

ZEISS GeminiSEM 500 使用マニュアル

場所 自然科学研究科研究棟 101 室 (旧 DC 棟 101)



□SEM 観察編

このマニュアルでは SEM 観察を目的として説明している。EDS、EBSD 等使用の際は別のマニュアルを参照すること。

1. 装置の起動

SEM 本体の始動と、操作 PC の起動を行う。

1-1. 装置の起動前の状態

SEM 本体正面の 3 つのボタン (ON、STANBY、OFF) が STANBY 点灯 (図 1-a) の状態であることを確認する。STANBY モードでは SEM チャンバーおよび電子銃室の真空保持とフィラメント・引出電圧の供給のみを行っている。



図 1-a STANBY ランプ点灯

1-2. 装置の起動

3 つのボタン (ON、STANBY、OFF) のうち、ON ボタンを押す。

STANBY ランプ点灯から ON ランプ点灯状態 (図 1-b) に変わる事を確認する。



図 1-b ON ランプ点灯

1-3. 操作 PC の起動

SEM 本体横の操作 PC (図 1-c) の電源を入れ、立ち上がったらユーザー名、パスワードを入力する。
(ユーザー名 ; sem、パスワード ; sem)



PC 電源

図 1-c 操作 PC 外観

1-4. SmartSEM User Interface の立ち上げ

RRemoteRelay が動いている (図 1-d1) のを確かめた上で、デスクトップの SmartSEM User Interface (図 1-d2) を立ち上げる。EM Server が自動で立ち上がり、PC と SEM の接続シーケンスが進んでいく (図 1-e)。RRemoteRelay は PC 立ち上げと同時に自動で立ち上がるはずであるが、立ち上がっていない場合は、手動で立ち上げる必要がある。

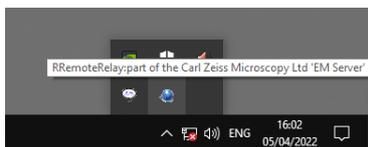


図 1-d1 RRemoteRelay アイコン



図 1-d2 ZEISS SmartSEM UI アイコン

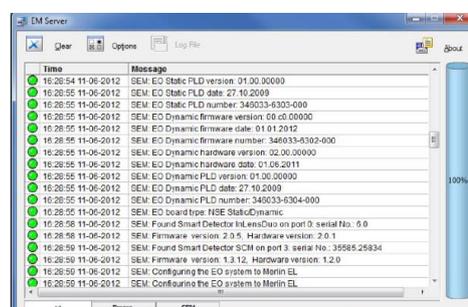


図 1-e EM Server

接続完了後、EM Server Log On ウィンドウ (図 1-f) が表示されるので、任意のユーザー名とパスワードを入力し、ログインする。(研究室毎にユーザー名、パスワードが設定されている。設定 ID, PWD は付録 A を参照。) もしくは、ユーザー名: Guest、Pass: 無し でログイン可能。)



