Hitachi HT-7500 操作手順書



1. 始める前に

初期状態の確認

1-1. 液体窒素の充填

使用する1時間前に液体窒素を鏡筒後ろのトラップに入れる。入れた直後は液体窒素の殆どが蒸発してしまうので、数分経過したら液体窒素が溢れる程度まで追加補充する。

- ≪注意≫ 事前予約をしている場合は、管理者が液体 窒素を充填しているが、使用前に液体窒素 の充填の有無を確認すること。
- ≪注意≫ 充填を確認したら記録簿にチェックを入れる。
- ≪注意≫ 液体窒素は3時間毎に補充すること。



1. 始める前に

1-2. 真空状態

【EVAC control】が下表の通りであることを確認する。

Pi-1	< 2.0E+00 Pa
Pi−2	< 2.0E+00 Pa
Pi-3	< 7.0E-01 Pa
Pi-4	
Pi-5	< 2.0E+00 Pa
Pe−1	< 2.0E-03 Pa
DP-1	190 – 200 °C
TMP	Normal
Water	2.3 L/min



2. 試料取り付け

試料ホルダーの抜き取り

2-1. 試料交換排気系スイッチを【AIR】にする。

2-2. 赤ランプが点灯した後、<u>10秒間</u>待機し 試料ホルダーをゆっくりとまっすぐ引き出す。





2. 試料取り付け

- 2-3. 試料ホルダーを試料交換台の上にセットし、 押さえを→方向にスプリングが引っ掛かる位置 まで戻す。
 - ≪注意≫ <u>Oリングより先端部は素手で触らないこと</u>。

2-4. メッシュ押さえをピンセットで試料ホルダーから 取り出し、試料をくぼみに設置する。





2. 試料取り付け

2-5. メッシュ押さえを乗せる。

※メッシュ押さえの向きに注意

2-6. スプリングを持ち上げると、メッシュ押さえが 固定される。





- 3-1. 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)
 【AIR】赤ランプが点灯する。
 - ≪注意≫ このとき、試料ホルダーは回らないように ロックされています。ロック機構が破損する 場合があるため、回そうとしないこと。





3-2. 試料ホルダーの端部を指で軽く押さえながら、



3-3. 試料交換スイッチを【AIR】→【EVAC】に切り替える。



- 3-4. 1分程度待機していると、【EVAC】の緑ランプが 点灯し、試料ホルダーのロック機構が解除される。
 (約15秒間)
 - ≪注意≫ <u>緑ランプが点灯している間(約15秒間)</u> (に試料ホルダーを挿入すること。





≪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。

















試料ホルダーの挿入が完了したら、以下の状態を確認する。

- 4-1. 【HV】が点灯していない。
- 4-2. APERTURE【IN/OUT】が点灯していない。
- 4-3.【ZOOM1】が点灯している。



- 4-4. ステージポジションが【x 0】、【v 0】である。
- 4-5. HV Presetが【100.0 kV】である。
- 4-6. Filament Presetが【30.5 V】である。 Beamが【OFF】である。
- 4-7. 【HC-1】、【OFF】である。

Stage control	X
Holder Speed Irace Search Color	Specimen position Start x 0 y 0 Tilt -0.1 Stop List Offset
	Search area size x 200 y 200 H-7501SS Limit (*) 20 x



Eile Operate Function Image Window About
^[]
x 10.0k ▲▼ Zoom-1 HC-1 OFF
OFF □ □ ◎ 米
Auto gray control
Black Reset
White 🔽 🕑
Gamma 🔟 🕑 🧏

