

## 使用時の注意

- **問題が発生した場合は**5号館1階 工業化学科 河合研究室（内線 5723）に**すぐ連絡**すること。
- 各研究室 **オペレーターとして許可された者のみ**が使用可能。その他の者が使用する場合必ずオペレーターの同伴が必要。（ルールを守らなかった場合、ペナルティ有）
- 基本的な操作は本マニュアルを利用し、講習テキストは参考程度にすること。
- データの保存は **DVD** で行う（USBの使用厳禁）。DVD RW 推奨。またデータ量が大きいため、PC内のデータは2か月に一回、消去を行うこと。
- その他、分からないことは、河合研に要相談。

## I 起動～サンプルセット

1. 日誌チェック
2. ACD 液体窒素タンクに液体窒素補充する（800 mL 8h）
3. C2 絞りが1、対物絞りと制限視野絞りが0（左に回しても動かない位置）にあることを確認する。
4. 本体後ろの真空度計をチェックし真空度を日誌に記入する。（ $2.5 \times 10^{-5}$ 以下であることを確認する。）
5. 窒素バルブを開ける。
6. 二台のモニターの電源を入れる。
7. 左モニター **valve status**（鏡筒の絵が描いてある方）右側中段以外の4つがすべて **Evac Ready** になっていることを確認する。（3段目は **Evac Ready** になっていない。）
8. 左モニター High Voltage Control 画面（モニター左側）HT の値が 160kV, Beam current の値が  $0 \mu\text{A}$  であることを確認し、**HT** を Down/Up で 120kV に設定し ON をクリック。
9. 120keV になったら（HT status が ON になっている。）、**Auto HT** で target を 160 kV、Step 0.5 kV、Time/Step 2sec にして **Start** をクリック。（2.7分）
10. HT が 160 kV, Beam current が約  $81.1 \mu\text{A}$  になったら、target を 200 kV、Step 0.1 kV、Time/Step 3sec にして **Start** をクリック。（20分）
11. 資料セット、TEM 左においてある真空乾燥機の **EVAC/VENT**（緑に点灯）を押す。緑のボタンが点灯してしばらくすると止まるので、そこで試料棒を引き抜く（試料棒は試料台に乗せる）。
12. サンプルを試料棒にセット（**セット方法は操作講習テキスト参照**）
13. 試料棒を TEM 本体に差し込む。奥までいったら Air→Pomp にし、黄色のランプが点灯するのを確認する（この時ポンプが作動する音が聞こえるまで手を離さない）。
14. Pomp **緑色のランプが点灯**かつ valve status 画面（モニター右側）中段（Specimen/PI4）が **Evac→Evac Ready** になったら試料棒を回し一段入れる。そのままさらに試料棒を回し一番奥まで入れる（試料棒が引っ張られるのでゆっくり入れるようにする）。
15. HT が 200 kV になったら Beam current の値を記録する。
16. 本体左パネルにある BEAM スイッチ（or モニター左 **Firament**）の ON をクリック）を押す（動作が終了すると蛍光版に光が見える）。

## II 軸調整

1. 右パネル MAG2→LOW MAG にして観察ポイントを探し、LOW MAG→MAG1 にする（試料の観察は基本

的にすべて MAG1 で行う)。

2. 倍率を 50k にする (右パネル MAG/CAM ダイアルを時計回し)。
3. BRIGHTNESS ダイアルを回し光が同心円状になっているか確認する。
4. 光が同心円状でない場合 C2 絞りで同心円状にする。
5. 適当な資料を見つけ右パネル STD FOCUS を押す。その後 IMAGEWOBB X,Y を押し、 $\Delta Z$ ,  $\nabla Z$  で像が動かない位置まで調節する。
6. TEM の操作に不慣れな人はやらなくても良い。右パネル HT WOBB (IMAGE WOBB Y に右) を押し、左パネル BRIGHT TILT を押して DEF/STIG X (左パネル), Y (右パネル) で電流中心を合わせる (像が奥から手前にくるように映れば良い)。
7. 軸調整で光が見えなくなった場合 (できる限りこの状態にしない!!) 左モニターツールバー Maintenance (右から 4 番目) をクリック → Alignment (1 番上) をクリック → Alignment Panel for Maintenance が表示される。右下 Load Alignment File... をクリック条件が 200kV のものを開く。