図 1-f EM Server Log On ウィンドウ

図 1-g の様な SmartSEM User Interface の画面が立ち上がる。

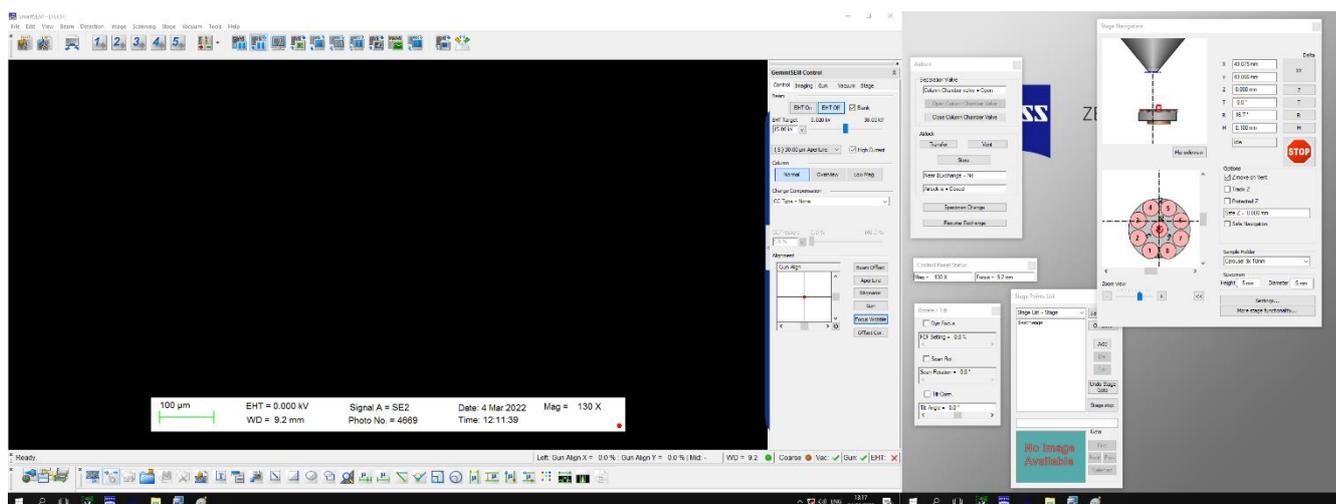


図 1-g Smart SEM User Interface

ここまでで、SEM と操作 PC の立ち上げは完了。
窒素ポンベの元栓が空いてない場合は開けておく。
次に観察したい試料の挿入を行う。

2. 試料の挿入

試料の SEM 内への挿入を行う。

2-1. サンプルホルダーへの試料固定

任意のサンプルホルダーに、適切な方法でサンプルを取付け、準備しておく。

導電テープなどで試料の導通、固定を行う。

2-2. チャンバースコープの立ち上げ

画面下部タスクバーからチャンバースコープのソフト（図 2-a）を立ち上げ、SEM チャンバー内を映す（図 2-b）。

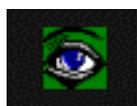


図 2-a チャンバースコープアイコン



図 2-b チャンバースコープ像

2-3. SEM 内ステージの試料交換位置への移動

EHT が OFF になっていることを確認する（図 2-c）。Panel Configuration バーから、Stage Points List ウィンドウを呼び出し、\$exchange をダブルクリックする（図 2-d）。ステージが試料交換位置へ移動する。

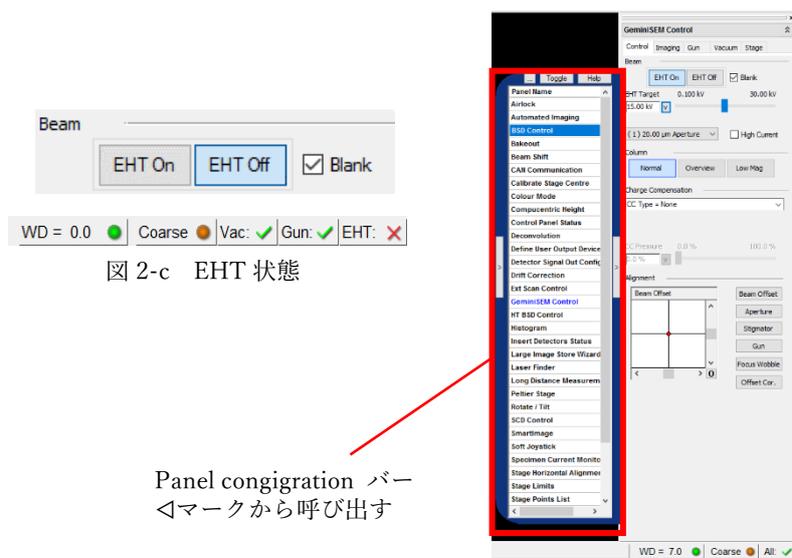


図 2-c EHT 状態

Panel configuration バー
マウスから呼び出す

図 2-d Stage Points List

2-4. エアロック部の大気導入、サンプルホルダーの取付け

SEM 本体右側のエアロック操作ボタン(図 2-e)の Vent ボタンを押す。エアロックが大気になった後、取手を持って試料交換部 (図 2-f) を引き出す。

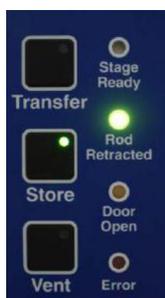


図 2-e エアロック操作ボタ



図 2-f 試料交換部

サンプルホルダーのめねじが試料交換棒のおねじと合うようにホルダーをスライドさせてセットする。試料交換棒のノブを右に回してねじを締め、取付ける。(図 2-g)



