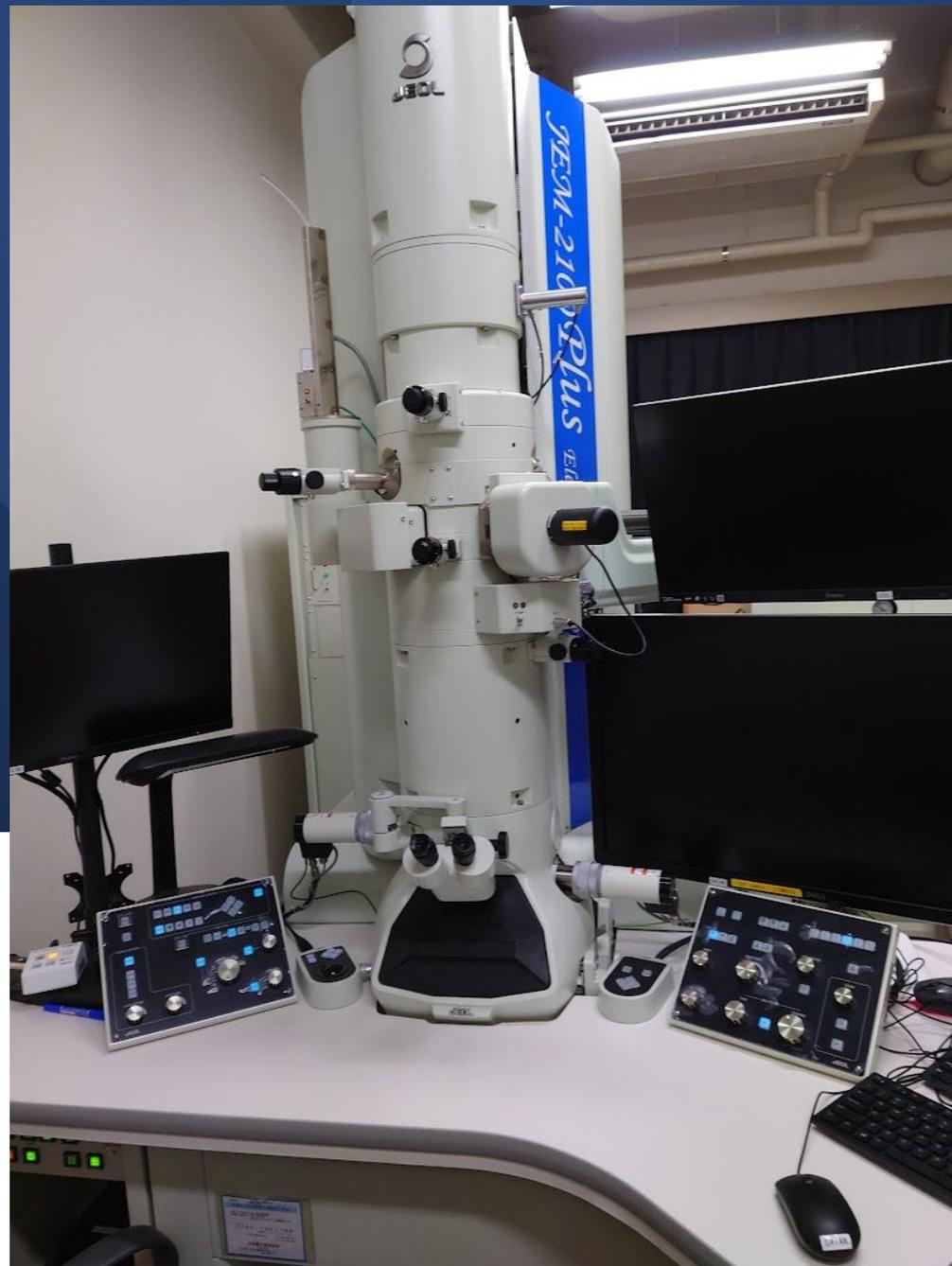


JEM-2100plus トレーニング (基礎～初級)

- 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 + α
2. [スクリーン]：像観察復習 + α
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 +
 α

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

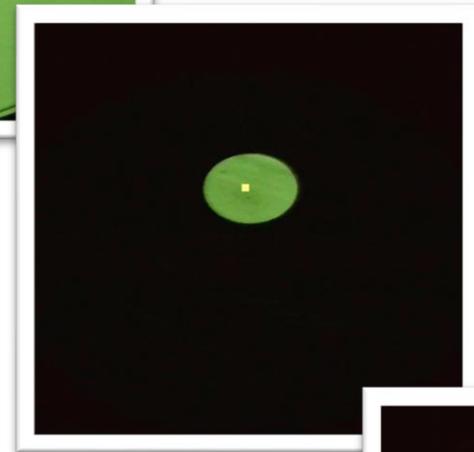
視野選択



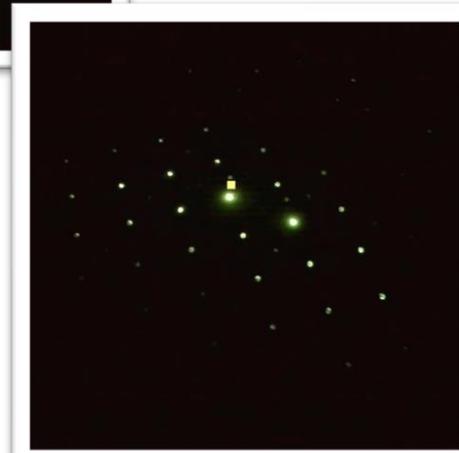
2. DIFFモードへ

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



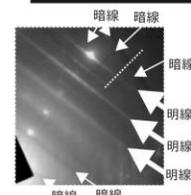
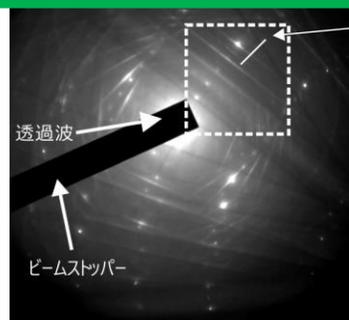
晶帯軸への傾斜

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)

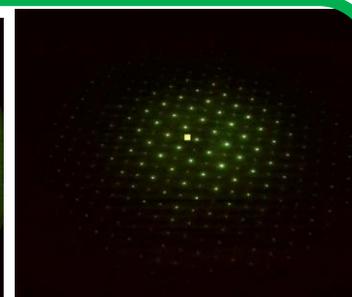
試料傾斜



菊池線
(厚い試料)