以上の状態の確認が終了したら、

4-8. 左操作パネルの【HV】スイッチを一度押す。

昇圧シーケンスが作動し、【HV】スイッチが緑色に点滅する。



Fila

- Fi

F

Ρ

F

Fi

Fi

C

E

G

В

Ρ

Ρ

1. 加速電圧

2. フィラメント

3. エミッション

の順で設定値まで 上昇する。



ment / Bias control	×	Filament / Bias control		
ilament reset 30.5 ★ ✓ Set resent 9.3 ✓ △ △ ▽ ▽ I. counter 6:24 Set I. current ON OFF ilament setup time △ Auto setup 100 ★ s		Filament 30.5 ± ∨ Set Present 30.5 ∨ Cancel ✓ ✓ ✓ Fil. counter 6:24 Set Fil. current ON OFF Filament setup time • Auto setup • Auto setup 100 ± s		
Manual setup mode mission current Auto 10.0 ÷ μΑ Manual Beam(μΑ	7	C Manual setup mode C Manual setup mode C Manual O Manual O Manual	7	
ias Beam reset 985 ÷ ∨ ON resent 1500 ∨ OFF		Bias Beam Preset 985 ★ ∨ 0N Present 1500 ∨ 0FF		F F

昇圧が完了したら【HV】スイッチが点灯する。

遮光パネルを外し、蛍光板上の電子線を確認する。

→ 電子線が確認できないときは、Beamを【ON】にする。

Filament / Bias control	×
Filament Preset 30.5 ÷ ∨	Set
Present 30.5 V	Cancel
$\nabla \nabla \nabla \Delta$	<u> </u>
Fil. counter 5:54 Set	30.5
Fil. current ON OFF	Filament.(V)
Filament setup time	
Auto setup 100 ÷ s	
C Manual setup mode	
Emission current	
Auto 10.0 ÷ μA	
C Manual	9.8 Beam(μA)
Bias	Ream
Preset 985 ÷V	ON
Present 776 V	OFF

左パネルの【LENS】を押し、レンズ系の値をリセットする。

左パネル

5. 軸調整

5-1. 電子線の中心合わせ

ALIGNMENTを【BH】に設定する。

右パネル

【MAG】つまみで倍率を5,000にし、左パネルの【BRIGHT】つまみで<u>電子線をスポット状</u>にする。 電子線が蛍光板の中心にない場合は、マルチつまみで<u>電子線を蛍光板の中心に移動</u>させる。

5. 軸調整

5-2. 集束レンズの可動絞りの位置調整

【BRIGHT】つまみで電子線をスポット状にした位置の前後で、 <u>電子線がスイングしない(同心円状に動く)よう</u>に集束レンズ の可動絞りの位置を調整する。

5. 軸調整

5-3. 集束レンズの非点収差補正

ALIGNMENTを【CS】に設定する。

右パネル

【MAG】つまみで倍率を5,000にし、左パネルの【BRIGHT】つまみで<u>電子線を広げる</u>。 電子線の形が楕円形となっているときは、マルチつまみで<u>正円の形に整える</u>。 集束レンズの非点収差補正が完了したら【BH】に戻す。

5. 軸調整

集束レンズの非点収差補正をおこなっているとき、電子線が蛍光板の中心から大きく 外れてきたら、「5-1. 電子線の中心合わせ」をおこなう。

6. 視野の選択

6-1. LOW MAGモードによる視野選択

LOW MAGモードの倍率は×50~×1,000の10ステップ

左パネル

6. 視野の選択

6-2. 視野の移動

ステージつまみ、もしくはトラックボールで 視野を移動させる。

右パネル

視野の選択が完了したら【ZOOM1】に戻して 左パネルの【LENS】を押し、レンズ系の値をリセットする。

左パネル

7. Z軸(高さ)調整

倍率を×20,000程度にし、試料ステージのZコントロールつまみで 像の焦点が合うように調整する。

8. 対物可動絞りの挿入と視野選択

【IN/OUT】を押し、対物可動絞りを挿入する。

8. 対物可動絞りの挿入と視野選択

ステージつまみ、もしくはトラックボールで 視野を移動させる。

左パネル

右パネル

8. 対物可動絞りの挿入と視野選択

倍率を変更すると電子線の広がりが変わるため、その都度電子線の広がりを調整する。 【BRIGHT】つまみで電子線が<u>蛍光板と同じ大きさになるよう広げる。</u>

