HITACHI HF-2000 透過電子顕微鏡

操作マニュアル ~ 通常観察~

C Copyright 2008, Tohoku university

目次

1.	初期状態の確認
2.	試料セット
3.	高圧の印加とビーム出し
4.	照射系の軸調整の準備
5.	各種つまみ・スイッチ
6.	収束レンズの非点補正
7.	試料位置の調整(Z軸調整)
8.	電圧中心調整
9.	Beam tiltの明るさ逃げ補正
10.	制限視野回折
11.	明視野法
12.	対物レンズの非点収差補正
13.	写真撮影
14.	試料傾斜(方位出し)
15.	高分解能像撮影
16.	マイクロディフラクション
17.	試料交換
18.	終了操作
19.	フィルム交換

20. 最終終了操作

1-1. 初期状態の確認



1-2. 初期状態の確認



1-3. 初期状態の確認



1-4. 初期状態の確認



1-5. 初期状態の確認





排気系表示ランプの点灯が下図の点灯と同じ であることを確認

1-6. 初期状態の確認



鏡筒の初期状態

・収束レンズ絞り、対物絞り、制限視野絞りが抜 かれていることを確認 (X線分析用絞りはレバーが右に振られている)

1-7. 初期状態の確認



1-8. 初期状態の確認



1-9. 初期状態の確認



1-10. 初期状態の確認



初期状態を確認したら、黄色のファイルのチェッ クを行う

日付、利用者氏名(研究室・内線)、冷却水温 度・圧力・コンプレッサー・HVタンクのガス圧、真 空度をファイルに記入





2-2. 試料セット ≪ 一軸ホルダ — ≫



2-3. 試料セット ≪ 一軸ホルダー≫



2-4. 試料セット ≪二軸ホルダー≫







2-7. 試料セット



試料ホルダーのガイドピンをシリンダ溝に合わせ、止まるまで挿入する(A位置)

≪<mark>注意</mark>≫

この時点では、試料ホルダーは回らないように ロックされているので、強く回そうとしないこと

破損することがあるので注意すること

2-8. 試料セット



2-9. 試料セット





≪注意≫ 緑ランプが点灯している間(約15秒間)に試料ホルダーを挿入すること。 緑ランプが消灯するとロック機構が作動し、試料ホルダーを挿入することが できない。この場合は、試料交換スイッチを【EVAC】→【AIR】→【EVAC】 に切り替え、再度真空排気をおこなうこと。

2-10. 試料セット



2-11. 試料セット



3-1. 高圧の印加とビーム出し



液体窒素を鏡筒後ろのトラップに入れる

液体窒素は、最初に入れてから30分後に補給 し、その後3時間毎に補給する

3-2. 高圧の印加とビーム出し





左メインパネル内の [FUNCTION] を押し、高圧 印加セット条件(SET UP PARAMETER)が以下の 通りであることを確認する

V0 VOLTAGE	200kV
<u>R RATIO</u>	5.5
I1 CURRENT	30µA

3-3. 高圧の印加とビーム出し



左メインパネルの[FE]を押し、[FLASH]キーが点 滅している間に[FLASH]を押す

 * 数秒後フラッシング電流(IF CURRENT)が表示 され、V0, V1, V2が昇圧される。IF CURRENTが 0.3mAよりも小さいときには、[FLASH]が点滅して いる間に[FLASH]を押す。この操作をフラッシン グ電流が0.3mAIに達するまで繰り返す。
もし、[FLASH]を押す前に[FLASH]の点滅が終了 し、V0, V1, V2が昇圧され始めた場合は、もう一 度[FE]を押し、一度高圧をOFF後再び[FE]を押し、
[FE]と[FLASH]が点滅している間に[FLASH]を押す。

フラッシング電流が0.3mAに達したら、設定高圧 条件に自動的に昇圧(約5分)されるまで待つ。

※0.3mAに達したら[FLASH]を押さないこと

3-4. 高圧の印加とビーム出し



V0およびV1昇圧中は[FE]が点滅、その後、[I1C] が点滅し、エミッション電流が設定値になるまで V1が昇圧。

[I1C]が点灯し、[FE]と[V2/V1]が点灯したら初期の高圧印加作業完了。

*この過程で、エラー表示が出たら、エラー表示No.を確認して、装置責任者に連絡する。

黄色のファイルにV1, IF CURRENT, EMISSION CURRENTを記入する。

3-5. 高圧の印加とビーム出し



<u>昇圧完了後、40分間待機。その後左メインパネ</u> ルの[I1C]を押し、エミッション電流の自動設定が <u>完了したらになったら使用開始。</u>

※この作業が完了するまで軸調整を行わない

4-1. 照射系の軸調整の準備



4-2. 照射系の軸調整の準備











6-1. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)