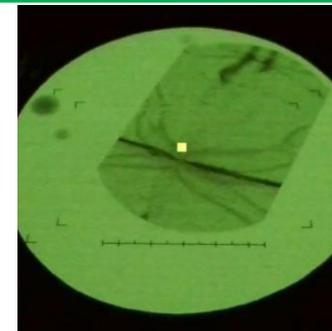
菊池線



BeamTilt

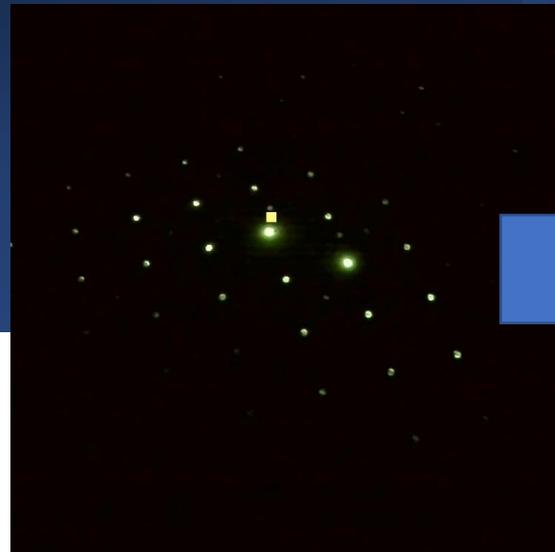


Bend Contour

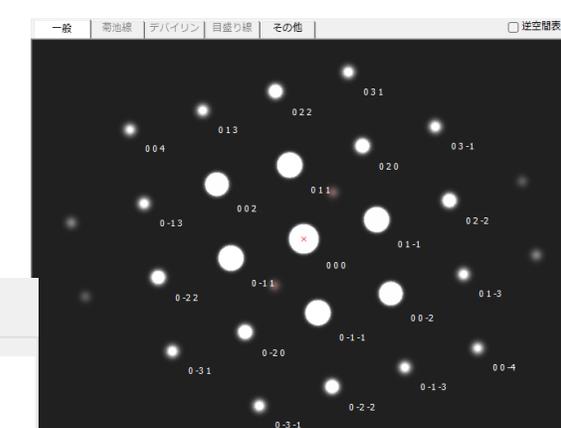
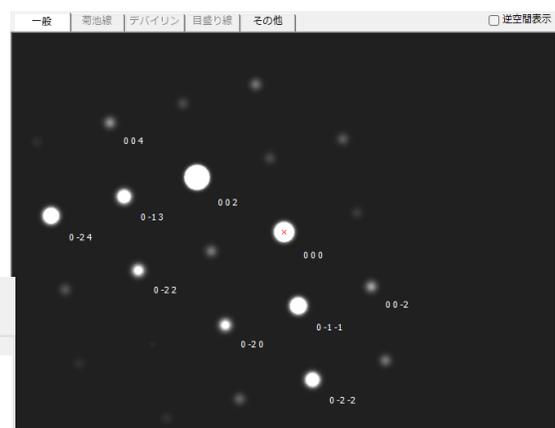
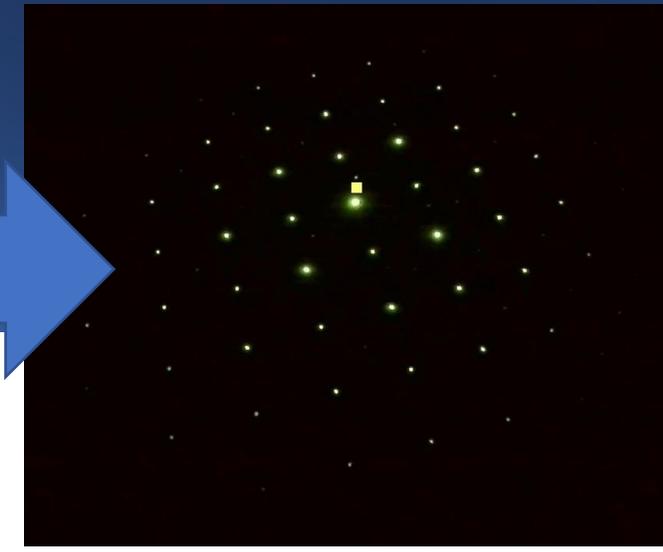


ソフトウェア：Reciproro

- 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°



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 ×10⁻²⁴ g モル体積 30.6043 cm³/mol
 モル質量 143.9393 g/mol 密度 4.7032 g/cm³

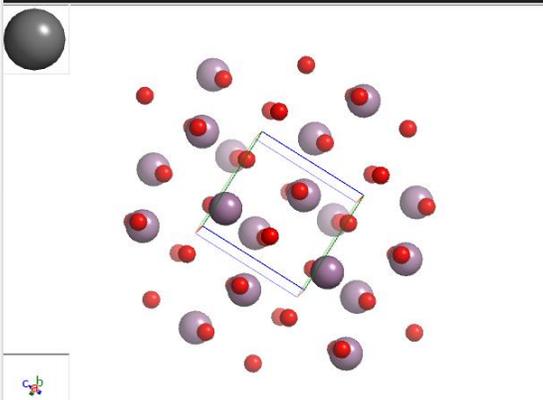
回転状態表示/制御

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



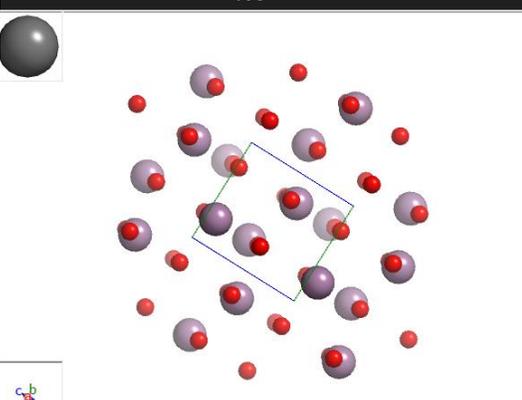
回転状態表示/制御

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



ソフトウェア：CrysTBox

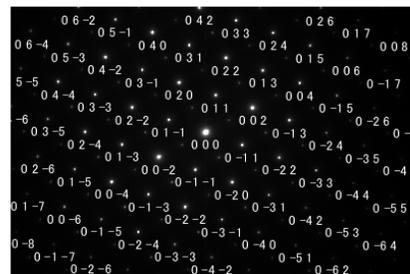
- 自動指数付け
- 準備
 - 電子回折パターンのdmファイル
 - 多少方位が晶帯軸からズレていても良い
 - CIFファイル
 - ICSD等から取得

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 diffraction pattern with a grid of spots and a 3D model of the crystal structure. The bottom panel includes a 'Planes' table:

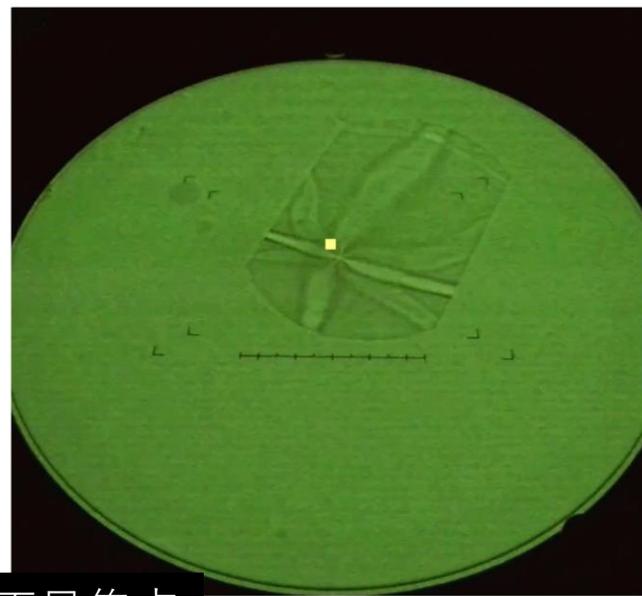
Miller (plane)	Miller (dir.)	Bravais (plane)	Bravais (dir.)
1 2 3	1 2 3	1 2 -3 3	0 1 -1 3
1 2 3 4	1 2 3 4	Miller (plane)	1 2 4
1 2 3 4	1 2 3 4	Miller (dir.)	-2 -1 4

