

TEM 操作マニュアル with CCD カメラ

Ver. 5.1

平成 18 年 10 月 25 日

黒岩敬太、森川全章

【諸注意】

- ・ 試料は、必ず 6 時間以上真空乾燥したものをを用いること。
- ・ **使用に関しては、誤操作を極力なくすこと。誤操作によって 50 万円支払った例が過去にある。**
- ・ 使用中、**退席する場合は、FILAMENT を OFF にすること。**長期退席する場合は、印加電圧を 80 V までおとすこと(予約状況によっては、次の人に明け渡すこと)。FILAMENT は 2 つで 25 万円するので、心してかかること。次の人が使用する際は、高圧は落とさないほうが良いので、自分の後の人の予約は把握しておくこと。
- ・ 試料の導入、引き出しは必ず FILAMENT を OFF にして行うこと。試料導入部は、FILAMENT と動作がリンクしている。
- ・ **問題が生じた場合は、まず、管理者に知らせること。**

【溶液試料からの調製豆知識】

有機物は、酢酸ウラニル、リンタンゲステン酸、モリブデン酸などで前染め、後染めの処理を行う。水溶液の場合は、グリッド上に液滴を作り、1 min ぐらいたってから紙にすわせてやるのがベスト。有機溶媒の場合も極力そうするが液滴ができにくいので、2-5 μ L 程度滴下するのがよい。

【操作の流れ】;

TEM(&CCD)始動と高圧印加【しばらく待機】	試料導入【ゆっくりと】	加速電圧の調節と FILAMENT ON	軸調整【根気よく】	焦点合わせ & 試料観察【根気よく】	CCD(写真)撮影【大胆に】	試料交換【要注意】	焦点合わせ & 試料観察【根気よく】	観察終了【要注意】(フィルム交換	フィルム現像 & 新フィルムの補充 【正確に】)	停止操作【おつかれっした】
--------------------------	-------------	----------------------	-----------	--------------------	----------------	-----------	--------------------	-------------------	--------------------------	---------------

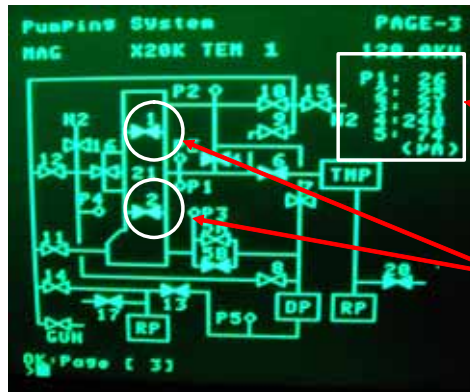
目次

始動前の確認	3
TEM 始動と高圧印加	3
CCD カメラ始動	3
加速電圧調整、試料挿入、フィラメント印加	4
軸調整	5
試料観察	6
対物レンズ非点収差補正	7
写真撮影(CCD による画像取り込みで十分な人は割愛)	7
CCD カメラによる画像の取り込み	7
試料交換	10
フィルム交換	10
フィルム現像&新フィルムの補充	11
CCD カメラ&TEM 本体停止操作	11

始動前の確認

1. p3【return】とキーボード入力すると、PAGE3 (各部の真空度) が表示される。
2. 右図のようになっていることを確認する。
3. 異常を検知したら管理者まで。

PAGE 3



P1: 28以下
 2: 28以下
 3: 28以下
 4: 任意
 5: 50 ~ 150

1, 2を確認

TEM 始動と高圧印加

1. (エアコンがついていない場合は)エアコンのスイッチを冷房にする。
2. 液体窒素排気装置をつけていた場合は排気装置をはずす(コンセントをはずしてから棒を上に取り取る)。
3. 初期加速電圧を設定する。キーボードから以下のように入力する。

>htset_80【return】

ok htset[80] と表示されたら良い。

4. **HT**ボタン(左上パネル)を押す。この段階で、加速電圧 80 kV まで印加される。BEAM CURRENT の値が 40 付近で安定していることを確認する。
5. 加速電圧をこれ以上あげたい場合は、

