

2020/3/2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

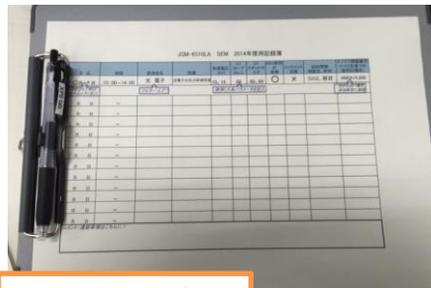
連絡先 坂入正敏 内線7111
鈴木啓太 内線6882

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
- 装置の故障・不具合を見つけたらすぐに職員に連絡する
- 装置を乱暴に扱わない
- 一人で装置を使用する者は必ず職員から初回講習を受ける
- 研究室の物を勝手に持ち出さない
- 貴重品の管理は各自です
- ステージ位置の移動制限を守る。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類を変更した場合、後で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。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
- 真空チャンバー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
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用する。予約のキャンセルは前日までに行う
- 深夜早朝祝休日に使用してトラブルがあった場合、研究室入口ドアの横の緊急連絡先まで連絡し、職員の指示を仰ぐ
- 装置使用中の故障・トラブルは全て貴研究室が責任を負う事
- 学生は装置利用について自分の指導教官に必ず知らせておく
- 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職員に相談する

装置使用の前に



使用記録簿

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使用したパラメータを記入。予約した時間通りに使用して下さい



SEMアイコン

SEM-PC(テーブル下)

装置PCは毎回シャットダウンです。装置PC及びディスプレイの電源ボタンを押します。Windowsのデスクトップ上で**SEMメインメニュー**をダブルクリックしてSEMソフトウェアを立ち上げます。EDSを使用する場合はEDSソフトウェアを立ち上げる**10分前**までに**EDS冷却電源**をOnにします



EDS冷却電源



データ移動用USB

データ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**に經由させて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

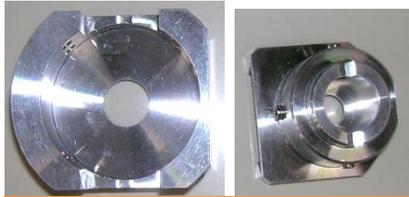


EDS解析用PC

EDS解析用PC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

試料の準備

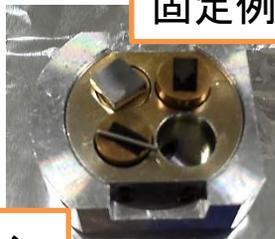
試料を試料台に固定します



SEMホルダー(大と小)



各種試料台



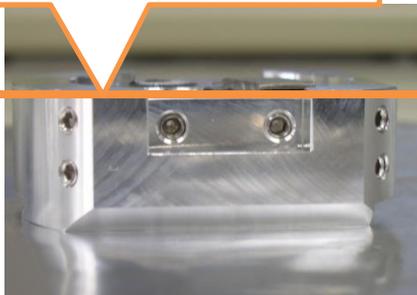
固定例

SEM boxにホルダー類が入っています。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**

ホルダーは大(32mm Φ ×10mmh)と小(10mm Φ ×10mmh)があり、試料台も数種類用意があります。試料を載せ、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同様に一致させる
- ✓ 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
- ✓ 粉体サンプルはカーボンテープなどに固定し、ブローアを十分にかけて固定出来ていない粉体を全て飛ばしてからチャンバーに入れる
- ✓ 複数試料を搭載する場合、全ての試料高さを一致させる

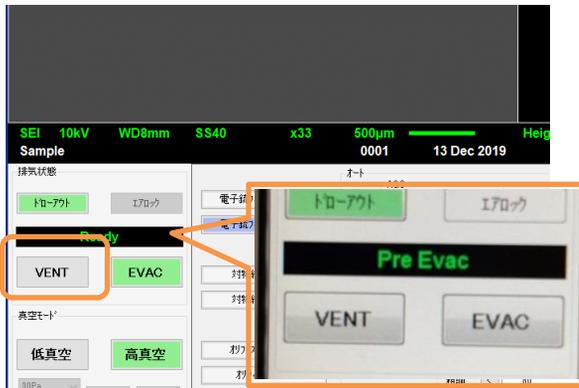
ホルダーの高さとサンプル表面の高さを一致



接着材類

試料サイズや固定法について疑問があれば、職員にご相談下さい

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：25mm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：20° or -5° を超える
(試料高さがホルダー高さと同じの場合。異なる場合はTilt操作しない事)