スクリーン：
像観察 + α

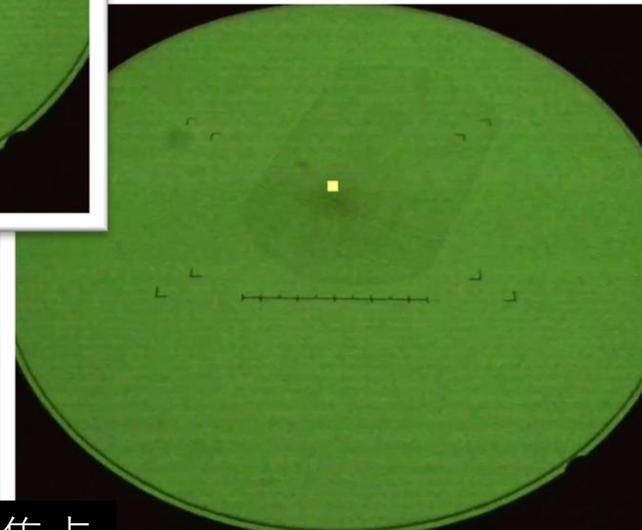
1. (絞り無し) 顕微鏡像表示
2. (絞り大) 多波干渉像 / HC像
3. (絞り小) 明視野像

顕微鏡像表示 (対物絞りなし)

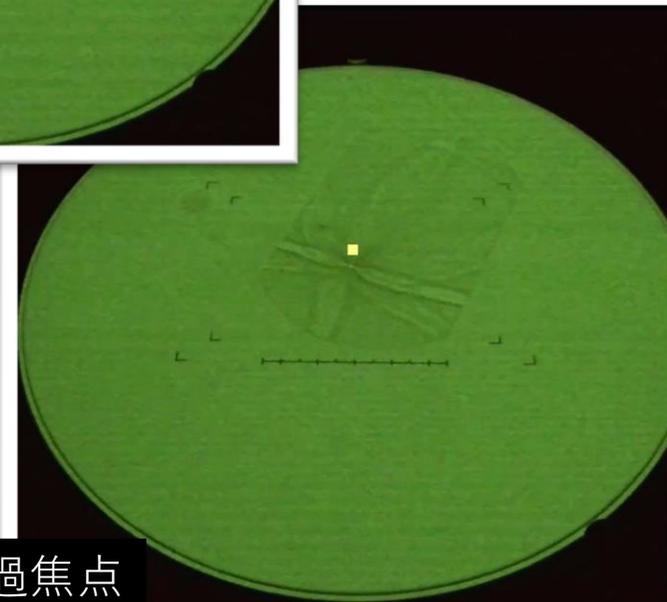
1. 視野探し
2. 倍率設定
3. 明るさ調整
4. 焦点合わせ
 1. Std Focus
 2. 高さ調整
 3. OBJ Focus
5. (非点収差補正)



不足焦点



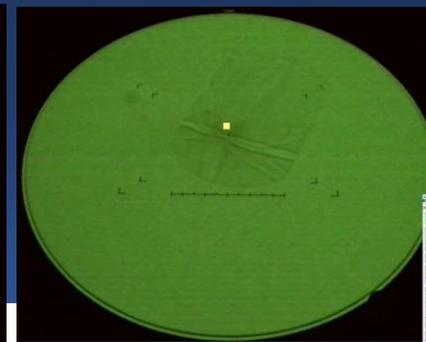
正焦点



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

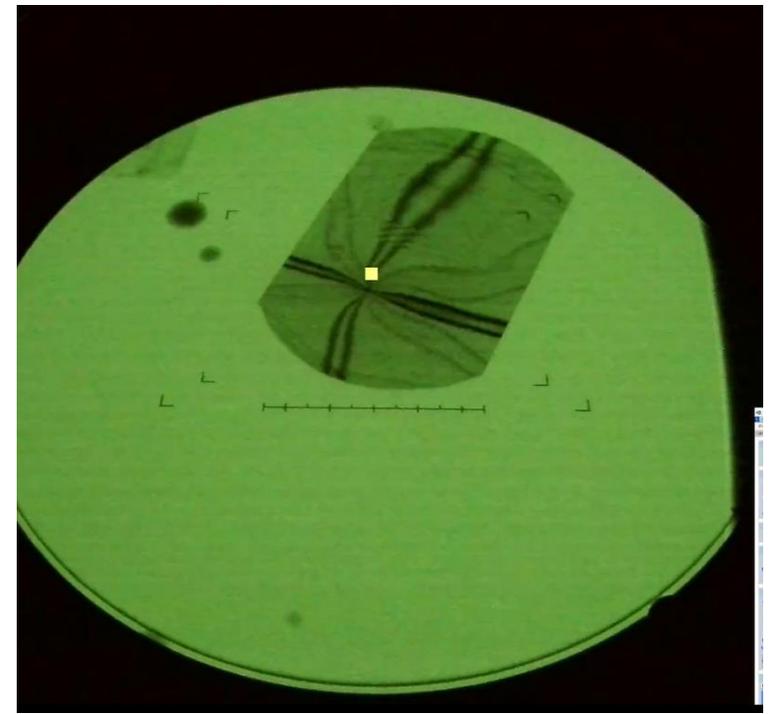
1. 視野探し
2. 焦点合わせ (粗)



