

2014/12/11更新

# 走査電子顕微鏡(SEM) 簡易マニュアル

光電子分光分析研究室

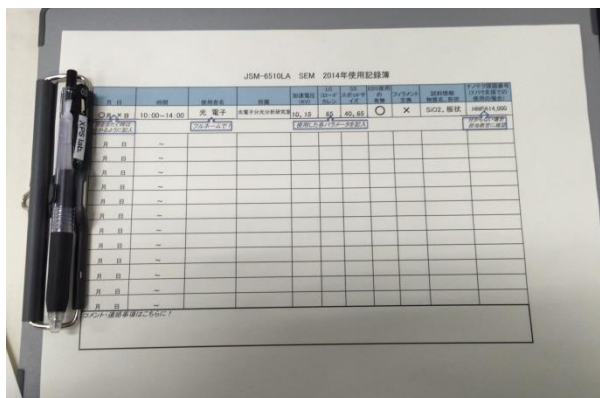
連絡先 坂入正敏 内線7111  
鈴木啓太 内線6882

# 装置使用前に

以下のルールを守って下さい

- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁です。ゴミはきちんと片づける
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐにスタッフに連絡
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物を勝手に持ち出したり、無くしたりしない
- 貴重品の管理は各自でお願いします。長時間部屋から抜ける場合などは、研究室の施錠も各自で行う事
- ステージの移動操作時、各装置のステージ位置稼働制限を守りましょう。動かし過ぎると試料が検出器にぶつかり、故障します
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータなどを変更した場合、装置使用後に必ず設定を元に戻す
- 分析装置PCに直接自分のUSBなど記録メディアを差し込まない。当研究室専用のUSBを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す事
- 分析室内に導入するものは全て素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する事
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。予約時間からずれ込む場合は予約を事前に変更して下さい
- 深夜早朝祝休日に使用する場合、使用中のトラブルは全て貴研究室の責任で対応。また学生は、装置利用について自分の指導教官に知らせておく事。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 初めて使う方は事前にスタッフに連絡を取って、講習を受けて下さい
- ガスの出やすい試料、大きすぎる試料、壊れやすい試料など、分析室真空度を劣化させる試料を勝手に入れない。心配な試料は事前にスタッフにご連絡下さい

# 装置使用の前に



使用記録簿に名前や開始時刻等を記入。使用後に終了時刻やパラメータを記入

予約時間とずれ込む場合は必ず先に予約を変更して下さい

装置PC・SEMソフトウェアは常時立ち上げたままになっています

使用時はディスプレイの電源をつけて下さい

データについては各自で管理して下さい。装置PC・解析用PC内に置かれているデータの保障は致しません

データの取り出しはデータ移動用USBを使い、装置PCからEDS解析用PCに経由させてから各自の記録メディアに保存して下さい

**装置PCに各自のUSBを差し込む事は禁止です**

EDS解析用PCには、EDSソフトの「Analysis Station」がインストールされています

ご自由にお使い下さい



XPS・EDS解析用PC

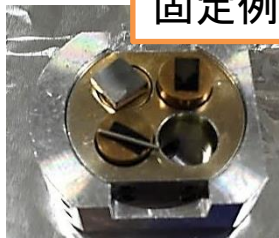
# 試料の準備



SEMホルダー(大と小)

