JEM-1400透過型電子顕微鏡

取扱マニュアル

Ver. 6.1 (2025.6.2 作成)

【使用に当たっての注意事項】

- 初めて使用する場合は必ず<u>管理担当者から</u>取扱い説明を受けること。
- 本マニュアルをよく読んでから使用すること。
- 使用中に異常が発生した場合(動作不良、異音など)は直ち
 に管理担当者に連絡すること。
- 装置の予約は Google カレンダーで運用しています。
 - 予約方法は下記のサイトの説明に従ってください。
 https://www.tcb.kais.kyoto-u.ac.jp/local/reservation/s155/
 - 管理者に Google アカウントをお知らせください。
- 本装置は令和4年度より京都大学北部キャンパス機器分析 拠点(https://nocias.hokubu.kyoto-u.ac.jp/)の機器として運用 しています。森林科学専攻以外の利用者は拠点に利用申請 してください。詳細は管理担当者にご相談ください。

【管理担当者】

農学研究科森林科学専攻樹木細胞学分野 粟野達也 awano.tatsuya.7z@kyoto-u.ac.jp 内線 6241 (2025.6.2 現在) (更新履歴)

2010.5.31	Ver.1.0	新規作成	
2011.2.25	Ver.2.0	LaB6 フィラメント用に更新	
2012.7.3	Ver.3.0	「使用に当たっての注意事項」を追加、Beam Current 値を変更	
2012.7.20	Ver.3.1	予約サイトのアドレスを追加	
2013.4.25	Ver.3.2	LaB6 フィラメント点灯後 Beam Current 値が上昇する問題に対応	
2013.5.8	Ver.3.2.1	80kV 時の Beam Current 値を修正。	
2013.6.7	Ver.3.3	操作時に Penning Gauge を確認するように変更	
2016.5.2	Ver.4.0	対物絞りの入れ方、Image Wobbler の使い方、対物レンズの非点補正を追加	
2016.8.19	Ver.4.1	安定時 PeG の値を 40 に緩和、対物絞りの入れ方、電流中心合わせ、電圧中	
		心合わせ、Brightness の調整の説明を追加または改訂	
2016.8.23	Ver.4.2	電子銃の軸合わせを追加	
2017.9.6	Ver.5.0	電流中心、電圧中心の調整の際の倍率を追加、累積した軽微なコメントを追	
		加。透過型電子顕微鏡の概要を追加。節の順序を変更。	
2019.1.29	Ver.5.1	電子線を見失った時の対処方法を追加。	
2023.10.4	Ver.6.0	TEM Center のバージョンアップに対応。対物絞り調整時のカメラ長を 80cm	
		に変更。GUN Align および Bright Tilt をファンクションキーに割り当て。	
		Drift Reduction Capture での写真撮影を追加。取扱手順の記載を簡略化し、説	
		明を文末に移動。	
2025.6.2	Ver.6.1		

透過型電子顕微鏡 JEM-1400の概要



図 1 JEM-1400 の概要

装置各部の名称







操作盤 R

図2装置各部の名称

加速電圧が Off の状態から始める場合は観察開始まで約 35 分かかります(100kV の場合)。 各項目の番号は見出しの番号に対応しています。





装置の使用方法

1. 加速電圧の印加

【装置の状態を確認する】1

- 1. 操作盤L、操作盤R(図2)のいずれかのランプが点灯していることを確認する。
- 2. 液晶モニタの電源を入れ、パソコンが起動しており、TEM Center for JEM-1400 ソフトウェアが 起動していることを確認する。
 - ▶ ユーザ名: JEM Administrator (JEM と Administrator の間はスペースあり)
 - ▶ パスワード: JEMAdministrator (JEM と Administrator の間はスペースなし)
- TEM Center の View から Condition Monitor を開き、Status タブの全項目のチェックが外れている 事を確認する。

【真空状態を確認する】²

- 1. TEM Center の View から Valve/Vacuum Monitor を開く。
- 2. Penning Gauge の Value が 40 以下で安定 (±3) していることを確認する³。
 - ▶ 安定しない場合はしばらく待つ。

【加速電圧の印加】4

- 1. TEM Center の Control から Beam を開く。
- 2. HT Voltageの Targetの値を 80 にする。
- 3. HT Voltage の ON ボタンをクリックする (80kV 印加する)。
- 4. Filament の Beam Current 値が 44±4 µA の値で安定することを確認する。
- 5. HT Voltage の HT Scheduling をクリックする。
- Step Volt:0.1kV, Interval time: 10s, Target HT Voltage: 100kV に設定し、Start ボタンをクリックする。自動的に昇圧し、約 33 分で 100kV となる。
- 7. Filament の Beam Current 値が 55±5 µA の値で安定することを確認する。

¹本装置は通常 24 時間連続運転を行っている。使用開始時には以下の項目を確認し、正常に動作していることを 確認する。

² 加速電圧の印加、試料棒の脱着、フィラメントの点灯の際は Vacuum Monitor (Penning Gauge) で真空の状態を 確認する。

³長時間待っても安定しない場合は試料の汚染が疑われるので十分乾燥させるか、別の試料調製方法を考える。 どうしても観察したい場合は試料汚染防止装置(ACD)の使用を考える(管理者に相談)。