### III. 像観察～CCD 観察

1. LOW MAG にして観察ポイントを探し、LOW MAG → MAG1 にして観察したい像を探す。
2. 観察したい像が見つかったら、BRIGHTNESS ダイアルで光を広げ、蛍光版全体に広がるようにし、蓋をしめる。
3. 右モニター Gatan Digital Micrograph をダブルクリック。起動するのを待つ。画面右、Camera View の Camera が Orius SC200D 2 であることを確認 (1 の場合は 2 にする)。
4. Start View を押す (CCD カメラが起動し、像が映し出される)。
5. 右パネル OBJ FOCUS を使って像の焦点を合わせる (左ダイアル: 細かい調整、右ダイアル: 粗い調整)。
6. Intensity ゲージが緑の位置かつ最も左あたりになるように BRIGHTNESS ダイアルで調節する。
7. Camera Acquire の Start Acquire をクリックして写真を撮影する。5～7 の動作を繰り返して試料観察を行う。
8. CCD カメラ観察をやめる場合は、Stop View をクリックし Camera Inserted のチェックを外す。
9. 高分解で観察を行う場合 (150k 以下では起動してはいけない)。Orius SC200D 2 → Orius SC1000A 1 を選択する。右パネルにある F1 を押して蛍光版を開く (CCD 観察をやめるときも F1 を押す)。3～8 と同様にして試料観察を行う。
10. より鮮明な画像を残したい場合 (1 度講習を受けたもののみ利用可)。ツールバー右から 2 番目の Camera を選択。Prepare Gain Reference をクリック。何も変更せず表示されるものすべてに OK をクリック。Intensity を調節するよう指示が表示されるので、緑のゲージ中央になるように調節し次へ。すべて終わると設定前の状態に戻る。

### IV 試料交換

1. Gatan Digital Micrograph の CCD カメラが停止していることを確認 (Start View が表示され、Camera Inserted のチェックが外れた状態)。
2. 左パネルの BEAM を押す (or モニター左 Firament の ON をクリックする)。(切れるまで待つ)。
3. 左モニター、倍率を  $\times 50k$  にする。
4. 画面左側の Stage Neutral をダブルクリック (ステージが中心に戻る)。
5. 試料棒を引き抜く (引けなくなるところまで引く → 回せなくなるところまで試料棒を回す → 引けなくなるところまで引く → 回せなくなるところまで回す → Pomp → Air にする。窒素メーターが動き、0 に戻ったら試料棒を引き抜く。(講習テキスト参照))
6. 以下、I サンプルセットと同じ。サンプルを試料棒にセット (セット方法は講習テキスト参照)
7. 試料棒を TEM 本体に差し込む。奥までいったら Air → Pomp にする

8. Pomp 緑色のランプが点灯かつ valve status 中段が Evac→Evac Ready になったら試料棒を回し一段入れる。  
そのままさらに試料棒を回し一番奥まで入れる（試料棒が引っ張られるのでゆっくり入れるようにする）。
9. 本体左パネルにある BEAM スイッチを押す。
10. II 軸調整に戻り、試料観察を行う。

#### V 終了動作

1. Gatan Digital Micrograph の CCD カメラが停止していることを確認（Start View が表示され、Camera Inserted のチェックが外れた状態）。カメラを Orius SC200D 2 に戻す。
2. 左パネルの BEAM を押す（or モニター左 Firament の ON をクリックする）。(切れるまで待つ)。
3. 左モニター、倍率を×50k にする。
4. 画面右上 Stage Neutral をダブルクリック→Stage を中心に戻す。
5. 試料棒を取り出す。（IV 試料交換参照）
6. 試料棒を真空乾燥機に入れる。（電源は切らない）
7. 本体後ろの真空度を確認し、記録する。
8. High Voltage Control 画面 **Auto HT** で Target200→160 step1keV Time/Step1sec に設定し Start をクリック(42 秒)。
9. HT が 160 keV になったら HT の Off をクリック（Beam current が 0  $\mu$  A になる。）
10. ACD ヒーターを ACD にセット、**Mentnance**→**ACD&bake**→**ACDHeat** ON（約 2 時間）
11. Valve Status 画面（モニター右側）、中段(PI4)以外の 4 つが EVAC RAEDY であることを確認。
12. 試料棒の代わりに真空乾燥機のキャップを TEM 本体に差し込む。
13. 2 台のモニターの電源を切る。
14. 窒素バルブを閉め、日誌の記入を済ませたら終了。