2017. 3

Energy Material Laboratory

TEM (STEM&EDS)の使い方

**開始～昇圧**

1. 真空の確認（3×10-5Pa以下）

（イオンポンプに付いているゲージを見る。150 L/Sなので青色の目盛りを見る）

1. 窒素バルブを開ける（2回転くらい回す）
2. ログノートに記入（一番右のディスプレイのExcel）
3. 液体窒素を入れる
4. ビューウィンドウにカバーがついているか確認．（鉛ガラス面の保護）
5. 前回使用時のbakeが終わっているかをPCで確認し，ヒーターを取り外す．
6. 0.5 L程度液体窒素を入れて冷やし，落ち着いたら追加で0.75 L程度入れる．（漏斗使用）（EDSを使用する場合は、この動作の後でEDSの立ち上げを開始する．）
7. 液体窒素を入れてから8h以上TEMを使う場合は8h経過前に液体窒素を補充する．
8. HT昇圧
9. High Voltage Control上のHTでDown/Upの右にあるHTを80kVにする．
10. HTのONを押す．
11. Auto HTでTargetとStep, Time Stepを設定．

◆ 昇圧のデータ 1  
　　a. 80 kV ～ 120 kV, 1 kV / Step, 6 sec にしてStartを押す（約4 min）  
　　b. 120 kV ～ 160 kV, 0.5 kV / Step, 6 sec にしてStartを押す（約8 min）  
　　c. 5分待つ  
　　d. 160 kV ～ 180 kV, 0.1 kV / Step, 6 sec にしてStartを押す（約20 min）

e. 180 kV ～ 200 kV, 0.1 kV / Step, 10 sec にしてStartを押す（約33.3 min）  
◆ 昇圧のデータ2  
　　120 kV： 61 - 62 μA

140 kV : 71 -72 μA  
　　160 kV： 81- 82 μA  
　　200 kV： 101 - 102 μA

1. Startで昇圧が開始される．
2. 昇圧したら，Beam Currentが範囲内にあるか確認

範囲を超えていたら10kV程度HTを下げる．（降圧は1kV/Stepで6time/Step）

1. 200kVまで段階的に昇圧させる．

※前日に200kVまで上げている場合は120kVからHTをON，それ以外はもっと低い80 kV からONする．

※ 3x10-5 Paを超えている場合は管理者に報告。ベークすることになる。

**Sampleホルダー挿入**

1. Sampleの取り付け（手袋，ピンセット使用，エアーでゴミを吹き飛ばす）
2. FilamentをOFF
3. Stage Neutralを押し，Sampleを原点へ戻す．
4. ステージをSingle Tilt Holderにする．
5. Sampleを真っ直ぐ入れる．2回音がしてからAirからPumpにする．
6. 緑色のランプが点灯したら手を離し，5分待つ．
7. 真空に引き込まれないように手で支えながら回転させて入れる．

（時計周り30°→入れる→時計周り60°→入れる）

※真空ゲージとStatusの値を見ながら，慎重かつ適度なスピードで

1. 最後まで入れたら音がする．15分待つ．
2. ログノートに記入する．
3. EDSを使用する場合は、ここでFill点灯後、EDS用のデュワーに液体窒素を入れる．

上記の5と6は下記のようにできるが、安全のために上記の手法にする。

※　5. Sampleを真っ直ぐ入れる．2回音がしてから、さらに安全のために3分待つ。AirからPumpにする（[トン、ティン、シュー！]と全ての音が鳴って真空が引いている音がしたら手を放して良い。ホルダーを保持するのは、ホルダーが回転して真空が悪いままになるのを防ぐため）．

※　6. 緑色のランプが点灯するのを確認する。5分待つ．（AirからPumpにした後、合計約10分待つことになる）

**照準系軸合わせ**

1. FilamentをON．
2. ログノートに記入．
3. STD Focusを押す．

※ビームが見えない時はLow MagにしてSampleの位置へ移動→Mag2にする．

1. Image WOBB XとYを押す．

（右操作盤の上段、左から3と4番目のボタン）

1. △と▽でZ軸の高さを調整して，像の変化を小さくする．

（右操作盤の上段、左から1と2番目のボタン、長押しが可能．変化量が小さい場合は管理者に相談．操作パネルのZ=の横にある［＞］の部分を押すことで変化量を調整できる）