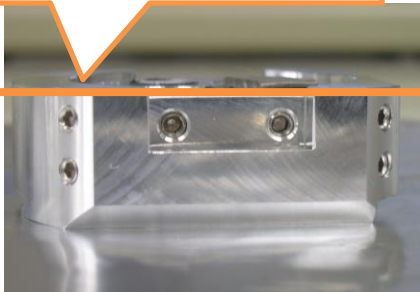


各種試料台



固定例

ホルダーの高さと一致



接着材類

## 試料を試料台に固定します

SEM boxに必要なものは入っています。カーボンテープやカーボンペーストなどの用意があります

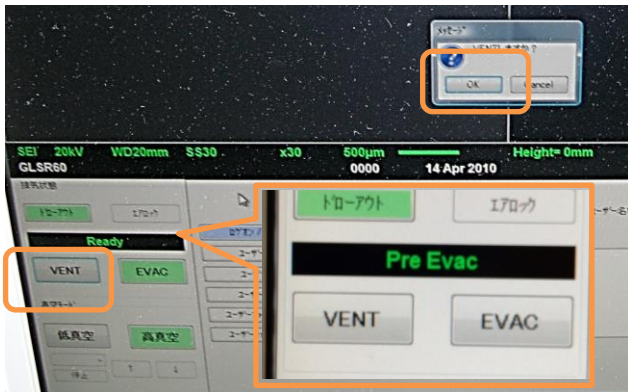
チャンバー内に入れるものは素手で触らない

SEMホルダーは大(32mmΦ×10mmh)と小(10mmΦ×10mmh)あり、試料台も数種類用意があります。試料台を六角ネジでホルダーに固定します

- ✓ 試料はホルダーから大きくはみ出さない
- ✓ 試料の高さをホルダーの高さとほぼ一致させる
- ✓ 試料がチャンバー内で動く事がないようしっかり固定
- ✓ チャンバー内を汚すような試料は入れない
- ✓ ブロワーを良くかけてからチャンバーに入れる

試料のサイズや固定法について疑問があればスタッフにご相談下さい

# 試料の導入



チャンバーを大気圧に戻します

SEMソフトウェアで**VENT**をクリック後、OKをクリック

VENTボタンの上の黒い表示部でチャンバー内の状態をお知らせします

チャンバーの扉を開ける前に、ステージ位置を**必ず確認**

- ✓ Z軸: 20mm以上
- ✓ X・Y軸: 20mm近辺
- ✓ Rotation・Tilt: 0°

ステージ位置の移動について以下の事は**禁止**です

- ✓ Z軸: 10mm未満
- ✓ Tilt: 30° を超える

ステージ位置確認後、扉の両側にある取っ手に両手をかけて、扉を開けます





# 試料の導入

## ホルダーをステージに固定します

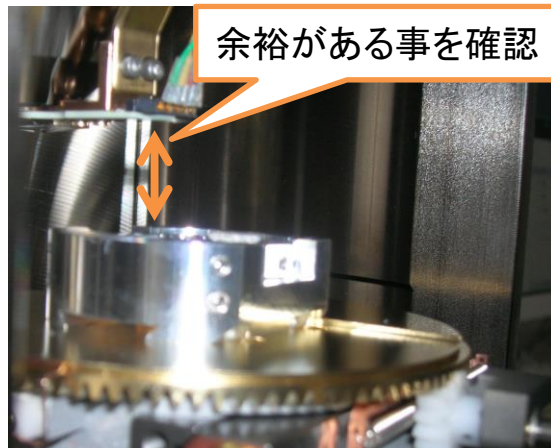
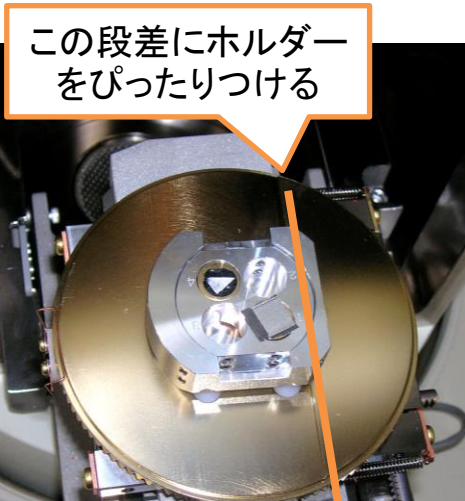
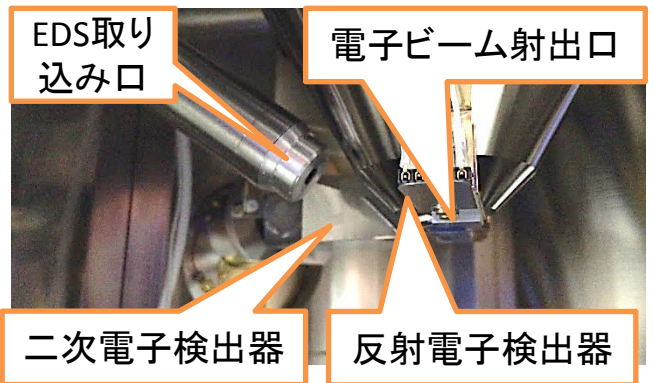
左側からホルダーを滑らせて、ホルダー裏側の溝にステージ中心にある円形の凸部を差し込みます