6-2. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)



左サブパネルのCOND STIGM-TEM(3rd)でコンデ ンサスポットを軸対称にする。

右サブパネルのCOND STIGM(2nd)でコンデンサ スポットを円にする。

*3次非点(100K倍でビームを絞っていったとき カウスチックが非対称)がわかりにくいときは、2 次の非点を少し大きくしてカウスチックを出して から左サブパネルのCOND STIGM-TEM(3rd)を 使ってカウスチックを軸対称にし(手裏剣形)、 その後、2次の非点を取る(輝点が最小になる ようにする)。

6-3. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)





収束レンズ絞り(C1絞り)を入れる。(通常1番)

BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の前 後で、ビームがスイングしないようにC1絞りの位 置を調整する。

* BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の 前後でビームが同心円状に広がればよいので、 ビームを大きくしてから、スイングの中心に BRIGHTNESS CENTERINGで持ってくると調整しや すい。

7-1. 試料位置の調整(Z軸調整)



7-2. 試料位置の調整(Z軸調整)



8-1. 電圧中心調整(通常100K以上の倍率)



8-2. 電圧中心調整(通常100K以上の倍率)



右サブパネル内のBEAM TILTつまみを使って像の中心が動かないようにする。

右メインパネルの[HVM]を切る。

* BEAM TILTを動かすと収束レンズの非点が出るので収束レンズ絞りを抜いて、「6. 収束 レンズの非点補正」を再度行う。その後、「8. 電圧中心調整」を行い、この操作を繰り返し て行い、収束レンズの非点、電圧中心共に調整する。

9-1. Beam tiltの明るさ逃げ補正



9-2. Beam tiltの明るさ逃げ補正



9-3. Beam tiltの明るさ逃げ補正



[Wobbler Angle]のつまみを反時計に3ステップ 回し、WobblerのY軸方向の振動を左メインパネ ルのCOMA FREE ALIGNMENT調整つまみ、[BTY] と[BTVY]で下図のようになるよう調整する。



10-1. 制限視野回折



10-2. 制限視野回折



10-3. 制限視野回折



10-4. 制限視野回折



10-5. 制限視野回折



11-1. 明視野法



11-2. 明視野法



透過波が中心になるように対物絞りを入れる。 (通常2番)



11-3. 明視野法



12-1. 対物レンズの非点収差補正



12-2. 対物レンズの非点収差補正



12-3. 対物レンズの非点収差補正



12-4. 対物レンズの非点収差補正



12-5. 対物レンズの非点収差補正



13-1. 写真撮影







写真撮影する像あるいは回折パターンを蛍光 板上に映し、CRT左側のEXPOSRE TIMEを選択す る。 CRT下部のFILM FEEDの[STOP]および[FEED]が 消灯していることを確認し、観察窓の蓋をかぶ せて[PHOTO]を押す。

13-2. CCDカメラ



(1)TVモニタおよびコントローラの電源をON。
(2)CRT下部のFILM FEEDの[STOP]を押して点灯 させる。

(3) 蛍光板上での電流値が10-10A/cm2程度に なるようにBRIGHTNESSで調節する。

(4)観察窓に蓋をする。

(5)CRT下部の[PHOTO]を押すと蛍光板が上がり、TVモニタでの観察ができる。

(6)CRT下部の[PHOTO]をもう一度押すと蛍光板 が下がり、蛍光板での観察ができる。

* Direct Beamや回折パターン、非常に明るい 低倍像などの観察にはTVシステムを用いない こと。

*TVモニタでの観察中に倍率、BRIGHTNESSは 変えないこと。

*TVシステムの調整つまみは触らないこと。

14. 試料傾斜(方位出し)

(1)2軸傾斜ホルダー挿入後、傾斜装置のコネクタを接続し、傾斜装置の電源をON。(2)制限視野絞りを入れ、回折パターンを得たい領域が制限視野絞りの中に入っていることを確認する。