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

取っ手

試料の導入

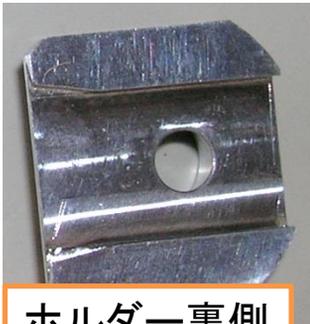
ホルダーをステージに固定します

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の円形凸部を差し込み、ステージの段差に当たる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事を目視確認し、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に引き直します

引き始めは扉を手でしっかり押さえて下さい



ホルダー裏側



凸部

ステージ



EDS取り込み口

電子ビーム射出口

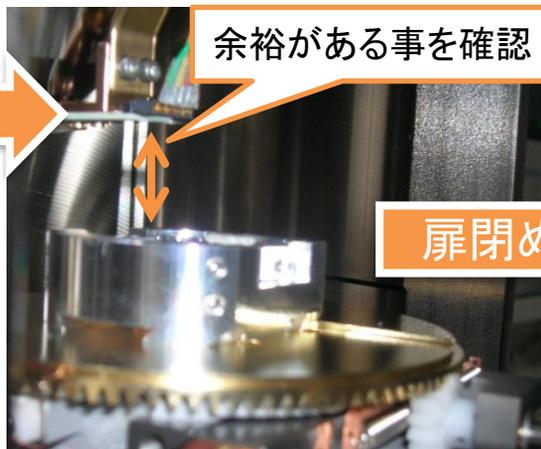
二次電子検出器

反射電子検出器

この段差にホルダーをぴったりつける



余裕がある事を確認



扉閉め



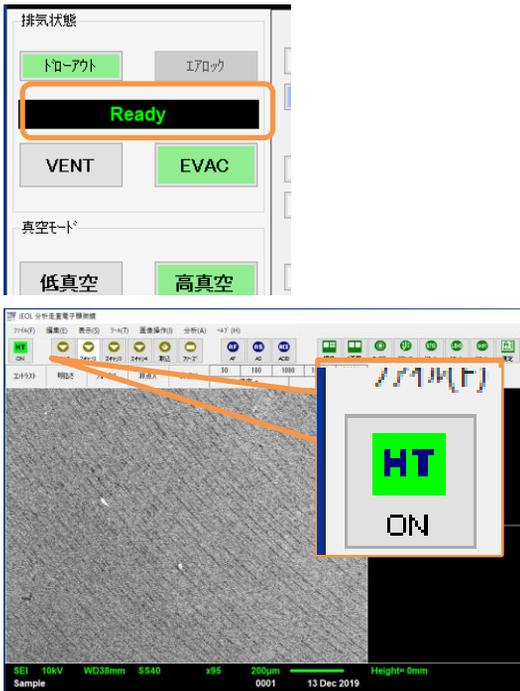
試料の観察

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

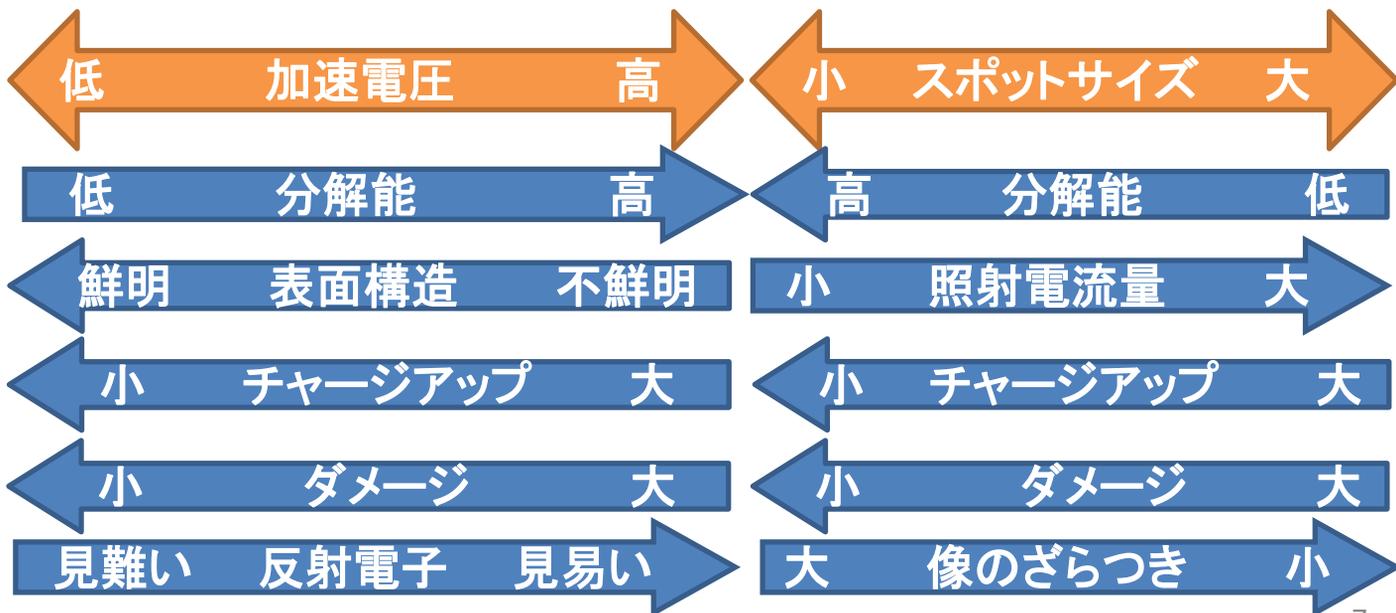
次に電子銃の条件を設定します

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を推奨します

EDS分析時は20kV、SS65が推奨値。比較的軽元素主体なら15kVが良いです