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

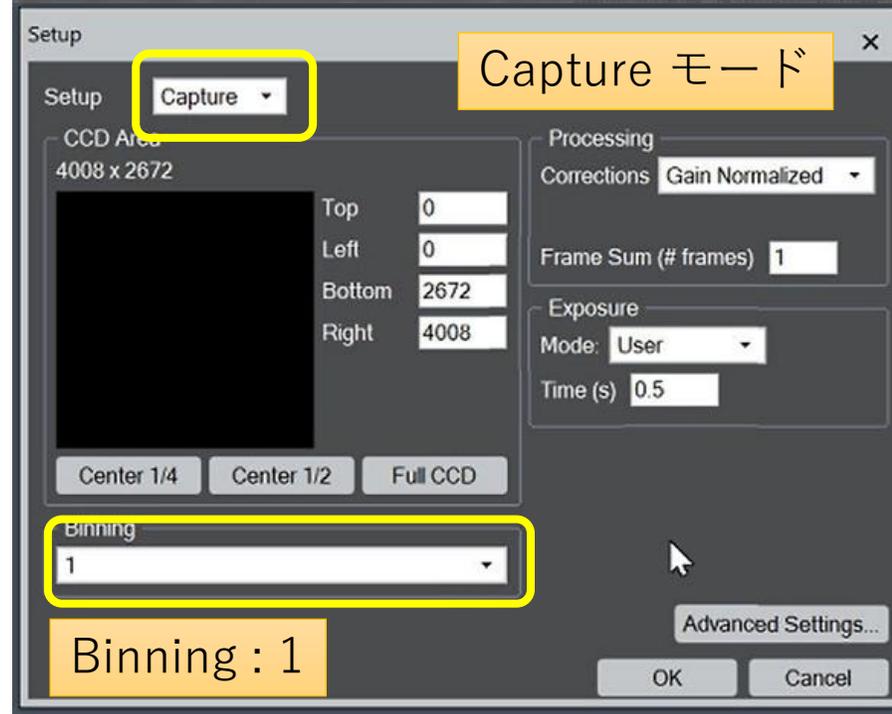
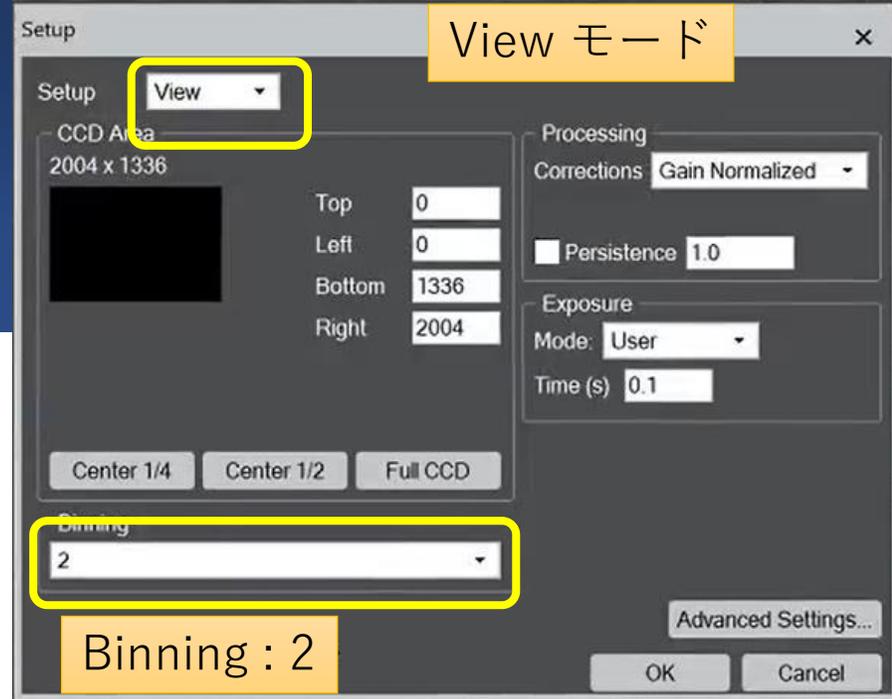
- 十分な解像度
- S/Nがよい
 - 明るい
 - 飽和しない
- 露光時間は短く
 - 低ドリフト
 - 低ダメージ

主な設定項目

- CCD Area
- ビニング
- 画素数
- 露光時間

標準設定

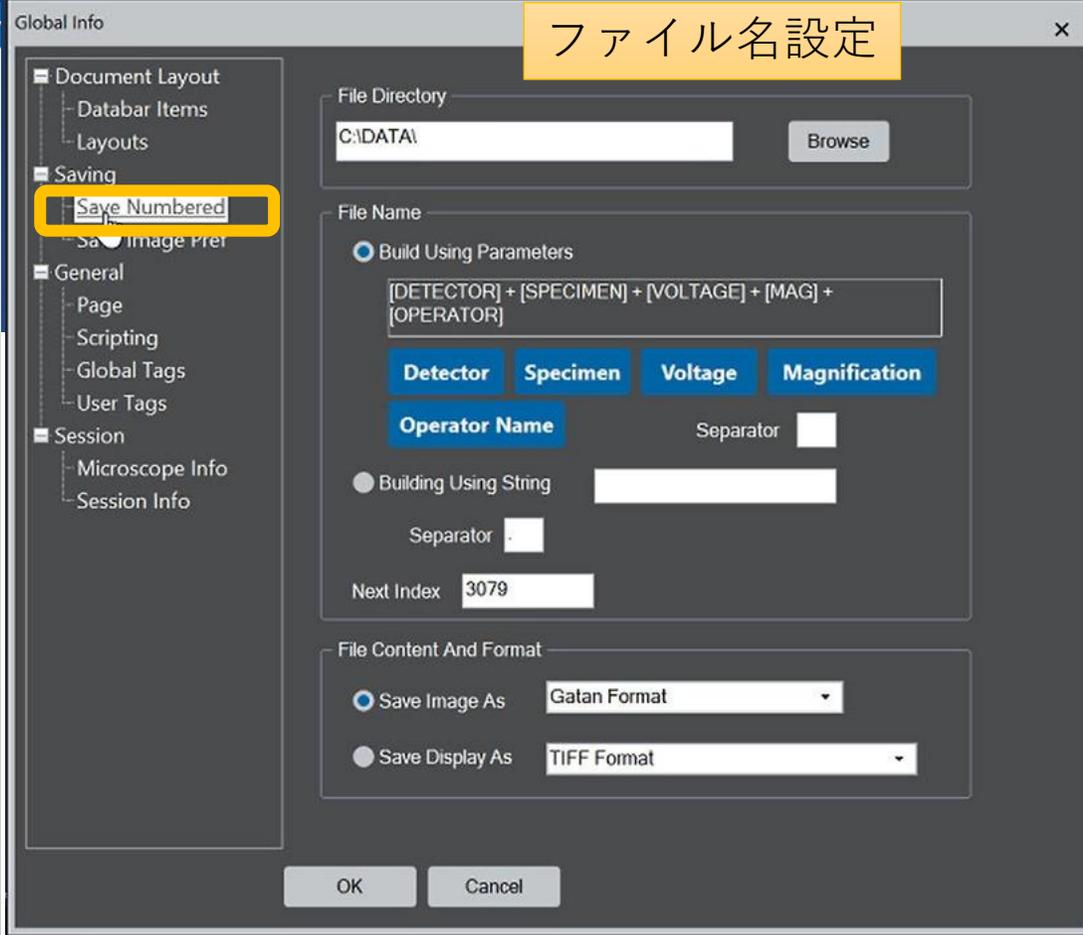
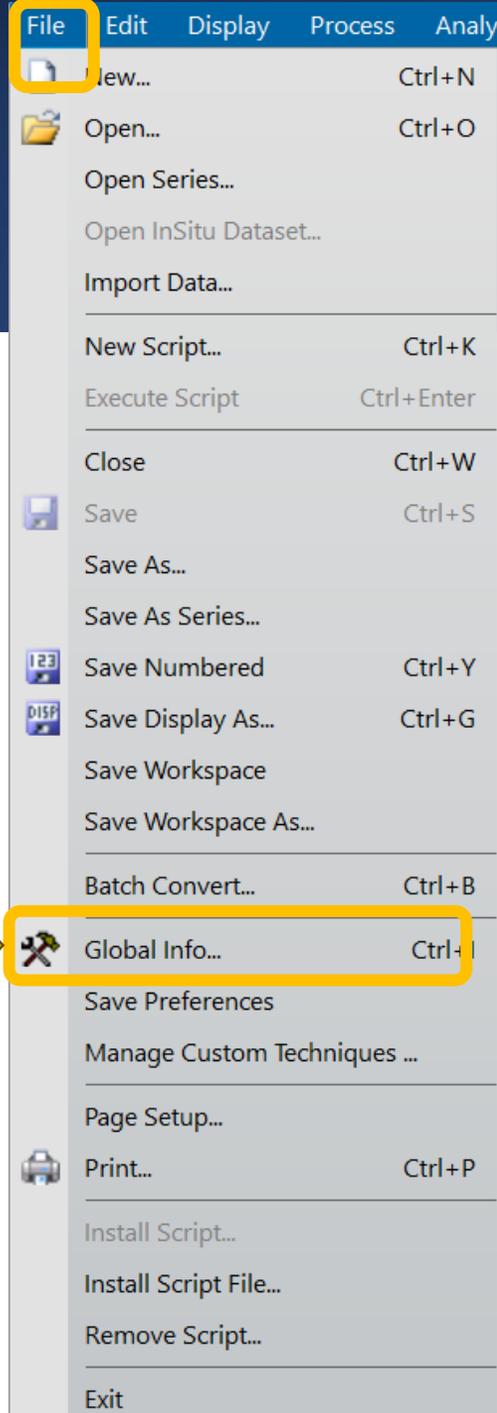
Setup	CCD Area	ビニング	画素数	露光時間	備考
View	Full	2	2004x1336	0.1s	露光時間はAutoも可 (像観察時)
Capture	Full	1	4008x2672	0.5s	



