

# JEM-2100plus トレーニング (基礎～初級)

- 金研分析電顕室
- 2024/4 - 6 (第1期)
- 第3回



# 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調整と視野探し

## 初級

1. (方位出しを伴わない) 初歩的なTEM観察とカメラによるデータ取得
- 2.基本的な暗視野 (平行ビーム) 及びCBD/NBDと初歩的なSTEM (集束ビーム)
  - 1.STEM-EDS
- 3.自主トレーニング
- 4.初級ライセンス認定

# 初級1日目：（方位出しを伴わない）初歩的なTEM観察とカメラによるデータ取得

1. [スクリーン]：電子回折復習 +  $\alpha$
2. [スクリーン]：像観察復習 +  $\alpha$
3. CCD(ボトムマウント：Orius)
4. データ取り出し
5. 使用記録
6. ノートPC

スクリーン：  
電子回折復習 +  
 $\alpha$

1. 電子回折表示（前回の復習）
2. 晶帯軸への傾斜
  1. SAD
  2. 菊池線
  3. Beam Tilt（微調整）

# (前回の復習) [スクリーン]電子回折表示

## 1. 像観察モード

1. 視野探し
2. 焦点合わせ (粗)
3. 制限視野絞り (SA) 挿入

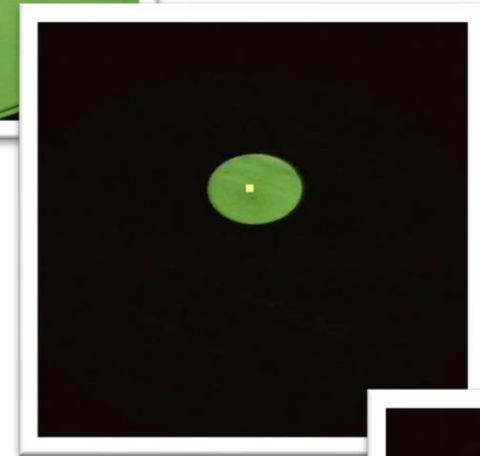
視野選択



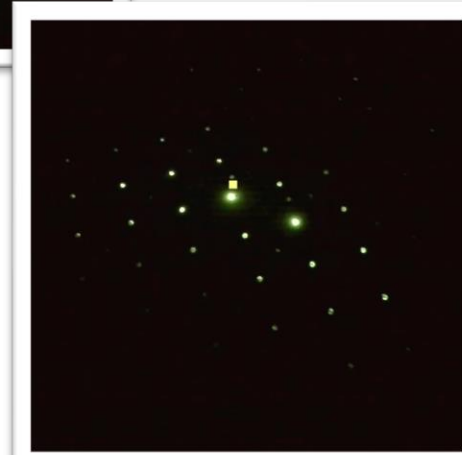
## 2. DIFFモードへ

1. ビームを広げる
2. カメラ長選択
3. 焦点合わせ (DIFF Focus)
4. スポットセンタリング

SA絞り



DIFF



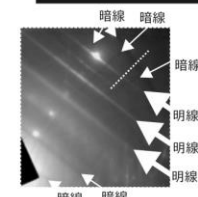
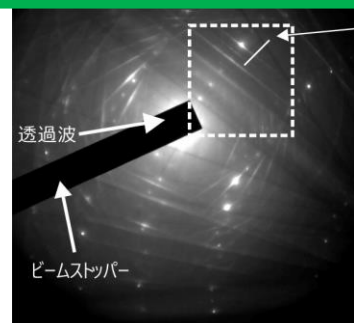
# 晶帯軸への傾斜

1. 試料傾斜
2. 菊池線
  1. 厚い試料
  2. ビーム集束
3. Beam Tilt
4. Bend Contour
5. (ソフトウェア)

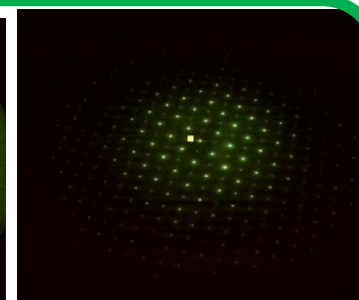
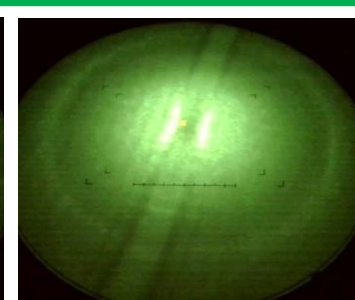
試料傾斜



菊池線  
(厚い試料)



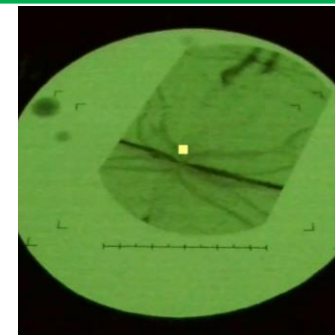
菊池線



BeamTilt

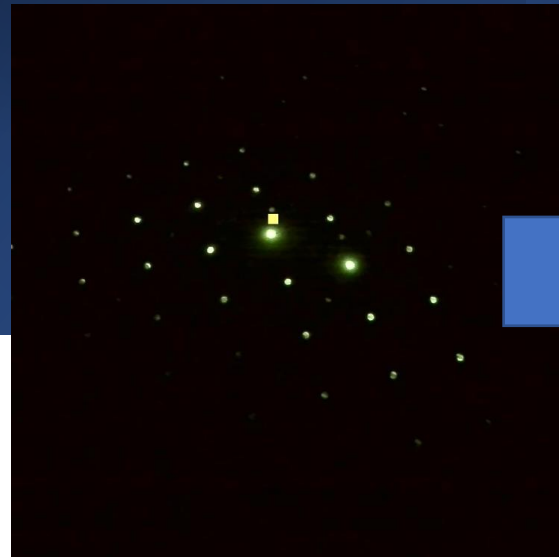


Bend Contour

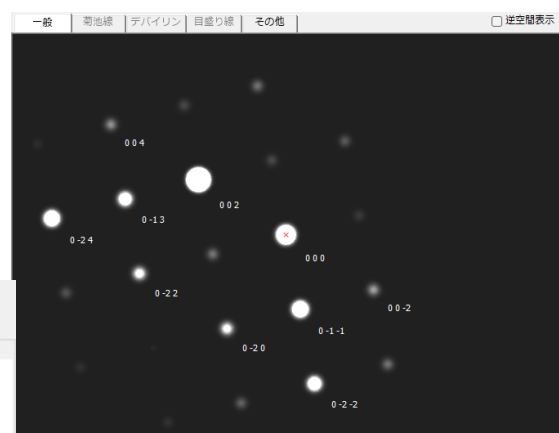
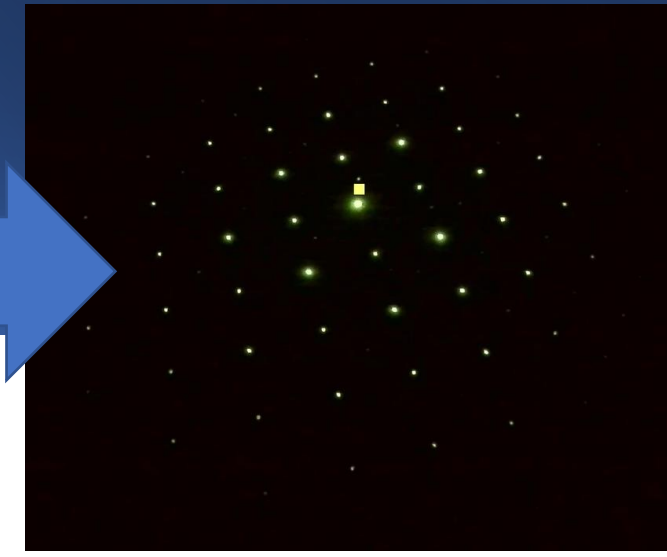