>load_ht【return】

>run【return】

start ht?(kV) 80【return】

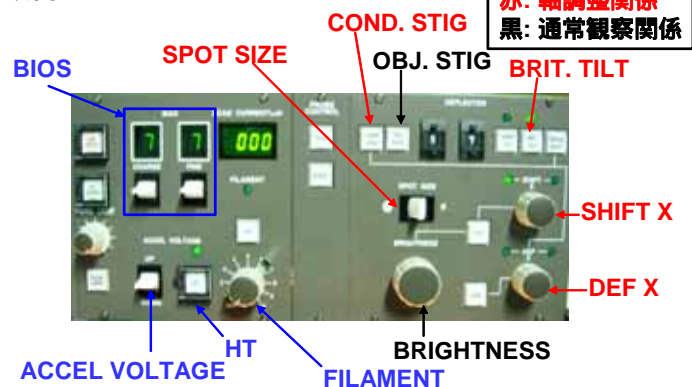
stop ht?(kV) 200【return】

ht step?(kV × 10) 1【return】

time limit?(min) 120【return】

とキーボードで入力して 2 時間かけて 200 kV まで印加する。

鏡筒左上パネル



CCD カメラ始動

6. CCD カメラを使用する人は、電源を ON にし、cool / off / warm つまみを OFF COOL にする。ペルチェクーラーの温度 () が約 -25°C になるまで待つ (約 30 分必要)。

CCD制御部



7. シャッターは Auto にする ()。蛍光板に電子線が当たっているときは緑ランプ

が点灯する。緑ランプが点灯しなければ、Open にスイッチしてランプ点灯を確認後、Auto に戻す。

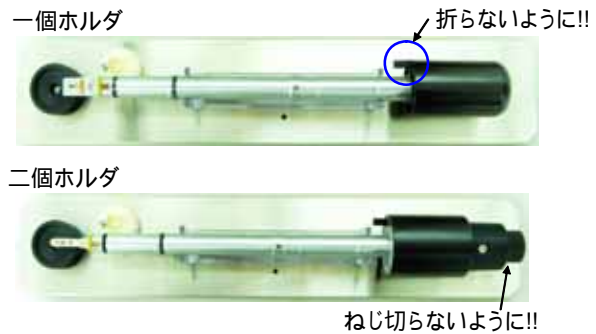
- Heat Sink ボタン () で流水の温度を確認できる。通常は 20 付近であるが、50 以上になると赤ランプが点灯する。この場合は cool を解除して、Reset ボタン () を押す。正常に戻れば赤ランプが消灯する。TEM 装置裏の水量を確認する (15 cm 以上)

加速電圧調整、試料挿入、フィラメント印加

- 加速電圧を順次下げて使用電圧まで落とす(1kV/s ぐらいのスピードで)。このとき、DOWN に一回つまみを下げると BEAM CURRENT が一端下がりに少しまた上がる。一定になったら再び DOWN する要領で行う。

- 窒素を窒素導入口に 2 回に分けて入れる(TEM 室にあるジュワー瓶の 8 割程度)。1 回目の液体窒素導入後、導入口より吹き出しが収まってから、2 回目の液体窒素を導入する。

- サンプルを試料台にセットする。1 個ホルダを用いることが望ましい(このとき、ステージの棒と先端のサンプル台が左右ともに接触していることを確認すること!!)。2 個ホルダを使用しても良いが、2 個ホルダは 1 個ホルダより全長が長いので、真空弁にあたりやすくなっていることを留意すること。



