

TEM講習会について

金研分析電顕室

コンテンツ

1. ライセンス制
2. トレーニングについて
3. 技能講習 (JEM-2100plus)
4. 技能講習 (JEM-ARM200F)
5. その他の装置・試料作製について (準備中)

ライセンス制

目的

ユーザーファシリティ利用の促進

内容

装置を「安全に」「トラブルなく」「故障させずに」使用する技能や知識を認定し、使用許可を与える。

メーカーのトレーニング例

コース名	期間	主な内容	コース概要	費用(税込)
200kV TEM 入門コース	1日間	TEMの基礎知識	<ul style="list-style-type: none">TEMの構造と原理についての講義TEMの基本操作照射系の軸合せ非点補正、フォーカス合わせ	¥33,000
120kV TEM 標準コース	1日間	基本操作技術の習得	<ul style="list-style-type: none">TEMの構造と原理についての講義TEMの基本操作照射系の軸合せ非点補正、フォーカス合わせCCDカメラの使い方	¥33,000
200kV FE-TEM 標準コース	3日間	基本操作講習	<ul style="list-style-type: none">TEM基本操作／明視野像観察法／高分解能像観察法制限視野 / 微小領域電子回折法STEM像観察法／EDS分析法	¥132,000
200kV Cs STEM 基本コース	1日間	球面収差補正STEMを使った像撮影技術の習得	<ul style="list-style-type: none">STEM調整法 (ロンチグラムの調整)原子分解能像撮影球面収差補正装置の調整法	¥55,000

「安全に」「トラブルなく」「故障させずに」使用するには、
操作方法だけではなく、ハウスルールの理解や、経験(慣れ)が必要

(よくある)操作間違いによる故障例

原因	トラブル	修理費例
ホルダ挿入時の誤操作	真空不良	ダウンタイム1日(ベーク)
ホルダ引抜き時の誤操作	真空不良	ダウンタイム1日(ベーク)
	EDS検出器損傷	300万円・数ヶ月
	ホルダ損傷(変形)	100万円
試料着脱時の誤操作	パーツ紛失	6~25万円
	ホルダ損傷(軽微)	30万円
	ピンセット変形	1万円
試料乾燥不良	真空不良	ダウンタイム1日(ベーク)
	絞り汚染/SIP損傷	ダウンタイム2日~・100万円
鏡筒内試料落下	軽度	ダウンタイム2日~・30万円
	重度(脆性・磁性体等)	ダウンタイム2日~・100万円
ステージの誤操作(リミット無視)	システム停止	ダウンタイム1日(再起動)
	絞り損傷	ダウンタイム1数週間・50万円
カメラ使用時の誤操作	検出器の焼き付き	諦める・500~1000万

技能講習 (JEM-2100plus)

分類	目安	内容
基礎1	ビームを出すまで	安全・環境・マニュアル・設備・試料セット・ビーム出し
基礎2	主にスクリーンで行う観察	TEMセンター基礎・ビーム表示・モード選択・照射系調整・フォーカス(像・DIFF)・試料ステージ・絞り・スクリーン
初級1	初歩的なアライメントとカメラの操作	TEMセンター初級・ACD・アライメント初級・CCDカメラ・データ取出・使用記録
初級2	平行ビーム: 基本的なTEM観察	電子回折・明視野像・暗視野像・多波干渉像・試料傾斜(初級)
初級3	集束ビーム: 初歩的なCBD/NBDとSTEM	NBD/CBD・STEM-ADF/BF(低～中倍)・STEM-EDS
初級4	自主トレーニング	
初級5	初級ライセンス認定	
分類	目安	内容
標準1	TEM-方位出し(晶帯軸)	BCC系／FCC系／HCP系
標準2	TEM-方位出し(2波条件)	任意の2波励起・暗視野像・ウィークビーム法
標準3	TEM-高分解能	
標準4	自主トレーニング	
標準5	標準ライセンス認定	