# ソフトウェア：Reciproro

- 電子回折シミュレーション
  - 入射方位の確認
  - 晶帯軸入射に必要な傾斜角・方位の予測
- 結晶構造の情報が必要
  - Cifファイル



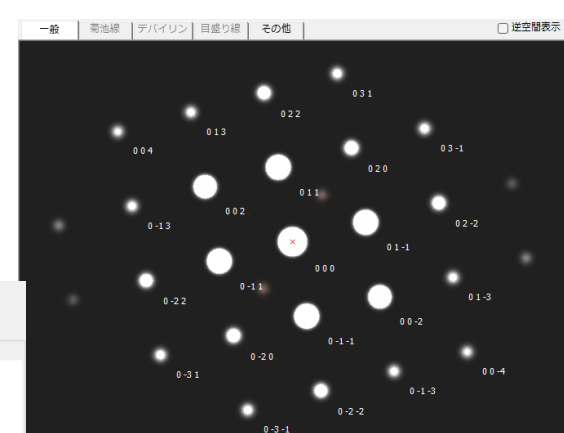
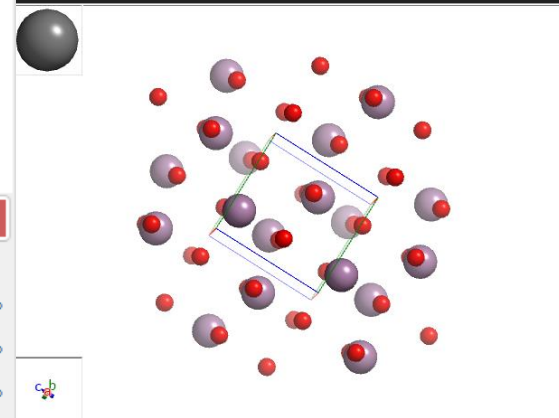
傾斜  
0~2°



回転状態表示/制御  
現在の結晶方位  
[11 -1 0]

方向リセット

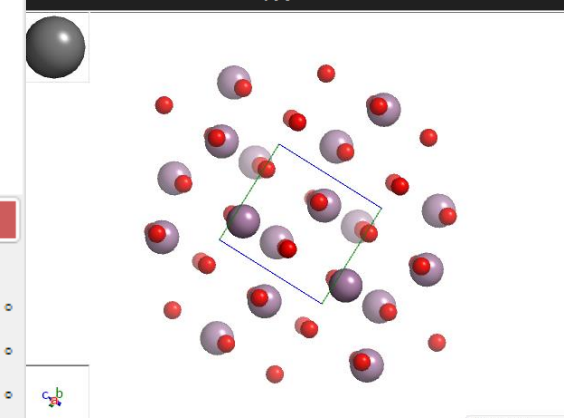
オイラー角  
φ -122.182  
θ 89.689  
ψ 91.365



回転状態表示/制御  
現在の結晶方位  
[1 0 0]

方向リセット

オイラー角  
φ -122.179  
θ 90.000  
ψ 90.000



結晶名 Molybdenum trioxide - alpha MoO3

化学組成 Mo O3

格子/対称性 原子情報 引用文献 状態方程式 弾性定数

格子定数  
a 13.8674 Å α 90  
b 3.6976 Å β 90  
c 3.9644 Å γ 90

対称性  
結晶系 orthorhombic  
点群 m m m  
空間群 62: P n m a

単位格子体積 203.2790 Å³ 単位格子質量 956.0679 ×10<sup>-24</sup> g モル体積 30.6043 cm³/mol  
モル質量 143.9393 g/mol 密度 4.7032 g/cm³

# ソフトウェア：CrysTBox

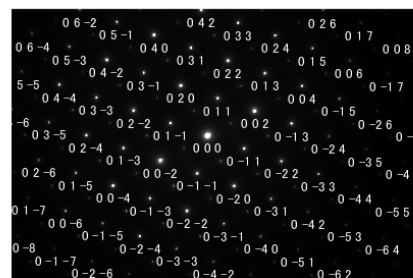
- 自動指数付け
- 準備
  - 電子回折パターンのdmファイル
    - 多少方位が晶帯軸からズレていても良い
  - CIFファイル
    - ICSD等から取得

## CrysTBox diffractGUI - analysis report

File:	Orius SC1000A 1 200kV 250X 3083.dm4	Zone axis:	1 0 0
Material:	Mo1 O3	Estimate Rating	Excellent
Date:	2024-05-20 15:52:59		



Original image



Identified spots/disks

The screenshot displays the CrysTBox diffractGUI interface. The top panel shows input parameters: Orius SC1000A 1 200kV 250X 3083, Resolution 0.038299 1/nm, and Material Mo1 O3. The Procedure panel includes buttons for 'Launch all', 'Detect beams', 'Get 30 candidates', 'Ranasc - fit lattice', 'Choose vectors', and 'Find zone axis'. The D-spacings table is as follows:

d spacing [nm]	[1/nm]	d spacing ratios [-]	A	B	C	D
A 0.266	A 3.762	A	1.000	1.458	0.997	1.366
B 0.192	B 5.493	B	0.696	1.000	0.684	0.937
C 0.267	C 3.752	C	1.003	1.461	1.000	1.369
D 0.195	D 5.137	D	0.732	1.067	0.730	1.000

The Zone axis is set to 1 0 0. The Found planes table is:

Found planes:	Rating:
A 0 -1 1	Consistency check: OK
B 0 -2 0	Lattice check: OK
C 0 -1 -1	Total angular dist. 0.17
D 0 0 -2	d-spacing STDEV 0.0007
	Struct. factor dev. 0.5567

The main view shows a 2D diffraction pattern with a 3D unit cell model overlaid. The bottom panel includes a 'Planes' table:

Miller (plane)	Miller (dir.)
1 2 3	1 2 3
1 2 3 4	1 2 3 4

Additional tables show Bravais and Miller indices for planes and directions.

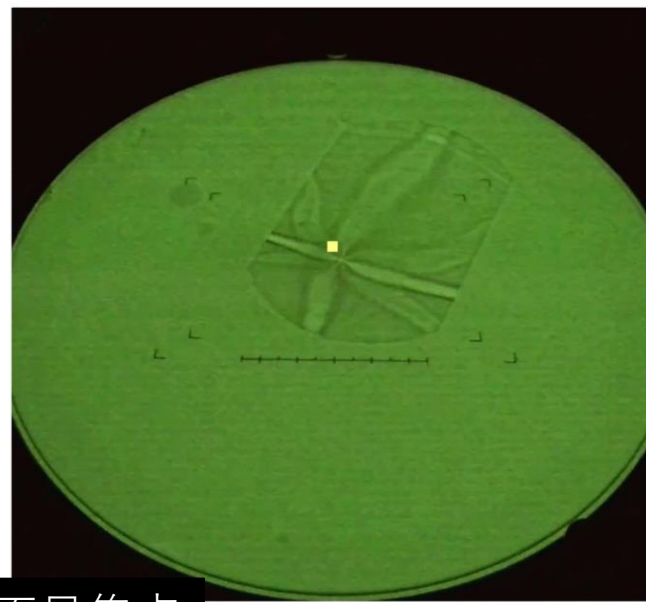


スクリーン：  
像観察 +  $\alpha$

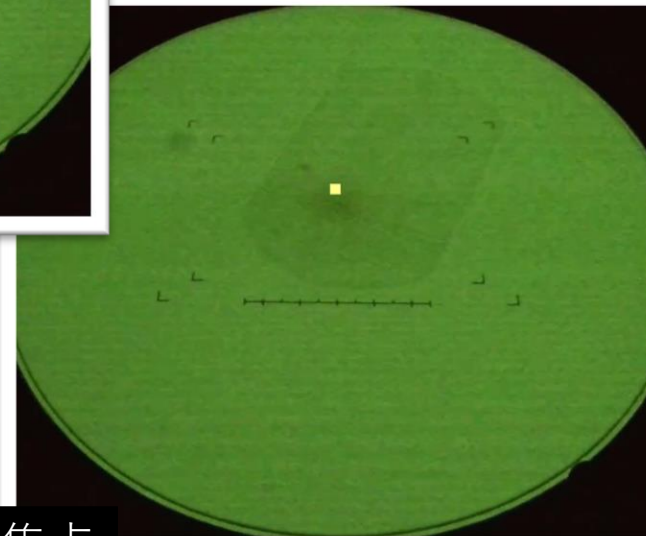
1. (絞り無し) 顕微鏡像表示
2. (絞り大) 多波干渉像 / HC像
3. (絞り小) 明視野像