左パネル

CCDカメラによる画像取込

9-1. 視野選択後、【BRIGHT】つまみで電子線が
 <u>蛍光板と同じ大きさになるよう広げる。</u>

9-2. 遮光パネルを取り付ける。

9-3. 【) 】を押す。

912 61米1	^[] \$\X\$ \$\C\$ \$\C\$ \$\C\$ \$\C\$ \$\C\$ \$\C\$ \$\C\$
	x 5.0k ▲▼ ₹Zoom-1 HC-1 100.0kV
Auto gray control	
Black Reset	
White 💽 🕨	
Gamma 💶 💽 🖳	Auto gray control Black Black Black
	White
	 Gamma 💶 🕨 😼

Hitachi H-7650 control File Operate Function Image

<u>W</u>indow <u>A</u>bout

≪注意≫ カメラを作動させている最中は、

絶対に

【BRIGHT】と【MAG】つまみを調整しないこと!

【LENS MODE】を変更しないこと!

9-4. 画像を確認しながら【FOCUS】を調整する。

右パネル

9-5. ALIGNMENTを【OS】に設定する。

右パネル

【MAG】つまみで倍率を20,000以上にし、試料やマイクログリッドの端部に移動する。 マルチつまみでフリンジ幅もしくは粒子像が等しくなるように調整する。

10. 画像取込と保存

≪注意≫ カメラを作動させている最中は、

【BRIGHT】と【MAG】つまみを調整しないこと!

【<u>LENS MODE】を変更しないこと!</u>

10. 画像取込と保存

10-2. 保存先を決める。

10. 画像取込と保存

10-3.【 】を押す。

	<u>□</u> ♀ ℛ.□□ ■ ♥ 80 Ҷ <u>▶</u> ⊠ ネ � � ♥ № В 8 № ₽ ⊃ Ⅲ ↓ ⊕ ⊡
	x 5.0k ▲▼ = Zoom-1 HC-1 100.0kV
🗹 Auto gray control	
Black Reset	Auto gray control
Gamma 💶 🕨 😼	Black Reset White Gamma

Hitachi H-7650 control File Operate Function Image

<u>W</u>indow <u>A</u>bout

≪注意≫ 装置故障の原因となるため

試料ホルダーの取り出しには細心の注意を払ってください。

① フィラメント電流を切る。

Filament / Bias control	×
Filament Preset 30.5 ↓ ∨ Present 0.0 ∨ ✓ ✓ ✓	Set Cancel
Fil. counter 7:01 Set Fil. current ON OFF Filament setup time • Auto setup 100 • Manual setup mode	0.0 Filament.(V)
Emission current ⊙ Auto 10.0 ↓ μA ○ Manual	0.0 Βeam(μΑ)
Bias Preset 1200 ÷ ∨ Present 0 ∨	Beam ON OFF

ステージポジションを【x 0】、【y 0】に戻す。

③ 対物可動絞りを外す

左パネル

次に、試料ホルダーを止まるまで引き抜き、止まるまで反時計方向に回す。 (交換位置:A位置)

11. 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>。

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。

【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。

11. 試料交換後の観察の再開

11-.1 『2-3. 試料取り付け』に戻る。

- 11-.2 『3-5. 試料ホルダーの挿入』まで行う。
- 11-.3 Filament、Beamの順番で【ON】を押す。

Filament / Bias control	
Filament Preset 30.5 ÷V	Set
Present 0.0 V	Cancel
$\nabla \nabla \overline{X} \overline{X}$	North National Sciences
Fil. counter 7:01 Set	0.0
Fil. current ON OFF	riiament.(v)
Filament setup time ⊙ Auto setup 100	
O Manual setup mode	
Emission current	0.0 Beam(µA)
Bias Preset 1200 ÷ ∨	Beam ON
Present 0 V	OFF

12. 終了操作

12-1. 【Beam】をOFFにする。

12-2. 【Fil. current】をOFFにする。

12-3. 【HV OFF】にする。

Acc. voltage control	×
HV ON HV OFF	Set
HV preset data set 40 60 80 100 120	Cancel
Preset 100.0 + kV	No. 19
Present 0.0 kV	0.0
∇ $\overline{\nabla}$ $\overline{\nabla}$	ALL.(KV)
HV setup time	
0 · 25kV 26-50kV 51-75kV 400 ÷ 600 ÷ 1500 ÷	ms/k∨
76-100kV 101-120kV 2500 ÷ms/kV 75	/ s/k∨
Flashing HV flashing (+20kV)	Execute

