図 5 絞り構造模式図と位置及び役割

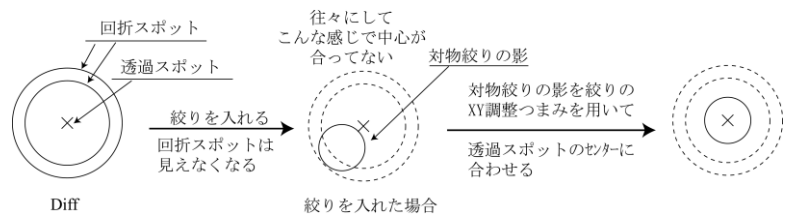


図 6 中心合わせ概念

9. コントラスト調整
  - (a) 右パネル上段 FUNCTION の“DIFF”を押す。
  - (b) ダイレクトスポットのセンターが蛍光板のセンター（黒い点）に合っていない場合は、右キーボードパネルの“SHIFT X-Y”ダイヤルを“PROJ”モードで調節して移動する。
  - (c) 対物絞りを入れる。
  - (d) 対物絞りをダイレクトスポットに XY 調整ネジを用いてあわせる（具体的には図 6 参照）。
  - (e) 絞りの大きさも適宜調整する（絞りが小さいほどコントラスト大）。
10. 右パネル左上部 FUNCTION の“MAG2”を押す（低倍観察モードに切り替わる）。
11. 右キーボード右下の“PAGE”を押して PAGE-1 画面を CRT モニターに出す。
12. 試料の観察対象領域を蛍光板中央部に移動する。
13. 粗めのフォーカス合わせを以下の手順で行う。（×100 K 程度で）
  - (a) 右キーボード右下の“PAGE”を押して PAGE-4 画面を CRT モニターに出す。
  - (b) 右パネル“OBJ FOCUS”の下段（COARSE）を回して CRT 画面の OBJ の値を“5.90”に調整する。

- (c) 右パネル左下 WOBBLER の“IMAGE X”を押す.
- (d) 蛍光板の像がぶれる (ぶれない場合フォーカスが合っている).
- (e) 図 4 に示す “Z 軸調整つまみ” を回して像のぶれを止めるように調節する.
- (f) 右パネル左下 WOBBLER の “IMAGE X” を押す (2 回押すと OFF となる).

#### 14. ビーム位置のセンタリングを行う.

右パネル左端中段の “SHIFT Y” と左パネル右端中段の “SHIFT X” を回してビームを中心に移動する.

対物絞りの XY で調整する場合もある (次項).

#### 15. 試料観察

以下のパラメーターを変更しながら試料の観察を行う.

##### ＜試料位置調整＞

\* 鏡筒下部観察窓左右の試料位置調整ダイヤルを用いて観察位置を移動する.

##### ＜ビーム位置調整＞

\* 倍率を変化するとビーム位置がずれる. この場合右パネル左端中段の “SHIFT Y” と左パネル右端中段の “SHIFT X” を回してビームを中心に移動する.

##### ＜倍率調整＞

\* 右パネル中ほどの “SELECTOR” で倍率調整. 右に倒すと倍率は上昇, 左だと下降する.

##### ＜明るさ調整＞

\* 左パネルの “BRIGHTNESS” を回して明るさを調整する. 右に回してビームが広がる方向で観察する.

##### ＜焦点合わせ＞

\* 右パネルの “OBJ FOCUS” で調整する.

左パネルの BRIGHTNESS で明るくして調整する場合

⇒ はっきりと焦点が合う感じで調整. 但し壊れ易い試料には不向き.

薄暗い感じの明るさで調整する場合

⇒ コントラストがもっともなくなる位置で焦点があう. “BRIGHTNESS” を調節すると対象物周囲に “白い輪郭” (オーバーフォーカス) と “黒い輪郭” (アンダーフォーカス) が見える. その中間に焦点が合う高さが存在する.