# 顕微鏡像表示 (対物絞りなし)

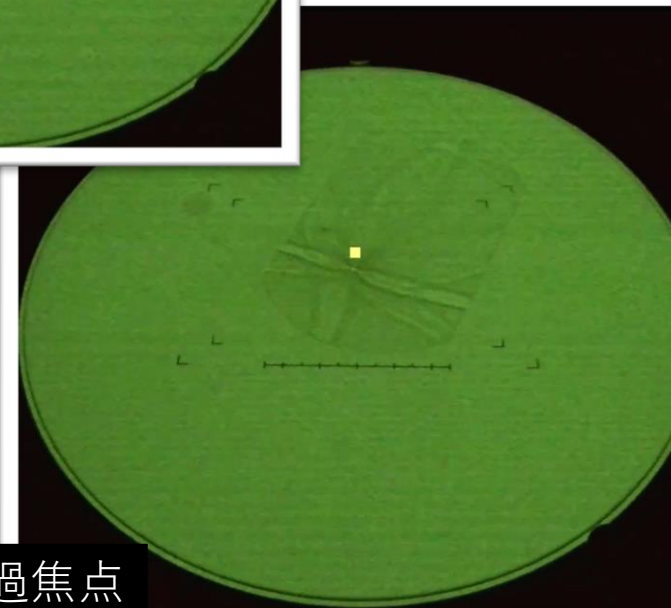
1. 視野探し
2. 倍率設定
3. 明るさ調整
4. 焦点合わせ
  1. Std Focus
  2. 高さ調整
  3. OBJ Focus
5. (非点収差補正)



不足焦点



正焦点



過焦点

# 多波干渉像／HC像

対物絞り無し



HCA (大)

## 1. 像観察モード

1. 視野探し
2. 焦点合わせ (粗)

## 2. 電子回折パターン表示

## 3. 絞り挿入

1. ハイコントラスト絞り
2. 対物絞り (インギャップ)



OLA (大)

## 4. 像モード

1. 焦点合わせ



# 明視野像

## 1. 像観察モード

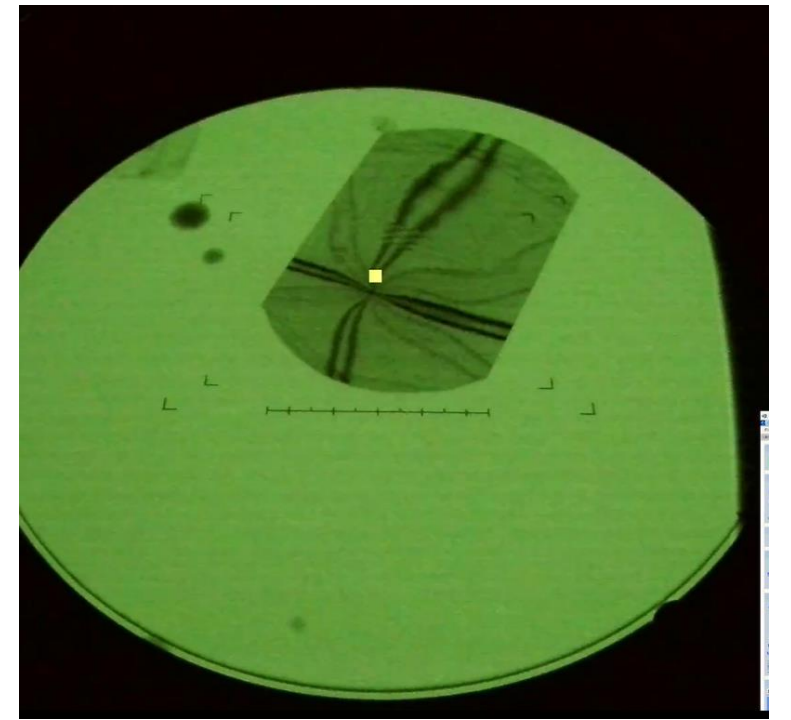
1. 視野探し
2. 焦点合わせ (粗)



## 2. 電子回折パターン表示

## 3. 絞り挿入 (透過波)

1. ハイコントラスト絞り
2. 対物絞り (インギャツ)



## 4. 像モード


1. 焦点合わせ

カメラ（ボ  
トムマウン  
トCCD：  
ORIOUS）

1. DM起動／停止
2. カメラ設定
3. (スクリーン)
  - 倍率・明るさ・ビームストッパー
4. カメラ挿抜・蛍光板開閉
5. 観察・記録
6. (CCD)
  - 倍率・明るさ・ビームストッパー
7. 非点補正 (FFT)

# DM起動／停止

The screenshot shows the DigitalMicrograph software interface. On the left, the 'Microscope System' panel displays '200 kV IMAGING' and 'Magnification x 30'. The 'Technique Manager' on the right shows 'TEM Imaging' and 'Data Fit' icons. A yellow box highlights the 'TEM Imaging' icon, with a red arrow pointing to it from an orange text box. Another yellow box highlights the 'Orius SC1000A 1 Camera' control panel, with a yellow arrow pointing to it from the same orange text box. The orange text box contains the following instructions:

- 起動していない場合
- GATAN PC
  -  アイコンで起動
- カメラのコントローラ表示

The 'Orius SC1000A 1 Camera' control panel shows 'View' and 'Capture' buttons, each with an 'Exposure (s):' field set to '0.1' and '0.5' respectively, and an 'auto' button.