ステージの段差のところにくっつくまでホルダーを差し込みます

チャンバー内の各検出器に試料がぶつからないのを確認し、チャンバーの扉を閉めます

ソフトウェアでEVACをクリック、OKをクリックして真空中に引き直します

引き始めは扉を手で押さえて下さい

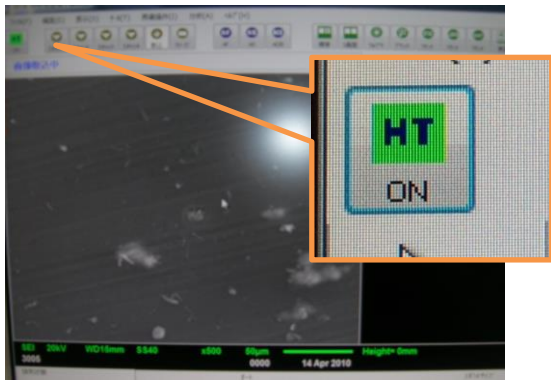


# 試料の観察



チャンバーの状態が「Ready」に切り替わったら観察可能です

ソフトウェア左上の「HT」をクリックしてOnにするとSEM像が映ります



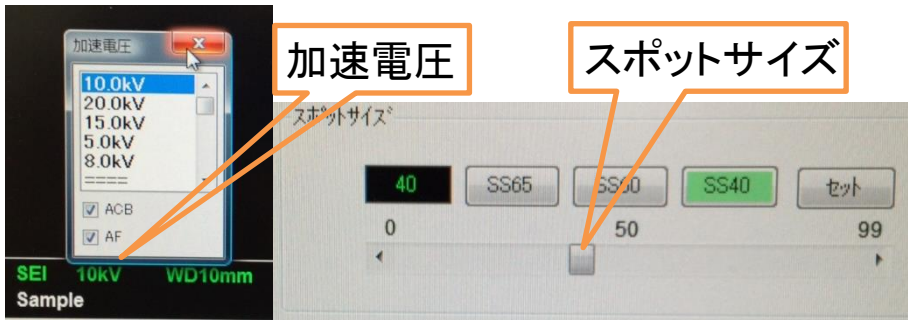
次に電子銃の条件を設定します

加速電圧: 0.5kV~30.0kV

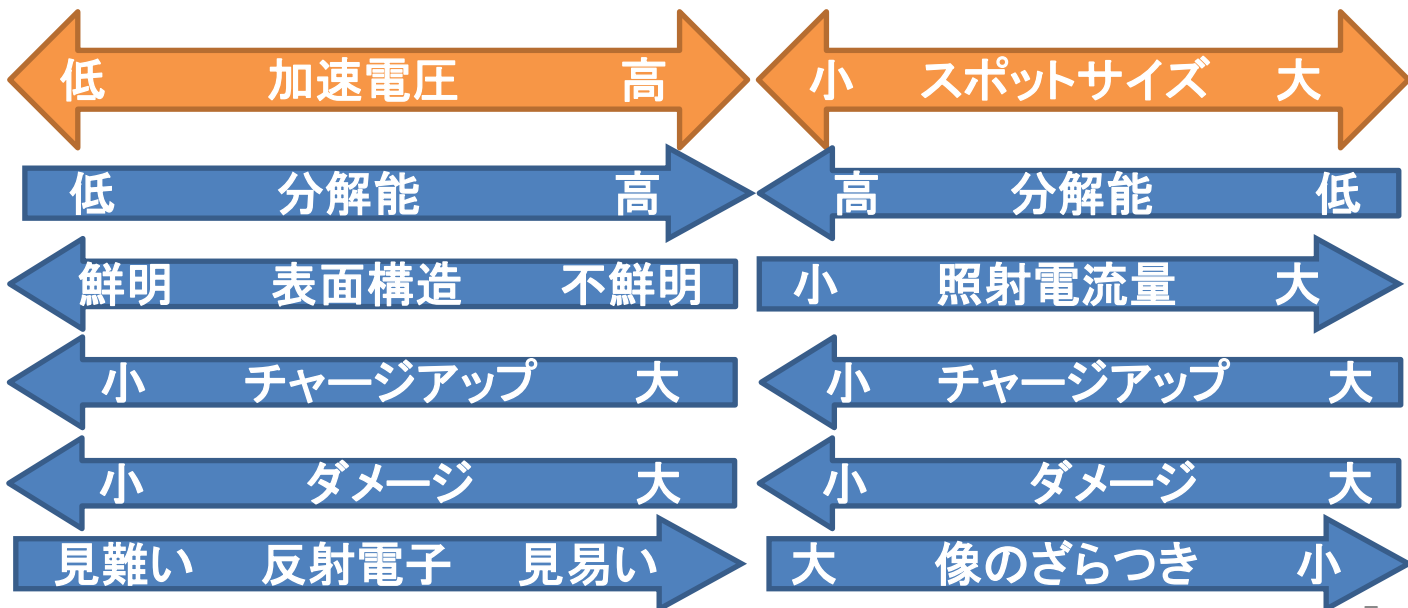
スポットサイズ(SS): 0~99

通常の観察では加速電圧10kV、SS40が最適です

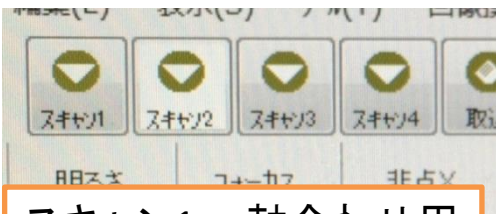
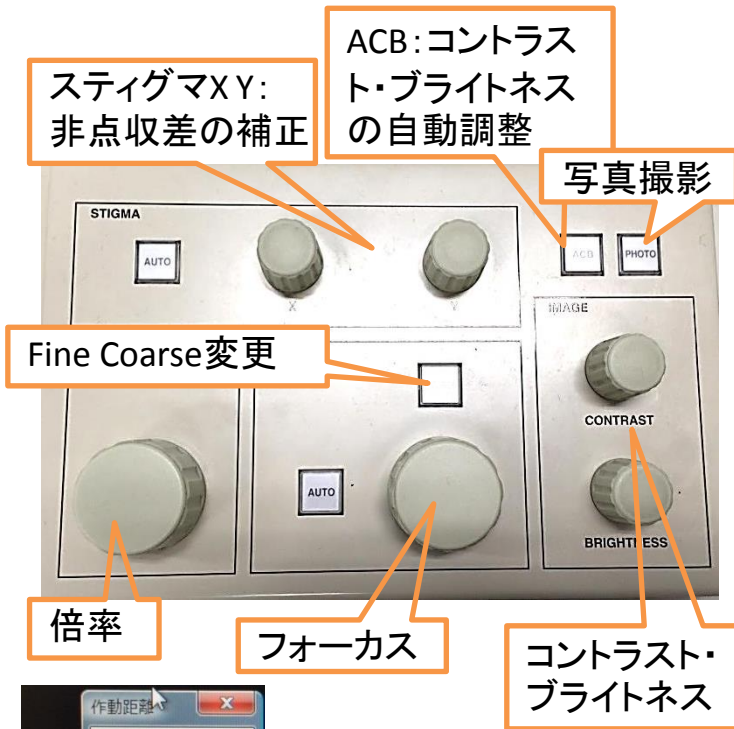
EDS分析時は20kV、SS65を推奨します



電子銃の条件とその効果については以下の通りです



# 試料の観察



スキャン1: 軸合わせ用  
スキャン2: 位置探し用  
スキャン3: 輝度調整用  
スキャン4: 写真撮影用  
使い分けて下さい