##### ＜非点収差補正＞

注意: 焦点が正確に合わせられないと非点収差補正はできない.

\* 倍率を 250 K としたのち, 左パネルの “OBJ STIG” を押して左右パネルの “DEF X” と “DEF Y” を回して調整する.

#### 16. ホルダーの試料位置を変更する場合

(a) 右パネル左上部 FUNCTION の “LOW MAG” を押す.

- (b) 対物絞りを抜く。
- (c) 鏡筒下部観察窓左右の試料位置調整ダイヤルを用いて PAGE-2 で観察位置を X:0,Y:0 に戻す。
- (d) 鏡筒左側の試料位置変更用ダイヤルで試料位置を移動する。
- (e) 観察したい視野を探して右パネル左上部 FUNCTION の “MAG2” を押す。
- (f) ⑬以降の手順を繰り返し。

#### 17. 明視野像 (Bright-field image) 撮影手順

写真は蛍光板上の大きな四角枠の部分が撮影される。

- (a) 右キーボード右下の PAGE で CRT に PAGE1 が表示されるようにする。
- (b) 左パネルの “BRIGHTNESS” で明るさを調整すると、右 CRT 中の EXPOSURE TIME が自動的に変化する。3 秒程度に成る様に調整する。
- (c) ディスプレイの Gatan Digital Micrograph (CCD カメラ制御ソフトウェア) を立ち上げる (通常は立ち上がっている)。
- (d) Camera Inserted をクリックしてカメラを挿入する。
- (e) Start view をクリックし、image を選択、倍率を入力する。
- (f) 左パネルの DEFLECTOR の “Image Shift” を押して左右パネルの Diff X,Y で観察位置の微調整をし、フォーカスを右パネルの “OBJ FOCUS” で調整する。
- (g) Create Acquire をクリックし、Exposure Time を 1.0 sec に設定し画像取得。

#### 18. 制限視野電子線回折像 (Selected-Area Electron Diffraction) 撮影手順

**注意！！回折像撮影の際に【強い】ダイレクトビームを CCD カメラに照射すると破損する！！**

- (a) 撮影したい付近を中央に配置し、焦点を合わせる。
- (b) 制限視野絞りを入れ、制限視野絞りの位置を蛍光板中央に配置するように絞りの XY つまみで調整する。絞りの大きさは試料の回折像を撮る領域により適宜変える。
- (c) 右パネル左上部の FUNCTION の “DIFF” を押す。
- (d) 対物絞りを外す。
- (e) 明るさを左パネルの “BRIGHTNESS” で調整する (この時点で位置を調整して様々なスポットを観察することも可能)。
- (f) 小さい蛍光板を出す。
- (g) 右パネル左上部の FUNCTION の “DIFF FOCUS” で中心が最も小さくなる様調整する。
- (h) 左パネルの “BRIGHTNESS” を右 CRT 中の Current Density が **【必ず 0.2】** となるまで広げる。
- (i) Camera Inserted をクリックしてカメラを挿入する。
- (j) Start view をクリックして Diffraction を選択し、カメラ長 800 mm と設定する。
- (k) Create Acquire をクリックし、Exposure time を 5.0 sec に設定して画像取得する。

#### 19. ディフラクション ⇒ 通常の明視野への回帰手順

- (a) 対物絞りを入れる。
- (b) 右パネル上段 FUNCTION の “MAG2” を押す。
- (c) 制限視野絞りを外す。
- (d) 左パネル BRIGHTNESS を視野の広さ明るさを調整する。
- (e) 通常観察状態へ移行完了。

## 20. 暗視野像 (Dark-field image) 撮影手順

- (a) ディフラクションが観測されている状態にする。
- (b) 左パネルの DEFLECTOR の “DARK TILT” を押す。
- (c) 観察したいスポットやリングを蛍光板の中心点に移動する。右パネル左端下段の “DEF Y” と左パネル右端下段の “DEF X” を回して移動する (図 7 を参考に)。