# カメラ設定 (観察・撮影)

GATAN Orius SC 1000



## 設定のポイント

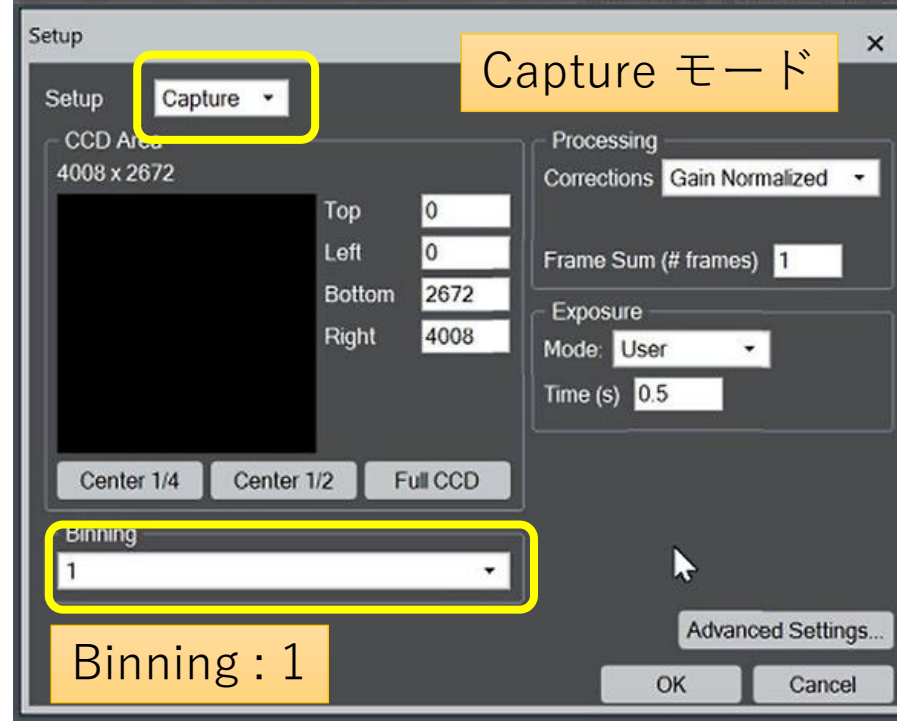
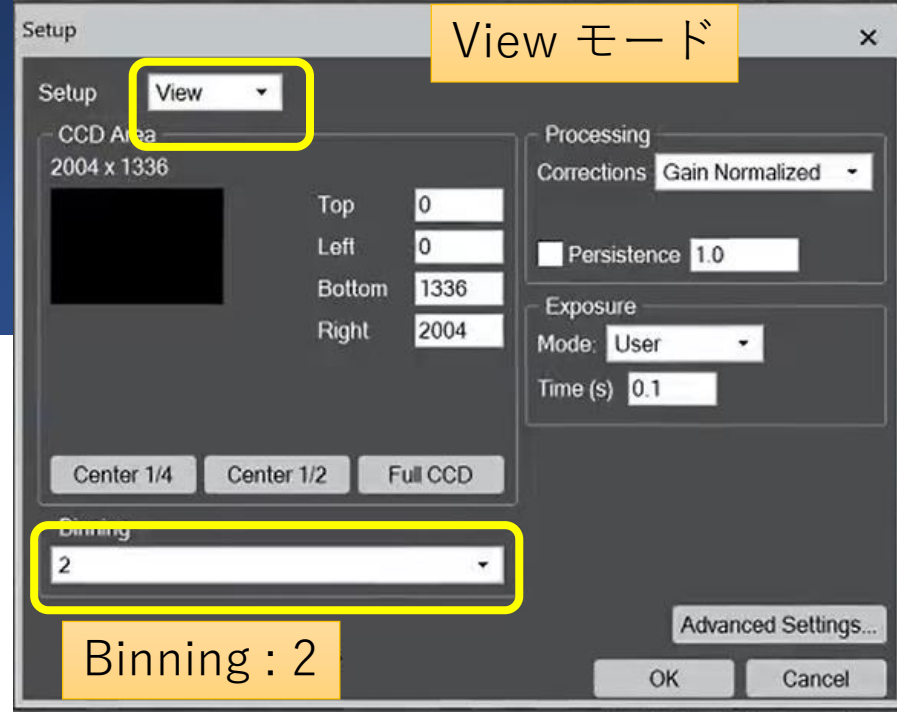
- 十分な解像度
- S/Nがよい
  - 明るい
  - 飽和しない
- 露光時間は短く
  - 低ドリフト
  - 低ダメージ

## 主な設定項目

- CCD Area
- ビニング
- 画素数
- 露光時間

## 標準設定

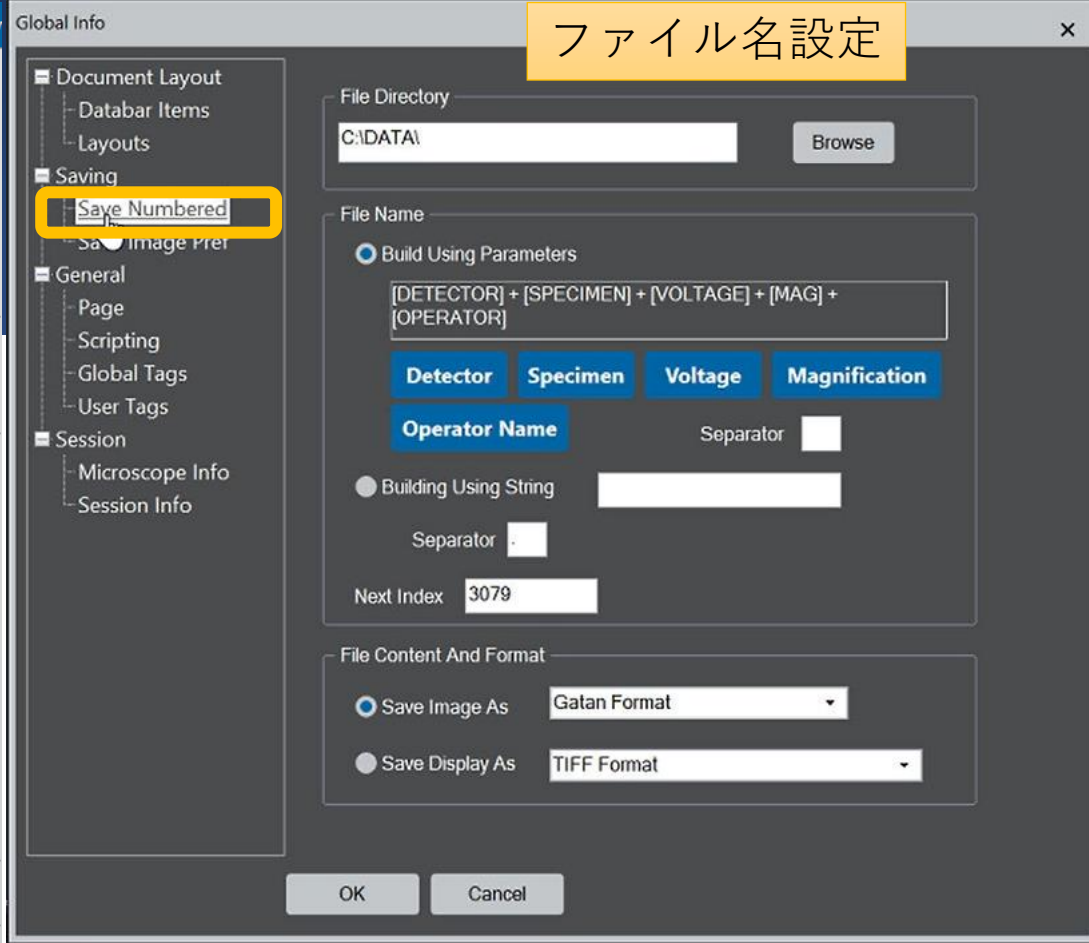
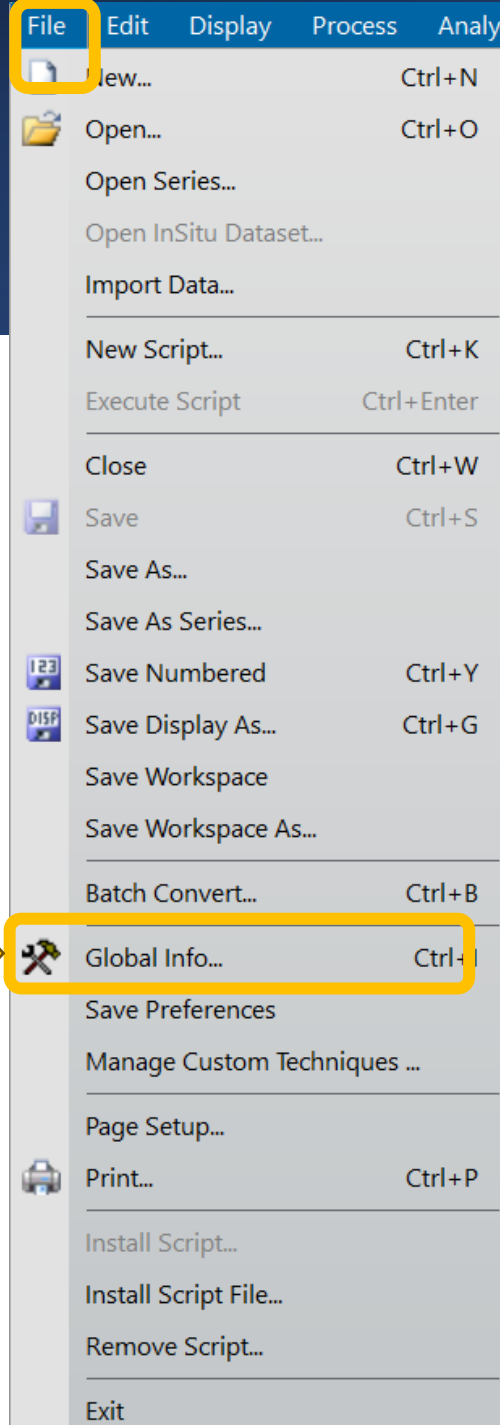
Setup	CCD Area	ビニング	画素数	露光時間	備考
View	Full	2	2004x1336	0.1s	露光時間はAutoも可 (像観察時)
Capture	Full	1	4008x2672	0.5s	



# カメラ設定 (保存条件)

- ファイルフォーマット
  - Gatan Format(解析可)
    - 現行 (dm4)
    - 旧(~ d m3)
  - 汎用画像 (表示のみ)
    - Jpg, (Tiff), bmp, etc...