- 試料台を導入部まで挿入し、[AIR]から [PUMP]にする(引っ張って上げる)。

- 1 - 2 分後、緑と橙の 2 つのランプが点灯する。

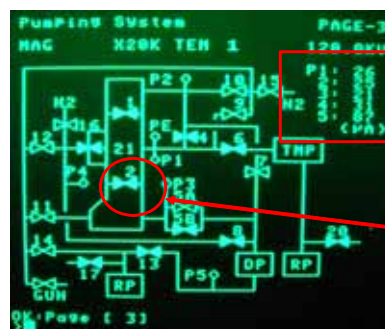


試料ホルダの真空引き後 P4を確認

2が閉じられて 16が開く

- p3【return】とキーボード入力すると、PAGE3 (各部の真空度) が表示される。右図上のようにになっていることを確認。

- 緑と橙の 2 つのランプが点灯する。
- ピラニーゲージ P4 が 32 以下になることを確認する(だいたい 5 分以内)。



P1: 28以下
2: 28以下
3: 28以下
4: 35以下
5: 50 ~ 150

2の弁が開く

- 試料棒を時計回りに 15 °回転し、1 cm ほど導入、さらに 15 °回転、10 cm ほど導入して試料室まで挿入する。**真空に任せるのではなく、ある程度手で支えてやること。**このとき、うまく使用導入できると、左図下のよ

うになる。 **このときの p1 ~ p5 の値を使用簿に記入する**

18. FILAMENT が緑に点灯していることを確認した後、**FILAMENT ON**を押す。約 1 分ずつまみを 4 まで持っていく。BEAM CURRENT が下記基準値から上昇し始めることを確認し、+1, 2, 3 と順次上がるの確認しながらゆっくりとつまみをストッパーの位置(メモリ 6)まで回す。ストッパーまでフィラメントをかけたときの値は、BIOS の設定値によって変わるので、あがりすぎたり、下がりすぎたりした場合は、BIOS を**ゆっくり**上下させる)。

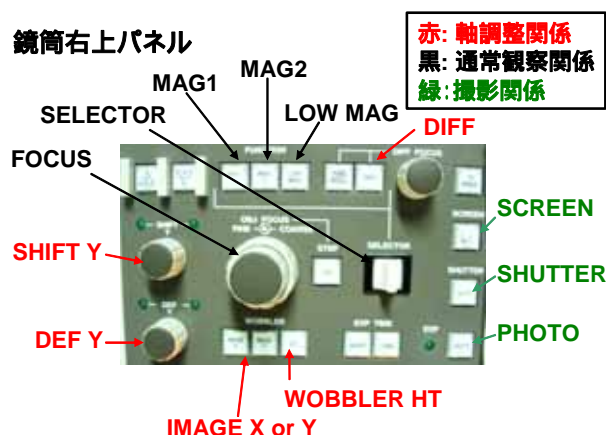
加速電圧(kV)	BEAM CURRENT
80	40
100	50
120	60
160	80
200	100

***いきなりメーターが上がったり、いきなり落ちたりすると FILAMENT が切れる可能性がある。印加手法は注意**

*通常の操作では、BIAS は動かさないが、輝度がほしい場合はゆっくりとあげていく。

*前に使った人の調整が正しければ、ほとんど何をしなくても明るいビームが蛍光版上に出るが、前測定者と**電圧設置値が変わっている場合**などはビームが中央でない場合がある。そのときは、**LOW MAG**にして、**GUN+SHIFT X or Y**で調整する。

*もしくは銅グリッド上かもしれないのでトラックボールで試料位置を少しずらしてみる。



できなければ管理者に相談のこと。

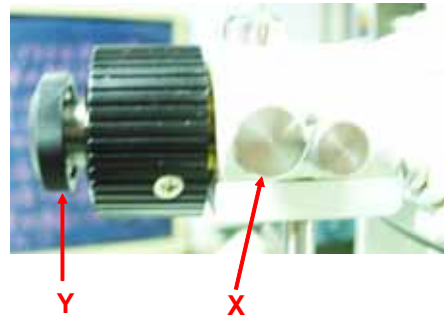
軸調整

1. 倍率を 20 K にする (**MAG2**を押すだけでよい)。**FOCUS**ダイヤルを回して、モニタ PAGE1 の DV の値を 0 付近にする。
2. **Z**を用いて、試料の高さ方向を調整する。
3. ビームの明るいところを探す。**GUN**を点灯させたのちに **DEF x**、**DEF y**つまみでビームの明るいところを探し、**SHIFT x**、**SHIFT y**つまみでビームを真ん中に持



