

# JEM-2100plus トレーニング (基礎～初級)

- 金研分析電顕室
- 2024/4



# 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"><li>• TEMの構造と原理についての講義</li><li>• TEMの基本操作</li><li>• 照射系の軸合せ</li><li>• 非点補正、フォーカス合わせ</li></ul>	¥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"><li>• TEMの構造と原理についての講義</li><li>• TEMの基本操作</li><li>• 照射系の軸合せ</li><li>• 非点補正、フォーカス合わせ</li><li>• CCDカメラの使い方</li></ul>	¥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"><li>• TEM基本操作／明視野像観察法／高分解能像観察法</li><li>• 制限視野 / 微小領域電子回折法</li><li>• STEM像観察法／EDS分析法</li></ul>	¥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"><li>• STEM調整法 (ロンチグラムの調整)</li><li>• 原子分解能像撮影</li><li>• 球面収差補正装置の調整法</li></ul>	¥55,000

# コンテンツ

## 基礎

1. ビームを出すまで
2. 主にスクリーンで行う観察

## 初級

1. 初歩的なアライメントとカメラの操作
2. 平行ビーム：基本的なTEM観察
3. 集束ビーム：初歩的なCBD/NBDとSTEM
4. 自主トレーニング
5. 初級ライセンス認定

# 基礎1日目： ビームを出すまで

1. 安全
2. 環境
3. マニュアル・参考書
4. 設備
5. 試料セット
6. ビーム出し

# 基礎1日目： 安全

取り扱いを誤った場合に、使用者の死亡や重症を負う危険な状態が生じることが想定される項目。

1. 電離放射線
2. 強磁場
3. 高電圧
4. 高圧ガス
5. 寒剤
6. 有害物質
7. 防火対策
8. 緊急停止

# 安全：電離放射線

- 電子顕微鏡内部では非常に強い放射線が生じている。
- 通常の使用（適切な遮蔽下）で、装置外にX線は漏れない。
- 放射線防護
  - 鉛板：
    - 真空チャンバー・外装鍍金
  - 鉛ガラス：観察窓
  - ホルダ未挿入時：電子線停止
- 部局の教育訓練受講を推奨

## 電子顕微鏡(TEM および SEM)取扱い上のご注意

当社が加入している社団法人日本分析工業会の申し合わせ事項を参考までに転載します。

記

日分機通技 58 第 51 号  
昭和 58 年 11 月 1 日  
社団法人 日本分析機器工業会  
技術委員会

—日本分析機器工業会申し合わせ事項—  
電子顕微鏡取扱い上のご注意

電子顕微鏡は外部にX線を取り出して利用する装置と異なり、放射線障害防止法や電離放射線障害防止規則等の届出義務の対象となっていません。

しかし、国際放射線防護委員会(ICRP)勧告の中では、電子顕微鏡は家庭用テレビジョン等と共に、望まれない副産物としての潜在的X線源として挙げられており、その安全性に対して十分に注意を払うことが肝要です。

皆様にも念のため、次の点にご注意いただくことをお願いいたします。

- (1) 装置はカタログ・取扱説明書等に記載の使用目的・使用方法の範囲内で正しくご使用ください。
- (2) 装置の外壁等防護のための部品を取り外したり、代わりの部品を取り付けて使用しないでください。
- (3) 安全装置を解除するような改造を行って使用しないでください。

# 安全：強磁場

- 心臓ペースメーカーの誤作動
- 磁気カードのデータ破壊
- 漏れ磁場
  1. 鏡筒20cm内 (0.5mT~)
  2. 対物レンズ5cm内 (3mT~)

## 警告

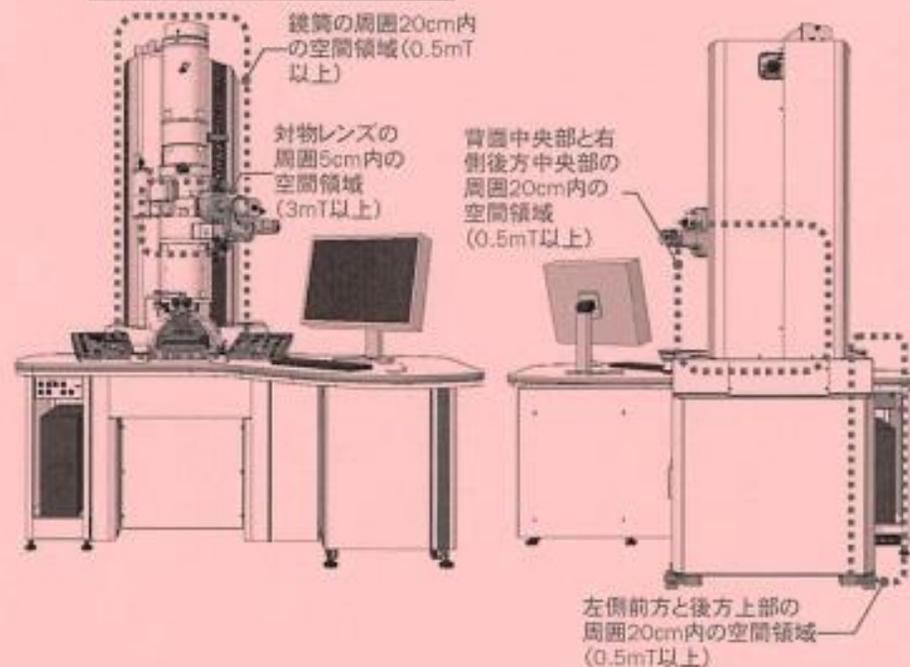
### ■ 強磁場の影響について



- この装置は、0.5mT以上の強い漏れ磁場を発生しています。特に、対物レンズ周囲では3mT以上の漏れ磁場が発生しています。鉄などの磁性体製品や磁場で影響を受ける機器、それらの機器を装着している方は、下図に示した装置の強磁場発生部には絶対に近づけたり、近づいたりしないでください。

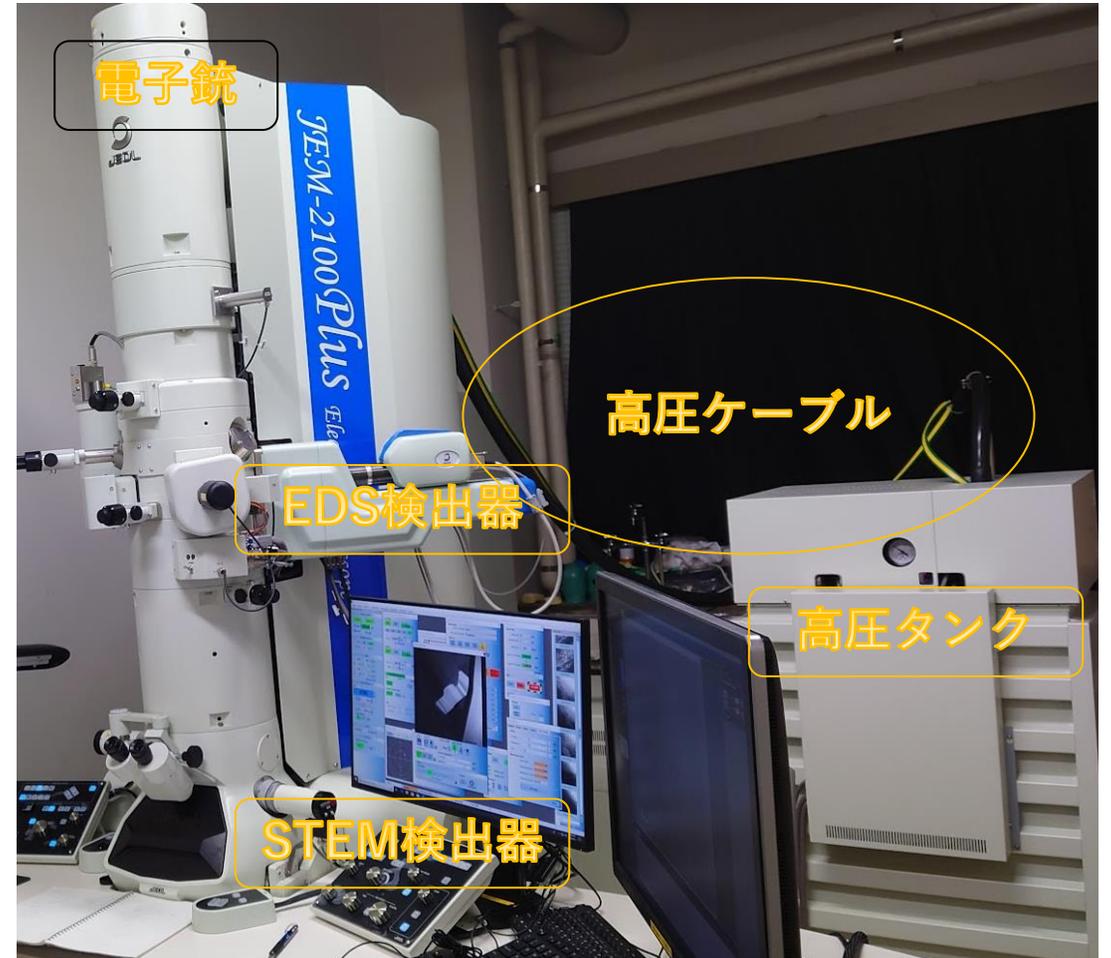
特に、心臓のペースメーカーのような医療用電子機器は、0.5mT以上の磁場にさらされると動作しない場合があります。また、動脈瘤クリップ、外科用クリップ、または人工器官のような体内埋め込み形医用器具には、強磁性物質を含んでいるものがあるので、磁石の近くでは強い力を受け、重大な障害を招く恐れがあります。さらに、クレジットカードなど磁気を利用した記憶媒体ではデータの破壊や、腕時計などの機器では異常動作を起こす恐れがあります。