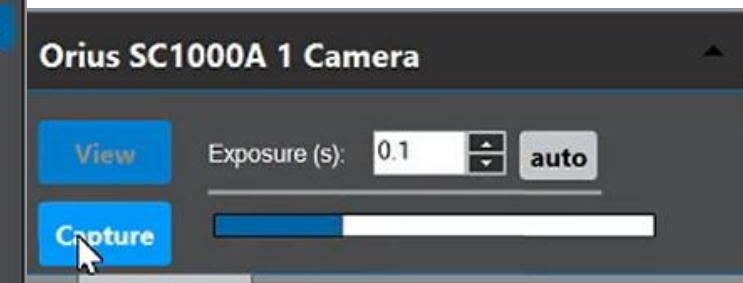
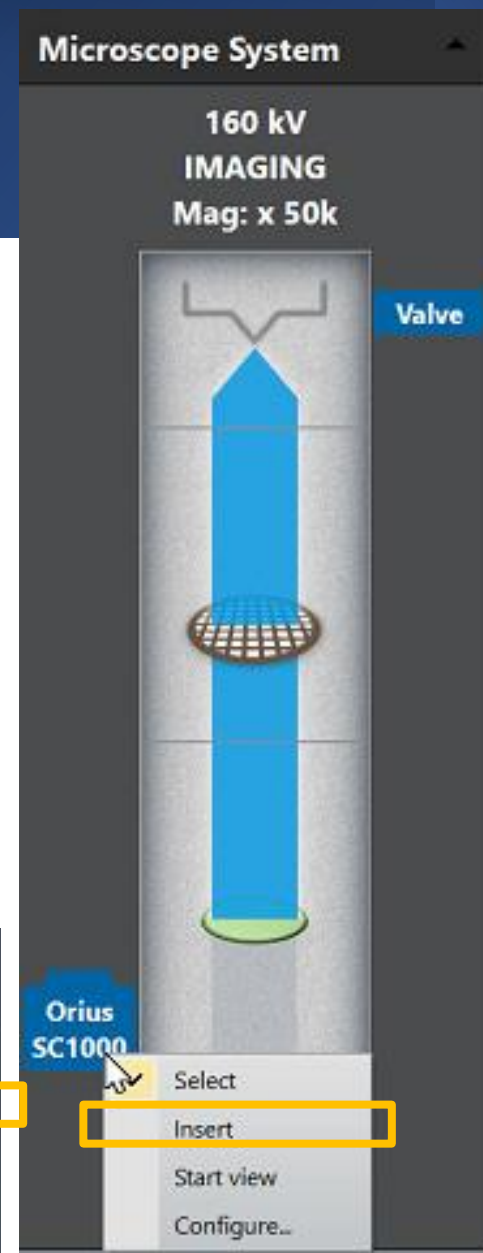
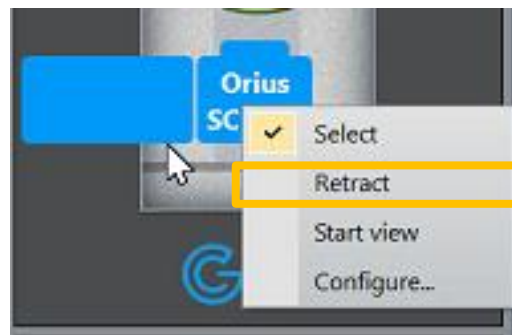
- デフォルトファイル名 (ワークスペース保存)





# カメラ挿抜・蛍光板開閉

- カメラ挿抜
  - View/Captureで自動挿入
  - 一定時間不使用で自動引抜き
  - Microscope System の **Orius SC1000** の右クリックメニューも利用可
- 蛍光板開閉
  - TC : Control : Screen:Open/Close
  - 操作盤RのF4



スクリーン  
Close

スクリーン  
Open

# 観察・撮影・保存

## 観察

- [View] ボタン

## 撮影

- [Capture] ボタン

## 保存

- ワークスペースタブ  
右クリックメニュー
  - Save Workspace As..

保存

観察

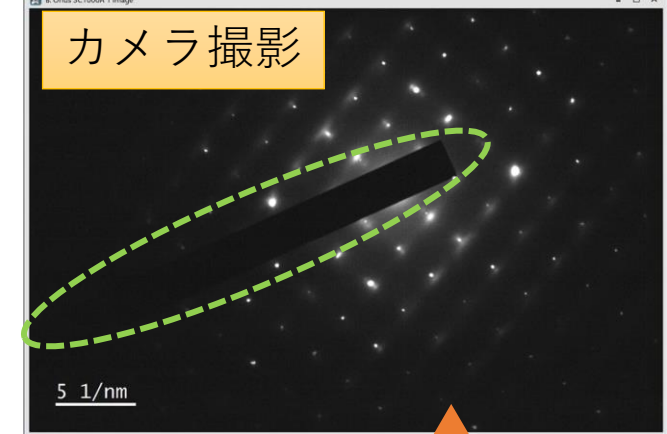
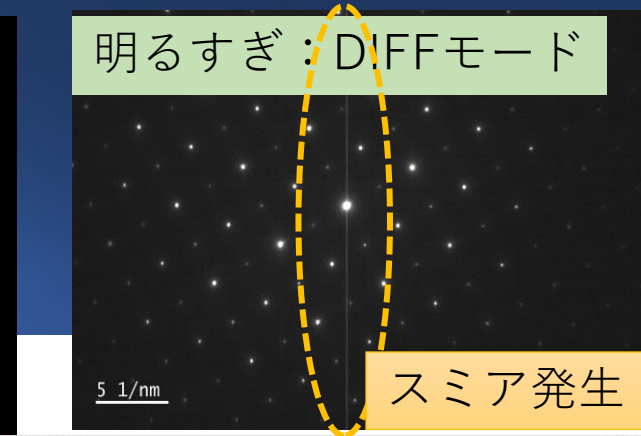
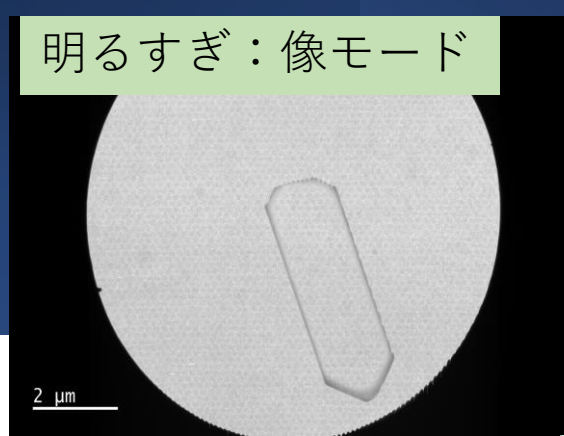
撮影

The screenshot displays the DigitalMicrograph software interface. On the left, the 'Microscope System' panel shows '200 kV IMAGING' and 'Mag: x 25k'. The 'Image Status' panel shows 'Image 5', 'Type: Real 4', and 'Size: 4008 x 2672'. The 'Display Control' panel includes a graph and 'AutoSurvey' checkbox. The 'Control' panel has 'Slice' and 'Image Info' sections. The main window shows a TEM image of a dark, angular object with a '500 nm' scale bar. A red box highlights the 'TEM (3)' tab's right-click menu, with 'Save Workspace As...' selected. An orange box at the bottom left contains the text '撮影済み画像 (未保存)'. On the right, two panels for 'Orius SC1000A 1 Camera' are shown, each with 'View' and 'Capture' buttons and exposure settings. A green box highlights the top camera panel, and another green box highlights the 'Technique Manager' panel at the bottom right, which also shows camera settings and 'HD Video' options. A yellow box at the bottom highlights the 'Image Browser' showing a sequence of captured images.