1. Image WOBBを消す．
2. BRIGHTNESSを回しても像が変化しなくなっていることを確認する．

（時計回り｛右側に回して｝でビームが拡大する方向で用いる）

（左操作盤中央の下の方にあるつまみ）

※ ビームが見えない場合は、メッシュがビームを邪魔している可能性があるのでトラックボールを動かして試料位置を変える．CL絞りの値をメモし、他のコンディションもメモして、担当教員と管理者に報告する．

※ BRIGHTNESSなどのつまみのすぐ横にあるCRSを押すと6倍のピッチで変化するようになる．

**CL絞りのセンタリング**

1. BRIGHTNESSでビーム径を最小にする．

※時計周りでビームが広がるようにしておく

1. SHIFT XとYを用いてビームを小蛍光板の中心に合わせる．

（左操作盤の中央右端のSHIFTがX, 右操作盤の中央左端にあるSHIFTがY）

1. BRIGHTNESS でビーム径を広げ、中心から同心円状にビームが広がるように、CL(集束レンズ)絞りのつまみ(一番上にある)（赤印のあるもの）を回して調整する（蛍光版の円とほぼ同じ大きさのビームにしておくと調整しやすい）．

※ 一番上はCL（コンデンサレンズ＝収束レンズ）、二番目は対物絞り、三番目は制限視野  
※ CLは手前のつまみを左に限界まで回した後に右２回半、側面にあるつまみを左に限界まで回した後に右１回転と少しでビームが中心に来る。装置により詳細は異なるので、ビームの中心が得られる条件を明らかにしておくこと！

**ビームのセンタリング**

1. Mag2を押し，40 k倍にする．
2. BRIGHTNESSでビームを小さくする．
3. α SELECTORとSPOT SIZEを回し，Spot1–α3にする．

（左操作盤の下段の左から1と2番目のつまみ）

1. GUNを押す．（Maintenance→Alignment→GUN）
2. SHIFT xとyで中心にし，DEF/STIGで輝度を最大にする．

（DEF/STIGは1回だけでよい）

（DEF/STIGは左操作盤の下段右端、右操作盤の下段左端にある）

1. Spot5-α3にし，CLAを押す．
2. SHIFT xとyで中心に合わせる．
3. ビームが中心から逃げなくなるまで3~7の操作を繰り返す．

**電圧中心の調整**

1. 120k程度で走査し，Sampleやカーボンフィルムの接点を中心に持ってくる．
2. HT WOBBとBRIGHT TILTを押す．

（HT WOBBは右操作盤の上段中央{左から5つ目、F1の左}）

（BRIGHT TILTは左操作盤の中段右端のボタン）

1. DEF/STIGで同心円状に像が変化するように調整．

**非晶質補正**

1. カーボン部分を探す．
2. 一番右のモニタでiTEM2067（またはiTEM）を起動．
3. イメージ→入力チャンネルの切り替えでSearchを選択．
4. カーボン部分のFocusを合わせる．
5. 小蛍光板にビームをのせたままで，Cur Dens : 20pA/cm2程度になる様に，BRIGHTNESSを変える．（Exp Timeが2sec以上になる）
6. ビューウィンドウにカバーをし，F1を押して蛍光板からCCDにする．
7. 中央にあるビデオカメラのアイコンを押して画面を表示する．
8. OBJ STIGを押し，DEF/STIGでFFT像が真円になる様にする．

（FINEを回して像を変化させると，変化が分かりやすい．円が同じ程度で消えていく様になるとよい）

1. 非晶質補正は300k→600k→800k倍と進めていくとやりやすい．

※ ビームが傾いているときは、Bright titleを押してshift x,yで中心にする。

**画像取り込み**

1. 取りたい場所，倍率にする．
2. BRIGHTNESSを回し，20pA/cm2程度になるように調整．
3. ビューウィンドウにカバーをし，F1を押してCCDにする．
4. 取りたい場所に移動，FINEでFocusを合わせる．
5. 中央にあるビデオカメラのアイコンを押して画面を表示する．
6. 露光時間を500 msまたは1000msにする．
7. フィルムのアイコンを押して画像を取得する．
8. ビットマップとTiffファイルで保存する．
9. ビデオの停止を確認する．
10. F1を押し，CCDを解除，カバーをはずして1に戻る．