緑色破線は0.5mT、赤色破線は3mT以上の磁場が存在する空間領域を示しています。



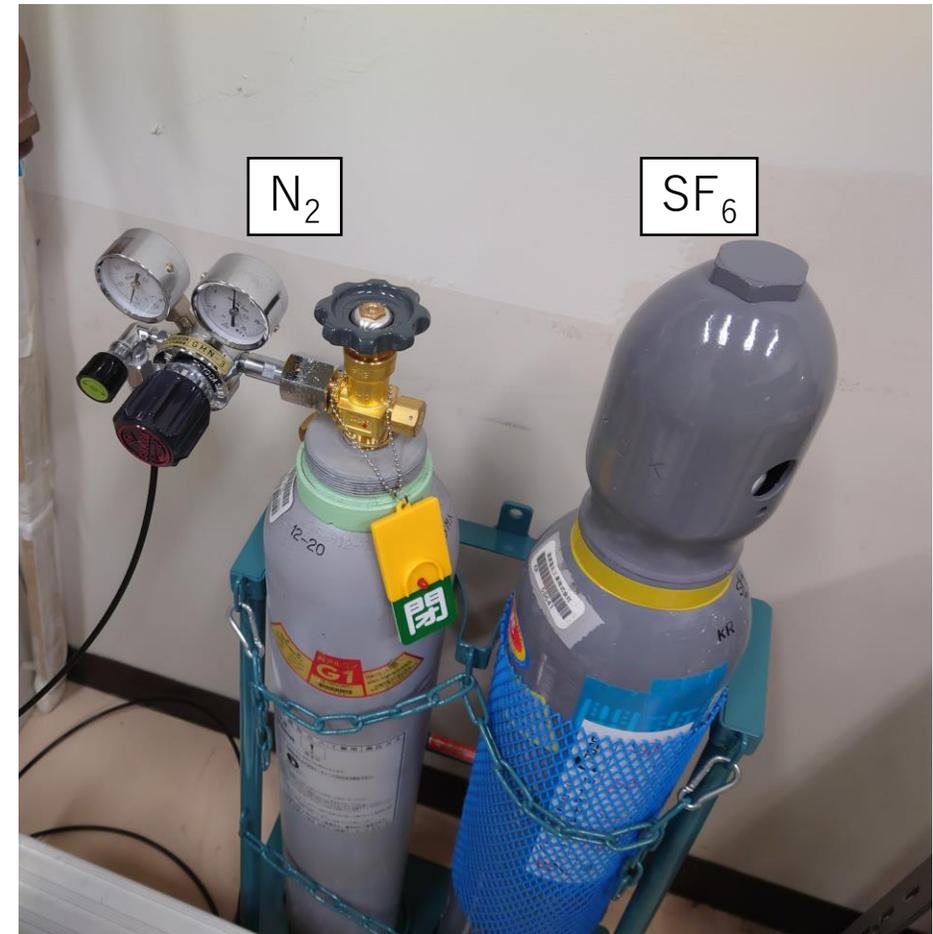
# 安全：高電圧

- 感電による負傷・死亡
- 放電による装置損傷
- 高電圧箇所
  1. 高圧タンク～高圧ケーブル～電子銃
  2. 検出器類
    1. EDS
    2. STEM (ADF/BF)



# 安全：高圧ガス

- 窒息による死亡・後遺症
- 使用ガス
  - N<sub>2</sub> リーク用
  - LN<sub>2</sub> ACD用
  - SF<sub>6</sub> 高圧絶縁用
- 安全対策
  - 酸素濃度計の場所と使用方法を確認しておく
  - 警報時は入室しない
- 部局の教育訓練を受講する



# 安全：寒剤(LN2)

- 凍傷
- 気化したガスによる窒息
- 安全対策
  - 保護手袋を使用
  - 酸素濃度計
- 部局の教育訓練を受講する

## 2 1 章 寒剤（液体窒素、液体ヘリウム）

### 2 1. 1 寒剤の危険性

ここでは主に低温寒剤（液体窒素・液体ヘリウム）の安全について説明します。まず、危険性は以下の3つです。

- ① 液化ガスが気化したことによる酸素濃度低下（酸欠）
- ② 気化による体積膨張（閉塞による破裂、急激な気化による破裂）
- ③ 低温による凍傷

液体ガスが高圧ガス法である高圧ガスです。圧縮ガスと同様な危険性があり、高圧ガス保安法で規制されています。寒剤は高圧ガスボンベのような金属容器ではなく、断熱層を持つ専用の容器で保管・運搬されます。液体窒素は人の手で直接汲み取って使用することもできます。低温寒剤はきわめて低温であるため、空気中の水分による凍結（閉塞）し、容器が破裂する事故を引き起こします。

- ④ 低温寒剤を遊びに使ってはいけません。

液体窒素は見慣れぬ性質の面白さからテレビ番組などで実験に使われます。その性質を理解せず、十分な安全対策がないままに取り扱うことは非常に危険な行為です。

### 2 1. 2 低温寒剤の取り扱いの注意

高圧ガスである液化ガスの中で、低温寒剤とは、主に液体窒素や液体ヘリウムを指し、物理・化学・工学の研究分野のみならず、幅広い分野で利用されています。絶対零度は、 $-273.15^{\circ}\text{C}$ ですが、液

# 安全：有害物質

- 試料そのものが有害な場合
- 試料作製時に有害物質を使用する場合
- **分析用試料ホルダ（金属Be）**
  - 有害性
    - アレルギー・喘息・呼吸困難
    - アレルギー性皮膚反応
    - 発がん性
  - 対策
    - 素手で触らないこと
    - ピンセット等で削らない

## ■ ベリウム材の取り扱いについて

### ベリウム材を使用している部品(図6)

試料保持具	ホルダー先端に組み込み済
スペーサー	試料の上にセットする付属品
試料固定プレート	試料を固定する部品

### ⚠ 警告



本試料ホルダーは、試料保持部にベリウム(Be)製の部品を使用しておりますので、その取扱には十分注意してください。

- 固体のベリウム(Be)は人体に危険をもたらす金属材料ではありませんが、吸入されたベリウム粉末や蒸気は発癌性のある有毒な材質です。また、それらの皮膚への付着や吸入は非常に危険で、皮膚炎や呼吸器障害を引き起こしたりします。
- 試料保持具、スペーサー、試料固定プレートはBe材を使用していますので、素手で触ったり、加工(ヤスリや刃物などで削ると粉末を吸入する恐れがあります)したり、紛失したりしないように取扱には注意してください。

☞ 詳細については、「安全上の注意」を参照してください。

# 安全：防火対策

- 避難経路を確認
- 消火器（場所を確認・室外）
- 防火扉は無人開放禁止
  - ~~ドアストッパー~~は注意して使用



図4-1 事故・火災発生の119番通報のための掲示物

# 安全：緊急停止

- 災害発生時
  - 大地震
  - 火災
- EM STOP (緊急停止ボタン)
  - 電源遮断
  - 給電は継続しているので注意
    - 余裕がある時は分電盤で主幹閉