撮影済み画像  
(未保存)

# (CCD) 倍率・明るさ・ ビームストッパー

- 倍率・カメラ長
  - 同程度の視野
    - スクリーン観察時の約1/3に下げる
- 明るさ
  - 倍率を下げると輝度が上がる
    - 飽和しやすい (スミア・ブルーミングが発生する)
  - Current Density を目安に
    - 像
      - スクリーン：20~50 pA/cm<sup>2</sup>
      - カメラ挿入時：~200 pA/cm<sup>2</sup>
    - 回折パターン
      - Brightness時計方向に回しきる
- (DIFF) 透過波の強度が高い場合
  - 厚い領域を観察
  - SPOTサイズを小さく
  - 制限視野絞りを小さく
  - **ビームストッパー**
    - **スクリーン中央に挿入**
      - **(その後PL Alignで調整)**
  - シャッターを使用する。
    - USの場合 (Oriusでは不可)



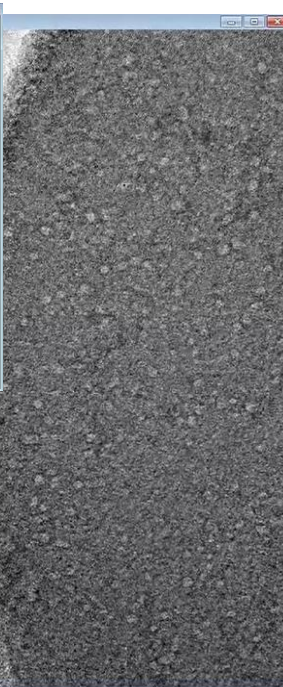
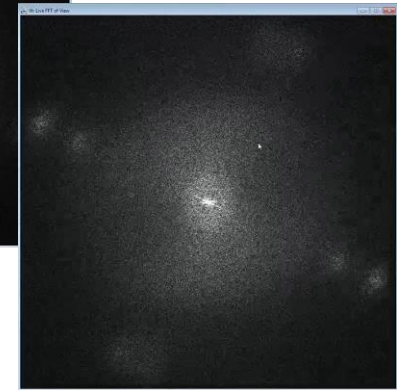
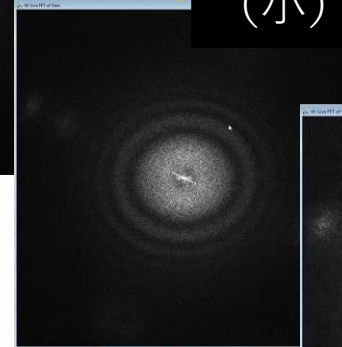
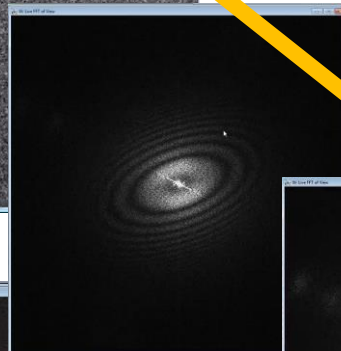
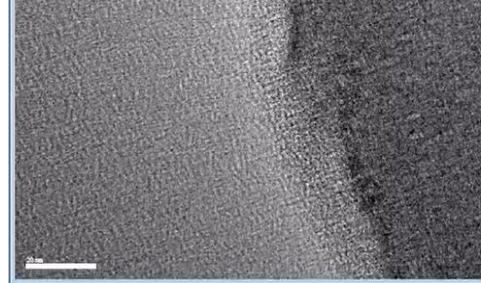
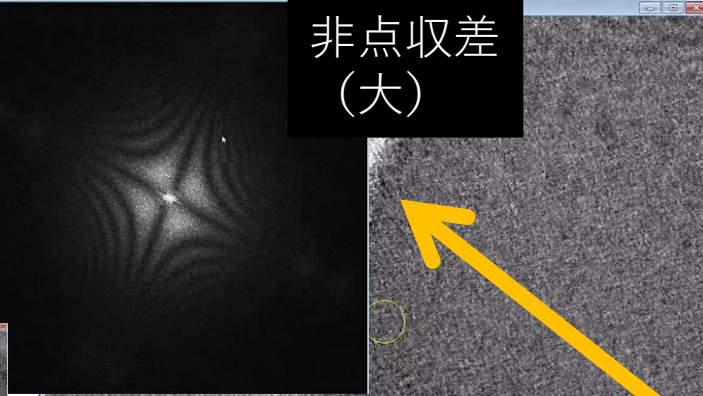
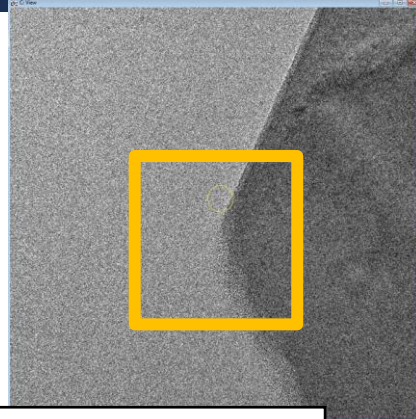
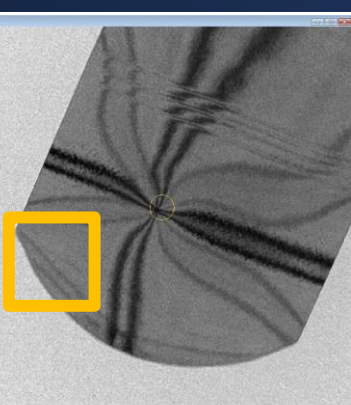
# 非点収差補正 (FFT)

FE-TEM(ARM200F)

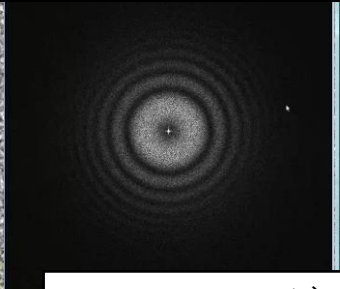
非点収差 (大)

不足焦点

非点収差 (小)