ってくるようにするのがベスト。隣の **CRT** ボタンを押せば、16 倍速で動く。

- BRIGHTNESS** つまみを左右に回し、ビームを収束させる。このとき同心円上にビームが集束されない場合は、集束絞りつまみ(X and Y : 右図)にて、調整する。
- SpotSize** ジョグでスポットサイズを 1 にし(この時点でなっている) **BRIGHTNESS** を左右にまわしてビームを収束する(している)。
- GUN** を押し、点灯させる(している)。**SHIFT x**、**SHIFT y**(鏡筒右下)で電子線を蛍光板中心にあわせる。
- SpotSize** ジョグでスポットサイズを 5 にし、**BRIGHTNESS** でビームを収束する。
- BRIGHT-SHIFT x**、**SHIFT y** (鏡塔左右)で蛍光板の中心にあわせる。
- 5~8 の操作を繰り返す。同心円上にビームが集束され、スポットサイズに依存せずビームが中心にいるようになるまで、繰り返し根気よく行う。
- BRIGHTNESS** を左右に回して、ビームの形が円形でない場合は、**COND. STIGM.** ボタンを押し、**DEF x**、**DEF y** つまみで円形にする。
- SpotSize** ジョグでスポットサイズを 1 にして観察する。



試料観察

- Mag1** にする。試料を探索したい場合は **LOW MAG** をおして試料を探す(この時点であらかじめ標的となる物体を中心に持ってきておく)。
- WOBLER-IMAGE X** もしくは **IMAGE Y** を押し、**FOCUS** ダイアルで像が動かないようにする。(倍率が上がっているときには、目視で **FOCUS** をあわせる)
- 電圧中心あわせを行う。**WOBLER-HT** を押し、加速電圧に交流電流をかける。**BRIGHT TILT** を押した上で、中心の画像が動かないように **DEF x**、**DEF y** つまみで調整する。**WOBLER-HT** を OFF にする。

(2-3 の操作は観察時にフォーカスがどうしても合わない場合にも適宜行うのが望ましい)

- DIFF** モードにして、電子線回折を表示する。
- 対物絞り選択スイッチが **0** になっていることを確認して、対物絞り 1~4 のいずれかを入れる(観察倍率によるが、**3** ぐらいが望ましい)。
- ビームが対物絞りの中心にきていない場合は、矢印ボタン 、、、 であわせる。
- MAG1** にすると像が出る。

対物レンズ非点収差補正

1. 約 5 万倍以上の観察のときには必ず行うのがよい。試料は球に近いものを対象とする方がよい。
2. **OBJ STGM** を押し、**DEF x**、**DEF y** つまみを動かして、フリンジが同心円上になるようにする（よくわからない場合は、10 万倍ぐらいまで上げてみるとよい）。
3. また、over フォーカス並びに under フォーカスを繰り返す。縦ゆらぎ、横ゆらぎが現れなくなり、ジャストフォーカスで TEM グリッドのカーボンのぶつぶつが確認できれば焦点が合っている。
4. **WOBLER-STIGM** を用いれば機械的に確認できるが、手で操作した方が無難。

高倍率観察を行っている際，**BRIGHTNESS** つまみを回しても明るくならないとき，つまりビームの位置が蛍光板の中心からずれているときは，右下パネルの **SHIFT** つまみでビームを蛍光板の中心に合わせる．

写真撮影(CCD による画像取り込みで十分な人は割愛)