⁴100kV での観察を推奨する。それ以外の加速電圧を希望する場合は管理者に相談すること。

2. 試料の導入・取り出し

【試料ホルダの取り出し】(図4)5

- 1. 操作盤LのLF2ボタンを二回押し、ビープ音を待つ⁶。
- 2. 窒素ガスボンベの元バルブを開く7。
- 3. 試料ホルダを止まるまでまっすぐに引き出す(図4①)。
- 4. 試料ホルダを反時計方向に大きく回す(図4②)。
- 5. 試料ホルダを止まるまで少し引き出す(図4③)。
- 6. 止まるまで反時計方向に回す (プシュッと音がする、図4④)。
- 7. ゴニオメータの PUMP/AIR スイッチを AIR にする(<u>つまみを引っ張りながら下におろす</u>)。
- 8. 約10秒待って、ガスのリーク音が聞こえたら試料ホルダを引き出す。
- 9. 窒素ガスボンベの元バルブを閉じる。

【グリッドの装着(通常観察の場合)】⁸

- 1. 試料ホルダをホルダ台にのせる。試料ホルダの金属部分、Oリングには素手で触れないこと。
- 2. 押えバネのクリップ部を前方からピンセットで上下に挟み、持ち上げる。
- 3. グリッドの観察面を上向きにして試料装着部へ入れる。
- 4. 押えバネをゆっくりとおろし、クリップ部を噛み合わせて確実に固定する。

【試料ホルダの挿入】(図 5)

- 試料ホルダのOリングに塵や糸くずがついていない事を確認する。
- 試料ホルダのガイドピンをゴニオメータのガイド溝に合わ せ止まるところまで押し込み、右手で軽く押さえておく⁹。
- ゴニオメータの PUMP/AIR スイッチを引っ張りながら上 げ、PUMP にする。ロータリーポンプの動作音が聞こえた ら右手を離す。
- ゴニオメータの緑ランプが点灯したら試料ホルダを時計方向に少し回し、止まるところまで押し込み、さらに時計方向に大きく回し、止まるところまでゆっくりと押し込む¹⁰。黄ランプが消灯する。
- 5. TEM Center の Specimen ウインドウが開くので、試料ホルダ名を選択し、コメントを入力する。



図4試料ホルダの取り出し

 試料ホルダの挿入
 ⑥止まるまで押し込む
 ③時計方向に止まるまで回す
 ③止まるまで押し込む
 ②PUMP/AIR スイッチを PUMP にする
 ③試料ホルダのガイドビンを ゴニオメータのガイド湯に 合わせて押し込む

図5試料ホルダの挿入

⁵本装置には2種類の試料ホルダ(Specimen Quick Change Holder、High Tilt Holder)が用意されているが試料ホル ダの取り出し方は同じである

⁶この操作により自動で Beam が OFF になるとともに試料ステージが原点に戻る。

⁷流量が調整されているので、ボンベのレギュレータはさわらない。

⁸ 通常観察には Specimen Quick Change Holder (EM-11210SQCH)を用いる。

⁹この時、プシュッと音がする。

¹⁰ 試料ホルダが大気圧により自動的に引き込まれるので注意する。

3. 電子線の発生

【電子線の発生】

- 「1. 加速電圧の印加」の【真空状態を確認する】に従って Penning Gauge の値が 40 以下で安定 (±3 程度)していることを確認する。
- 2. 操作盤 R の LOWMAG ボタンを押す。
- 3. 対物絞りの絞り選択つまみ(図8)を反時計方向に回して、電子線通路の外に出す(赤丸の位置)。
- 4. TEM Center の Control から Beam を開く。
- - ▶ 規定の輝度になるまで約2分間かかる。その間、TEM Center は操作を受け付けない。
- 6. Filament の ON ボタンが緑になったことを確認する¹¹。
- 7. 蛍光板上にビームが見えることを確認する。
 - 労業
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 ・
 - ▶ ビームが見えない場合は「11. 電子線を見失った時」を参照。

¹¹ 100kV で使用する場合、Beam Current 値が 65~70μA 程度となるように設定されているが、真空度が悪い場合 は値が高くなる。真空度に問題ない場合、Beam Current 値が一旦 70μA 程度まで上昇するが、30 分程すると 65μA 付近で安定する。この間、観察しても問題ない。

4. 観察部位の探索

【双眼鏡の調整】

蛍光板を高倍率で観察する際に使用する双眼鏡を調整する。

- 1. 双眼鏡を右に回転し、正面に向ける。
- 小蛍光板駆動レバー(図2)をゆっくりと押して小蛍光板
 を出す(乱暴に扱うと内部のレバーが外れるので注意!)。
- きき目で双眼鏡をのぞくと黒点が見えるので、焦点合わせつまみ(図6)を使って黒点に焦点を合わせる。