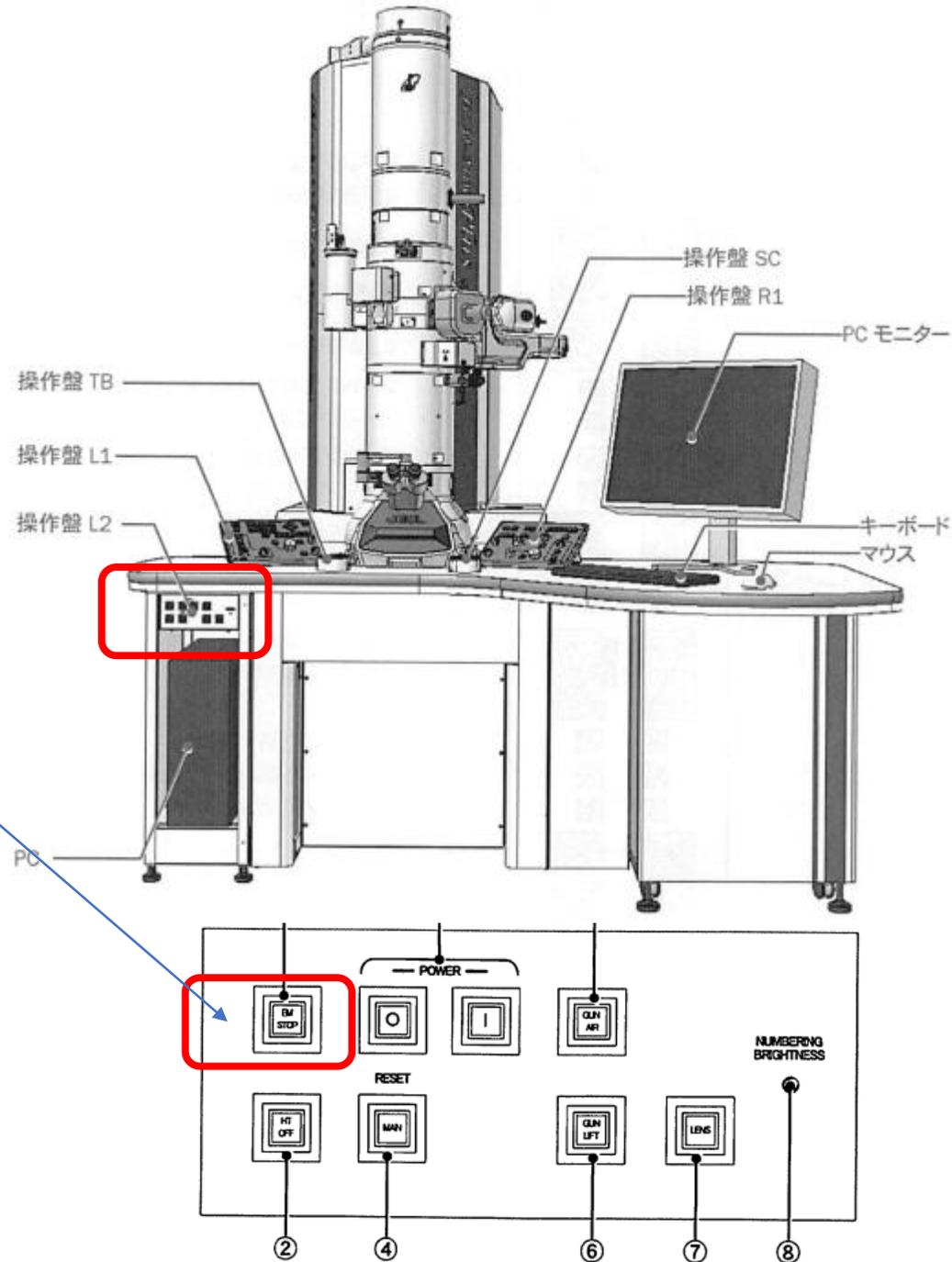


図4.5 操作盤L2

# 基礎1日目： 環境

- 設置室の電気、照明、空調、通信、及びネットワーク等のインフラ

1. 電源
2. 照明
3. 空調
4. 内線
5. Wi-Fi

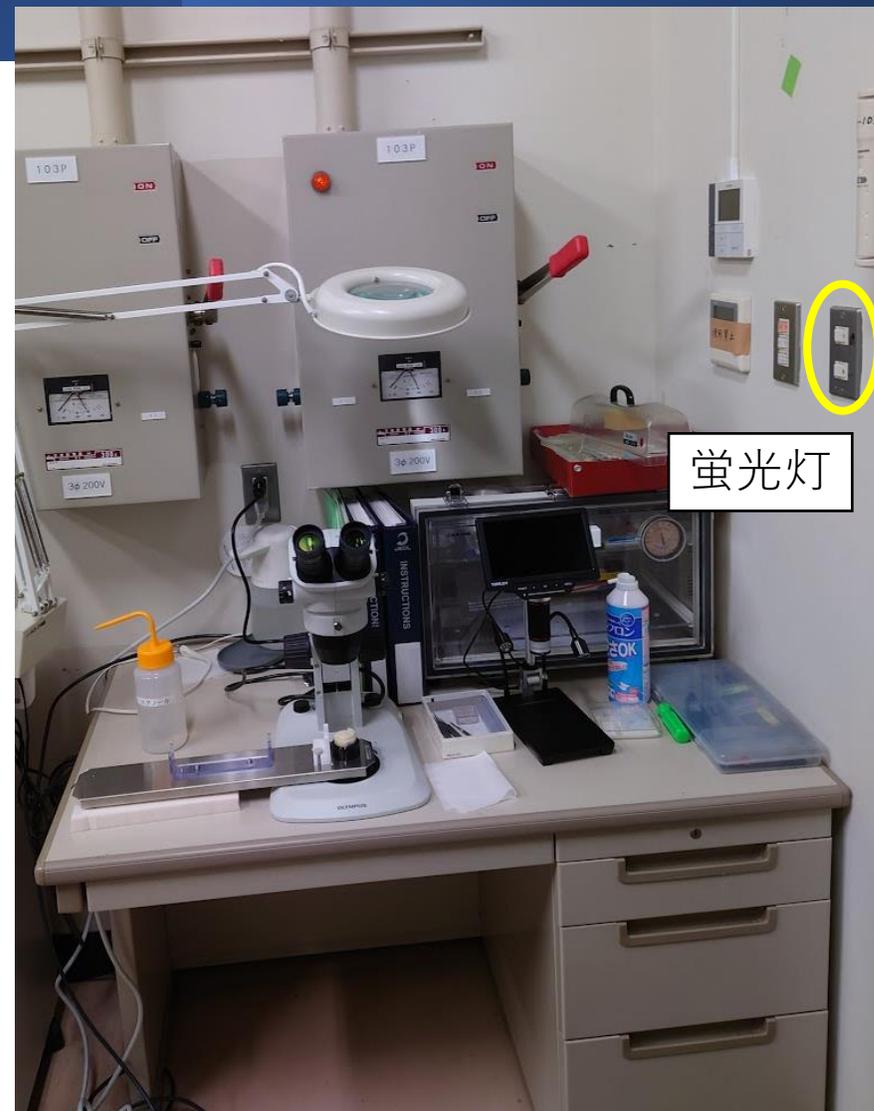
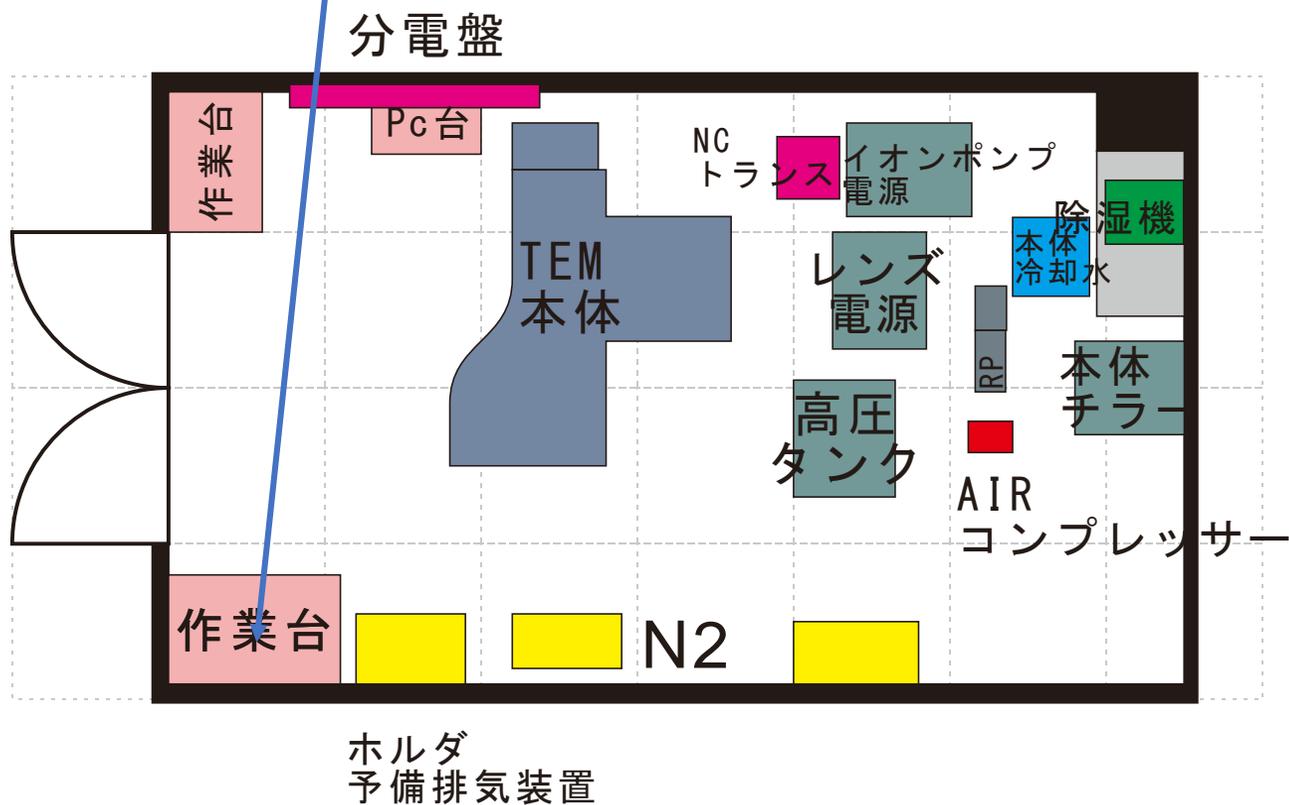
# 環境：電源

- 分電盤
- 手元開閉器



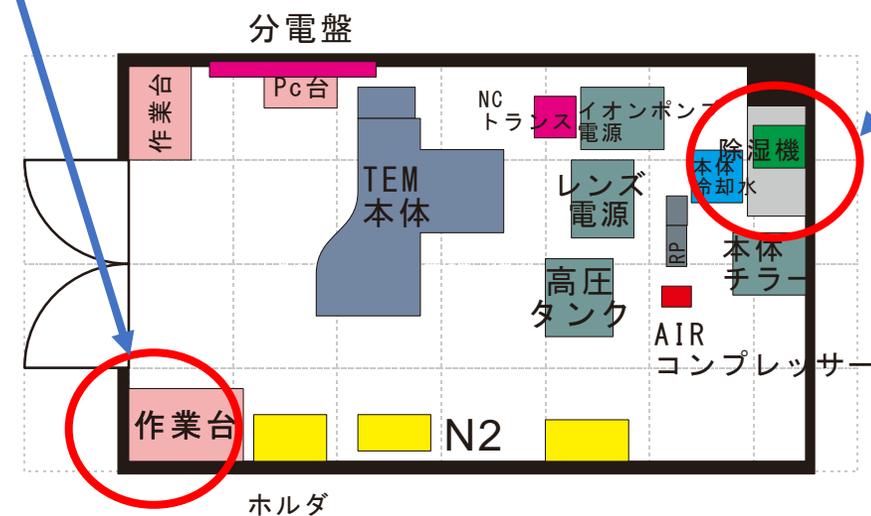
# 環境：照明

- 蛍光灯
- ~~ルームライト (室内灯)~~



# 環境：空調

- エアコン
  - (常時20°C)
  - 基本的に触らない。
- 換気扇
  - 常時オン (ロスナイ)
- 除湿機
  - (退室時常時稼働：冬期以外)
  - 動作音が実験の妨げになる場合は停止しても良い。
    - 退室時は再稼働する。



# 環境：Wi-Fi

- **WIFI利用可**
  - 接続情報は室内に掲示
  - 要プロキシ設定
  - 所内FW等によりサービスが利用できない場合があります。
- **有線LANに無断で接続しないで下さい。**
  - TEMの動作に影響する場合があります。



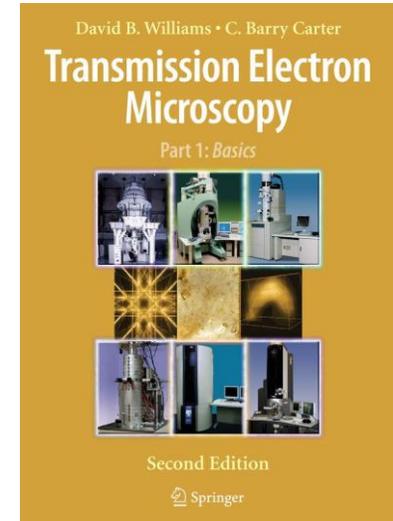
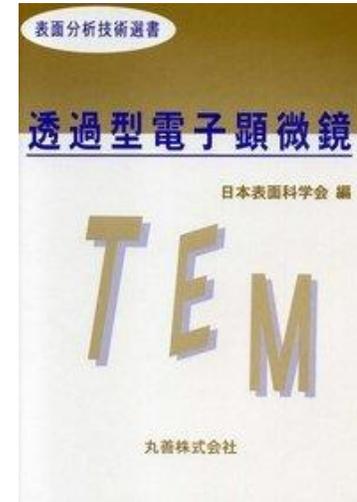
# 基礎1日目：

