

## <透過型電子顕微鏡 JEOL-2000FX マニュアル> ~ 基本編 ~

平成 15 年 12 月改訂

### <高圧のかけ方>

1. 真空度および Accel Voltage が 80kv になっていることを確認する。  
(真空度→ $10^{-5}$ Pa のレンジにはいつているか？使用時は  $10^{-4}$ Pa のレンジにしておく。)
2. PAGE3 を開き, V1, 2, 3, 5, 6B, 13 のバルブが開いていることを確認する。
3. 鏡筒左側面 (扉を開く) の Lens power supply (電源) を on にする。
4. 鏡筒左側 (パネル) の赤い HT を on にする。(赤いランプ点灯)
5. Beam Current (40 $\mu$ A) が Accel Voltage (80kv) の半分になっていることを確認する。もし, Beam Current が 36~44 $\mu$ A に入らないときは異常があるので, HT スイッチを切る。
6. キーボード (右の扉を開く) で HT と押し, 昇圧のステップ数が 5kv になっていることを確認する。
7. Accel Voltage を 160kv (画面表示) まで上げる。(鏡筒左パネルにある白いスイッチで上げる)  
\* ゆっくりと Beam Current が落ち着くようにしながら昇圧し, 常に Beam Current は Accel Voltage のほぼ半分になっているように注意する。
8. キーボードで HT と押し, 昇圧ステップ数を 0.05kv に変更する。(Return で決定)
9. 自動昇圧スイッチ (S1) を on に再設定し, 自動的に昇圧することを確認する。
10. Accel Voltage: 200kv, Beam Current: 101 $\mu$ A に到達するまで待つ。(約 2 時間)

(注意)

自動昇圧は, 約 9 秒で 1 ステップ昇圧します。

### ＜通常観察方法＞

1. 試料をホルダーに取り付ける。（傾斜用2軸ホルダーは共通用であるピンタイプを使用する。）
2. 液体窒素を汚染防止装置に入れる。
3. 試料ホルダーを取り付け、予備排気を行う。（3, 4回程度赤いランプが点灯、消灯を繰り返すまで待つ。ランプが点灯しない場合は PAGE3 の V8, 10 バルブの開閉を確認する。）その後、赤いランプが点灯した状態で、試料ホルダーをゆっくり時計方向に回し、急激に引き込まれないようにして試料ホルダーが停止するまで挿入する。  
\* 試料の位置を必ず確認する（1 or 2）
4. 真空度がよくなるまで待つ。（通常は  $10^{-5}$ Pa レンジまで）
5. フィラメント電流をストッパー（飽和位置）までゆっくりと回す。  
  
（目安としては  $1\mu\text{A}$  ずつ上昇する程度。）
6. 対物および制限視野絞りが開放の状態（右が開放状態）で、[Low Mag]( $\times 200$ )で試料の位置を探す。
7. [Mag2]( $\times 4000$ )でおおよそのピントを合わせる。

### 明視野像の撮り方

1. 位置決めをし、制限視野絞り（一番下の絞り）を入れる。
2. [DIFF]を押し、回折パターンを出す。
3. 透過波を中心に移動させたい場合、[PROJ ALIGN]を使用し（キーボード正面にある）、中心に移動させる。
4. 対物絞り（真ん中の絞り）を入れ、透過波をその絞りで囲む。
5. [Mag1]を押し、制限視野絞りを抜く。
6. 倍率を合わせ、ピントを合わせる。
7. EXP TIME は、[AUTO]で2~4sec となるように[Brightness]を合わせる。
8. シャッターを押す。（2回押すのを忘れないように）

### 回折パターンの撮影方法

1. 制限視野絞りを入れ、[DIFF]を押し対物絞りを抜く。
2. [Brightness]でパターンを任意の大きさにし、[DIFF FOCUS]で焦点を合わせる。
3. EXP TIME は、[MANUAL]で16~45sec となるようにし撮影する。

### 暗視野像の撮り方

1. 上述の方法で回折パターンを出す。
2. [Dark Tilt]（鏡筒左側）ボタンを押し、目的の回折スポットを[DEF:X,Y]で透過波のあった位置に持ってくる。
3. 最小の対物絞りで目的の回折スポットを囲み、[Mag1]を押し制限視野絞りを抜く。
4. EXP TIME は、[MANUAL]で8~16sec となるようにし撮影する。

5. [Bright Tilt] (鏡筒左側) ボタンで元に戻る. 透過波が中心からずれているときは [Shift:X,Y]で元に戻す.

#### **終了方法**

1. キーボードで HT と押し, 昇圧のステップ数が 5kv になっていることを確認する.
2. フィラメント電流を最低まで落とし, Accel Voltage を 80kv まで落とす.
3. HT スイッチを OFF にする.
4. 鏡筒左側面 (扉を開いて) の Lens Power Supply (電流) を OFF にする.

### **<日常の補正>**

#### **高さ合わせ**

1. 目印になる領域を中心に持ってくる.
2. PAGE4 で OBJ の電流値を 6.96 にする.
3. Z 軸 (ゴニオメーターのつまみ) でピントを合わせる.

#### **電流軸合わせ**

1. [倍率を[Mag1](×20K)にする.
2. 目印となる試料を中心に持ってくる.
3. [Deflector Bright Tilt]スイッチを押し, [OBJ16×]のスイッチを押し.
4. [OBJ FOCUS]の粗動ねじを反時計方向に (under focus 側) に 5 ノッチほど回す.
5. [DFE:X,Y]で動いた像を元に戻す.
6. [OBJ FOCUS]の粗動ねじを時計方向に 5 ノッチ回し, 元に戻す.
7. 1~6 の操作を目印となる試料が動かなくなるまで行う.

## 注意事項

- ☆ 原則，4年生単独での使用は厳禁とします。ただしライセンス制とし，許可された学生は使用可とします。
- ☆ 予約の取り消しを行う場合，HP上での取り消しを必ず行うこと。
- ☆ 真空度が悪い（ $10^{-5}$ のレンジに入らない）ときは報告すること。
- ☆ 鏡筒左側のパネル内部は触れないようにすること。
- ☆ コンデンサー絞りの奥側のダイヤルは微小領域回折パターンを得る時以外はさわらないこと！！（これを少しでもさわるとビームが大きく移動します。）
- ☆ キーボード上の Shift, Tilt はむやみに回さないこと。（少し回しただけで軸がすぐずれます。）
- ☆ 重ね撮りの場合は，Photoランプが点灯している間にもう一度押す。
- ☆ 試料ホルダー予備排気装置の取り扱いについて，試料ホルダーを交換・真空引きした後に2～3分間安定していることを確認後，必ず装置を立ち下げること。
- ☆ フィラメントが断線した場合は，直ちに連絡すること。
- ☆ TEM ネガフィルムは必ず8時間以上予備排気を行った後に TEM 本体にセットすること。（新品フィルムの油分・水分除去のため。）

**観察中にトラブルが生じた場合，大小に関わらず速やかに西田もしくは松田まで連絡すること。**

連絡先 西田稔 教授（内 3720），松田光弘 助手（内 3707），西田研究室（内 3722）

TEM 管理・保守係 西田・松田