ねじが止まり
隙間が無い状態

図 2-g サンプルホルダー取付け

2-5. エアロック内真空引き

サンプル交換部をエアロック内に戻し、Transfer ボタンを押すとエアロック内が排気され、エアロックと SEM チャンバー間の扉が開く。(図 2-h、2-i)



図 2-h 試料交換部

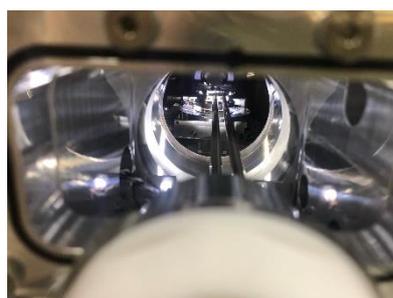


図 2-i エアロック・チャンバー間の扉開放

2-6. SEM 内にサンプル挿入

試料交換棒をゆっくりと挿入し (図 2-j)、チャンバー内のステージにホルダーを載せ (図 2-k)、ノブを左に回してねじを外し、ホルダーから交換棒を外す (ねじが確実に外れているか確認する)。

試料交換棒を元の位置までゆっくりと引き出す (カチッとロックされる位置まで引くこと) (図 2-l)。Store ボタンを押し、エアロックと SEM チャンバー間の扉を閉じる。



図 2-j 試料棒挿入

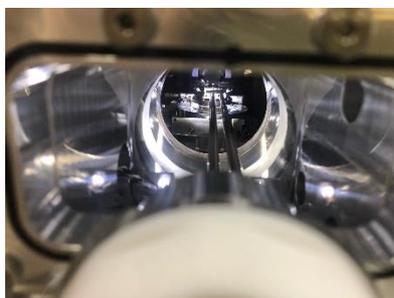


図 2-k ホルダーのステージ取付け



図 2-l 試料交換棒引出し

ここまでで試料の挿入は完了。窒素ボンベは元栓から締めておく。次に、観察手順に移行する。

3. 観察

ここから観察手順について説明する。試料の観察像を TIF ファイルにて保存することを目的とする。手順は大まかに 5 つで、1.ステージ操作、2.電子線操作、3.検出器選択、4.像の調節、5.像の保存の手順で進めていく。

3-1. ステージ操作

チャンバースコープの像を見ながら、ジョイスティック（図 3-a）を使ってステージの移動を行う。

XY：平面移動 R：回転 T：傾斜 Z：高さ M：傾斜軸での高さ

また、Panel Configuration バーから、Stage Navigation ウィンドウ（図 3-b）を呼び出し、下部に表示されたホルダーの絵上で、任意の位置をダブルクリックするとその観察位置に移動する(XYのみ)。

任意の WD（作動距離）まで Z スティックで高さを調節する。

※ジョイスティックによる Z 軸移動速度が速いため、対物レンズにサンプルが接触しないように注意すること。（図 3-c）



図 3-a ジョイスティック

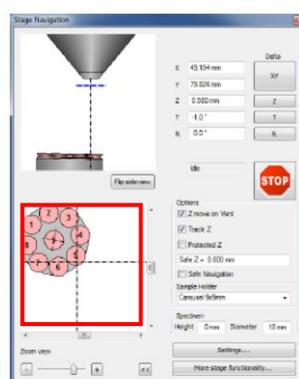


図 3-b Stage Navigation
ホルダーの任意の場所を
ダブルクリックすることで
その観察位置へ移動可能。

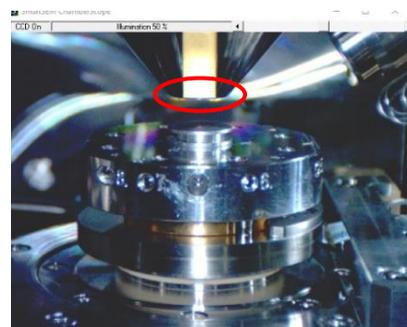


図 3-c チャンバースコープ
対物レンズにサンプルが接触
しないように注意。

3-2. 電子線操作

SEM Controls パネルの Control タブ EHT Target 欄（図 3-d）で、任意の加速電圧に設定する。

EHT On を押すと電子線照射が開始される。ステータスバーの Vac と Gun、EHT ボタンが一体化し、All:✓と表示され、観察可能となる（図 3-e）。