マニュアル・  
参考書等

1. 取扱説明書(装置付属)
2. クイックマニュアル
3. マニュアル動画（準備中）  
<https://www.youtube.com/@aem-imr-tohoku-univ>
4. 参考書
5. ソフトウェア
6. Webサイト

# マニュアル・参考書等： 参考書

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



# マニュアル・参考書等： 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)

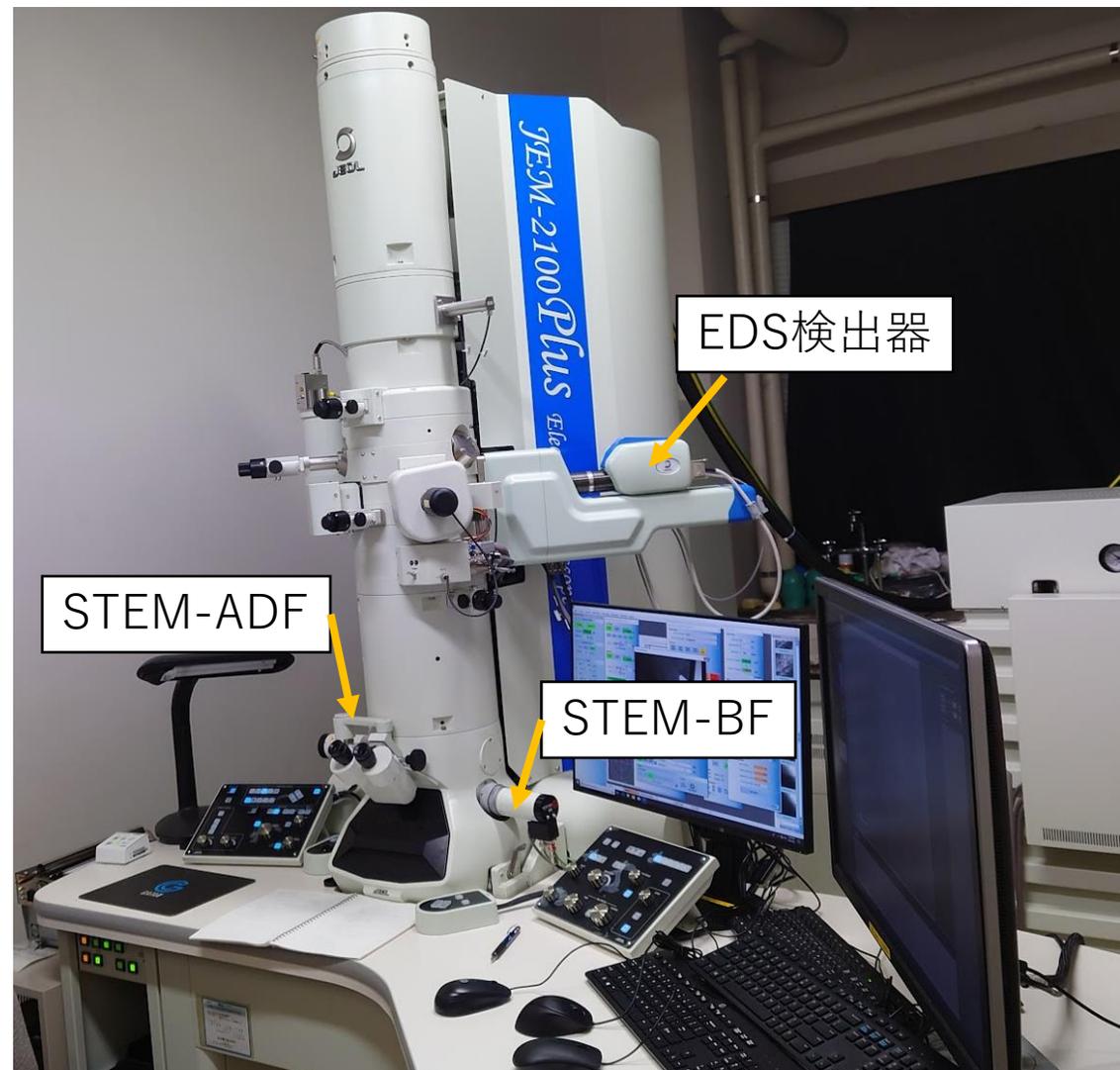
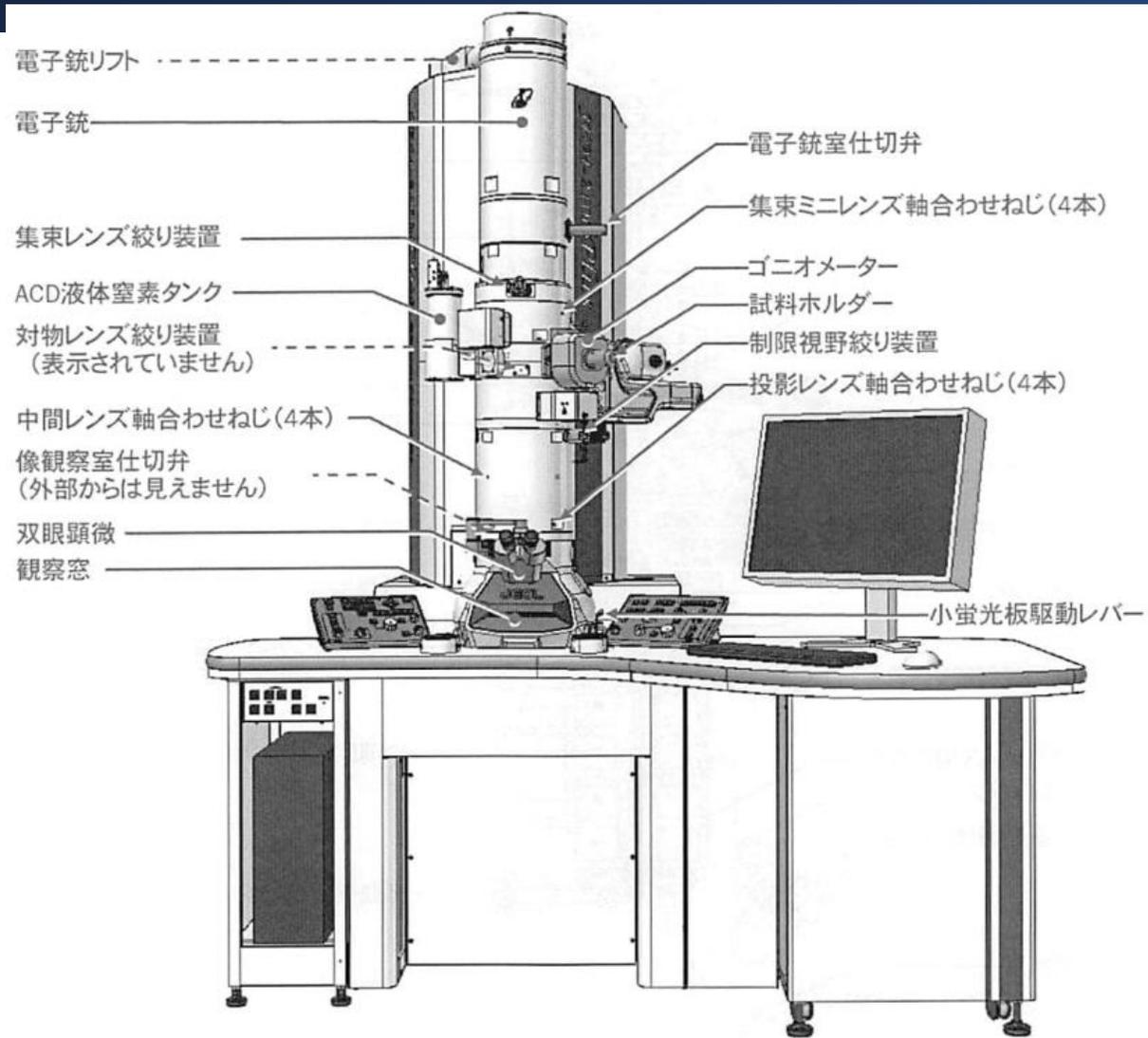
# マニュアル・参考書等： WEBサイト

1. 透過電子顕微鏡 基本用語集  
<https://www.jeol.co.jp/words/emterms/>
2. ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) (有償)  
<https://icsd.fiz-karlsruhe.de/>
3. EELS.info  
<https://eels.info/>
4. RONCHIGRAM.COM  
<https://ronchigram.com/>