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

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or最低倍率に変更

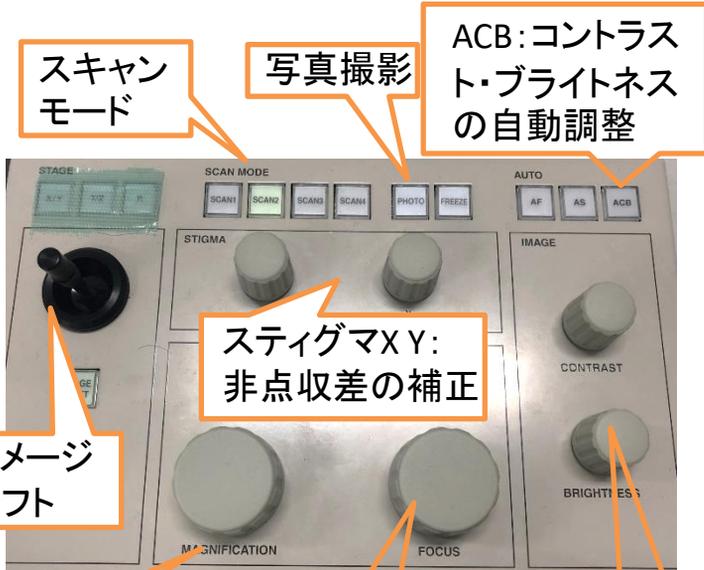
WD(焦点距離)を10mmに設定し、そのWDに試料表面の高さが合うようにステージZ軸を調節します

EDS分析時はWD=10mmに設定
低倍率で観察or凹凸の激しいサンプルの場合はWD=20mm以上を推奨

試料とホルダーの高さが一致している場合、ステージZ軸をWD値に合わせると像の焦点が合います。試料高さがホルダーよりも高い場合は、 $Z = WD + [はみ出た距離]$ に合わせると焦点が合います

スキャンモード1 or 2で観察し、フォーカスつまみを回してさらにピントを合わせて像を観察していきます

フォーカスつまみを回してピントを合わせた際に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軸を再調整



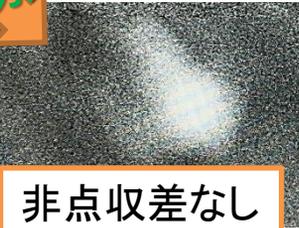
スキャン1: 軸合わせ用
スキャン2: 位置探し用
スキャン3: 輝度調整用
スキャン4: 写真撮影用
使い分けて下さい

軸合わせ

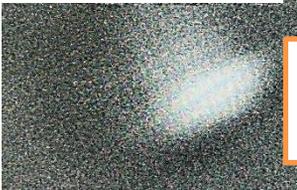
フォーカス調整後、さらに倍率を上げて観察する場合、スティグマ・対物絞りの調整を行います

倍率5000倍以上はスティグマ調整必須

対物絞り調整は電子線条件を変更した場合に行う
スキャン1で見やすい対象を観察しながら調整
撮影したい倍率の倍の倍率までズームし、各種調整を行った後に、撮影倍率に戻ると良いです