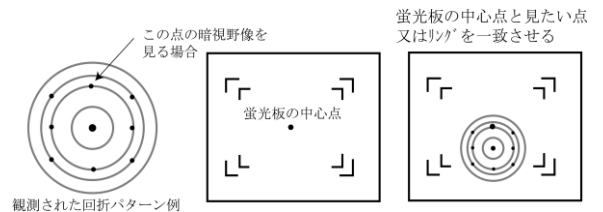


図 7 移動の概念図

- (d) 左パネル BRIGHTNESS で視野を明るくする。
- (e) 対物絞りを入れる。最初、中位のサイズを入れ対物絞りの XY 調整ネジで中心を合わせる。その後一番小さいサイズに変更し再度対物絞りの XY 調整ネジで中心を合わせる。
- (f) 右パネル上段 FUNCTION の “MAG2” を押す。
- (g) 制限視野絞りを外す。
- (h) 必要に応じて左パネル BRIGHTNESS を視野の広さ明るさを調整する。
- (i) Camera Inserted をクリックしてカメラを挿入する。
- (j) Start view をクリックし、image を選択、倍率を入力する。
- (k) Create Acquire をクリックし、Exposure Time を 5.0 sec に設定して画像取得。

注意：暗視野像は通常、明るさが極端に暗いので写真を撮影する際にはビームを蛍光板いっぱい位に広げるほうが良い。

## 21. 暗視野 ⇒ ディフラクションへの回帰手順

- (a) 制限視野絞りを入れる。
- (b) 右パネル上段 FUNCTION の “DIFF” を押す。
- (c) 対物絞りを外す。
- (d) センタースポットを蛍光板の中心点に移動する。右パネル左端下段の “DEF Y” と左パネル右端下段の “DEF X” を回して移動する。

※暗くなったら SHIFT X,Y で明るくなるようビーム位置を調整する。

- (e) 左パネルの DEFLECTOR の “BRIGHT TILT” を押す。

## 22. 暗視野像 ⇒ 通常の明視野への回帰手順

22 の手順を経てディフラクションとしたのち

- (a) 対物絞りを入れる.
- (b) 右パネル上段 FUNCTION の “MAG2” を押す.
- (c) 制限視野絞りを外す.
- (d) 左パネル BRIGHTNESS を視野の広さ明るさを調整する.

通常観察状態へ移行完了.

23. 暗視野 ⇒ 明視野に移行時などにスポットが全く観測されないなどビームが大きいくずれたと感じた場合

- (a) 右パネル上段 FUNCTION の “MAG2” を押す.
- (b) 制限視野絞りを抜く.
- (c) 左パネルの DEFLECTOR の “DARK TILT” と “BRIGHT TILT” を交互に押す.
- (d) 両方で中心が大きいくずれている場合は “DARK TILT” 選択時に右パネル左端中段の “SHIFT Y” と左パネル右端中段の “SHIFT X” を回してビームを中心に移動する.

24. ディフラクション観測時など、ダイレクトスポットが大きいくずれている場合の調整

- (a) 右側キーボード下の PROJ ALIGN で中心を蛍光板中心に移動する.

25. 終了手順

- (a) サンプル位置を 1 に戻す.
- (b) 右キーボードの “PAGE” キーで PAGE-2 を CRT に出す.
- (c) PAGE-2 の XY が共にゼロと成る様、境筒横の XY つまみで調整する. チルト (試料ホルダーの傾け) を用いた場合はホルダー横の XY でゼロにする.
- (d) フィラメントを切る. 上げる時よりは早くて良いが, それでもなるべくゆっくり下げる.
- (e) ホルダーを抜く.

26. ファイル変換手順

File→Batch convert→Save display as でデータ保存

27. ファイル転送手順

- (a) Linux を立ち上げる
- (b) デスクトップの data に保存
- (c) ラップトップ PC に USB を接続してデータ保存.