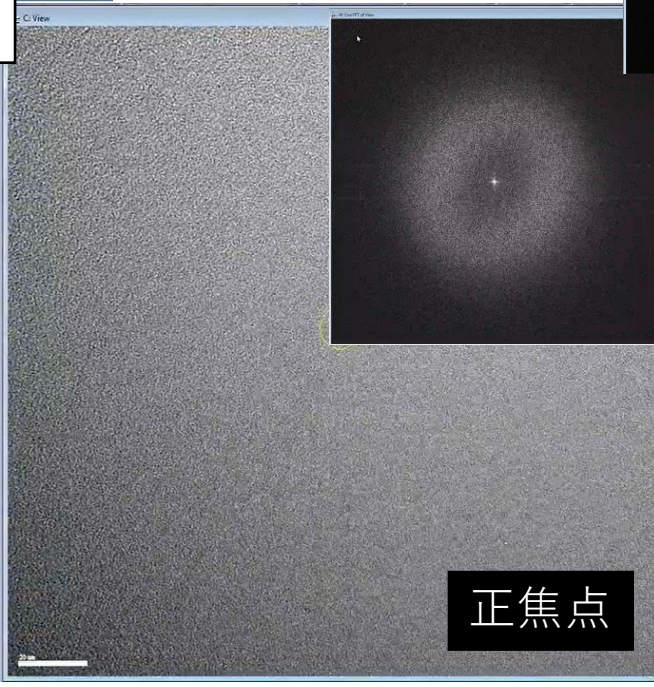


FFTパワースペクトル



Thonリング

不足焦点



正焦点

正焦点

# データ取り出し

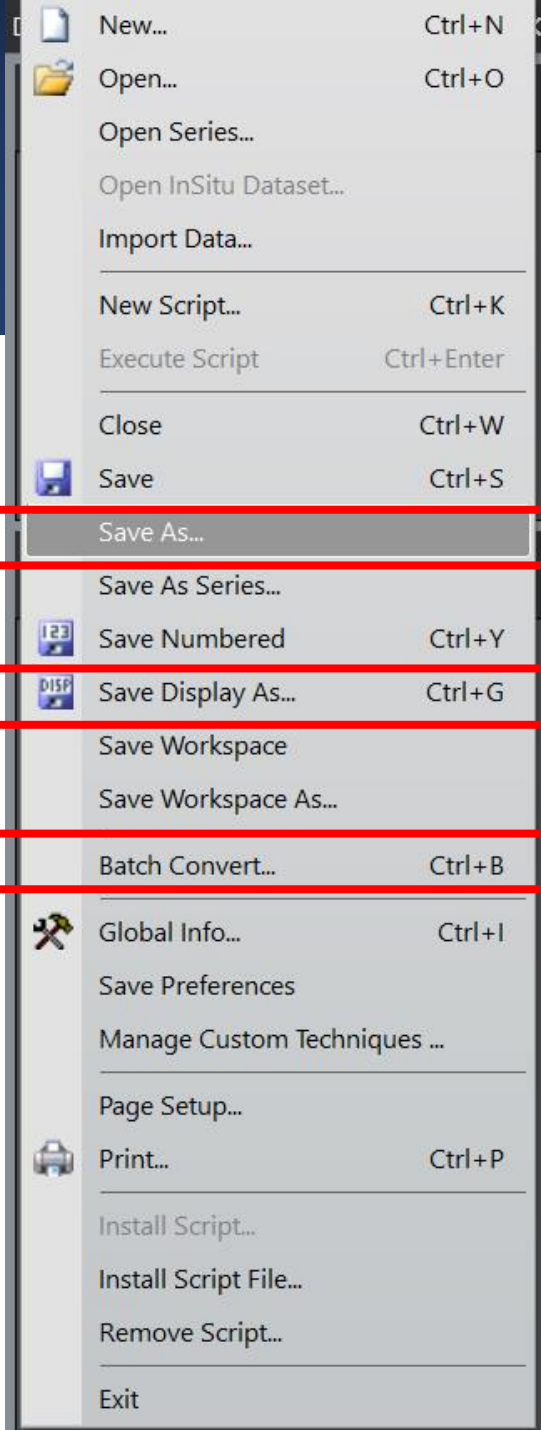
取得したデータの  
持ち出し

1. データ変換
2. データ取り出し
  1. ノートPC経由
  2. NAS経由

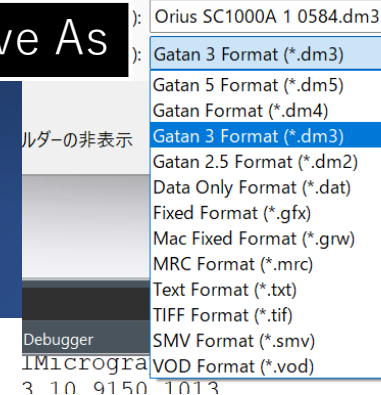
# データ変換 (GMS)

- GATAN形式 → 汎用フォーマット
  - 1ファイル毎
    - 保存時に形式指定
    - Save As
    - Save Display As
  - 一括変換
    - Batch Convert

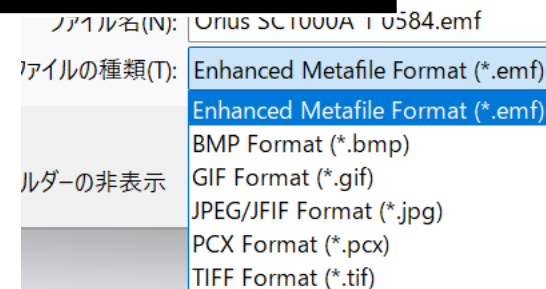
データ変換はできるだけ、GMS3(フリーオフライン版)を各自のPCにインストールして実行してください。



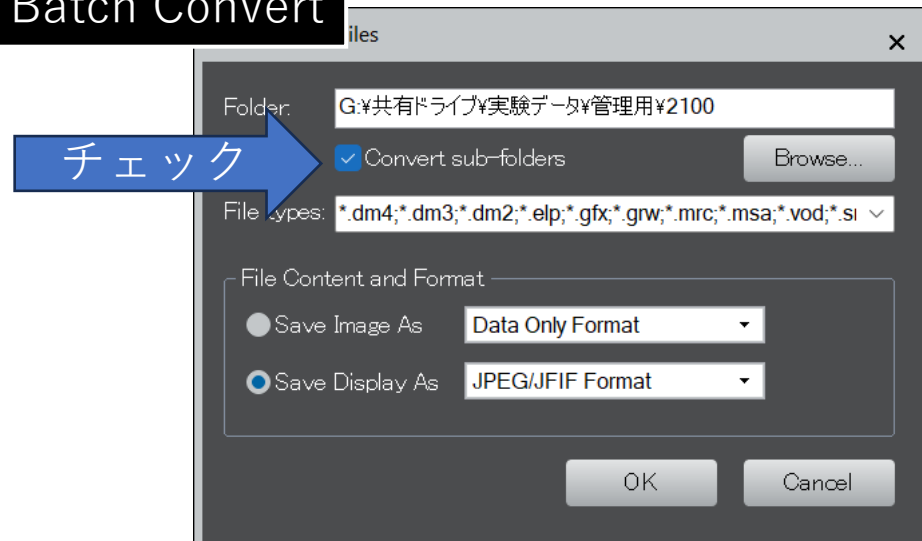
## Save As



## Save Display As



## Batch Convert

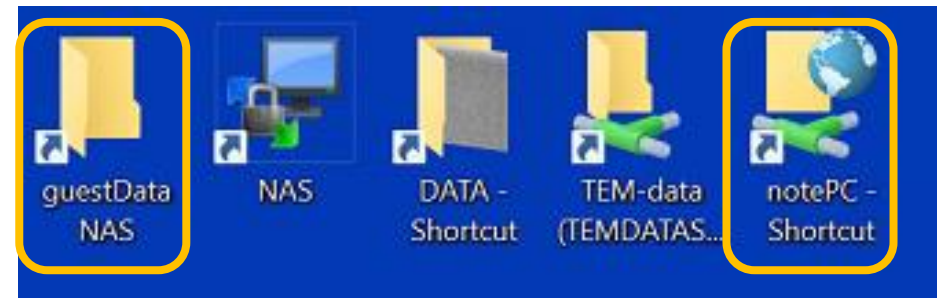


# データ取り出し（ノートPC）

- 併設のノートPCからデータ取り出し
  1. 共有フォルダへファイルをコピー  
(explorer 使用)
    1. notePC-Shortcut (notePC)
    2. guestData NAS(NAS経由)
  2. ノートPCからデータ取り出し
    1. USBメモリで取り出し
    2. ブラウザ経由でアップロード



TEM制御PC類へのUSBメモリ接続禁止



- 共通スペースに保存したデータは他のユーザーに閲覧される可能性があります。
- ストレージ容量確保のため定期的に削除されます。

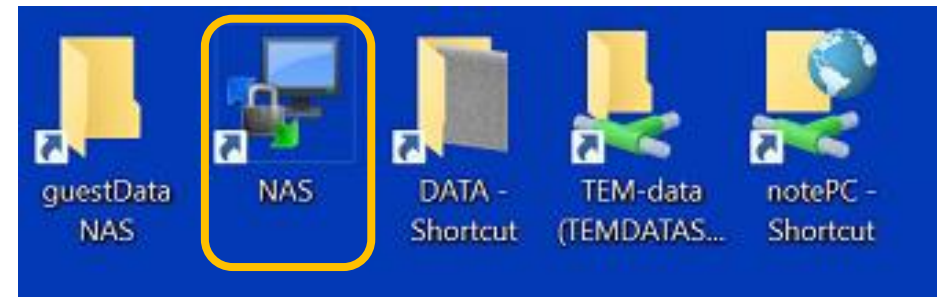
# データ取り出し（NAS経由）

- NAS経由でデータ取り出し
- 要NASアカウント（事前申請）

1. NASへ保存
  - （FTP経由：WinSCP使用）
2. NASから取り出し
  - （所内限定）
3. ファイルサーバから取り出し
  - （所外から可）



TEM制御PC類へのUSBメモリ接続禁止



- NAS (aem-nas-2100.imr.Tohoku.ac.jp) に保存されたデータは、ファイルサーバ(aem-fs.imr.Tohoku.ac.jp)へ一方向同期されます。