非点収差なし
丸くボヤける



非点収差あり
異方性のあるボケ



・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

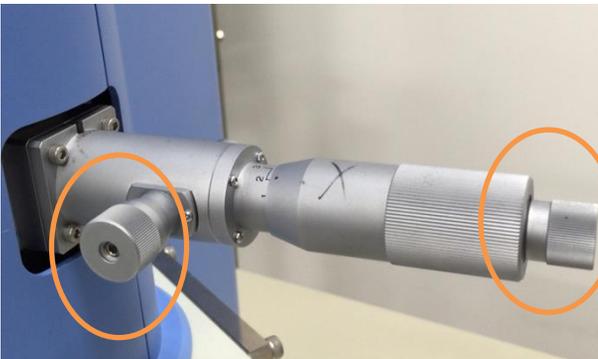
とにかくピントが合うようにスティグマX・Yつまみを回してみてください

・対物絞り調整方法

スティグマ調整後「**ウォブラ**」をクリックし、周期的に観察視野がずれているか確認しながら対物絞りX・Y軸を調整して観察視野が動かないようにします

回し過ぎに注意。ちょっとで良いです
明るくなる方向に回すと合いやすいです

調整後は再度フォーカス・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・ブライツネスの調整を行ってから写真撮影します

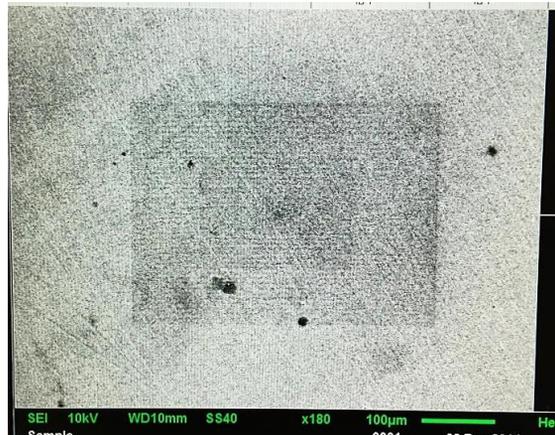
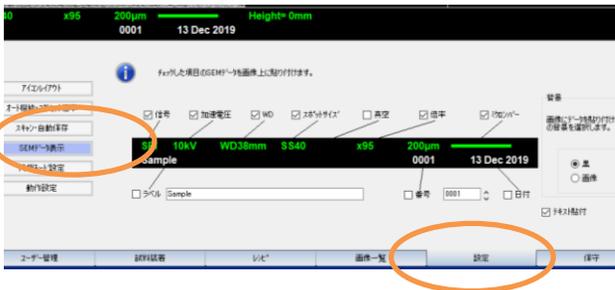
ACBだけでもいいですが、自分で調整しましょう。真っ白&真っ黒な部分を出来るだけ無くすように調整

写真を撮る時は「**取得**」をクリックか、「**Photo**」ボタンを押します。下までスキャンするとフリーズし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」タブの「SEMデータ表示」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付着しないよう、試料は清浄に保ってください。像を撮る際に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たり、軸合わせ作業を撮影したい場所から離れて行う事である程度コンタミの影響を防いで撮影出来ます



ソフトウェア下の「設定」タブを選択し、左の「スキャン・自動保存」でスキャンスピードの変更が行えます。スロースキャンだと帯電現象がキツイ、素早くたくさん写真と撮りたい、信号を加算して解像度を上げたい、などの場合に設定を調整して下さい

反射電子像観察(利用時)



反射電子像選択

2画面が便利



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。変更する場合は左図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

• 二次電子像

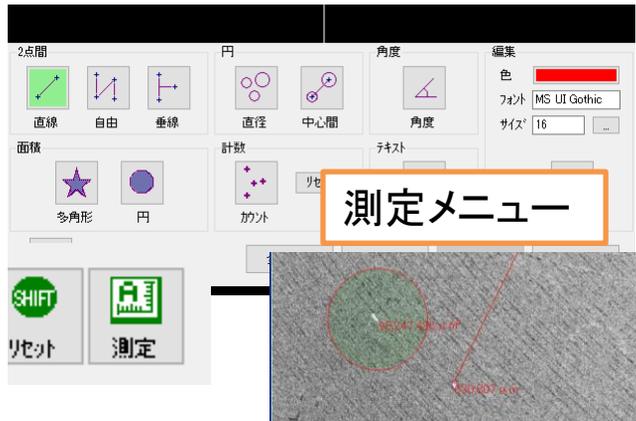
SEIのコントラストはビームの試料表面に対する入射角やエッジ効果によってつけられる為、主に形状が反映された像になる。表面敏感で帯電に弱い。表面から数nmレベルの情報

• 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、表面の凹凸が区別出来る。立体像はCOMPOとTOPO像の重ね合わせ。