図6双眼鏡

- 4. 反対の目で双眼鏡をのぞき、接眼部を回して黒点に焦点を合わせる。
- 5. 両目で双眼鏡をのぞき、黒点に焦点があっていることを確認する。

【観察部位の探索】

1. 操作盤LのBRIGHTNESS つまみ(青)¹²で適当な明るさ¹³に調節する。

▶ Brithtness つまみでビームを一旦集束し、時計方向に回しながら明るさを調節する(図7)。

2. 試料の移動はトラックボール (図 2) を用いておこなう。



図7 Brightness つまみによる明るさの調整

¹² Brightness つまみは第2集束レンズの励磁電流を変化させ、試料面上の照射面積を変えて明るさを調節する働きをする。

¹³ 試料の損傷をさけるため、撮影時以外はなるべく低い電子線照射量に抑える。

5. 対物絞りの調整

(操作に慣れていない人は、<u>この節の 3.以降をスキップして『6. Z 位置の調節』と『7. 軸合わせ』</u> **に進んでください**。対物絞りの調整は『7. 軸合わせ』の後に行ってください。)

MAGモードでは多量の電子線が照射されて試料がダメージを受けるので、MAGモードに切り替 える前に必ず対物絞りを入れること。

- 対物絞りの絞り選択つまみ(図8)を時計方向に回して希望する絞り径を示す白丸を黒点にあわせる¹⁴。
 - X2,000 以上の時:2番目に大きい絞り
 - 低倍率(X1,500以下)の時:最も大きい絞り
- 2. 操作盤 R の MAG1 を押す。
- 3. 操作盤 Rの MAG/CAML つまみで倍率を X10K とする。
- 操作盤Lの BRIGHTNESS つまみ(青)で電子線を十分に(少し 暗くなるぐらいに)広げる。



図8対物絞り

- 5. 操作盤 R の DIFF ボタンを押す。
- 6. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわしてカメラ長を 80cm とする。
- 7. 操作盤 Rの IOS/DIFF FOCUS つまみをまわしてカウスチックスポット (図 9)¹⁵を得る¹⁶。



図9カウスチックスポット

¹⁴ 振動により絞りがずれるので、つまみはゆっくり回す。

¹⁵ カウスチックスポットは明るい円と中心の明るい点からなる図形である。

¹⁶ スポットが現れないときは、操作盤Lの BRIGHTNESS つまみ(青)を適当にまわす、あるいは、トラックボ ールで試料を移動してみる。それでもカウスチックスポットが見えない時は『6.Z位置の調節』と『7. 軸合わ せ』をした後、対物絞りの調整を行う。

- カウスチックスポットが蛍光板の中心にない場合は操作盤LのPLAボタンをクリックし、操作 盤LのDEF/STIGXつまみ(黄)および操作盤RのDEF/STIGYつまみ(黄)をまわして、蛍光 板の中心と一致するように調整する。調整後、PLAボタンをクリックして解除する。
- 9. 操作盤Lの BRIGHTNESS つまみ(青) で電子線を最も小さく絞る(図 10)。
- 操作盤 Rの IOS/DIFF FOCUS つまみをまわして絞りの
 影(図 11) が最も鮮明になるようにする¹⁷。
- 対物絞りの軸調整つまみ(図8)で絞りの影の中心を ビームの中心に正確に合わせる(図12)。



図 10 Brightness でビームを絞る



図11絞りの影を鮮明にする。



図 12 ビームと絞りの影の中心を合わせる

¹⁷ 絞りの影が見えない場合はトラックボールで試料を移動してみる。それでも絞りの影が見えない時は対物絞り を入れたまま、照射系レンズの軸合わせ(「7. 軸合わせ」を参照)および電圧中心合わせ(「7. 軸合わせ」参 照)をした後、再度対物絞りの調整を行う。

6. Z 位置の調節¹⁸

試料交換した場合は必ず行う。

- 1. 操作盤 R の MAG1 ボタンを押す。
- 2. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして倍率を X10K とする。
- 3. 操作盤 R の STD FOCUS ボタンを押す¹⁹。
- 4. TEM Center の Control から Wobbler を選ぶ。
- 5. TEM Center の Image Forming System パネルの OUF タブで Middle を選択する²⁰。
- 6. Wobbler Controller ウインドウの ImageX をクリックし、Freq.を4、Amp.を2に設定する。
- 7. ビームが振動し、像が二重になるので、操作盤 R の \triangle ボタンまたは ∇ ボタンで像が一致するようにする²¹,²²。
- ImageX をクリックあるいは、操作盤 R の Image Wobb X ボタンを押して Wobbler 機能を解除し、
 Wobbler Controller のウインドウを閉じる。



図 13 Image Wobbler の仕組み

¹⁸ 試料を上下方向に移動し、対物レンズの規定の焦点位置に合わせる。光学顕微鏡で試料ステージを上下して焦点合わせをするのと同じ。Z位置を合わせた後の焦点の調整は OBJ FOCUS つまみで対物レンズ電流を変更することにより行う。