カメラ設定 (保存条件)

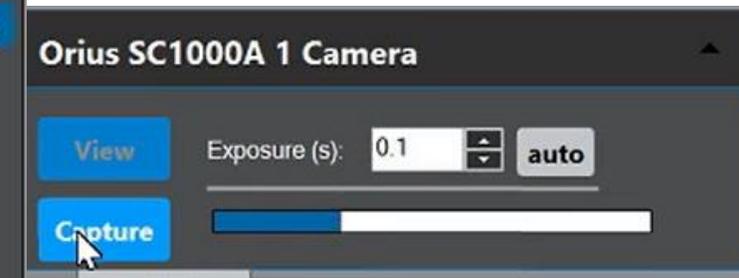
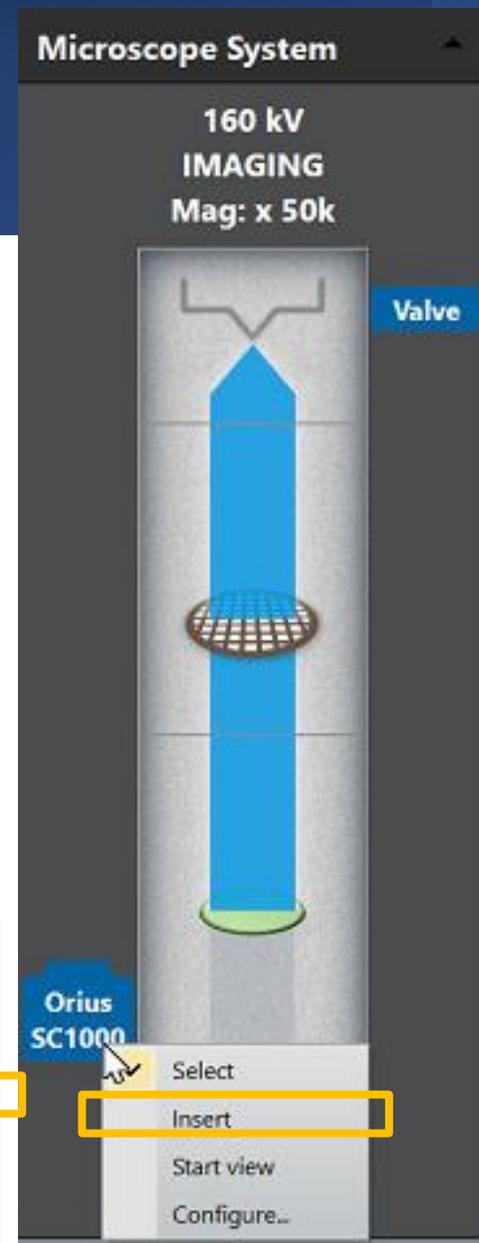
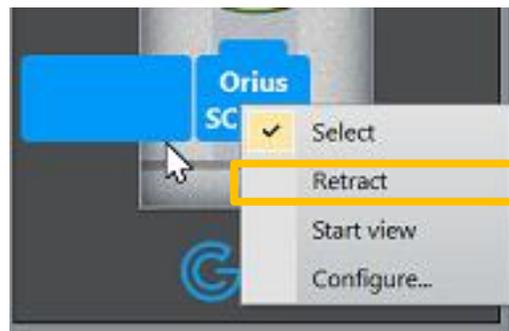
- ファイルフォーマット
 - Gatan Format(解析可)
 - 現行 (dm4)
 - 旧(~ d m3)
 - 汎用画像 (表示のみ)
 - Jpg, (Tiff), bmp, etc...

- 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

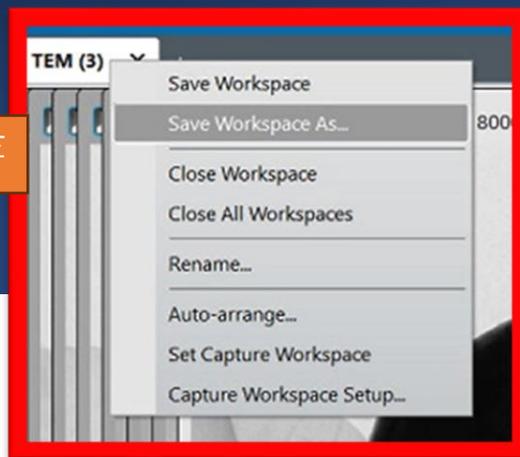
撮影

- [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..