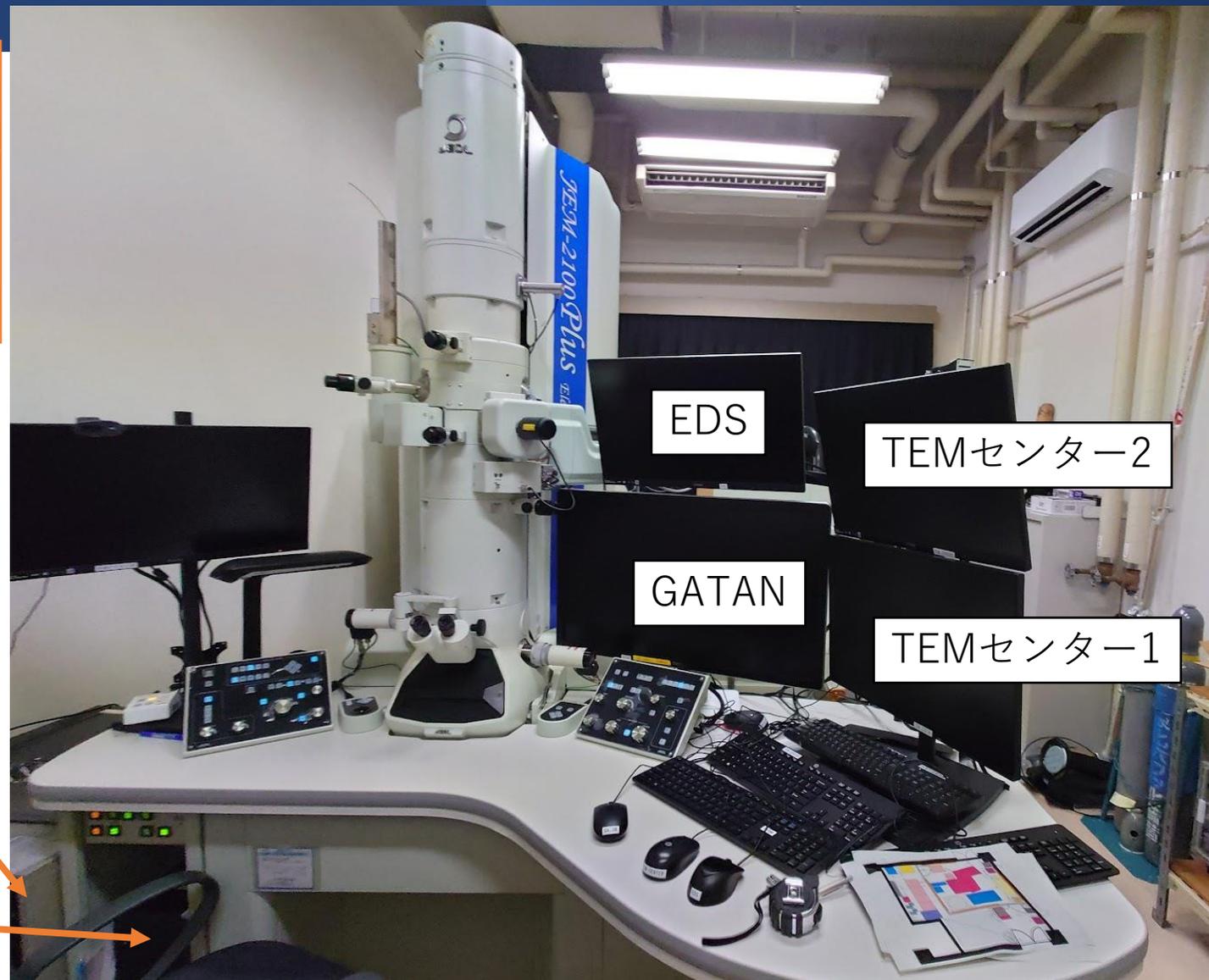
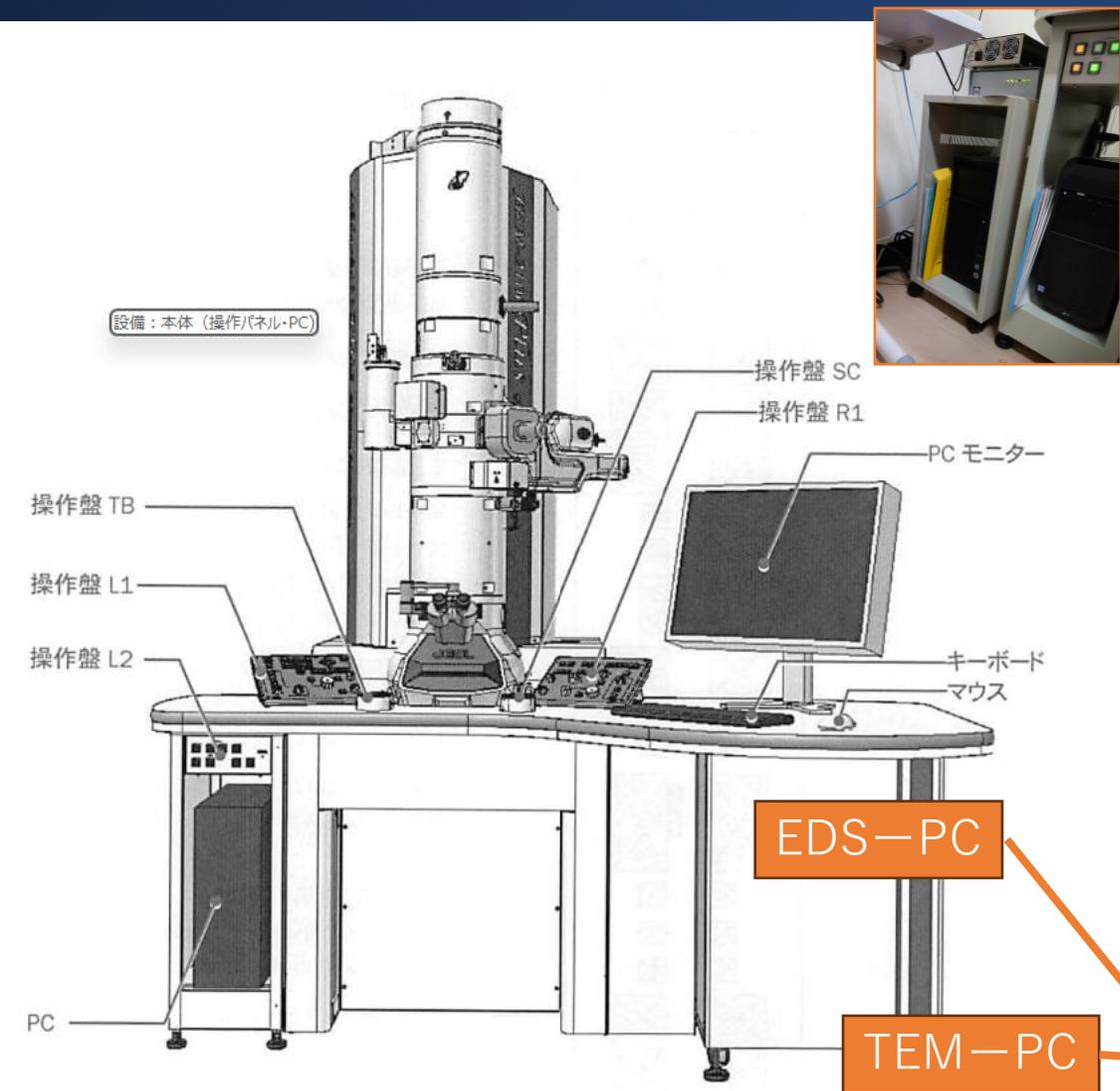
# 基礎1日目： 設備

1. 本体（鏡筒）
2. 本体（操作パネル・PC）
3. 電源ユニット
4. 高圧タンク
5. CARDコンソール
6. 冷却系
8. 真空／排気系
9. コンプレッサー
10. CCDカメラ
11. STEM検出器
12. EDS
13. ホルダステーション
14. イオンクリーナー
15. 試料ホルダ

# 設備：本体（鏡筒）



# 設備：本体（操作パネル・PC）



# 設備：電源コンソール（電源ユニット）

- メイン電源
- SIP電源
  - 通常は10 kVレンジ
  - 真空度を確認する場合はレンジを選択

## 4.2.6b P1 (SIP POWER SUPPLY)

鏡筒（電子銃室/試料室）主排気用150Lイオンポンプの電源。

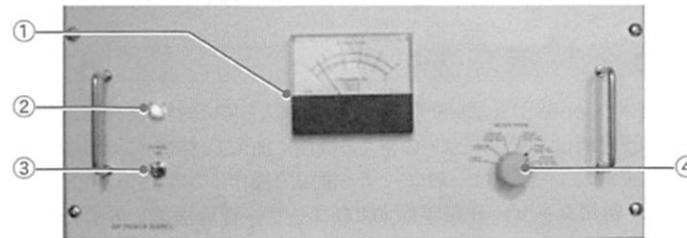


図4.9 P1 (SIP POWER SUPPLY)

- ① ION PUMPメーター  
METER RANGEつまみ (P1-④)により選択された値を示します。
- ② POWERランプ  
POWERスイッチをオンにすると点灯します。
- ③ POWERスイッチ  
SIP電源のオン/オフスイッチ。
- ④ METER RANGEつまみメーター  
(P1-①)に示す値を選びます。

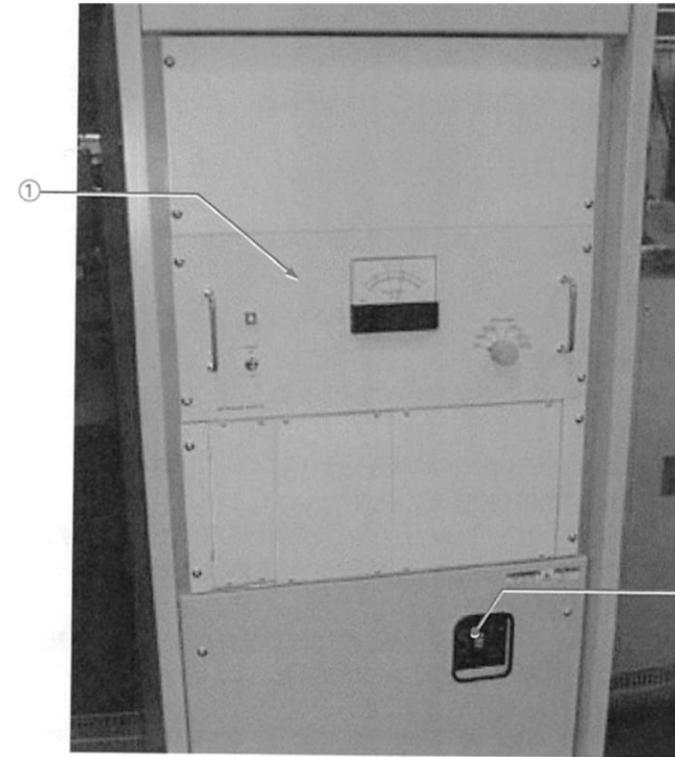
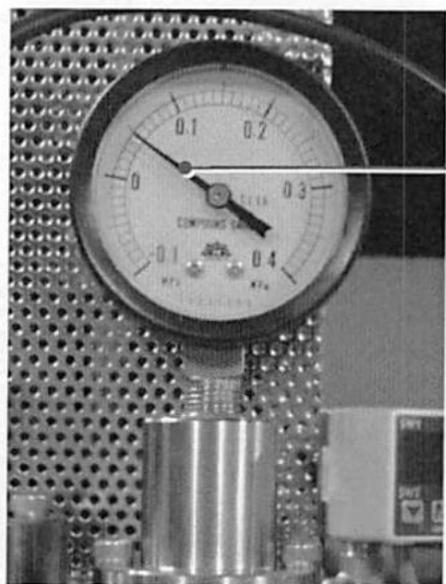