¹⁹ これにより、対物レンズの焦点位置が規定の位置にリセットされる。

²⁰ Image Wobbler を解除すると自動的にアンダーフォーカスになる (Optimum Under Focus 機能)。その際のデフォ ーカス量を選択できる。

²¹ Image Wobbler は焦点合わせを補助する機能で、第2集束レンズ直下の Wobbler 用偏向コイルを作動させて像を 振動させる。対物レンズの像面が試料面からずれている場合(f>0)は像が振動するが、一致している場合 (焦点が合っている状態、f=0)は像が静止する(図13)。

²² 像の動きが見えにくい場合は、Freq.と Amp.の値を適当に変更する。

7. 軸合わせ

基本的には「照射系の軸合わせ」と「電圧中心合わせ」のみ行えばよい。

ビームを見失った場合は、「11.電子線を見失った時」を参照のこと。

ビームが中心にない時は、操作盤 R の GUN Align (F5)、 Bright Tilt (F6) が OFF であることを確認し、操作盤 L の SHFIT X および操作盤 R の SHIFT Y で中心に移動させる。

【照射系の軸合わせ】23

- 1. 操作盤 R の MAG1 ボタンを押す。
- 2. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして倍率を X20K とする。
- 3. 操作盤Lの SPOT SIZE つまみでスポットサイズを1にする²⁴。
- 4. 操作盤LのBRIGHTNESSつまみ(青)で電子線を絞る。
- 5. 以下のいずれかにより GUN Align を選択する²⁵。
 - ▶ 操作盤 R の F5 ボタンを押す(F5 には GUN Align 機能が割り当てられている)。
 - ➤ TEM Center の Control から Alignment panel を選び、Alignment panel ウインドウが開くので、 GUN Align をクリックする。
- 6. 操作盤LのSHIFT X つまみ(緑) および操作盤RのSHIFT Y つまみ(緑) をまわして蛍光板中 心に電子線を移動させる。
- 7. 操作盤LのSPOT SIZE つまみでスポットサイズを5にする²⁶。
- 8. 操作盤LのBRIGHTNESS つまみ(青)で電子線を絞る。
- 9. 操作盤 R の F6 ボタンを押し、Bright Tilt を選択する²⁷。
- **10.** 操作盤LのSHIFT X つまみ(緑) および操作盤RのSHIFT Y つまみ(緑)をまわして蛍光板中 心に電子線を移動させる。
- 11. スポットサイズを変えても電子線が中心からずれなくなるように、3.~10.を繰りかえす。
- 12. 操作盤Lの SPOT SIZE つまみで観察時のスポットサイズ(通常は2)にする²⁸。

²⁵ 電子銃偏向コイル(GUN Align)の調整をする。

²³ スポットサイズ(第1集束レンズにより集束したスポットの径)を変えた時に電子線が蛍光板中心からずれる 場合、照射系の軸合わせをする。

²⁴ スポットサイズの値は TEM Center のサイドパネルにある Illumination System で確認する。スポットサイズは1 の時最大(第1集束レンズが長焦点で開き角が大)で、5の時最小(短焦点で開き角が小)。ビームの明るさは 1の時最も明るく、5の時最も暗い。

²⁶ ビームが蛍光板の外に逃げる場合は、スポットサイズを4にして以降の操作を行う。それでも逃げる場合は 3、2を試す。

²⁷ 集束レンズ偏向コイル(BRIGHT TILT)の調整をする。操作盤LのBRIGHT TILT ボタンを押す、あるいは、 TEM Center の Control から Alignment panel を選び Alignment panel ウインドウから Bright Tilt をクリックするこ とでも Bright Tilt を選択できる。

²⁸ スポットサイズ2にした時にビームが中心からズレる時は、GUN Align (F5)、 Bright Tilt (F6) が OFF である ことを確認し、SHFIT X および SHIFT Y で中心に移動させる。

【電圧中心合わせ】

加速電圧が変化しても、像が蛍光板中心に位置するための調整。X30K以上の高倍率で行う。うま くいかない場合は、X10Kから始めて徐々に倍率を上げながら繰り返すか、下記の【電流中心合わ せ】を先に行ってから電圧中心合わせを行う。

- 1. 操作盤 R の MAG1 ボタンを押す。
- 2. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして倍率を X30K とする。
- 3. 操作盤 R の OBJ FOCUS COARSE つまみ(茶)および FINE つまみ(茶)で焦点を合わせる²⁹。
- 4. 操作盤Lの<u>BRIGHTNESS つまみ(青)で電子線を蛍光板いっぱいに広げる</u>。
- 5. トラックボールで試料を移動させて目印となる像を蛍光板中心に持ってくる³⁰。
- 6. 操作盤 Rの HT WOBB ボタンを押す。像が伸縮するようになる。
- 7. 操作盤 R の F6 ボタンを押し、Bright Tilt を選択する³¹。
- 操作盤LのDEF/STIGXつまみ(黄)および操作盤RのDEF/STIGYつまみ(黄)をまわし、像の伸縮中心が蛍光板中心と一致するように(目印が左右に動かなくなるように)調整する³²。
- 9. 操作盤 R の HT WOBB ボタンを押して解除する。
- 10. 倍率を上げ、上記操作を繰り返す。
 - ▶ X30K~X100K ぐらい。自分の観察倍率に応じて。
- 11. 必要に応じて【照射系の軸合わせ】を行う³³。