# 使用記録

予約システム使用  
<https://aem-www.imr.tohoku.ac.jp/reserve/>  
要アカウント

ログイン直後・一覧

この画面は、ログイン直後の予約システムダッシュボードのスクリーンショットです。左側のメニューには「2100Plus」のリンクが赤い枠で囲まれています。右側のナビゲーションバーにも「JEM-2100Plus」のリンクが赤い枠で囲まれています。赤い矢印は、左側の「2100Plus」リンクから右側の「JEM-2100Plus」リンクへと指しています。

設備詳細・ログ

この画面は、JEM-2100Plusの設備詳細ページです。赤い枠で「JEM-2100Plus」のタイトルと「運用区分」のメニューが囲まれています。赤い矢印は、この「運用区分」メニューから下のスクリーンショットの「運用記録」ボタンへと指しています。

この画面は、予約システムのログイン画面です。赤い枠で「username」と「password」の入力欄が囲まれています。赤い矢印は、この入力欄から中央のスクリーンショットの「2100Plus」リンクへと指しています。

ログイン前

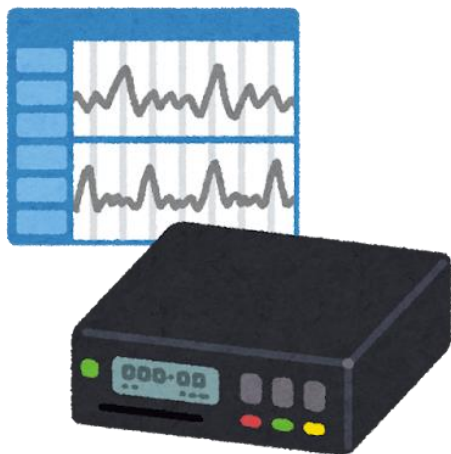
1. ステータス記録
2. 運用記録
3. 実験記録
4. メモ

この画面は、「運用記録」ページです。赤い枠で「設備選択」のメニューが囲まれています。赤い矢印は、このメニューから右上のスクリーンショットの「JEM-2100Plus」リンクへと指しています。

設備選択

# ステータス記録

- 装置の各種モニター等の数値を記録
- 1日数回以上、何度でも記録可
- 重要ステータス以外は「一括記録」から
- 室温・湿度は自動記録
  - 特記事項がある場合等個別記録も可



ステータス記録

項目	レコード	コメント
Dark Current(暗電流)	<input type="text" value="101"/> uA 2024-04-22 18:44:30	<input type="text"/>
Beam Current(エミッションOn時)	<input type="text"/> uA 2024-05-08 13:10:20	<input type="text"/>
BIAS(COARSE/FINE)	<input type="text" value="77"/> 2024-05-14 08:48:20	<input type="text"/>
真空度 (SIP)	<input type="text" value="1.8"/> x10 <sup>-5</sup> Pa 2024-05-14 09:10:52	<input type="text"/>
真空度 (PeG)	<input type="text" value="10"/> 2024-05-14 09:10:52	<input type="text"/>
室温	<input type="text" value="18.1"/> °C 2024-05-19 14:20:02	<input type="text"/>
湿度	<input type="text" value="41"/> % 2024-05-19 14:20:03	<input type="text"/>

ステータス登録  一括記録

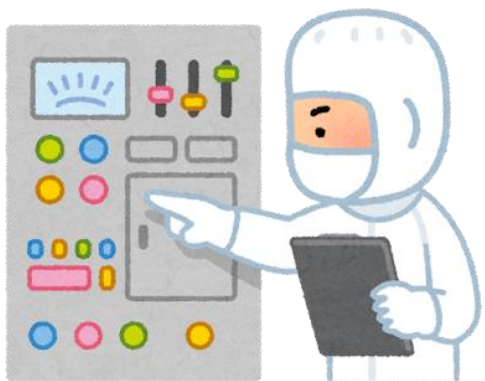
ステータス記録

ステータス登録  チェックがある項目のみ記録

name	comment	period	レコード	コメント
真空度(Gun)(PiG2)		毎日	<input type="text" value="25"/> μA 2024-05-08 07:11:39	<input type="text"/>
真空度(鏡筒)(PiG1)		毎日	<input type="text" value="24"/> μA 2024-05-08 07:11:39	<input type="text"/>
真空度(試料室)(PiG4)		毎日	<input type="text"/> μA 2024-05-03 16:21:25	<input type="text"/>
真空度(像観察室)(PiG3)		毎日	<input type="text" value="27"/> μA 2024-05-03 16:23:13	<input type="text"/>
真空度(RT1)(PiG5)		毎日	<input type="text" value="88"/> μA 2024-05-08 07:11:39	<input type="text"/>
Dark Current(暗電流)		毎日	<input type="text" value="101"/> μA 2024-04-22 18:44:30	<input type="text"/>
Beam Current(エミッションOn時)		毎日	<input type="text"/> μA 2024-05-08 13:10:20	<input type="text"/>
高圧タンクガス圧		毎日	<input type="text" value="0.05"/> MPa 2024-05-03 16:23:13	<input type="text"/>
BIAS(COARSE/FINE)		毎日	<input type="text" value="77"/>	<input type="text"/>

# 運用記録

- 特定の操作・作業を行った場合に記録する。
- 「実施☑」があるものは、作業実施完了を管理者に通知する



## 運用記録 (規程の作業)

項目	実施	作業者	コメント	実施時刻
<a href="#">LN2補給 (AM)</a>	実施			
<a href="#">LN2補給 (PM)</a>	実施			
<a href="#">昇圧 (160kV)</a>	実施			

## 運用記録 (規定外の作業)

項目	実施	作業者	コメント	実施時刻
<a href="#">昇圧 (200kV)</a>	実施			
<a href="#">軸調整 (使用前)</a>	実施			
<a href="#">スタンバイ (160kV)</a>	実施			
<a href="#">ACDヒート</a>	実施☑			
<a href="#">ベーク</a>	実施☑			
<a href="#">コンディショニング</a>	実施☑			
<a href="#">軸調整 (使用后)</a>	実施			
<a href="#">ログ記録</a>	実施			
<a href="#">フィラメント交換</a>	実施			
<a href="#">ベーク終了</a>	実施			

# メモ

- 装置使用中のメモを残せます
  - トラブル
  - 気がついたこと
  - 連絡事項
  - その他



メモ			
timestamp	所属	投稿者	memo
17:57:24	分析コア	長迫	test
<input type="text"/>			投稿

# 実験ログ記録

- 実験・試料の情報を記録
  - 使用目的
    - 利用実態の調査
    - トラブル発生時の原因調査
    - 等
- 試料が複数ある場合は、試料毎に記録してください。

実験ログ記録	
試料毎に記録してください <a href="#">[ログ一覧]</a>	
ゲスト使用者(所属・氏名)	<input type="text"/>
試料名	<input type="text"/>
試料タイプ	ミリング試料 <span>▼</span>
主な使用目的	組織・形態観察 <span>▼</span>
加速電圧	<input type="text" value="200"/> kV
使用ホルダ	2軸傾斜ホルダ <span>▼</span>
EDS使用	<input type="checkbox"/> EDSを使用した場合はチェック
強磁性体	<input type="checkbox"/> 強磁性体試料の場合はチェック
試料クリーニング (or 仕上げ)	なし <span>▼</span>
コメント	<input type="text"/>
(タイムスタンプ) 指定時のみ	<input type="text"/>

# ノートPC

## 併設ノートPCの使用 方法

1. データ取り出し
2. ブラウザ
  1. 予約システム/使用ログ
  2. FileSender
3. アプリケーション
  1. Recipro (DIFF/HREM/STEM シミュレーション)
  2. CrysTBox (指数付け)
4. VNC
5. Zoom等