図4.8 電源筐体

- ① 操作盤P1  
イオンポンプ(150L)電源
- ② 操作盤P3  
サーキットブレーカー

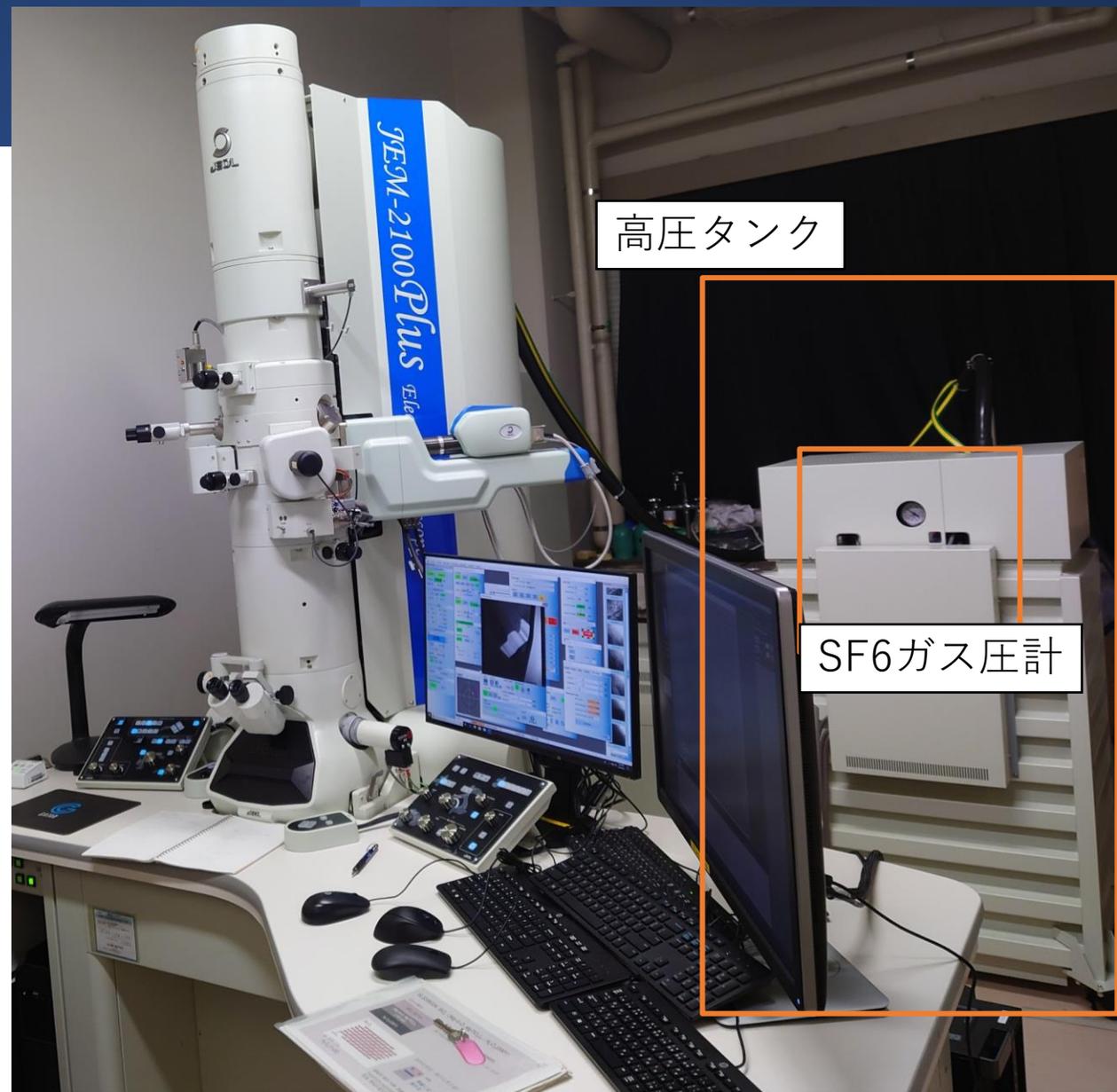
# 設備：高圧タンク

- 加速電圧（80～200 kV）を発生
- 絶縁ガスが0.045Mpa以下では使用しない。



0.05MPa充填  
されている状態

図7.25 ガス圧計



高圧タンク

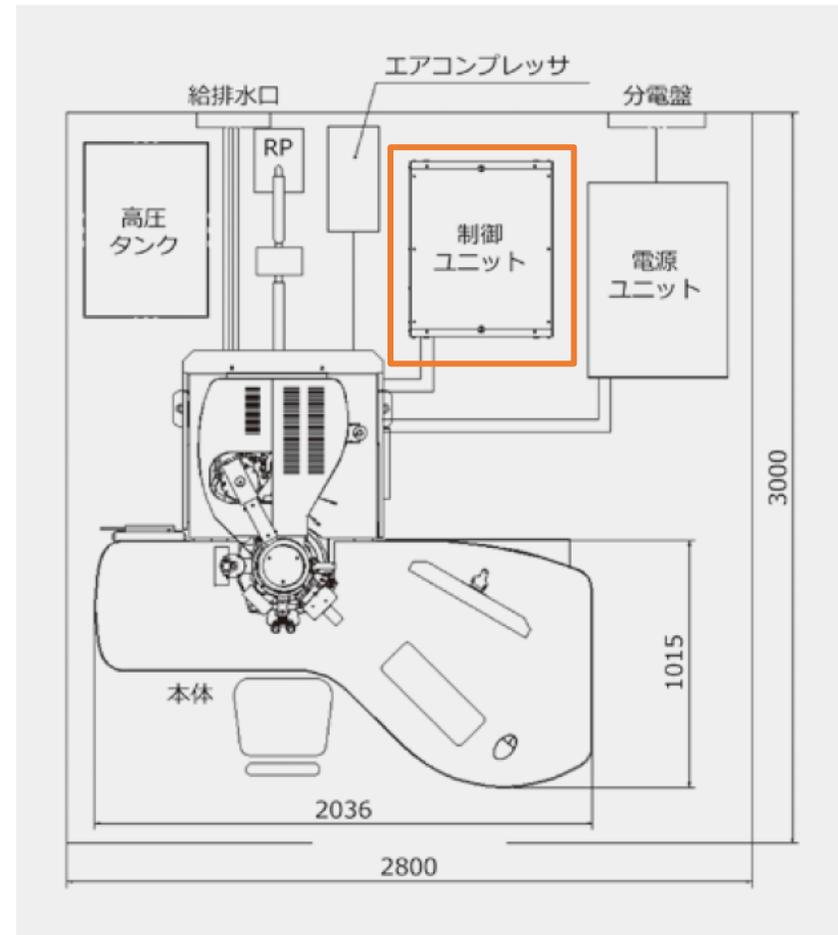
SF6ガス圧計

# 設備：CARDコンソール（制御ユニット）

- 各種制御用基板を格納

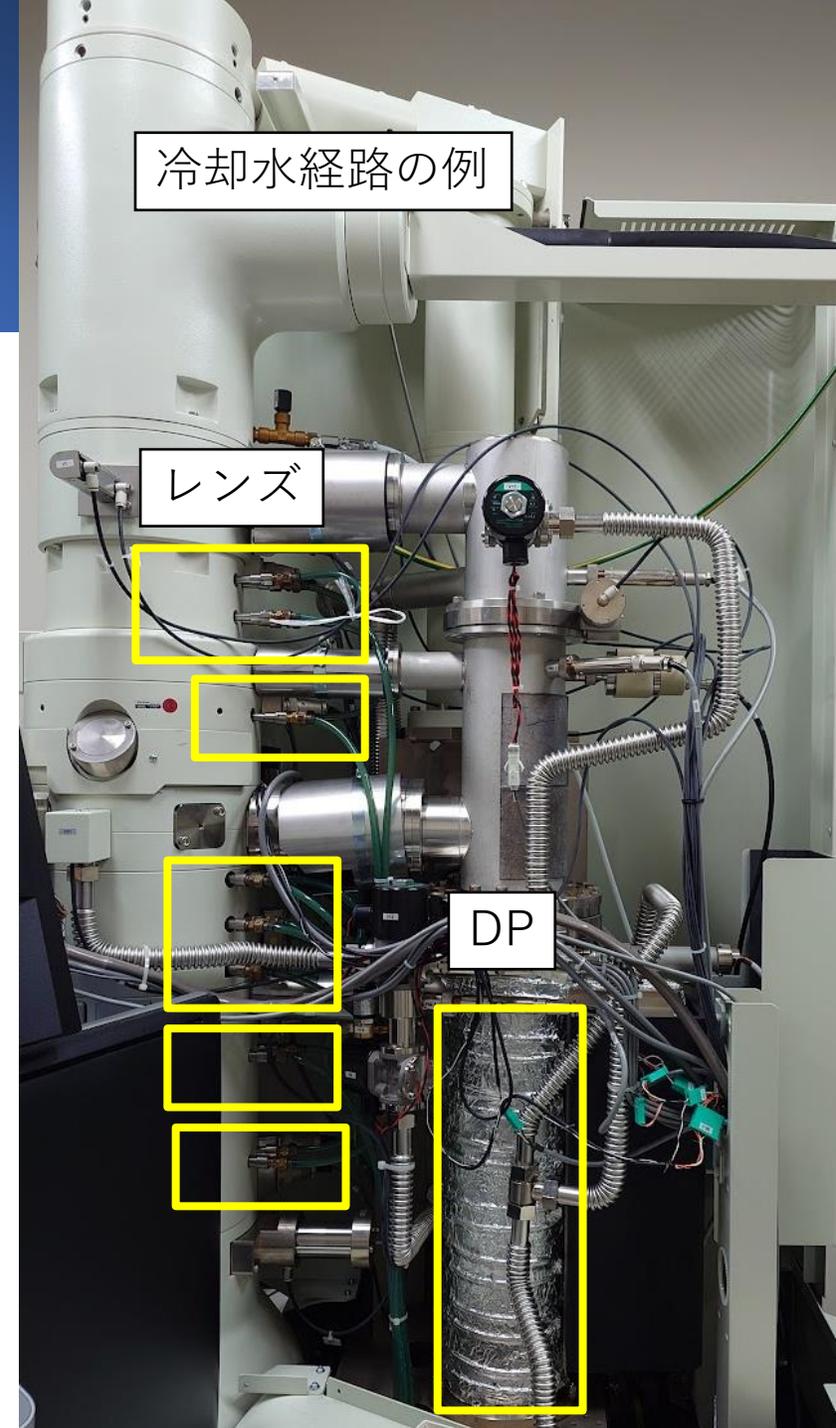
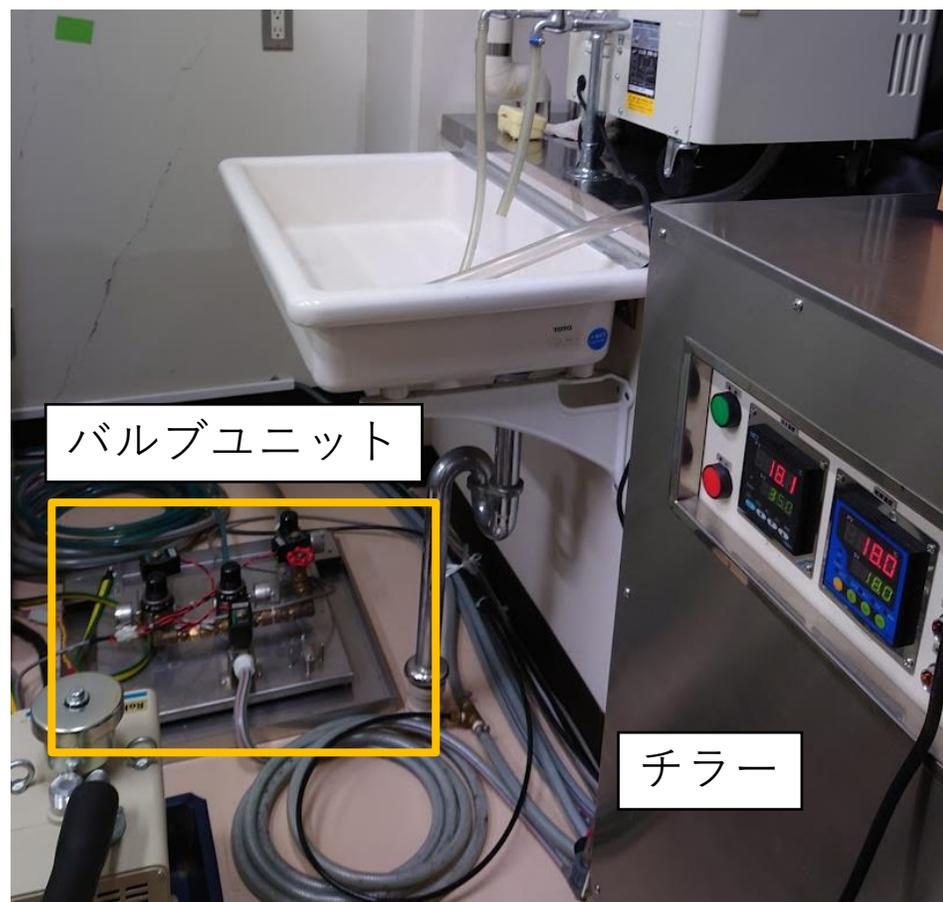