他、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(μm オーダー)の信号を検出する

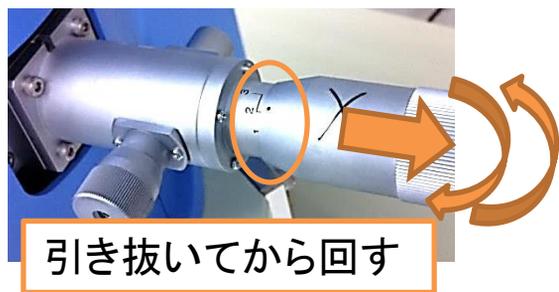
その他のSEMの機能(利用時)



「測定」アイコンをクリックすると各種の測長が可能で、写真に載せる事も出来ます



「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ます。より細かいスポットサイズor大電流に変更出来ます

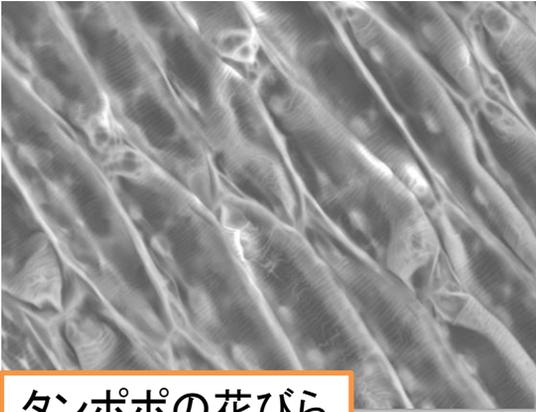
終了時、元に戻して下さい。通常2番

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。長時間席を外す時に
- 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
10 μ m程度、SEI上でマウスド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でプローブトラッキングを使う際にリセットしておく

低真空モード(利用時)



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そのまま観察・分析が出来ます

低真空モードを利用する際はご相談下さい

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

試料をステージにセットし、扉を閉めた後、真空モードを「**低真空**」に切り替え、**EVAC**で真空に引きます

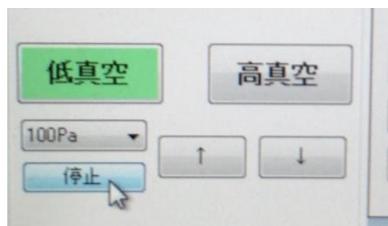
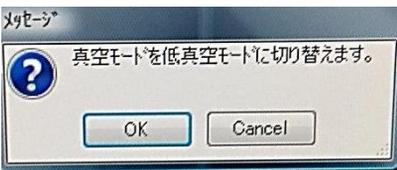
**低真空用試料を高真空で引かない事！
ガスが多量に出て装置が壊れます！**

真空度はある程度調整出来ます

(30Pa~270Pa)。変更する場合はPa値を選択後「**開始**」をクリック。暫く待ちます

調整しきれない場合があります。30Pa：倍率を上げたい場合。270Pa：チャージしやすいサンプル。壊れやすいサンプル向け

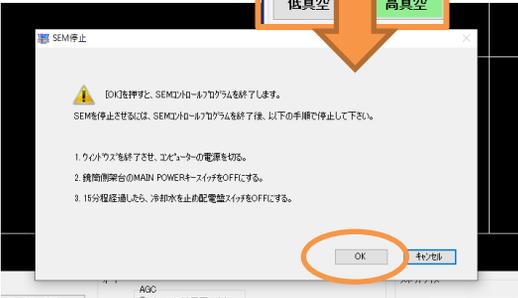
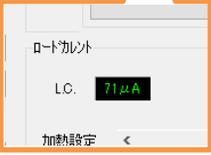
Readyが点灯したらあとの観察はSEMと一緒です。**終了時はサンプルを回収して扉を閉め、必ず高真空モードに切り替えてからEVACし、チャンバーを高真空に引いて終わって下さい**



終了手順



EDS冷却電源



- EDS利用時
 - プロジェクトを保存し、Analysis Stationを終了。EDS冷却電源Off
- 変更したパラメータ類を元に戻す
 - 加速電圧10kV, SS40, WD10mm, 対物絞り2番, スキャンスピード, 写真撮影時のSEMデータ表示設定など
- ソフトウェア下タブの「保守」を選び、ロードカレント値をチェック
- HTをOff
- ステージの位置をホルダー導入時と同じにする
 - ✓ Z軸：25mm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高真空に切り替えてからEVAC)
- 試料回収。ホルダーをエタノールなどで洗浄し、ブロワーで乾かしてからSEM boxに片づける
- データ回収 (データ移動用USBのみ利用)
- チャンバーの真空状態が「Ready」に変わったらSEMソフトウェアをシャットダウンし、PCもシャットダウン。ディスプレイ電源オフ
- 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：25mm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