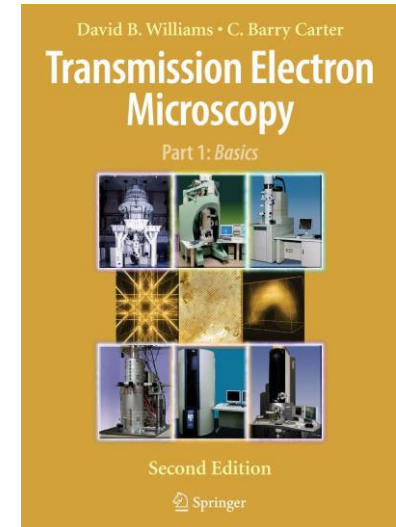
技能講習 (JEM-ARM200F)

分類	目安	内容
基礎1	ビームを出すまで	安全・環境・マニュアル・設備・試料セット・ビーム出し
基礎2	主にスクリーンで行う観察	TEMセンター基礎・ビーム表示・モード選択・照射系調整・フォーカス(像・DIFF)・試料ステージ・絞り・スクリーン
初級1	初歩的なアライメントとカメラの操作	TEMセンター初級・ACD・アライメント初級・CCDカメラ・データ取出・使用記録
初級2	平行ビーム: 基本的なTEM観察	電子回折・明視野像・暗視野像・多波干渉像・試料傾斜(初級)
初級3	集束ビーム: 初歩的なCBD/NBDとSTEM	NBD/CBD・STEM-ADF/BF(低～中倍)・STEM-EDS・ビームシャワー
初級4	自主トレーニング	
初級5	初級ライセンス認定	

分類	目安	内容
標準1	TEM-方位出し(晶帯軸)	BCC系/FCC系/HCP系
標準2	TEM-方位出し(2波条件)	任意の2波励起・暗視野像・ウィークビーム法
標準3	TEM-高分解能	
標準4	STEM-高分解能	プローブ調整(ロンチグラム)・原子分解能観察
標準5	STEM-EDS-カラムマップ	
標準6	STEM-EELS	
標準7	自主トレーニング	
標準8	標準ライセンス認定	

参考書(例)

1. 『透過型電子顕微鏡』
- 日本表面科学会編, 丸善出版, 1999
2. 『物質・材料研究のための透過電子顕微鏡』
- 木本ら, 講談社サイエンティフィク, 2020
3. 『Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science』
- David B. Williams, Springer, 2009



ソフトウェア

1. DigitalMicrograph Software-オフライン版 (GMS3)
<https://www.gatan.com/products/tem-analysis/digitalmicrograph-software>
観察データの表示
2. Recipro
<https://yseto.net/soft/recipro>
電子回折/TEM/STEM シミュレーション
3. CrysTBox
<https://www.fzu.cz/crystbox>
指数付け/GPA等
4. ImageJ/Fiji
<https://imagej.net/>
画像解析/EELS解析も可
5. JEDアナリシスステーション-オフライン版 (有償・安価)
EDSのデスクトップ解析
6. DigitalMicrographプラグイン-オフライン版 (有償・高価)

参考WEBサイト

1. 透過電子顕微鏡 基本用語集
<https://www.jeol.co.jp/words/emterms/>
(用語集)
2. ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) (有償)
<https://icsd.fiz-karlsruhe.de/>
(結晶構造データベース)
3. EELS.info
<https://eels.info/>
(EELS関係)
4. RONCHIGRAM.COM
<https://ronchigram.com/>
(Ronchigramシミュレーター)