1. 像を調整する。
2. **PHOTO** ボタンの上の、**AUTO** ボタンを押す
3. 露光時間が 2s ~ 4s になるように明るさを調整する。フィルムナンバーを確認する。
4. カバーをかぶせる
5. **PHOTO** ボタンを一回押す。点滅したことを確認して、もう一度 **PHOTO** ボタンを押す。
6. **PHOTO** ボタンを連打すると、フィルム送り出しがなくなる(連続撮影機能)
7. フィルムの落ちる音と、フィルムナンバーのカウントが確認できる。

CCD カメラによる画像の取り込み

1. 電源を **ON** にし、**OFF** **COOL** にしている(TEM 始動時)。
2. 30 分間以上放置する。この時点で、モニタには - 25.7 が表示されている。
3. 蛍光板に像を出す．軸調整を行い，焦点合わせを通常とおりに行うと良い．CCD 撮影は TEM パネルで設定した倍率の約 10 倍に対応するので，例えば 50 K で蛍光板に現れた像を CCD 撮影したいときは 5000 倍まで倍率を下げしておく．
4. パソコンを立ち上げ、**Gatan Digital Micrograph** をダブルクリックする。このときにエラーメッセージがでる場合は、パソコン本体後ろの光ケーブルの接続を確認する。
5. **Image info** ダイアログ内の **Global info** で Specimen, operator の入力可能(必須ではない)

CameraView(search)モードでの取り込み

6. CameraView の **search** を選択し、**Autoexplosure** にチェックが入っていることを

確認する。

Focus loupe : チェックなし

Auto Survey : チェック入り

Camera inserted : チェックなし

を確認する .

7. TEM 鏡塔の右の **SCREEN** ボタンを押す。
8. CameraView の **Start** ボタンを押す 左側の **camera** ダイアログ内のうさぎマークに対応
9. カメラを挿入するかを聞いてくるで、**Yes** をクリックする。
10. **magnification**、**voltage** を TEM 本体と同じ値を入れ、mode を **imaging** にする。
倍率の入力は特に要注意 . 間違えると、画像のスケールバーが実際と対応しなくなる .
11. **OK** を押す。
12. 何回もサーチされるが、そのときに左中央の value 値が 30000 ぐらい(最低 10000) になるように **Brightness** を合わせるとノイズが小さくなる。この時点で倍率を変更した場合、画像取り込みを停止して **start view** で取り込み開始後、倍率の再入力を行わなければならない。
13. **stopview** もしくは、スペースを押して画像を止める。
14. 工具マークをクリックすると詳細設定できるが通常以下の設定になっているので特に理由がないときは変更しないこと . Advanced setting も変更しないこと .
Process: Gain Normalized を常に選択 .
Bining の数値は 1 から 8 まで選択可能 .
1 ; 一番きれいに取り込めるがスキャン速度が遅い .
8 ; 一番粗く取り込むがスキャン速度が速い .
Setup: Search/Focus を選択し、例えば Search では 2 ,
Focus では Bining 1 を選択しておくが良い .

CameraView(focus)モードでの取り込み



15. CameraView の **focus** を選択し、後は search モードと同様の操作。
16. Focus loupe にチェック入れると取り込み像が小さくなり、素早くピント合わせが可能になる .

CameraAcquire モードでの取り込み

17. 設定は、Binning 1、AdvancedSetting はそのままよい。
18. **Start Acquire** をクリックすると像の最終取り込みが開始される .
19. **magnification**、**voltage** を TEM 本体と同じ値を入れ、mode を **imaging** にする。
20. **OK** を押す。

取り込み画像の調整

* 画像処理を行う必要がないくらいに良い像を CCD 撮影することが望ましい*

1. 左側の **Display control** ダイアログ内で取り込んだ像の明るさ・コントラスト等を調整できる。
2. 通常、得られた像にはスケールバーが表示されるが、出ないときは Edit menu Data Edit Add scale bar で表示可能
3. 画像処理 tool は色々あるので使ってみる。
4. 特に、左上の **standard tool** ダイアログ内の  マークをクリックして画像上で左ドラッグすると、線で引いたところのスケールと明度の関係図が表示されるサンプルの大きさを調べるのに便利。
5. 左側の Target ダイアログ内の Page を選択すると像以外の情報も表示できる。右側 **Save** ダイアログ内のマーク  緑色 をクリックすると Voltage, Magnification などの情報を入れることが可能