※EHT On をクリックしても On にならない場合、Column Chamber valve が開いていない可能性がある為、Panel Configuration バーから Airlock を選択し、Open Column Chamber Valve が押された状態にする（図 3-f）。

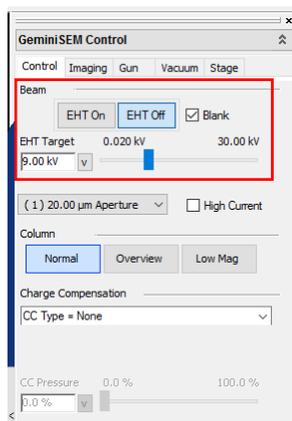


図 3-d SEM Control パネル



図 3-e ステータスバー

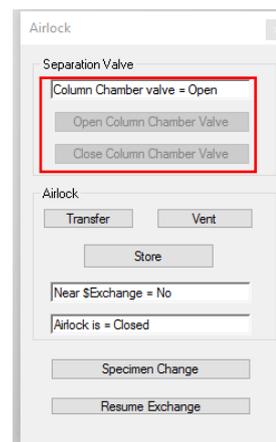


図 3-f Airlock ウィンドウ

3-3. 電子線検出器の選択

- ・インレンズ二次電子 Inlens SE
- ・アウトレンズ二次電子 Outlens SE (ET-SE、SE2)
- ・インレンズ反射電子 Inlens BSE (EsB)
- ・アウトレンズ反射電子 Outlens BSE (AsB、BSD)

検出器が上記4種類存在する。それぞれ、目的に沿った検出器を選択して観察を行う。(図3-g) 切り替えは Imaging タブの Detector で行う (図3-h)。WD や加速電圧も目的に応じて変更する。

- ・ InlensSE検出器：電子線周辺から発生した低エネルギー電子 (<10eV) を検出 (物性、電位)
- ・ ET-SE検出器：電子線から離れた比較的高エネルギー電子 (<50eV) を検出 (凹凸)
- ・ EsB検出器：主に非弾性散乱電子 (≒加速電圧) を検出できる (マテリアルコントラスト)
- ・ AsB、BSD検出器：主に弾性散乱電子を検出 (凹凸、チャネリング)

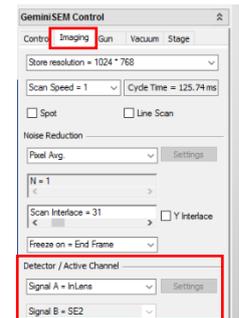


図3-h 検出器切替え

	検出器	取得情報	EHT	WD	Comment
カラム内	Inlens SE	二次電子像 極表面形態 電位情報	~2kV	1.5mm~5mm	長WDでは輝度が下がる 20kV以上は観察不可
			2kV~20kV	2mm~	
カラム外	EsB	反射電子像 組成情報	~2kV	1.5mm~5mm	長WDでは輝度が下がる EsB Grid=0VでSE像 20kV以上は検出効率ダウン
	SE2	二次電子像 表面凹凸	500V~	2mm~	短WDでは検出効率ダウン
	BSD	反射電子像 組成情報 結晶情報	500V~	5mm~	WDで検出角度変化

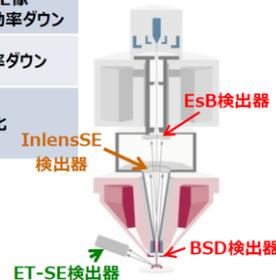


図3-g 検出器毎の特徴

※アウトレンズ BSD 時注意点

- BSD 検出器挿入は BSD Control ウィンドウ (図3-i) から行う。
- 自動でステージが下がり、BSD 検出器が対物レンズ直下に挿入される。
- BSD 時はコントラストつまみと検出器 Gain が連動しており、Low,Medium,High が自動で切り替わる。
- BSD 時はチャンバースコープが起動しない。
- SE2 時はチャンバースコープが赤外線スコープになる。