※ 左回しがアンダーフォーカスになる。

**STEM (EDS)**

1. 蛍光板にする．
2. Valve Statusを［-］を押して小さくする．
3. 一番左のPC画面（Controller for JEM-2100/HR）> Dialogue > ASID Control (ASID Control Panelが開く)　>　ASID ModeでASIDにチェックをいれる．
4. JEOL\_SimpleImageViewerを押す（Image Controlが開く）> Scan Control > Spotを選択．
5. ASID Control Panel > Camera Length［＜］［＞］を押す、CamLengthを150cmにする．
6. CL絞りを０番にしてほとんど絞りの無い状態にし、Focusを回して全体を見やすくしてTEMの像を撮った試料を探し、試料位置に移動する．
7. Focusを回してロンチグラム（Focusを回したときに結像して再度また結像したときの中間の像）が見えるようにする．
8. ASID Control Panel > Camera Length［＜］［＞］を押して、CamLengthを20cmにする．
9. CL絞りを1番（一番大きい白丸）にして絞り位置を調整し、OL絞りを2番にして絞り位置を調整する．
10. 右下にある検出器を奥に回してから本体内に入れる．
11. ASID Control Panel > Image SelectでのSTEI-BFにチェックを入れる．
12. 倍率を200k倍程度にする（TEMで30k倍程度と同等）．

（STEM: 2M = TEM: 300kが限界）

1. Image Control > Scan Control > Scanにし、［＞］を押して、１を選択する．
2. ASID Control Panel でSpot Sizeの［＜］［＞］を押して、Spot A3にする．
3. ASID Control Panel でBrightnessとContrastで像が見えるようにする（STEPや▲、▼で調整できる）

　右側中央下にあるData Informationでピークが中央にあるようにBrightnessとContrastを調整するとよい．

（※Brightnessは最大の2/3程度まで高くするとコンタミが出たり、試料が壊れたり、微小放電を起こしやすくなるので半分以下が望ましい．試してみたが、Brightnessの違いでEDSの結果に大きな変化はなかった）

1. Focusを回して像がもっとも綺麗になるようにする．
2. 遠く離れた他の試料を位置を探すには、Image SelectでNoneにして、ASID ModeでTEMにチェックをいれて、TEMモードに戻した方が良い．検出器も元に戻す（※ASID ModeでTEMにすれば自動でImage SelectでNoneになるが安全のために上記のようにする）

**EDS**

1. STEM像が撮れるようにする．
2. BIASのスイッチをONにする．
3. 中央のPCを立ち上げる．
4. デスクトップにある20131029 200kV.regをクリック．
5. Analyzer Managerをクリック．
6. STEM像を取得している状態にして、検出器を移動させるためのボタンを２から３秒長押して検出器を本体に近づける．
7. Analysis stationをクリック．
8. Specを押して蛍光Ｘ線の図を表示　＞　右クリックでAuto Identificationを押して検出された元素を調べ、含有していない可能性の高い元素をクリックして除く　＞　Mapを押して元素マップを得る．（必要なデータを得たらStop　＞　immediate　＞　File > exportで保存する）
9. Imageを押して画像を取得する　＞　seqを押し、point およびboxを選択して画面中で分析したい箇所を指定する　＞　quantitative analysisにチェックをいれて測定を開始する　＞　保存する（プリントスクリーンでも保存しておく）
10. 遠く離れた他の試料位置を調べる場合はAnalyzer Managerを閉じ、検出器を移動させるためのボタンを２から３秒長押しして検出器を遠ざけ、STEMやTEMにしてから新し試料位置を探すとよい。

**終了手順（サンプルの取り外し）**

* + - 1. EDSを使用した場合は、EDSの立ち下げを開始する．
      2. F1でCCDを蛍光板にする．
      3. 対物レンズとアパーチャーをはずす（一番大きい●の位置）
      4. Mag2を押し，倍率を40kにする．
      5. FilamentをOFFにする．
      6. Stage Neutralを押し，Sampleを中心に戻す．
      7. 真空ゲージとStatusの値に注意しつつゆっくり抜く．

（引く→反時計60°→引く→反時計30°ここでストップ）

* + - 1. 2回音がした後、さらに安全のために10秒待つ。そして、PUMP→Airにする（「カン！」と音が鳴る）．
         * 最初に試料ホルダーを引くときに「プシュ」（１つ目）、反時計方向に回転60度、引き（5ミリくらい）、反時計方向に回転30度、「プッ、プシュ―、トン！」（２つ目）となる。
      2. 30秒待つ．
      3. 取り出す．（再度測定する場合はサンプルホルダー挿入手順へ）

（サンプルを掌で握り、親指を曲げて本体に当てて、親指をゆっくりと伸ばして押し出しながらサンプルホルダーを引き抜く）

* + - 1. HV降圧．（200kV→160kV 1kV/step 6times/step）

160kVになったら，HT　OFFを押す．80kVに戻す．

* + - 1. 液体窒素注入口にヒーターをセット
      2. Maintenance→ACD & Bake→ACD HeaterをON（完了すると自動でOFFになる）
      3. 窒素のバルブを閉める．