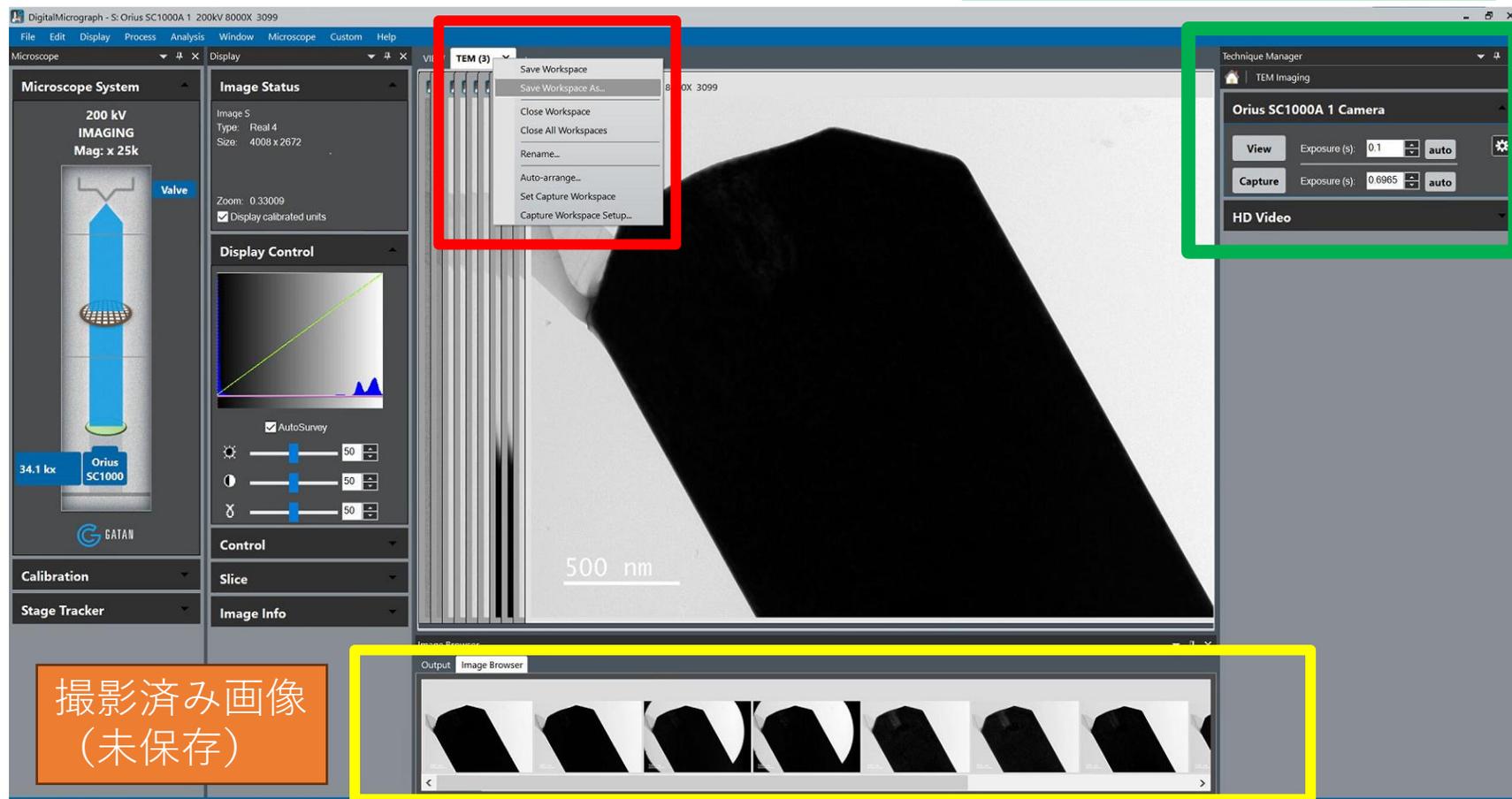
保存



観察



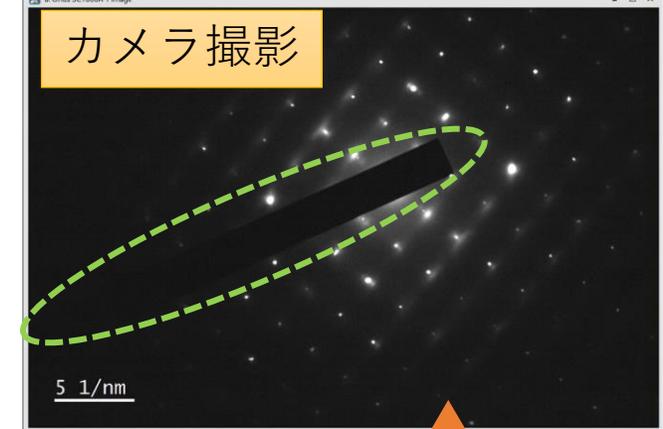
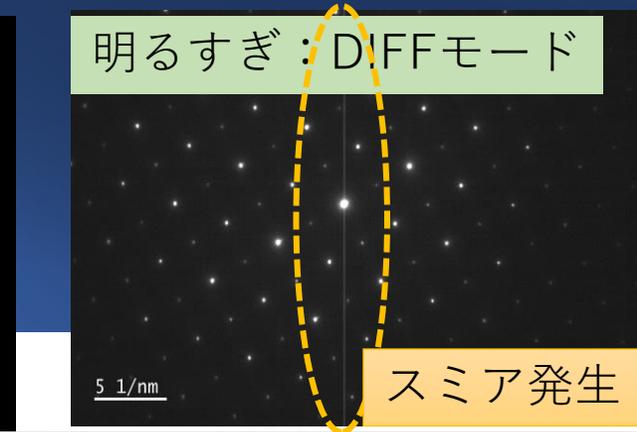
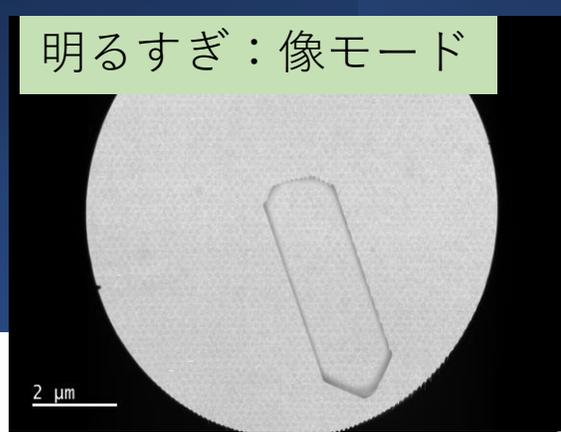
撮影



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/cm²
 - カメラ挿入時：~200 pA/cm²
 - 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)