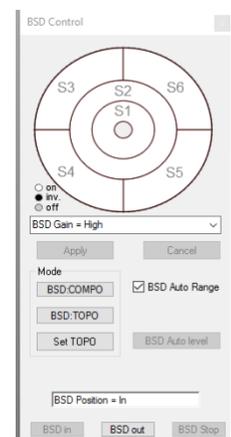


図3-i BSD Control ウィンドウ

3-4. 像の観察、調節

操作卓（図 3-j）の倍率つまみから、倍率を最低にしておく。SEM 像を確認しつつ、ステージ操作で視野移動を行い観察対象の目標物を定めたら、倍率・フォーカス・スティグマ・ブライトネス・コントラストを徐々に調節していく。

Reduced ボタンを押すと縮小スキャンモード（緑枠・図 3-k）になり、フォーカス、スティグマが合わせやすくなる。つまみを回したときのフォーカスが動く速度が速すぎるときは、Panel Configuration バーから User Setting を呼び出し、Panel Sensitivity を低く調節すると良い（図 3-l）。

低倍率（～5000 倍等）で観察を行う時はアパチャーサイズを標準 20 μm →60 μm 等大きいものに変更すると鮮明な像が得やすい（図 3-m）。アパチャーを変更した時にフォーカスが合いにくいときはウォブボタンを押し、Aperture Align XY つまみで像のブレを修正、対物レンズの調節を行うと良い。

また High Current を ON にすると電子線が細く絞られ、分解能が上昇する。



図 3-j 操作卓

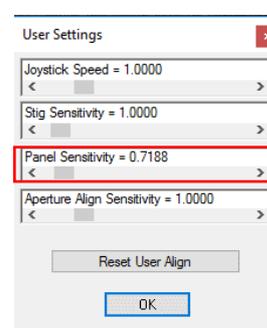


図 3-l User Setting

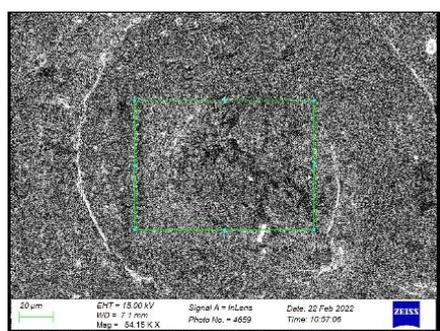


図 3-k SEM 像
緑枠は縮小スキャンモード
で自由に枠を变形可能

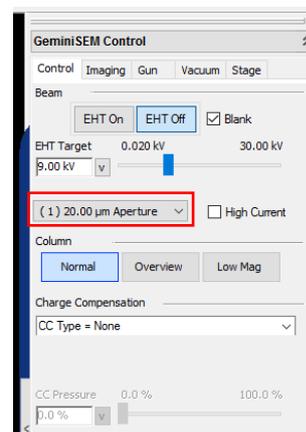


図 3-m Aperture 変更

3-5. 像の保存

目標物にフォーカスを合わせ目的の倍率に合わせたら、操作卓のスキャンスピード調節ボタン、もしくは画面のスピードプリセットボタン4 (図 3-n) を押して9~11程度まで落とす。スキャンスピードの現在値は Imaging タブで確認可能 (図 3-o) で、数字が大きいほどスキャンスピードが遅くなり、鮮明な像が得られる。

この状態で操作卓の Freeze ボタン、もしくは画面の Freeze ボタン (図 3-p) を押すと、スキャン終了後に静止画像が得られる。(図 3-r、図 3-s)