データ保存

6. File menu **Save As** でデータ保存。Gatan 形式が良いが、16 MB/画像と容量が大きいのでハードには極力データを残さないこと。CD-R 等のメディアに移す。一時保存先は User Data の各ホルダ内。
7. TIFF, JPEG 等の形式で保存するときは、File menu **Save Display As**

印刷

** 特別な理由がないかぎり、TEM 室のプリンタで印刷はしない**

CCD 撮影の一時停止操作

1. **camera inserted** のチェックを外してカメラを抜く。
2. TEM パネル右上の **Screen** ボタンを押し、蛍光板を元に戻す。
3. 蛍光板上での試料観察に移る。

その他のデータ処理

- ・ スケールバー機能
- ・ 輝度測量機能
- ・ ページレイアウト機能
- ・ 画像編集機能

観察途中で一時休憩するときは、倍率を 20k にして、試料交換に従って FILAMENT を落とす。再開するときは **FILAMENT ON** ボタンを押し、つまみをゆっくりと上げる。

試料交換

1. CCD カメラのソフト上で **Camera Insert** のチェックをはずす。
2. **SCREEN** をおして蛍光板を戻す。
3. BEAM CURRENT の値を見ながら、**FILAMENT** つまみをさげる。4 までは十分ゆっくりと落とし、その後はゆっくりと 0 にする。つづいて、**FILAMENT ON** ボタンを押し、FILAMENT の点灯を消す。
4. 対物絞りを入れている場合は、対物絞りを **0** にする。
5. 2 試料導入のホルダを使用している場合は、**試料移動ダイヤルを白い位置に戻す。真空弁にあたるのを防ぐため**
6. 試料台を試料室から導入部まで戻す。試料棒を 10cm 引いて、反時計回りに 15°、1cm 引いて、15°回転する(この時点で真空弁が閉じられる)。**(この際、絶対に完全に引き抜かない。引き抜くと TEM がシャットダウンするので注意！)**
7. 窒素ガスの栓をひらく。
8. **PUMP** から **AIR** にし、ランプが消えてから試料台を引き抜く。
9. 窒素ガスの栓を閉める。
10. サンプルを試料台にセットする。
11. 試料台を導入部まで挿入し、**AIR** から **PUMP** にする(引っ張って上げる)。
12. 1 - 2 分後、緑と橙の 2 つのランプが点灯する。
13. p3【return】とキーボード入力すると、PAGE3 (各部の真空度) が表示される。
14. ピラニーゲージ P4 が 32 以下になることを確認する(だいたい 5 分以内)。
15. 緑と橙の 2 つのランプが点灯する。点灯したら、試料棒を時計回りに 15 °回転し、1 cm ほど導入、さらに 15 °回転、10 cm ほど導入して試料室まで挿入する。**真空に任せるのではなく、ある程度手で支えてやること**
16. **FILAMENT ON** ボタンを押し、FILAMENT を ON にする。
17. あとは**軸調整**から行う

フィルム交換

1. **FILAMENT** つまみをゆっくりと 0 まで戻す。BEAM CURRENT の値を見ながら、4 までは十分ゆっくりと落とし、その後はゆっくりと 0 にする。
2. **FILAMENT ON** ボタン(左上パネル)を押し、FILAMENT を OFF にする。
3. 対物絞りを **0** に入れる。
4. 窒素ボンベの元栓を開ける。
5. CAMERA のレバーを反時計回りに 90 ° 回転し、窒素をリークする。リークが終了すると、勝手に扉が開く。
6. レシーバーの箱(手前)とサーバーの箱(奥)を取り出す。このとき、箱の蓋は簡単にスライドして開いてしまうので、フィルムが露光しないように十分注意すること。
7. 予備排気している新しいレシーバーとサーバーを CAMERA 室に装填する。
8. CAMERA 室のゴムパッキンに汚れがないことを確認し、閉める。