²⁹Z位置の調節を完了あとであれば、おおよそ焦点があっているので、COARSEは使わない方がよい。

³⁰ なるべく小さく円形の構造の物を目印とするのがよい。

³¹ 操作盤Lの BRIGHT TILT ボタンを押す、あるいは、TEM Center の Control から Alignment panel を選び Alignment panel ウインドウから Bright Tilt をクリックすることでも Bright Tilt を選択できる。

³²1回の調整で完全に一致(目印の像が動かなくなる)しない場合は、照射系軸合わせをしてから、再度電圧中 心合わせを行う。

³³軸がよく調整された状態では、スポットサイズを変更してもビームが中心からずれず、OBJ FOCUS つまみを回転した時に像が移動しない。なるべくこの状態になるまで、照射系の軸合わせと電圧中心合わせを繰り返す。

【Alignment Data の読み込み】(通常は不要)

軸調整に失敗するなど、何らかの原因でビームを見失った場合、過去に軸調整した際の設定ファイル (Alignment Data)を読み込むことで、照射系の軸調整を復元できる。フィラメントに物理的な変更 (交換、破損など)があった場合は設定ファイルを読み込んでも正しい調整にならないので、初めから調整しなおす (管理担当者に連絡すること)。

- 1. TEM Center の Control から Alignment panel を選ぶ。
- 2. Alignment panel ウインドウが開くので、Back Up の Load ボタンをクリックする。
- 3. 適用したい Alignment Data ファイル(拡張子.jal)を選択し、実行する。
 - デスクトップに Alignment Data フォルダへのショートカットがある。
 - ▶ 調整した日付のフォルダにファイルが入っている。
 - ▶ 加速電圧ごとにファイルがあるので使用する加速電圧に合わせて選択する。

【電子銃の軸合わせ】(通常は不要、管理者のみ)

ビームの明るさはスポットサイズ、対物絞りのサイズ、BRIGHTNESSの設定によって決まるが、 これらの設定を規定通りにしてもビームが暗い場合は電子銃の軸がずれているので、GUN Align TILT で電子銃と集束レンズの軸を合わせる。

- 1. 操作盤 R の MAG1 または MAG2 ボタンを押す。
- 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして倍率を X5,000 とする。
- 操作盤LのSPOT SIZE つまみでスポットサイズを1にする(スポットサイズは TEM Center Illumination System で確認できる)。
- 4. TEM Center の Control から Beam を開く。
- Filament の Target の値を徐々に下げてフィラメント像(図 12)が見えるようにする。
- フィラメント像が非対称の場合(例えば、図13)は以下 の手順で調整する。

- 7. TEM Center の Control から Alignment panel を選ぶ。
- Alignment panel ウインドウが開くので、GUN Align をクリ ックする。
 - ➢ GUN Align は電子銃偏向コイルの調整を行う。
- 操作盤LのDEF/STIGXつまみ(黄)および操作盤Rの DEF/STIGYつまみ(黄)をまわして、フィラメント像が 対称になるようにする。



図 12 対称なフィラメント像



図 13 非対称なフィラメント像

[▶] 対称の場合(図12)は調整の必要がない。

- ▶ フィラメントの変形などにより、完全に対称にできない場合がある。
- ▶ 完全に対称にできない場合は、輝度がなるべく高くなるようにする。
- 10. Filamentの Targetの値を徐々に上げてビームの明るさが均一になるようにする。
 - ▶ Targetの値が 65~70 程度。上げすぎるとフィラメントが劣化する。
- 11. Alignment panel ウインドウの GUN Align をクリックして解除する。
- 12. 必要に応じて【照射レンズ系の軸合わせ】を行う。

【電流中心合わせ】(通常は不要)

対物レンズ電流量を変化させても(OBJ FOCUS を回して焦点合わせをしても)、像が蛍光板中心に 位置するための調整。

非点収差補正用膜穴試料を使うとやりやすい。

X10K以下の低倍率で行う。

- 1. 操作盤 R の MAG1 または MAG2 ボタンを押す。
- 2. 操作盤 Rの MAG/CAML つまみをまわして倍率を X5,000 ~X10K とする。
- 3. 操作盤 R の OBJ FOCUS COARSE つまみ(茶)および FINE つまみ(茶)で焦点を合わせる。
 - ▶ Image Wobbler を使って合わせると良い。
- 4. 操作盤Lの<u>BRIGHTNESS つまみ(青)で電子線を蛍光板いっぱいに広げる</u>。
- 5. トラックボールで試料を移動させて目印となる像を蛍光板中心に持ってくる。
- 6. 操作盤 R の OL WOBB ボタンを押す。像が伸縮するようになる。
- 7. 操作盤LのBRIGHT TILT ボタンを押す。
- 8. 操作盤LのDEF/STIGXつまみ(黄)および操作盤RのDEF/STIGYつまみ(黄)をまわして、 像の伸縮の中心が蛍光板の中心と一致するように(目印となる像が動かなくなるように)調整 する。
 - ▶ 調整中にビームが移動して暗くなる場合は操作盤LのSHIFTXつまみ(緑)および操作盤 RのSHIFTY(緑)つまみでビームを中心に移動させる。
- 9. 操作盤 R の OL WOBB ボタンを押して解除する。
- 10. 必要に応じて【照射レンズ系の軸合わせ】を行う。