倍率を下げて、ステージ位置(X,Y軸)を観察対象のところへ移動させます

画が出ない場合はACBを押すorスキャン2番をクリック

WD(焦点距離)を10mmに設定し、そのWDに合うようにステージZ軸を調節します

WDは10mm以上であれば好きに変更して下さい。EDS分析時はWD=10mm指定です

WDを大きくすると焦点深度が大きくなり、高低差のある場所でも全体のピントが合いやすくなります。ただし分解能が下がります

試料のホルダーの高さが一致していれば、**ステージのZ軸を10mm**で像のピントが合います

試料がホルダーの高さから少し出ている場合は、

**Z = 10mm + 「はみ出た距離」**に合わせるとピントが合います

適当なスキャンモードでフォーカスつまみを回してピントをさらに合わせて像を観察

ピントを合わせた時にWDの値が10mmからずれている場合、Zの調整が甘いです。WD=10mmに設定し直しもう一度Z軸を調整



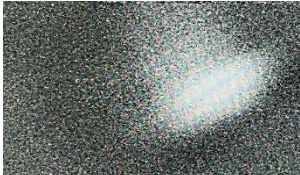
# 軸合わせ

WD設定、Z軸調整、フォーカス調整後、さらに倍率を上げて観察する場合はスティグマの調整・対物絞りの調整を行います

倍率5000倍以上はスティグマ調整必須  
数万倍で観察する場合は対物絞り調整  
ビームの条件を変えた場合も対物絞り確認  
スキャン1で見やすい対象を観察しながら調整  
撮影倍率の倍の倍率までズームし、各種調整を行う