講習の流れ(1):チェックリスト

分類	目安	回数	区分	チェック項目	内容	具体例	知識	実技	備考
基礎	ビームを出すまで	1	安全	電離放射線	危険箇所と内容、取られている対策を理解していること	X線防止用の鉛板・観察窓の鉛ガラス・ホルダ未挿入時エミッション不可	○		
				高電圧		高圧タンク・検出器等の感電に注意する点	○		
				高圧ガス		リーク用N2、絶縁用SF6、プラズマクリーナー用Ar,O2,H2、酸素濃度計、H2計	○		
				寒剤		LN2、酸素濃度計	○		
				有害物質 (Be)		Z軸ベリリウムホルダ-ステージと試料押さえ	○		
				防火対策		消火器・避難経路・防火扉	○		
				緊急停止		EM STOPスイッチ (火災時など)	○		
			環境	分電盤	緊急停止の場合主幹OFF	○			
				照明		○			
				空調		○			
				内線		○			
			マニュアル・参考書等	WiFi		○			
				取扱説明書 (装置付属)	必要な情報にアクセスできること		○		
				クイックマニュアル (準備中)			○		
				マニュアル動画			○		
				参考書			○		
				ソフトウェア		GMS/Recipro/CrysTBoxは予めインストールしておく	○		
				Webサイト			○		
			設備	本体(鏡筒)		名称と機能と部位の対応がとれること。	全体の構成 (電子銃・鏡筒・試料室・観察/カメラ室) ・絞り (CLA/OLA/HCA/SA/HX) ・電子銃ガス室	○	
				本体(操作パネル・PC等)	操作パネル (L/R) 、TEMセンター、GATAN、EDS		○		
				電源ユニット	本体電源/SIPコントローラー		○		
				高圧タンク	高圧タンクとケーブル		○		
				CARDコンソール			○		
				冷却系	チラー・冷却水配水盤・冷却対象 (DP/レンズ/検出器)		○		
				排気系	真空ポンプ (RP/DP/SIP) 、ACD、リーク用LN2		○		
				コンプレッサ	バルブ駆動用		○		
				カメラ	ボトムCCD		○		
				STEM検出器	ADF/BF		○		
				EDS	検出器・アナライザ・SDDコントローラー・ノイズカットトランス		○		
				ホルダステーション			○		
				イオンクリーナー			○		
				試料ホルダ (1軸・2軸)			○		
試料セット	試料の条件	導入可能なサンプルについて理解していること。	十分に乾燥している・安定に固定されている・磁化が小さい・薄い		○				
	試料脱着	試料・ホルダを損傷させずに、試料セットを行えること	Oリング・ステージの状態確認。実体鏡/デジタル顕微鏡で確認。		○				
	ホルダステーション	ホルダの取り出しと予備排気ができること。			○				
	クリーニング	試料・ホルダのクリーニングができること			○				
	ホルダ挿入	真空を悪化させず、ホルダ、対物レンズ周りを損傷させずに鏡筒へのホルダ挿入ができること。	EDS検出器退避→ステージリセット→ホルダ挿入 (予備排気室) →予備排気→ホルダ挿入 (鏡筒) →ホルダ種類選択		○				
	ホルダ引抜		EDS検出器退避→ステージリセット→ホルダ引抜 (予備排気室) →リーク→ホルダ引抜		○				
ビーム出し	加速電圧	加速電圧設定(昇圧・降圧)	放電させずに、昇圧・高圧できること。適切な加速電圧であること・加速電圧が安定していることを確認する。		○				
	エミッション	On/Off/ (BIAS)	電子線の発生と停止を行えること・適切なビームカレントであることを判断できる。		○				