※ 本体のPCはそのままにしておく．外に出ているEDXとCCDのＰＣはシャットダウンする。

**Diffraction**

1. Magモード（Spot1 α3）での軸合わせが完了していること．
2. Sampleへの焦点合わせる．

（SHIFTと集束しぼりで）

1. BRIGHTNESSでビームを広くする．

（ビーと鳴るまで右に回す）

1. 制限視野絞りで範囲を限定し，位置合わせする．
2. BRIGHTNESSでPATにする．
3. SA DIFFを押す．
4. MAG/CAM Lで20cmへ
5. PLAを押し，DEF x, yでビームを中心に持ってくる．
6. DIFF FOCUSで透過スポットを最小にする．
7. 中心のスポットの針で隠す．
8. BRIGHTNESSを最小に．
9. F1を押し，蛍光板からCCDへ．
10. カメラ3を押し，スナップショット3を押し，直ぐに蛍光板に戻す．
11. Magを押し，TEMに戻る．

※暗視野法で所望の回折スポットのみによる像を得たいときは  
① DIFFモードにし、対物レンズ絞りもしくはハイコントラスト絞りを入れ、DIFF FOCUSつまみで絞りの影が鮮明になるようにする。  
② BRIGHTNESSつまみで回折スポットが最も小さくなるようにする。  
これらの操作により電子線は平行ビームに近くなるので小さな対物レンズ絞りを用いることができるので像は鮮明になる。

■ 測定環境の保存と読み出し（ビームを見失ったときに復帰するための方法）  
（操作前に装置管理者に相談すること！）

◇ 簡易的な方法  
option > LENS/DEF MEMORY Option > Save > All DEF  
option > LENS/DEF MEMORY Option > load > All DEF  
 (手動の絞り以外のデータが保存される。そのため完全な復旧のためには、上記でSaveしたときの各種の絞りの状況を記録しておく必要がある｛絞りを変えるとつまみの回転数も変化する。同じ絞りにすること！ また、Data Setの下に書かれているMAGとSPOTの条件で保存されている点にも注意｝。最初は装置管理者と行い、動作をメモっておくこと)

◇ より多くの情報を扱う方法

Maintenance > Save to Alignment File…

Maintenance > Load Alignment File…

■ 各測定で使用する絞り

制限視野: SA絞り

暗視野: 対物絞り

STEM：対物絞り

※ 絞りは上から、CL(一番上) 、対物(二番目)、SA絞り(三番目)  
  
◆ フォーカスつまみの1ノッチ  
800k倍(80万倍)  
COARSE 1ノッチ 44 nm  
FINE 1ノッチ 1.4 nm  
ディフォーカス量は、PCのパネルのDefocusに記載されている。  
  
◆ 画像の撮影枚数の例  
自分がジャストフォーカスだと思ったところから、  
2ノッチアンダー、オーバー  
4ノッチアンダー、オーバー  
で計５枚画像を撮る。  
  
◆ 開口角と倍率  
α=1: 200k倍以上 （ビームの収束角度｛開口角｝と平行照射時の照射領域が小さい）  
α=2: 50k-200k倍  
α=3: 50k倍以下 （ビームの収束角度｛開口角｝と平行照射時の照射領域が大きい）  
※ Mag1が高倍率  
  
◆ イオンポンプ（銃とカラム）  
電圧は、10kVのつまみにして、6k出ていれば正常  
電流は、200mAのつまみにして、針が震えていたら異常  
真空度が悪くなった時は、プロテクトが働いてイオンポンプが切れて、DPに変わる。  
プロテクトは手動で解除が必要。  
※ カメラ下、試料ホルダーはDPで引いている。  
  
◆ PC  
本体はヒューレッドパッカード(HP)のPC（シャットダウンしない！）  
EDXは下記のデル(Dell)のPCの左のPC  
カメラ(CCD)はデル(Dell)のPC（右端）  
  
◆ マイクログリッドとサンプルホルダー  
裏がCu（銅）の色。  
FIBの試料を載せるメッシュは裏表同じ色をしている。蛍光灯の光にかざして光っている方が表、ちょっとくすんでいる方が裏。  
マイクログリッドを保持するネジは緩められる長さが1.5mmくらい。

◆　バシュッと音がしてビームが出なくなったとき

1kV/Stepで6time/Stepの設定で電圧を下げる。

FilamentがONの場合はOFFにする。