【対物レンズの非点補正】(通常は不要、管理者のみ。)

対物絞りが正しく挿入されており、軸合わせが完了している必要がある。

- 1. 非点補正用の膜穴試料を入れ、以下の状態にする。
 - Spot Size:2
 - ➤ Z位置の調整
 - ▶ 照射レンズ系の軸合わせを完了
- 2. 操作盤 R の MAG1 または MAG2 ボタンを押す。

- 3. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして倍率を X20K とする。
- 4. 操作盤Lの BRIGHTNESS つまみ(青)で明るさを調節する。
- 5. 操作盤 R の OBJ FOCUS COARSE つまみ(茶)および FINE つまみ(茶)で焦点を合わせる。
 ▶ Image Wobbler を使って合わせても良い。
- 6. 小蛍光板に適当な大きさの膜穴がくるように試料を移動する。
- 7. 操作盤LのOBJ STIG ボタンを押す。
- 8. 操作盤 R の OBJ FOCUS FINE つまみ(茶)で膜穴像をオーバーフォーカス(時計方向に回す) にして、穴のエッジにフレネルフリンジを出す。
- 9. 操作盤LのDEF/STIGXつまみ(黄)および操作盤RのDEF/STIGYつまみ(黄)をまわして、 フレネルフリンジが穴の周囲全方向に均等なコントラストで見えるように調整する。
- 10. 操作盤LのOBJ STIG ボタンを押して解除する。

8. 撮影条件およびファイル名の設定

特別な意図がない場合は、下記の撮影条件を設定する。ファイルの保存先(C:¥Users¥JEM Administrator¥Pictures¥TEM Images¥)は変更しないこと。ファイルの命名ルールは各自任意に設定し てもよい。

【撮影画像保存方法の設定】

CCD カメラによる撮影に先立ち、画像ファイルの保存方法を設定する。

- 1. TEM Center の My Setting から Data Filing...を選択する。
- DataFiling ウインドウ(図 14)が開くので、File Naming Rules 欄の任意のボタンを組み合わせて ファイル名を組み立てる。
 - ▶ Mag: 倍率が入力される。
 - ▶ Specimen: 試料挿入時に入力した Specimen 画面³⁴ (図 15)の試料情報が入力される。
 - ▶ Free Text: Option 欄で入力した Free Text の文字列が入力される。
 - ▶ Sequence Number: Option 欄で入力した数字が入力される。撮影毎に自動で番号が増える。

aFiling	×
ielect Folder	Specimen
C:\Users\JEM Administrator\Pictures\TEM Images\	Specimen Holder
Open Explorer	EM-11210SQCH: Specimen quick change t 🗸
ile	
Example Of File Name : 308_caseno.2_6B_SA-MAG_X30k.tif	Information Specimen : caseno.2_6B
File Naming Rules	
[Sequence Number] + [Specimen] + [Mag]	Comment :
Instruments Operator Mag Specimen FreeText Date Time Sequence Number	OK Cancel
Option	
Free Text : G1785 Set	図 15 試料の情報
Sequence Number : 308 Set Reset	
File Format	
File Format : Tiff (Paw) + Pmp	

図14ファイル保存方法の設定

³⁴ TEM Center の Control から Specimen を選択すると表示される。

【CCD カメラの撮影条件設定】³⁵

- TEM Center の画面左下の Bottom Mount Camera ウインドウの Mode Setting リンクをクリックし、 露出条件(図 16)を確認する。
- 2. 設定が異なる場合は、Default ボタンをクリックしてから、Apply ボタンをクリックする。

ottom Mount CCD Camera Settings	Bottom Mount CCD Camera Settings
Camera Setting Exposure Mode Maintenance	Camera Setting Exposure Mode Maintenance
Search Focus Photo Capture Auto Exposure CCD Area X: 160 Y: Width: 1024 Height: 1024 Full Size 1024x1024 512x512 Binning: 2 x 2 Antiblooming: ON Exposure Time: 58.89 msec Gain: 255 Offset: 0 0 + Frame Averaging: 4 ✓ Default Apply	Search Focus Photo Capture Auto Exposure CCD Area X: 416 Y: 256 Width: 512 Full Size 1024x1024 512x512 512x512 Binning: 1x1 Antiblooming: ON Exposure Time: 378.75 msec Gain: 128 Offset: 0 Offset: 0 Drift Reduction Capture Default
Attom Mount CCD Camera Settings	Bottom Mount CCD Camera Settings Camera Setting Exposure Mode Maintenance Search Focus Photo Capture Auto Exposure Capture Option ☑ Photo Mode On Capture