## 設置室例



# 設備：冷却系

- レンズ・DP・電源・検出器の冷却
- 冷媒は精製水



# 設備：真空／排気系

- 排気ポンプ
  - 電子銃室/試料室
    - SIP：150L/s
  - 像観察室/カメラ室
    - DP：420L/s
  - 粗排気
    - RP：100L/min
- 真空計
  - ピラニゲージ
  - ペニングゲージ
- 試料汚染防止装置（ACD）

# 設備：コンプレッサー

- 各種バルブ駆動用
- CCDカメラ挿抜要

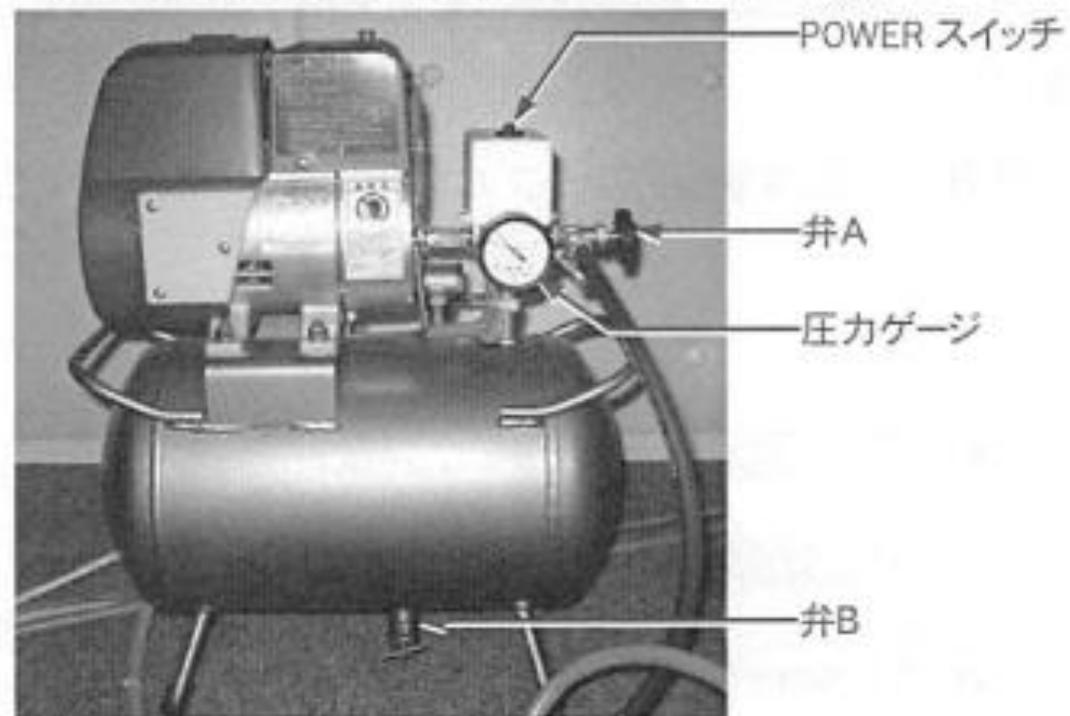


図7.5 EM-08011CP21エアコンプレッサー

# 設備：STEM検出器

- STEM-BF検出器
- STEM-ADF検出器

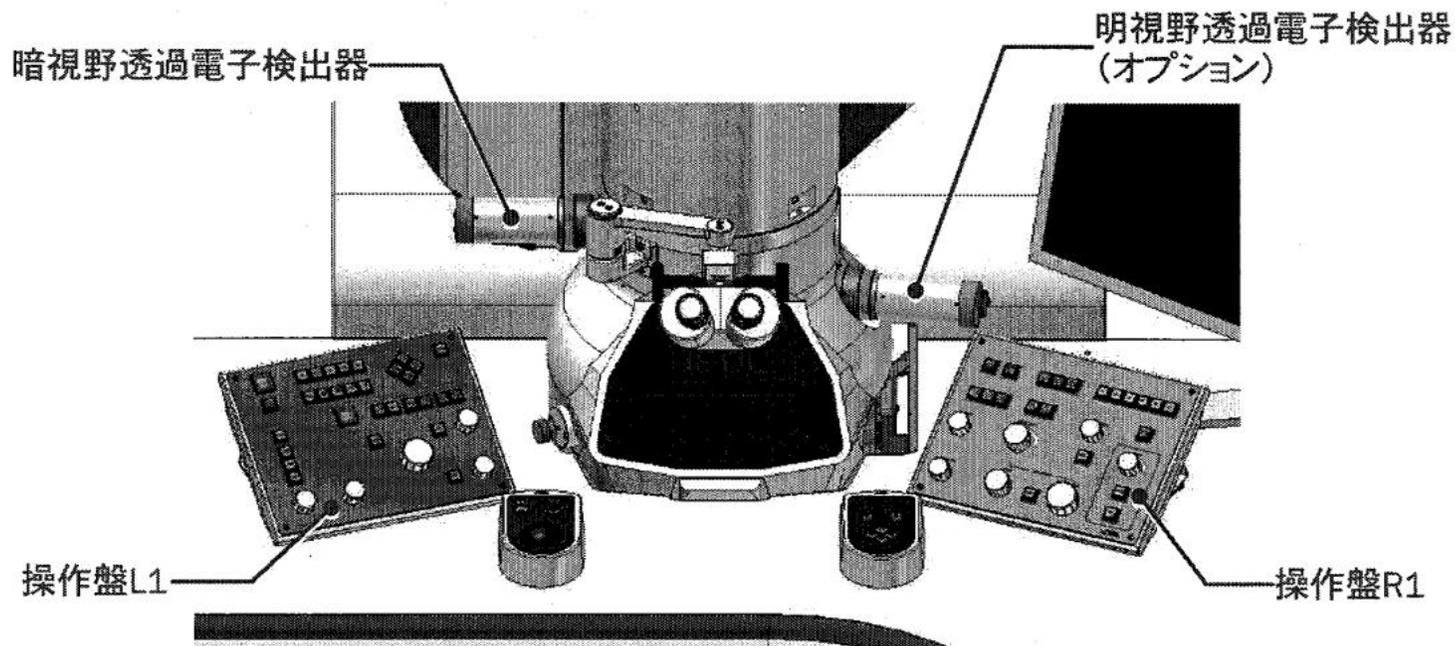
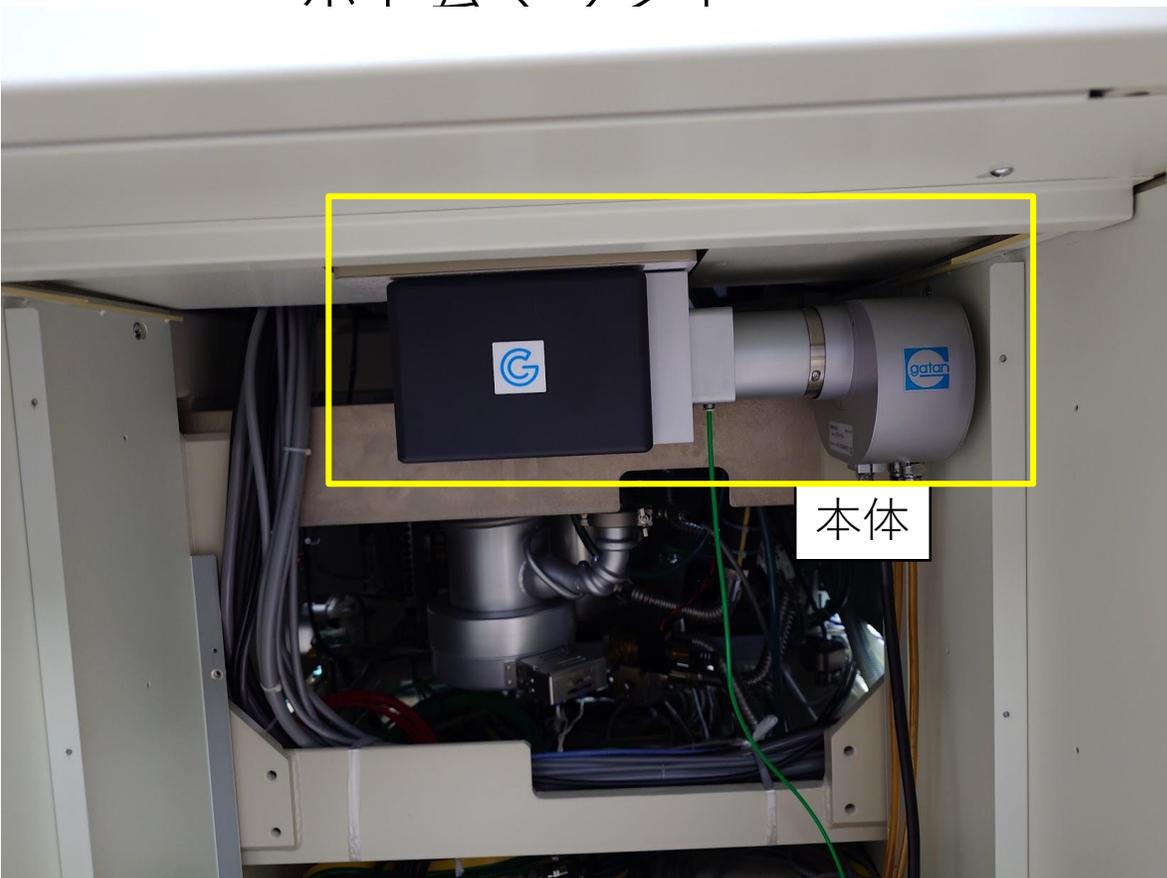