(3) 左メインパネルの[DIFF]を押す。(「10. 制限視野回折」)

(4) 試料傾斜装置を用いて晶帯軸入射にする。

*試料傾斜にともない観察位置と高さも変化するため、ある程度傾斜させたら[ZOOM]を押して像を出し、試料位置とZ軸(焦点)を調整する。

* 試料厚みがある結晶に電子線を収束させると菊池線が見えることがある。結晶方位には 菊池線を頼りにすると良い。



15-1. 高分解能像撮影

(1)「10. 制限視野回折」、「14. 試料傾斜(方位出し)」を行う。
(2)200K倍以上で「6. 収束レンズの非点補正」、「8. 電圧中心調整」を行う。
(3)200K倍以上で「9. Beam tiltの明るさ逃げ補正」を行う。
(4)500K倍以上で「12. 対物レンズの非点収差補正」を行う。
(5)透過波が中心となるように対物絞りを入れる。高分解能像は多波干渉像なので、比較的大きな対物絞りを用いて、透過波と回折波の両方を結像に用いる。(通常2番)



電子回折図形 (Diffraction pattern)



(Bright field image)



電子回折図形 (Diffraction pattern)



格子(多波干渉)像 (Lattice image)

15-2. 高分解能像撮影



16. マイクロディフラクション (照射領域 Ø 20 nm以上)

(1) 収束レンズ絞り(C1絞り)を入れる(通常2番)。

(2)ビームを収束させながら回折パターンを得たい領域の「14. 試料傾斜(方位出し)」を行う。

(2) 収束レンズ絞り(C1絞り)を入れる(4番)。

(3)BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の前後で、ビームがスイングしないようにC1絞りの位置を調整する。

* BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の前後でビームが同心円状に広がればよいので、ビームを大きくしてから、スイングの中心にBRIGHTNESS CENTERINGで持ってくると調整しやすい。

(4) 右メインパネルのFOCUSつまみを回して試料の焦点を合わせる。

(5)回折パターンを得たい領域がビームの中に入っていることを確認する。

(6) 左メインパネルの[DIFF]を押す。

(7)対物絞りを入れているのであれば、対物絞りを抜く。

(8) 左メインパネルの倍率切換つまみでカメラ長を0.80mに選択する。

(9) 左メインパネルのDIFFRACTION SPOTつまみで回折斑点の焦点を合わせる。

(10)透過波が蛍光板の中心からずれている場合は 左サブパネルのINT ALIGNつまみで透過波を蛍光板 の中心に持ってくる。



17-1. 試料交換



17-2. 試料交換



≪注意≫ A位置までホルダーを動かしたら、試料交換スイッチを切り替えるまで 絶対に<u>引き抜かないこと</u>。 17-3. 試料交換







17-4. 試料交換







17-5. 試料交換







17-6. 試料交換







17-7. 試料交換





試料ホルダーの端部を指で軽く押さえながら、 試料交換スイッチを【EVAC】→【AIR】に切り替える。

≪注意≫ 【AIR】に切り替え後、<u>10秒待機</u>すること。



17-8. 試料交換

【AIR】に切り替えてから<u>10秒待機</u>した後、 試料ホルダーを鏡体から抜き取る。


18. 終了操作



19-1. フィルム交換

* CRT、パネルライト、室内灯を消し、TEM室内の照明は安全光だけにする。

(1) **手袋**をはめて、予備排気室のEVAC/AIR切り替えスイッチを"AIR"にして扉を開け、予備 排気済みの"送りマガジン(50枚入り)"を取り出す。

(2) 右メインパネルのVACCUM STATE SPECのグリーンランプ点灯を確認する。

(3)カメラ室のCAMERA EVACスイッチのAIRを押す。

(4)約3分後、右メインパネルのVACCUM STATEのCAMERA AIRの赤ランプが点灯し、ブザーがなる。

(5)カメラ室の前蓋を開ける。

(6) "受けマガジン"を取り出す。

(7)"送りマガジン"を取り出す。

(8)取り出した"送りマガジン"からカバーを外し、予備排気室の"送りマガジ(50枚入り)"に カバーを付けてカメラ室の奥へ入れる。

19-2. フィルム交換

(9) "受けマガジン"から撮影済みフィルムカセットおよび遮光板を取り出し、空の"受けマガジン"をカメラ室の手前に入れる。(遮光板は受けマガジンの一番下に入っている)