図 16 CCD カメラの撮影条件(デフォルト)

³⁵通常はデフォルト条件で問題ない。照射電子線量を減らしたいなど特別な意図がある場合は適宜設定を変更してもよい。

9. 観察·撮影

【蛍光板による観察】

- 1. 操作盤 R の MAG1 を押す。
- 2. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして観察したい倍率にする。
- 3. 『4. 観察部位の探索』に従って、観察する部位を蛍光板中心に移動する。
- 双眼鏡をのぞきながら、操作盤 R の OBJ FOCUS COARSE つまみ(茶)および FINE つまみ (茶)で焦点を合わせる³⁶。
- 5. (任意)

低倍率(X10K以下)の場合は、Image Wobblerを用いて焦点合わせをすることもできる。

- ▶ 操作盤 R の Image Wobb X ボタンを押す。
- ビームが振動し、像が二重になるので、操作盤RのOBJFOCUS COARSEつまみ(茶)およびFINEつまみ(茶)で焦点を合わせる。
- ▶ Image Wobb X ボタンを押し、Image Wobbler を解除する。

【CCD カメラでの撮影】

- 1. 小蛍光板での焦点合わせを行う³⁷。
- 2. 試料を移動し、大蛍光板上の撮影範囲マーカーを参考に構図を決める³⁸。
- 3. 操作盤LのBRIGHTNESSつまみ(青)でCurr.Density³⁹が75 pA/cm2程度になるようにする⁴⁰。
- 4. 前面ガラスにカバーをかぶせる。
- 5. TEM Center の画面左下の Bottom Mount Camera ウインドウの▶ボタンをクリックする⁴¹。
- 6. Bottom Mount Camera Live Image Viewer ウインドウが開き、像をリアルタイムで観察できる。
- 7. Bottom Mount Camera ウインドウの Search Mode をクリックする。

【Single 画像の撮影】⁴²

- 1. Bottom Mount Camera ウインドウの Exposure Mode タブから Single を選択する。
- Bottom Mount Camera ウインドウの●ボタン(赤)をクリックする。撮影画像のウインドウが開く、ファイルは自動的に保存される。

³⁶ Z 位置を合わせてあれば大まかに焦点は合っているので OBJ FOCUS COARSE つまみを使うことは通常不要である。CRS ボタンを押すと、OBJ FOCUS つまみの変化量を増加させることができる。CRS ボタンを押して FINE で焦点合わせしたのち、CRS を解除して FINE で精密に焦点合わせをするとよい。

³⁷ 蛍光板上で焦点あわせをすれば、CCD カメラでも焦点は合っている。

³⁸ 撮影範囲マーカーは厳密ではなく多少のずれがあるので、最終的には Live Image Viewer および Montage Preview で確認する。

³⁹ TEM Center の左にある TEM System Task Bar の Screen に表示される。

⁴⁰ 蛍光板上での電子線量と露出時間を一定にしておけば、撮影ごとの露出はほぼ同一となる。

⁴¹ 蛍光板が起き上がり、電子線が CCD カメラに届くようになる。

⁴² Single 画像(1,024 x 1,024 pixels)では画素数が不足するので、基本的に 2 x 2 の Montage 撮影を常用することを お勧めする。

【Montage 画像の撮影】⁴³

- Bottom Mount Camera ウインドウの Exposure Mode タブから Montage を選択する。
- Bottom Mount Camera ウインドウの Exposure Mode リンクを クリックする。
- 希望するモンタージュ画像の枚数を Montage Area の Width、Height に入力する(図 17)。
- Bottom Mount Camera ウインドウの●ボタン(赤)をクリッ クする。Montage Image Viewer が開き、指定枚数の画像が 連続して撮影され、自動的に位置合わせが行われる。
- 位置合わせに問題がない場合は Save をクリックしてファイ ルを保存する。



図 17 Montage の設定

 位置合わせに失敗した場合は、Position タブの Manually Positioning にチェックをいれ、手動で画 像を移動して位置合わせをする。最後に Apply をクリックする⁴⁴。ファイルは自動保存される。

【コントラスト調整】45

通常は Histogram Viewer の Auto Adjust にチェック が入っており自動コントラスト調整される(図18)。 以下の手順により手動で調整することが可能であ る。

- Auto Adjust のチェックを外し、グラフ中の任意 の場所をダブルクリックする(図 19)⁴⁶。
- ヒストグラムの左端から右端をマウスでドラッ グする(図20、縦線)。あるいは、左下と右下 のボックスにヒストグラム端の輝度値を入力し て Set をクリックする(図20)。
- 3. 画像を閉じる際に変更を保存する。



図 18 自動コントラスト調整 (Auto Adjust)

⁴³ 広視野の高解像度画像を得るため、複数画像を撮影し自動位置合わせを行い、1枚の画像とする機能である。 ⁴⁴ 後から位置合わせをやり直すことも可能。しかし、Montage Image Viewer の File タブよりファイルを指定する