非点収差なし



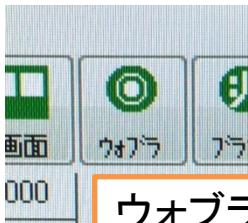
非点収差あり



## ・スティグマ調整方法

スティグマがずれていると像がピンボケした時にぼやけ方に異方性が出てきます(非点収差)。ぼやけ方が真円状になるようX・Yつまみを調整

周期的にデフォーカスを行う「ウォブラ」を使うと分かりやすい



ウォブラ

## ・対物絞り調整方法

スティグマの調整後、「ウォブラ」をクリックし、周期的に観察場所がずれるか確認(周期的にボヤける事とは別に)。ずれてたら対物絞りがビーム軸からずれています

「ウォブラ」を確認しながら絞りX・Y軸を調整して観察場所がずれないようにします

調整後、再度フォーカス・スティグマを調整する



対物絞りX・Y軸

# 写真撮影



## コントラスト・ブライトネスの調整を行ってから写真撮影します

ACBだけでもいいですが、自分で調整しましょう。真っ白&真っ黒な部分を出来るだけ無くすように調整

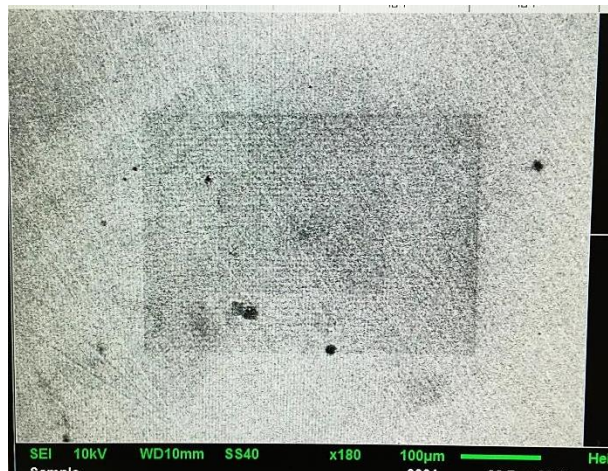
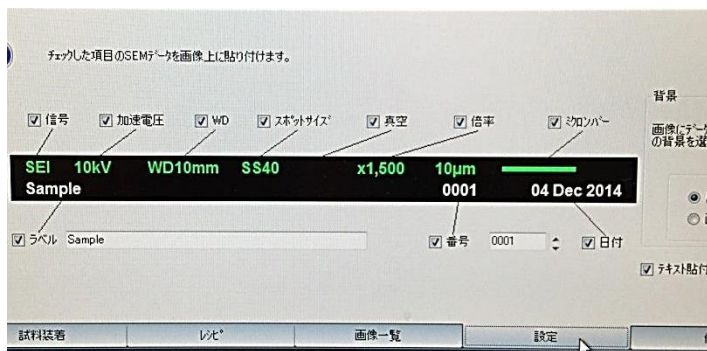
写真を撮る時は「取込」をクリックか、「Photo」ボタンを押します