(10)カメラ室の前蓋を閉め、CAMERA EVACスイッチのEVACを押す。

(11)正常に排気されていれば約5分で右メインパネルのVACUUM STATEのCAMERA EVAC のグリーンランプが点灯する。

(12)フィルムカセットから撮影済みフィルムを取り出す。

(13)新しいフィルムをカセットに入れ、送りマガジンにセット後、遮光板を付けて予備排気室 に入れる。

* 未露光フィルムが残っている場合には、新しくカセットに装填したフィルムを下に、その 上に古いフィルムを重ねてマガジンにセットすること。

(14)予備排気室の蓋を閉め、EVAC/AIR切り替えスイッチを "EVAC" にする。

(15)フィルム枚数のリセット
・左メインパネルのカーソルキーを使ってUNEXPOSED FILMの右側の数字を選択。
・テンキーで[5]、[0]を押し、[ENTER]を押す。

20. 最終終了操作

(1)Log Noteに使用時間、フィルム枚数を記入する。

(2) 右メインパネルのPANEL LAMPをOFF。

(3) CRT IMAGE ADJつまみを左いっぱいに回す。

HITACHI HF-2000 透過電子顕微鏡

操作マニュアル ~マイクロビーム~ ANAモード



21-1. 初期設定

(1)[ZOOM]モードの軸調整が一通りなされていることを確認 (収束レンズの非点補正、電圧中心調整、対物レンズの非点収差補正)

(2)全ての絞りを抜く。

(3) "INSERT"を押して、X線検出器を挿入する。 *X線検出器を入れた状態で機械軸の調整をおこなっているため、EDX分析を行わない場 合でもX線検出器を入れること。

(4) 左メインパネル内の[ANA-1]を押す。

(5)CRTの右下にあるレンズ系リセットスイッチを押す。(赤いロボタン) * Analysisモードのときは、対物絞りは入れない

22-1. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)



22-2. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)



22-3. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)





収束レンズ絞り(C1絞り)を入れる。(通常1番)

BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の前 後で、ビームがスイングしないようにC1絞りの位 置を調整する。

* BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の 前後でビームが同心円状に広がればよいので、 ビームを大きくしてから、スイングの中心に BRIGHTNESS CENTERINGで持ってくると調整しや すい。

23. 電圧中心調整(通常100K以上の倍率)



絞った輝点をクロスマークに合わせて、ビーム を広げ、同心円に広がることを確認する。

同心円に広がらない場合は、Beam Tiltと Brightness Centeringで調整。

この操作によってコンデンサーの非点が現れた場合には、 前項の収束レンズの非点補正を再び行う。

24. 収束レンズの非点補正(100K~200K倍位)





収束レンズ絞り(C1絞り)を入れる。(3、4番)

BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の前 後で、ビームがスイングしないようにC1絞りの位 置を調整する。

* BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の 前後でビームが同心円状に広がればよいので、 ビームを大きくしてから、スイングの中心に BRIGHTNESS CENTERINGで持ってくると調整しや すい。

25. マイクロディフラクション

(1)予めZOOMモードで折パターンを得たい領域の「試料傾斜(方位出し)」を行っておく。

(2) 収束レンズ絞り(C1絞り)を入れる(通常4番)。

(3)BRIGHTNESSつまみでビームを絞った位置の前後で、ビームがスイングしないようにC1絞りの位置を調整する。

(4) 右メインパネルのFOCUSつまみを回して試料の焦点を合わせる。FOCUSつまみの調整 によってビームがスイングする場合は、「収束レンズの非点補正」、「コンデンサーレンズの 電圧中心あわせ」、「コンデンサー絞りの入れ方」を行う。

(5)回折パターンを得たい領域がビームの中に入っていることを確認する。

(6) 左メインパネルの[DIFF]を押す。

(7)対物絞りを入れているのであれば、対物絞りを抜く。

(8) 左メインパネルの倍率切換つまみでカメラ長を0.80mに選択する。

(9) 左メインパネルのDIFFRACTION SPOTつまみで回折斑点の焦点を合わせる。