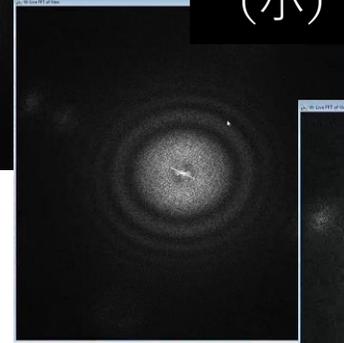
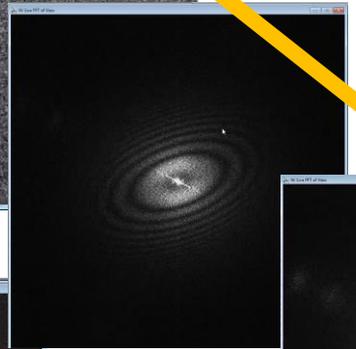
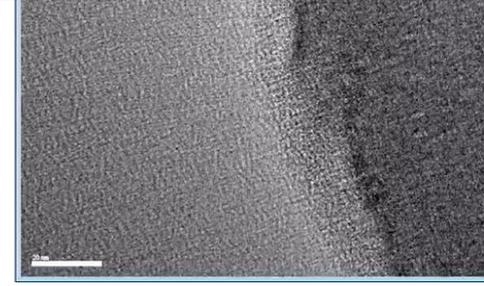
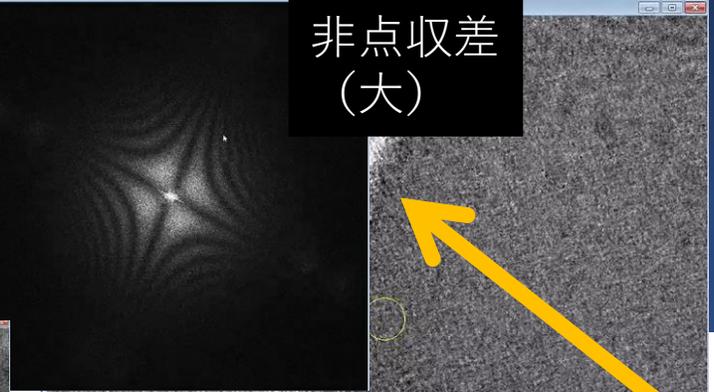
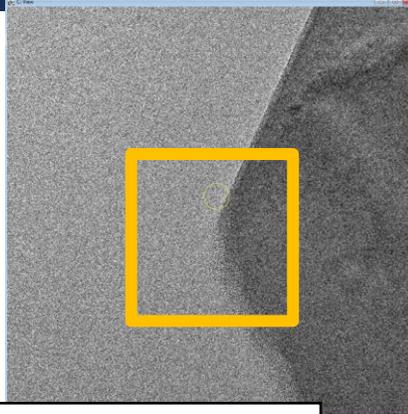
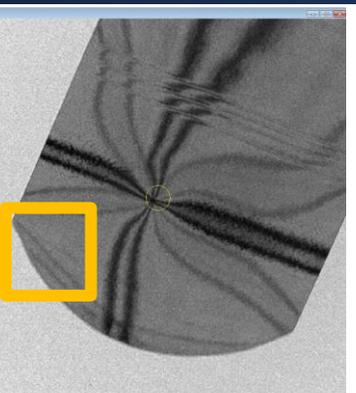
非点収差補正 (FFT)

FE-TEM(ARM200F)

非点収差
(大)

不足焦点

非点収差
(小)



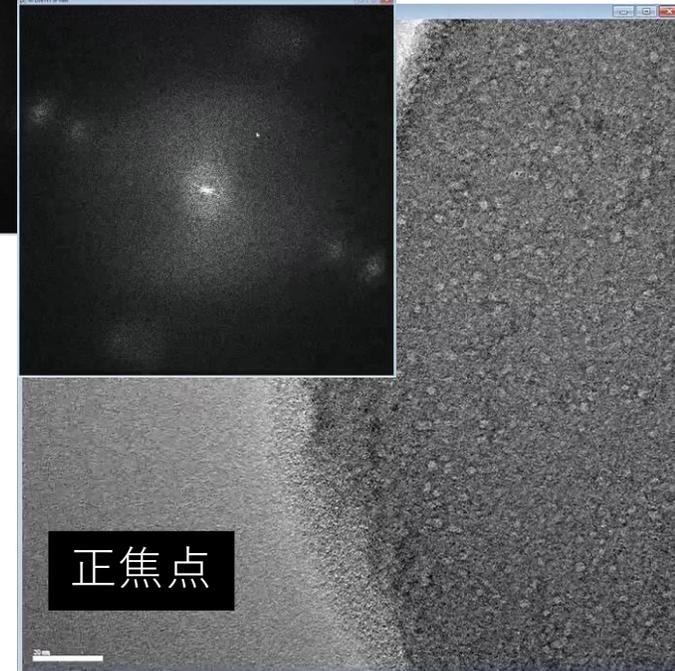
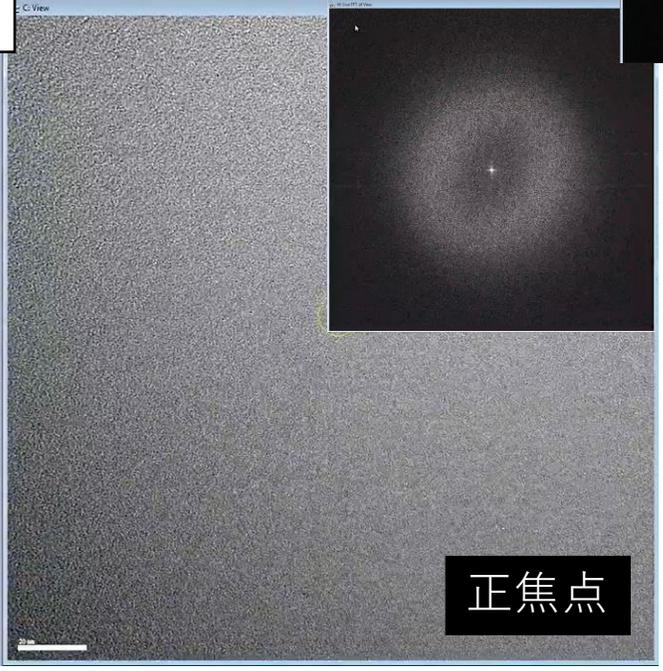
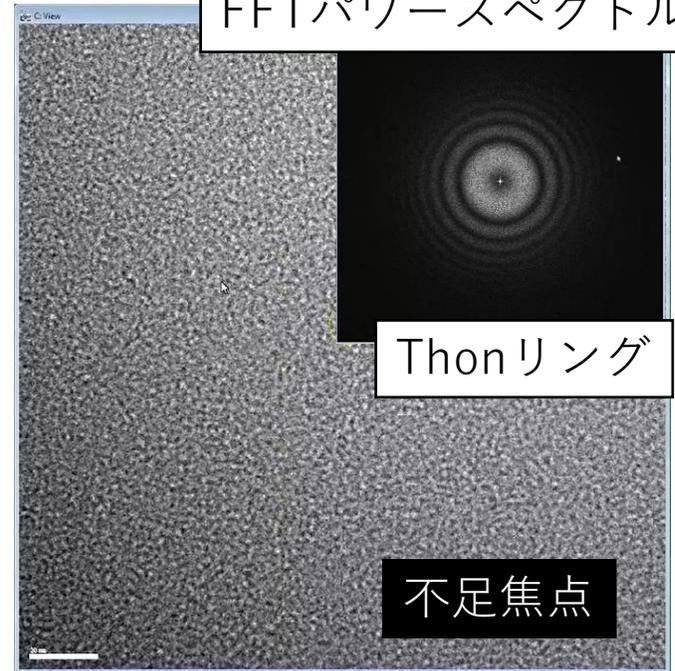
FFTパワースペクトル