スキャン4が始まり、最後までスキャンすると画像保存が出来ます。スケールバーなどの情報を画像下に付記する場合は「テキスト貼付」に☑をつけます



付記する情報の内容を変更したい場合はソフトウェア下の「設定」タブを選択

チャージアップがしやすい試料の場合はスキャン2、スキャン3で撮ると上手く行く事があります。その場合はスキャンモード選択後、「フリーズ」をクリックします

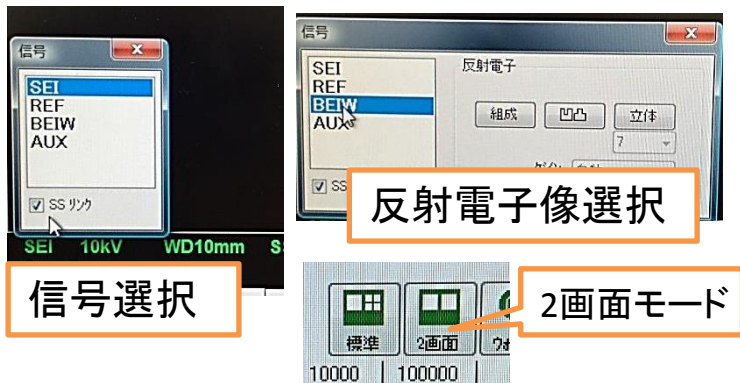


スキャン範囲を引いて見た時、ビームが焼き付いたような跡が見える事があります。ビーム照射によって試料中のコンタミ(汚染物質)がビーム照射範囲に付着した為に暗く見えます。このようなコンタミが出来るだけで付着しないよう、試料は清浄に保ってください。像を撮る上でも跡が付くだけでなくピントも合わせにくくなります

- ビームの出力を下げる
  - 軸合わせ作業を写真撮影したい場所から離れて行う
- などでコンタミがあってもある程度影響を防げます



# 反射電子像観察



信号選択

反射電子像選択

2画面モード

このSEMでは二次電子像 (SEI) の他、反射電子検出器による組成像 (COMPO)、凹凸像 (TOPO)、立体像 (COMPO+TOPO) を観察出来ます

変更する場合は左画のように信号を選択

反射電子像を見る場合は高電圧・高電流推奨



COMPO像: 深いところにある重い粒子が見える。表面のコンタミ (黒いシミ) が見えなくなった

SEI⇒COMPO



TOPO像: 画面右の粒と画面左の穴らしきものでコントラストが逆転している

SEI⇒TOPO

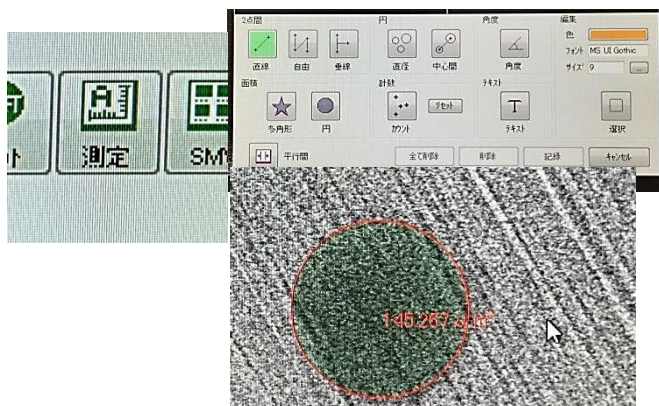
## • 二次電子像

SEIのコントラストはビームの試料表面に対する入射角やエッジ効果によってつけられる為、主に形状が反映された像になる。表面敏感で帯電に弱い。表面から数nmレベルの情報

## • 反射電子像

COMPO像では表面の組成がコントラストに反映される。重い場所が明るく、軽い場所が暗い。TOPO像では画面の右側からライトで照らされたような陰影が付く為、表面の凹凸がはっきりと判断出来る。立体像はCOMPOとTOPO像の重ね合わせ。結晶性試料の場合は結晶方位の違いがコントラストに反映される。表面からかなり深い領域( $\mu\text{m}$ オーダー)までの信号が出てくる