図 3-n スピードプリセットボタン

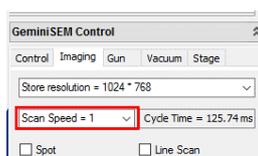


図 3-o スキャンスピード現在値



図 3-p Freeze ボタン

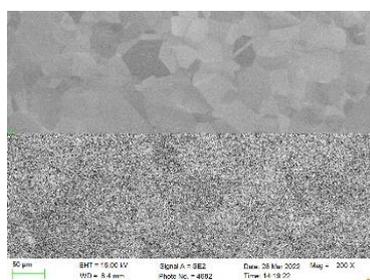


図 3-r スキャン中

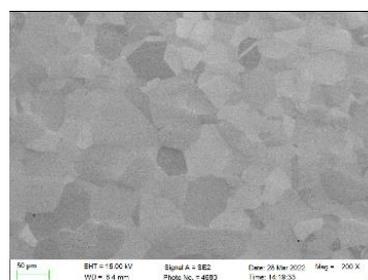


図 3-s スキャン完了

画像を保存する場合は画像上で右クリックし、Send to → TIFF File を選択し、出てきたダイアログ内で保存先やファイル名を入力して Save ボタンを押すと保存できる。

以上で、観察についての説明を終了する。次に、試料の取り出しについて説明する。

4. 試料の取り出し

SEM からの試料取り出し手順について説明する。

4-1. 加速電圧 Off、ステージを試料交換位置へ

EHT Off をクリックし、EHT Off をステータスバーから確認する。検出器は InlensSE に戻しておく。チャンバースコープでステージ位置を確認しつつ、ステージの Z を手動で十分に下げ、傾斜させている場合は傾斜を 0° に戻す。

Panel Configuration バーから Stage Points List ウィンドウを呼び出し、\$exchange をダブルクリックし、ステージを試料交換位置まで移動する。

4-2. エアロック操作とサンプル取り出し

エアロックの Transfer ボタンを押し、SEM チャンバーとエアロック間の扉を開く。試料交換棒を挿入し、チャンバー内のホルダーにねじで取り付け、試料交換棒を引き出す（カチッとロックされる位置まで引くこと）。

エアロックの Store ボタンを押しチャンバーとエアロック間の扉を閉じた後、Vent ボタンを押し、エアロックを大気にする。サンプル交換部を引き出し、ノブを回して試料交換棒とサンプルホルダーのねじをはずし、ホルダーを取り出す。

続けて別のサンプルを観察する場合は試料を付け替え、手順 2. 試料の挿入から行う。

観察を終える場合はサンプル交換部を戻し、Store を押してエアロック部の排気を行う。

窒素ガスポンベの元栓を閉める。

次に、装置の停止を行う。

5. 装置の停止

装置の停止について説明する。

5-1. 撮影したデータの取り出し

撮影したデータはウイルスチェック済の USB メモリなど用いて速やかに取り出しておく。

5-2. SmartSEM User Interface 立下げ、EM Server 立下げ

EHT の OFF を確認する。SEM Control パネルの Gun タブで EHT Off @ Log Off および、Leave Gun On at Shutdown チェックボックスにチェックが入っていることを確認する。(図 5-a)

SmartSEM User Interface を閉じる。チャンバースコープを閉じる。EM Server を閉じる。PC をシャットダウンする。

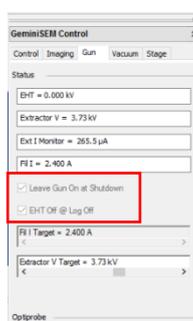


図 5-a チェックボックス確認

5-3. SEM 本体をスタンバイ状態へ、使用後の整理整頓

SEM 本体前面の STANDBY ボタンを押し、オレンジランプが点滅→点灯になる事を確認する。ログ帳に記入、使用した道具の整理整頓、机の上の清掃を行う。

以上で作業終了。異常を発見した時は速やかに担当者まで連絡すること。

庄崎 080-1795-4921

A. 付録

登録 ID, PWD リスト

ID	初期 PWD	備考
例) Lab-Zairyo	zairyo	・ Zairyo の部分は各研究室の名前 ("MatsudaMo"と "MatsudaMi"のみ例外) ・ PWD は全て小文字
Guest	(blank)	・ PWD 設定なし
Lab-Ando	ando	
Lab-Hashishin	hashishin	
Lab-Kawamura	kawamura	
Lab-Kozuka	kozuka	
Lab-MatsudaMi	matsudami	
Lab-MatsudaMo	matsudamo	
Lab-Matsukawa	matsukawa	
Lab-Mayama	mayama	
Lab-Mine	mine	
Lab-Tsurekawa	tsurekawa	
Lab-Yamasaki	yamasaki	
Lab-Yokoi	yokoi	