- レバーを時計回りに 90° 回転し、真空排気する。
- ポンプの音がなくなることを確認する。また、フィルムナンバーが 50 になっていることを確認する。なっていない場合は、
>fun【return】
>50【return】
をキーボードより記入する。

フィルム現像&新フィルムの補充

- 撮影したフィルム入りレシーバーと未撮影フィルム入りのサーバー、新しいフィルムを現像室に持っていく。
- 現像室にて、撮影フィルムを取り出し現像する。
- 撮影フィルムを定着液に漬けた後、フィルムカバーに新しいフィルムを装填する。
- サーバーから未撮影フィルムを全て出す。
- サーバーの台を下まで押し込み、新しいフィルムを一番下にして、50 枚数えて入れる。
- サーバーの蓋を閉めて、空のレシーバー・さらフィルムとともに TEM 室に持っていく。
- 予備排気ボックスにこれらを入れて、EVAC スイッチを入れる。

CCD カメラ&TEM 本体停止操作

- CCD カメラのソフト上で **Camera Insert** のチェックをはずす。
- 蛍光板を上げていた場合は、**SCREEN** をおして蛍光板を戻す。
- Gatan Digital Micrograph ウィンドウを閉じる。
- CCD コントローラーの cool を off にして温度が常温に戻ることを確認する。冷却され続けるようであれば TEM 本体の電源を OFF にしてはいけない。
- CCD コントローラー-FIRST LIGHT の主電源 **OFF**
- パソコンモニター **OFF**。パソコン本体は常に電源 ON
- カメラ室のフィルム入れ替えをした場合は、PAGE 3 にて P3 28 (カメラ室の真空度) 付近になるまで待つ。
- FILAMENT** つまみをゆっくりと 0 まで戻す。BEAM CURRENT の値を見ながら、4 までは十分ゆっくりと落とし、その後はゆっくりと 0 にする。
- FILAMENT ON** ボタン(左上パネル)を押し、FILAMENT を OFF にする。
- 対物絞りを **0** に入れる。
- 2 個試料ホルダを使用している場合は、**試料移動ダイヤルを白い位置に戻す。**
- 試料棒を 1cm 引いて、反時計回りに 10°、10cm 引いて、15°回転する(この時点で真空弁が閉じられる)。**(この際、絶対に完全に引き抜かない。引き抜くと TEM がシャットダウンするので注意！)**

11. N₂ラインをひらく。
12. **PUMP**を**AIR**にしてランプが消灯後、試料台を取り出し、試料を取り除く。
13. 試料棒を専用のケースになおす。
14. 手袋などで試料導入口をカバーする。
15. **Accelerator voltage** のつまみ(左上パネル) を一回ずつ down に落とすと BEAM CURRENT が一旦下がって上がる。電流値が一定したら再び down にスイッチする要領で 80kV まで加速電圧(モニターに表示される)を下げる。その後 **HT**ボタン(カバー付き, 左上パネル)を押して、OFF にする。
16. 液体窒素を用いた場合には、液体窒素導入口の白い蓋を開けて、排気装置を取り付ける。このとき、導入口に付いた霜を取り除き、コンセントみたいなやつを付けて棒を下まで入れる。**ACD**ボタン(カバー付き, 左下パネルを開ける)を押す。この操作で真空系の全てのシャッターが閉じる。
17. 使用簿に記録する。
18. おつかれだった。

【終了後の確認】

- ・ フィルムは 50 枚充填すること。
- ・ フィルム充填の際に、ポンプに異音がしていないか確認のこと。
- ・ 基本的にエアコンはつけっぱなしで行うこと。

操作等で疑問のある人は、

君塚研究室 黒岩敬太 内線 3597 keitatcm@mbox.nc.kyushu-u.ac.jp まで