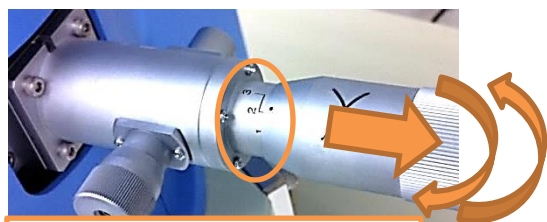
# その他のSEMの機能



「測定」アイコンをクリックすると各種の測長が可能です



「標準モード」の時、画面右の4つの窓に画像のスナップショットを一時保存しておく事が出来ます



「対物絞りの絞り径」を変更する事が出来ます。小さい番号順に絞り径が小さくなり、より細かいスポットサイズに変更出来ます

終了時、元に戻して下さい。通常2番

引き抜いてから回す

## その他アイコン類

### • ブランク

ビームをずらして試料に照射させません。席を外す時に

### • STIGリセット

スティグマXYの初期化をします。調整で良く分からなくなった時に

### • LENSリセット

対物レンズのヒステリシスを消磁します。使い始めに一度クリックして下さい

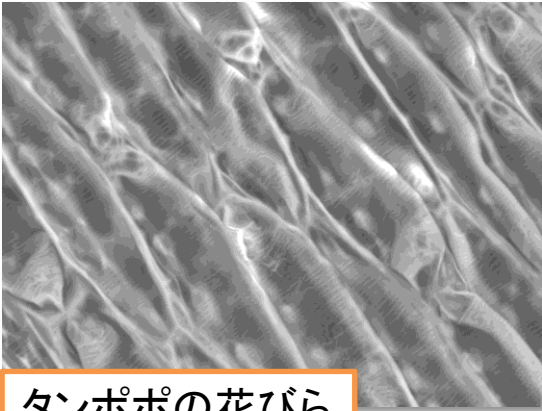
### • SHIFTリセット

10μm程度、SEI上でマウสดラッグで観察位置を移動出来ます。そのシフトの初期化です。EDSで使う時があります





# 低真空モード

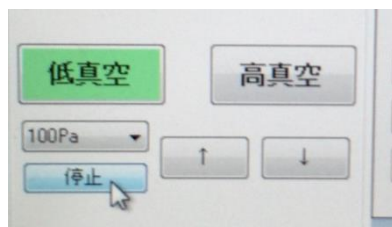
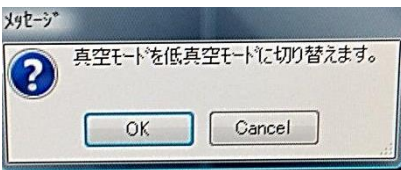


タンポポの花びら

この装置では分析室を低真空状態(30Pa~270Pa)にして、観察・分析する機能があります

この機能を使うと生物試料・含水試料などを化学的固定の前処理なく観察・分析が出来ます。また、導電性のない試料でも蒸着などなしで観察・分析が出来ます

低真空モードを利用する場合は必ずご相談下さい



なお、低真空モードでは観察は**反射電子像のみ**が可能です

試料を装置に入れる前に予め、真空モードを「**低真空**」に切り替えます

その状態で**VENT**して、試料を装置に導入し、**EVAC**で真空に引きます

**低真空用試料を高真空で引かない事！**

**ガスが多量に出て装置が壊れます！**

真空度はある程度調整が出来ます

(30Pa~270Pa)

変更する場合はPa数選択後、「**開始**」をクリック。しばらく待ちます

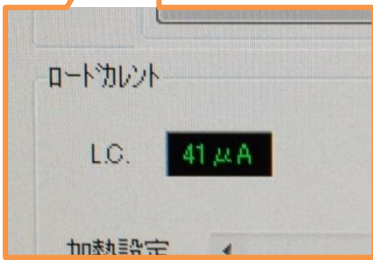
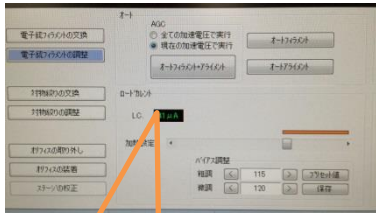
Readyが点灯したらあとの観察はSEMと一緒にです

**終了時はEVAC後、必ず高真空モードに切り替えてチャンバーの真空を引いて終わって下さい**

# 終了手順



- EDS利用時  
プロジェクトを保存し、Analysis Stationを終了  
EDSの電源をOff



- 変更したパラメータ類(加速電圧、スポットサイズ、WD、対物絞り番号など)を元に戻す
- HTをOff(ロードカレントの値を確認)
- ステージの位置をホルダー導入時と同じにする
  - ✓ Z軸: 20mm以上
  - ✓ X・Y軸: 20mm近辺
  - ✓ Rotation・Tilt: 0°
- VENTボタンを押してチャンバーを大気圧に戻す
- 扉を開けてホルダーを回収
- 扉を閉めてEVACボタンを押し、チャンバーの真空を引く(低真空モード利用時は、真空を引いてから高真空モードに切り替え)
- 試料回収。ホルダーは洗浄後、SEM boxへ
- データ回収後(データ移動用USBのみ利用)、ディスプレイOff
- 使用記録簿記入

## 試料交換の場合

- HTをoff
- ステージ位置を元に戻す
  - ✓ Z軸: 20mm以上
  - ✓ X・Y軸: 20mm近辺
  - ✓ Rotation・Tilt: 0°
- VENTボタンでチャンバーを大気圧に戻す
- 扉を開けてホルダー回収
- 扉を閉めてから試料交換
- 再度試料導入から