図1 検出器を装着したJEM-2100Plus<sup>\*2</sup>

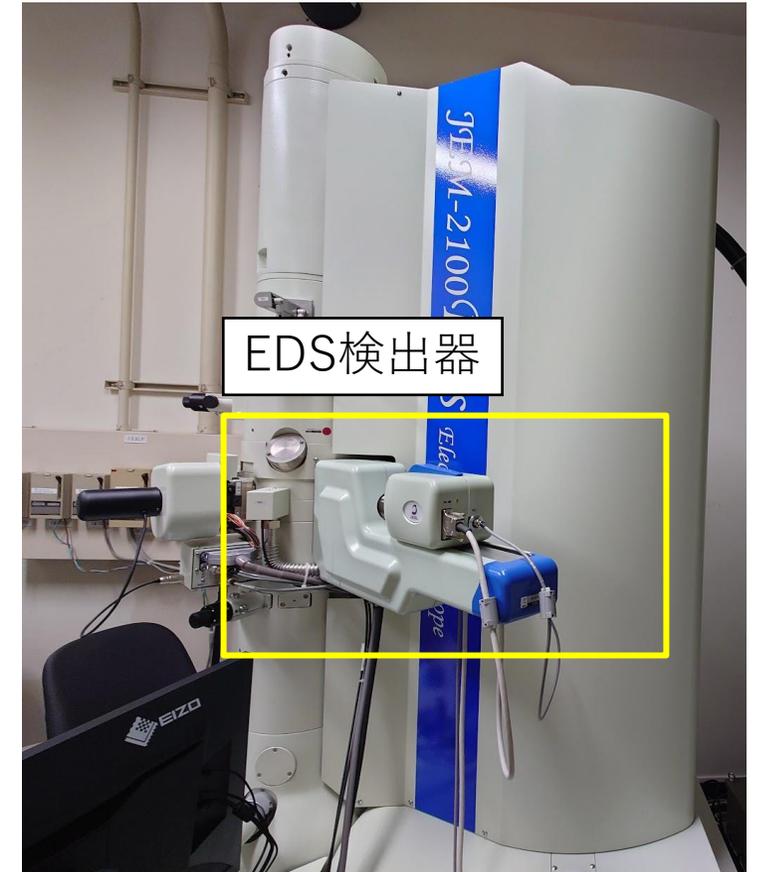
# 設備：CCDカメラ

- Gatan Orius SC600
  - ボトムマウント



# 設備：EDS

- JED-2300, DrySD100GV
  - 検出器： $\phi$  100mm2SDD
  - 検出元素：B~U



# 設備：ホルダステーション

- JDS-230F



# 設備：イオンクリーナー

- JIC-410
  - グロー放電による大気プラズマ
  - 炭化水素系汚染物の除去



# 設備：試料ホルダ

- 1軸
- 2軸
- 強磁性用

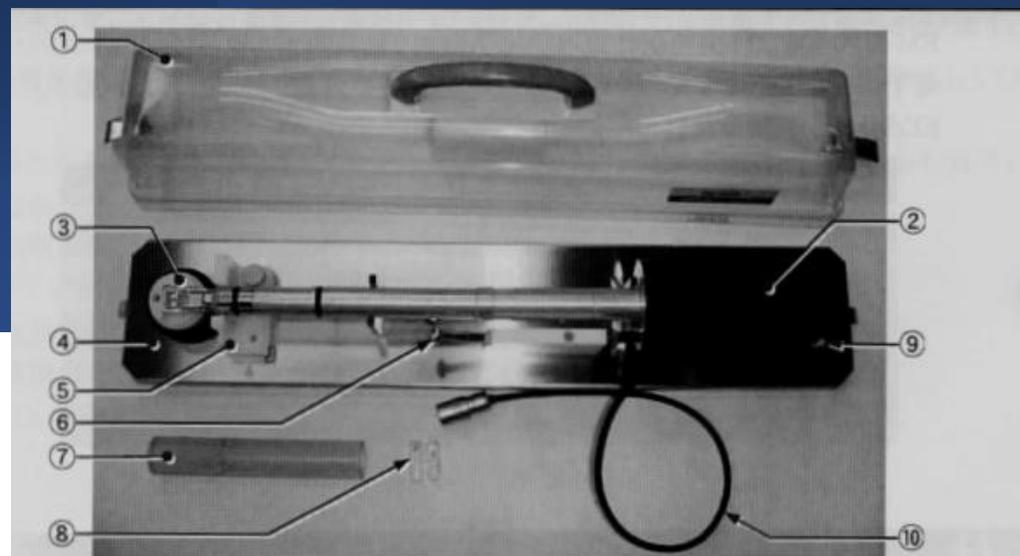
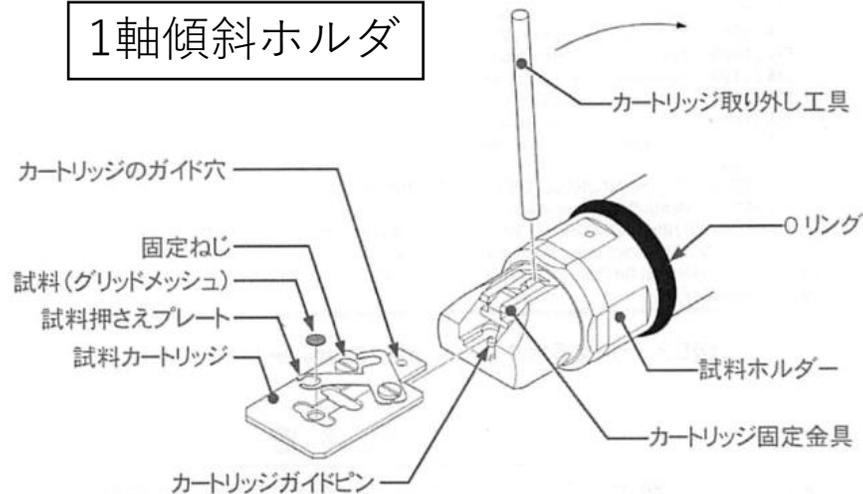


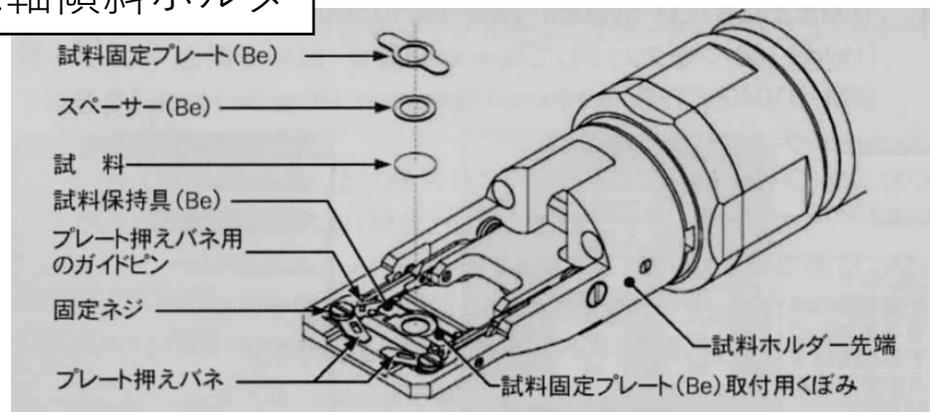
図1 試料ホルダの構成

- |               |   |
|---------------|---|
| ① 試料ホルダ収納カバー  | ⑦ 保護筒                                   |
| ② 試料ホルダ       | ⑧ スパースー(Be), 試料固定プレート(Be), プレート押えバネ(左右) |
| ③ 試料交換台       | ⑨ 試料ホルダ収納時のホルダサポート固定ネジ穴                 |
| ④ 試料ホルダ台      | ⑩ 傾斜駆動ケーブル                              |
| ⑤ ホルダサポート     |   |
| ⑥ 試料交換専用ドライバー |   |

## 1軸傾斜ホルダ



## 2軸傾斜ホルダ



# 基礎1日目： 試料セット

1. 試料の条件
2. ホルダステーション
3. 試料着脱（1軸ホルダ）
4. 試料着脱（2軸ホルダ）
5. クリーニング
6. ホルダ挿入
7. ホルダ引抜き

# 試料セット：試料の条件

- サイズ： $\phi 3\text{mm}$ 、厚さ  
100 $\mu\text{m}$ 以下
- 十分に乾燥している
  - 真空デシケーター（1昼夜）
- 磁性が小さい
- 十分な強度・固定
- 真空や電子線に対する安定性

基礎1日目：  
ビーム出し

1. 加速電圧
2. エミッション