とエラーが発生する。その場合、関連するファイルとフォルダを TEM Images フォルダに移動させてからファ イルを指定するとうまくいく。

⁴⁵ TIFF ファイルを ImageJ や Photoshop などの画像処理ソフトで調整することも可能。

⁴⁶ Auto Adjust を解除しダブルクリックすることにより、横軸の値がフルレンジ(3-4095)となる。最低値は0の はずであるが、なぜ3になるのかは不明。



図19フルレンジを表示させた場合

図 20 手動でのコントラスト調整

10. 試料の交換および終了方法

【試料を交換する場合】

- 1. 『2.試料の導入・取り出し』の【試料ホルダの取り出し】に従って、試料を取り出す。
- 2. ホルダに新しいグリッドを装填する。
- 3. 【試料ホルダの挿入】に従って、Specimen Quick Change Holder (EM-11210SQCH)を挿入する。
- 4. 【電子線の発生】以降の操作で観察する。

【撮影画像の取扱い】

使用終了後は TEM Images フォルダ内の全てのファイルを User Images フォルダ内の利用者各自のフ ォルダに移動する。

- 1. デスクトップ上の Shortcut to TEM Images をダブルクリックすると、撮影された画像が保存され たフォルダが開く。
- 2. デスクトップ上の Shortcut to User Images をダブルクリックし、自分のフォルダを作成する。
- 3. TEM Images フォルダのファイルを自分のフォルダに移動し、TEM Images フォルダを空にする。
- 管理担当者はトラブルによるデータ紛失の責任を負わないので、各自で USB メモリ等を利用してデータをバックアップすること(ウイルスチェック済みの物を使うこと)。

【終了方法】

- 1. 『2.試料の導入・取り出し』の【試料ホルダの取り出し】に従って、試料を取り出す。
- 2. 【試料ホルダの挿入】に従って、Specimen Quick Change Holder (EM-11210SQCH)を挿入する。
- 3. TEM Center の Bottom Mount Camera ウインドウの■ボタンをクリックし、蛍光板を下げる。
- TEM Center の Beam Controller for JEM Administrator ウインドウの HT Voltage の OFF ボタンをク リックして加速電圧を停止する。
- 5. TEM Center の Beam Controller for JEM Administrator ウインドウの HT Voltage Target の値を 80kV に下げる。
- 6. 窒素ガスボンベの元栓が閉じていることを確認する。
- 7. 液晶モニタの電源ボタンを押して画面を消す。

<u>TEM Center および Windows OS は終了させないこと。</u>

11. 電子線を見失った時⁴⁷

【フィラメントの確認】

- 1. 加速電圧が印加状態で Filament の OFF ボタンをクリックし、Beam Current の値を確認する。
- 2. 『3 電子線の発生』に従って、電子線を発生させる。
- 3. Beam Current の値が上昇すれば、フィラメントは断線しておらず、電子線が発生している。
- 4. Beam Current の値が上昇しない場合、ソフトウェアの問題の可能性があるので、TEM Center お よび Windows を再起動してみる。
- 5. Filamentの ON ボタンがクリックできない状態(Beam Not Ready)になっている場合、試料棒が 正しく装着されていない場合があるので確認する。
 - ▶ 試料を出し入れしてみる。
 - ▶ 試料ホルダの持ち手の部分に付いているハネがゴニオに挿入されているか確認する。

【物理的に電子線を遮る可能性のあるものを外す】

- 1. 試料棒をまっすぐ止まるまで引き出し、反時計方向に大きく回し、手を離す48。
- 2. 対物絞り、制限視野絞りが入っている場合は、電子線通路から外す。

【電子線を探す】49

- 1. 操作盤 R の MAG1 ボタンを押す。
- 2. 操作盤 R の MAG/CAML つまみをまわして倍率を X5K とする。
- 3. 操作盤Lの SPOT SIZE つまみでスポットサイズを1にする。
- 4. 操作盤 R の F6 ボタンまたは操作盤 L の BRIGHT TILT ボタンを押す。
- 5. 操作盤LのNTRLボタンを押す⁵⁰。
- 6. 操作盤 R の F5 ボタンを押し、GUN Align を選択する。
- 7. TEM Center の Control から Wobbler を選ぶ。
- 8. Wobbler Controller ウインドウが開くので、Gun X をクリックする。
- 9. 操作盤Lの BRIGHTNESS つまみ(青)を回して電子線を見つける。
- 10. Wobbler Controller ウインドウの Gun X をクリックして解除する。
- 11. 【電子銃の軸合わせ】(13ページ)を行う。
- 12. 操作盤 R の F5 ボタンを押し、GUN Align を選択解除する。

⁴⁷ 電子線を見失った場合は、フィラメントが断線していないかを確認した後、物理的に電子線を遮る可能性のあ るもの(試料、絞り)を外し、電子線を探す。

⁴⁸ 試料が電子線通路から外れる。

⁴⁹フィラメントが断線しておらず電子線通路を遮るものもないにも関わらず電子線が見えない場合は、軸が大き くずれているので、以下の手順で電子線を探す。

⁵⁰集束レンズ第1偏向コイル、集束レンズ第2偏向コイルがリセットされる。