13. 画像の変換と取り出し

- 13-.1 『Image viewer』を選択する。
- 13-.2 EM viewerの『Convert image format』を選択する。

13. 画像の変換と取り出し

13-.3 画像ファイルを選択し、フォーマットを8bitに変換する。

13-4. 隣室のパソコンから下記のフォルダーを選択し、画像を取り出す。 ※USBメモリー使用可。

onvert ima	ge format	? 🔀	1000 ごが和		
Look in: 🔯	MCM-41-0.6Co(acac)3-Rh(acac)3 📃	+ 🗈 📸 🎟 -	1		
MCM41-0.6 MCM41-0.6 MCM41-0.6 MCM41-0.6	iCo(acac)3-Rh(acac)3-333K-15MPa0093 iCo(acac)3-Rh(acac)3-333K-15MPa0094 iCo(acac)3-Rh(acac)3-333K-15MPa0095	 MCM41-0.6Co(acac)3-R MCM41-0.6Co(acac)3-R MCM41-0.6Co(acac)3-R MCM41-0.6Co(acac)3-R 	TEM data földer		
MCM41-0.6 MCM41-0.6 MCM41-0.6	iCo(acac)3-Rh(acac)3-333K-15MPa0096 iCo(acac)3-Rh(acac)3-333K-15MPa0097 iCo(acac)3-Rh(acac)3-333K-15MPa0098	 MCM41-0.6Co(acac)3-R MCM41-0.6Co(acac)3-R MCM41-0.6Co(acac)3-R 	μα ματικού φ - 25 = ψ		
<	<u> </u>	Start			F
ile of type:	Image files (*.bmp;*.jpg;*.tif)	Cancel	(673030490)		
)utput path:	C:\HITACHI\Images\	🔲 IDB link	- the		
)utput type:	Tiff files (*.tif)	Browse			
mage quality:	Real quality(Factor2)	Y		a start a start	
actor(2-255):	25 🚊		all y		
					TEM date folder
			A A A		

試料ホルダーの挿入

- ① 試料交換スイッチを【AIR】→【EVAC】に切り替える。
 - ≪注意≫ このとき、試料ホルダーは回らないように ロックされています。ロック機構が破損する 場合があるため、回そうとしないこと。
- 2 1分程度待機していると、【EVAC】の緑ランプが 点灯し、試料ホルダーのロック機構が解除される。 (約15秒間)
 - ≪注意≫ <u>緑ランプが点灯している間(約15秒間)</u> に試料ホルダーを挿入すること。

≪注意≫ 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ため、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。

試料ホルダーの抜き取り

① フィラメント電流を切る。

- ② ステージ位置を戻す。
- ③ 対物可動絞りを抜く。

試料ホルダーの取り出し手順

- 先ず、試料ホルダーを止まるまで引き抜いた後、時計方向に15°回す。 (中間位置:B位置) 次に、試料ホルダーを止まるまで引き抜き、止まるまで反時計方向に回す。
 - (交換位置:A位置)
 - ≪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>。

ー時的に中断する場合や休憩のときは、必ず【Beam】を【OFF】にすること。

Filament / Bias control			
Filament	Cat		
Preset 30.5 ÷ ∨	Set		
Present 0.0 V	Cancel		
$\nabla \nabla \nabla \Delta \Delta$	8 ⁰⁰ 8		
Fil. counter 7:01 Set	0.0		
Fil. current ON OFF	riiameni.(v)		
Filament setup time			
Auto setup 100			
C Manual setup mode			
Emission current			
	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1		
C Manual	<u>· </u>		
	Beam(µA)		
Bias	Beam		
Preset 1200 + V	ON		
Present 🔽 🗘 V	OFF		

再開するときは、【Beam】を【ON】にする。