- 実習毎にチェックリストを提示
- 項目毎に説明

講習の流れ(2):チェック項目

区分	チェック項目	内容	具体例	知識	実技
安全	電離放射線	危険箇所と内容、取られている対策を理解していること	X線防止用の鉛板・観察窓の鉛ガラス・ホルダ未挿入時エミッション不可	○	
	高電圧		高圧タンク・検出器等の感電に注意する点	○	
	高圧ガス		リーク用N2、絶縁用SF6、プラズマクリーナー用Ar,O2,H2、酸素濃度計、H2計	○	
	寒剤		LN2、酸素濃度計	○	
	有害物質 (Be)		2軸ベリリウムホルダ・ステージと試料押さえ	○	
	防火対策		消火器・避難経路・防火扉	○	
	緊急停止		EM STOPスイッチ (火災時など)	○	
環境	分電盤		緊急停止の場合主幹OFF	○	
	照明			○	
	空調			○	
	内線			○	
マニュアル・参考書等	WiFi			○	
	取扱説明書 (装置付属)	必要な情報にアクセスできること		○	
	クイックマニュアル (準備中)			○	
	マニュアル動画			○	
	参考書			○	
	ソフトウェア		GMS/Recipro/CrysTBoxは予めインストールしておく	○	
Webサイト				○	
設備	本体(鏡筒)	名称と機能と部位の対応がとれること。	全体の構成 (電子銃・鏡筒・試料室・観察/カメラ室)・絞り (CLA/OLA/HCA/SA/HX)・電子銃ガス室	○	
	本体(操作パネル・PC等)		操作パネル (L/R)、TEMセンター、GATAN、EDS	○	
	電源ユニット		本体電源/SIPコントローラー	○	
	高圧タンク		高圧タンクとケーブル	○	
	CARDコンソール			○	
	冷却系		チラー・冷却水配水盤・冷却対象 (DP/レンズ/検出器)	○	
	排気系		真空ポンプ (RP/DP/SIP)、ACD、リーク用LN2	○	
	コンプレッサー		バルブ駆動用	○	
	カメラ		ボトムCCD	○	
	STEM検出器		ADF/BF	○	
	EDS		検出器・アナライザ・SDDコントローラー・ノイズカッター	○	
	ホルダステーション			○	
	イオンクリーナー			○	
	試料ホルダ (1軸・2軸)			○	
試料セット	試料の条件	導入可能なサンプルについて理解していること。	十分に乾燥している・安定に固定されている・磁化が小さい・薄い		○
	試料脱着	試料・ホルダを損傷させずに、試料セットを行えること	Oリング・ステージの状態確認。実体鏡/デジタル顕微鏡で確認。		○
	ホルダステーション	ホルダの取り出しと予備排気ができること。			○
	クリーニング	試料・ホルダのクリーニングができること			○
	ホルダ挿入	真空を悪化させず、ホルダ、対物レンズ周りを損傷させずに鏡筒へのホルダ挿入ができること。	EDS検出器退避→ステージリセット→ホルダ挿入 (予備排気室)→予備排気→ホルダ挿入 (鏡筒)→ホルダ種類選択		○
ホルダ引抜		EDS検出器退避→ステージリセット→ホルダ引抜 (予備排気室)→リーク→ホルダ引抜		○	
電源出し	加速電圧	加速電圧設定(昇圧・降圧)	放電させずに、昇圧・高圧できること。適切な加速電圧であること・加速電圧が安定していることを確認する。		○
	エミッション	On/Off/ (BIAS)	電子線の発生と停止を行えること・適切なビームカレントであることを判断できる。		○

- 知識
 - 当該項目の存在と内容を理解していること
- 技能
 - 自分自身で当該操作を安全に行えること
 - ライセンス認定テストの対象

講習の流れ(3):ライセンス認定テスト

分類	目安	回数	区分	チェック項目	内容	具体例	知識	実技	備考
初級	ライセンス認定	5		ステータス確認		実験を開始して良いか判断			
			ACD(LN2補給)		特にSTEMを使用する場合は必要				
			加速設定(昇圧)		200 kVに昇圧				
			ホルダ準備		使用するホルダを準備する				
			試料セット		サンプルをホルダにセットする				
			クリーニング		試料・ホルダをイオンクリーニング				
			ホルダ挿入		鏡筒にホルダを挿入				
			設定ファイル読み込み		光学系の設定情報を読み込む				
			ビーム出し/センタリング/高さ合わせ		とりあえず像を表示するまで				
			SAD (ZA/2B/debye)		サンプルは自由。但し、結晶質				
			BF						
			DF						
			STEM						
			EDS						
			休止・再開						
			エミッション停止						
			ホルダ引抜き						
			試料取り外し						
			ホルダ収納						
			加速設定(スタンバイ)						
			データ取出						
ACDヒート									
ログ記録									

認定テスト項目は準備中です