Thonリング

不足焦点

正焦点

正焦点



データ取り出し

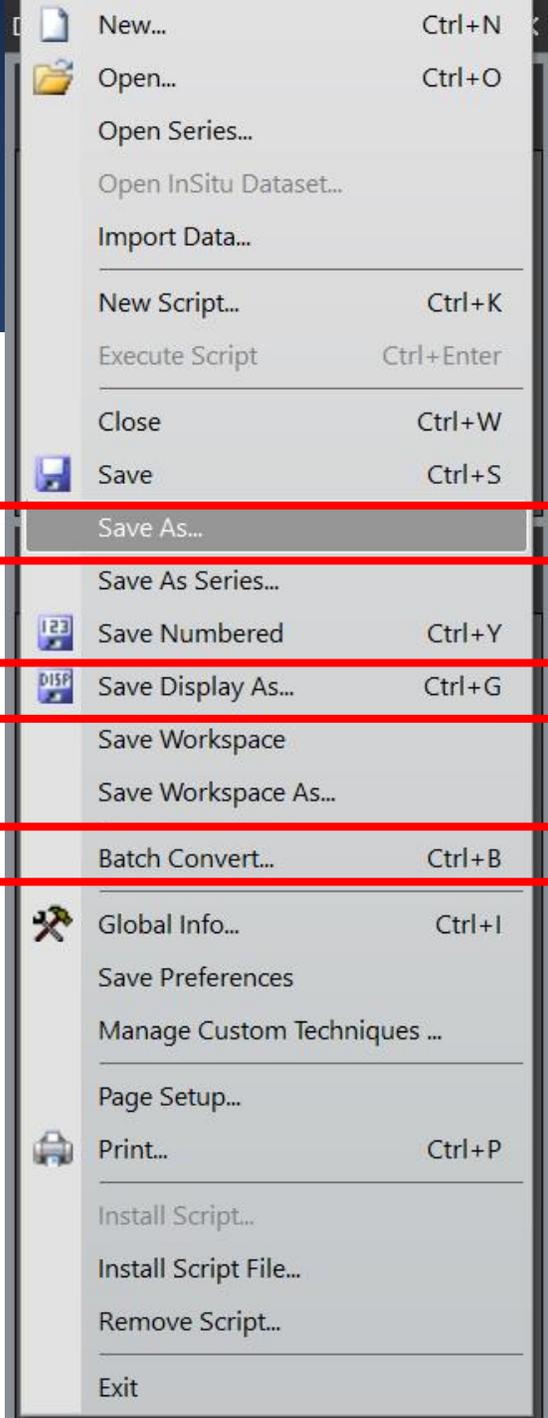
取得したデータの
持ち出し

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

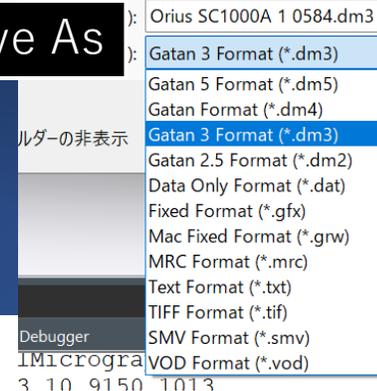
データ変換 (GMS)

- 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

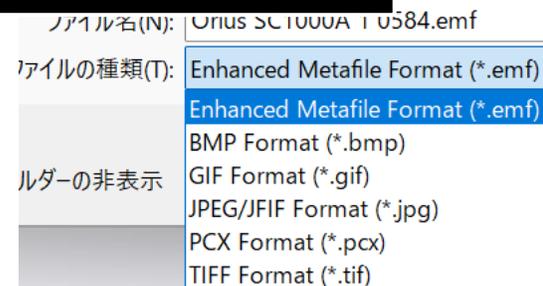
データ変換はできるだけ、GMS3(フリーオフライン版)を各自のPCにインストールして実行してください。



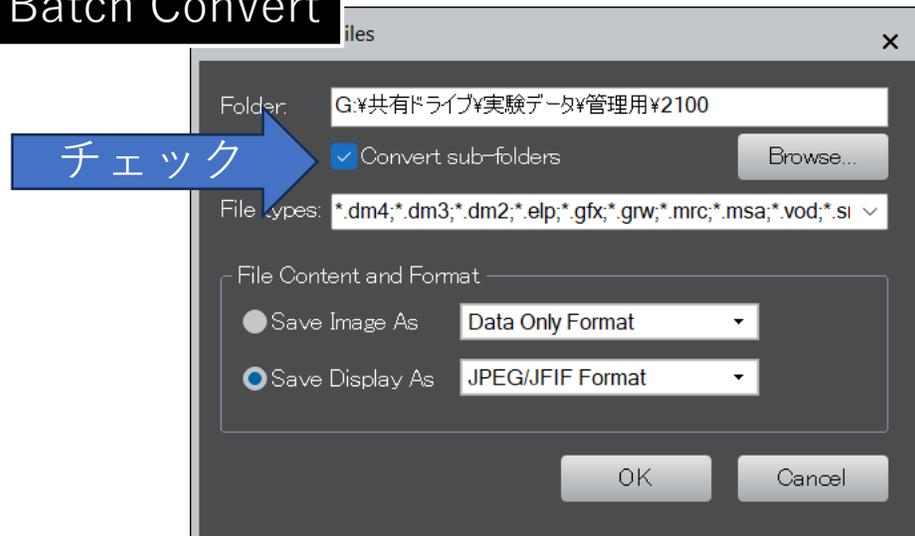
Save As



Save Display As

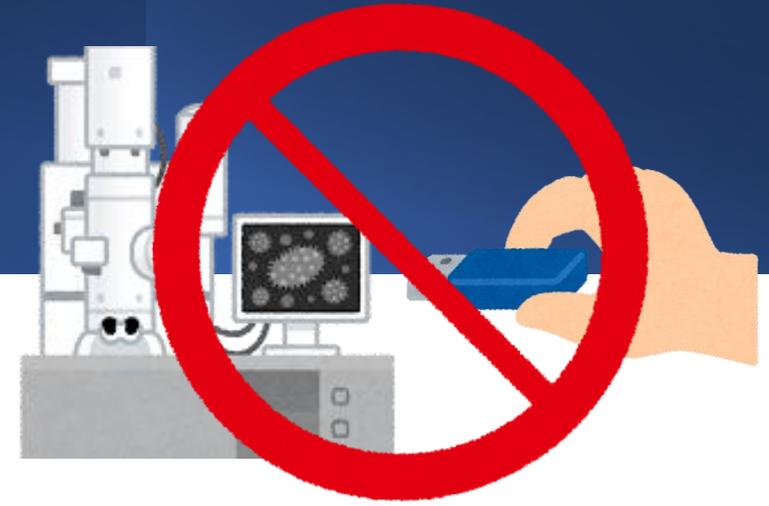


Batch Convert

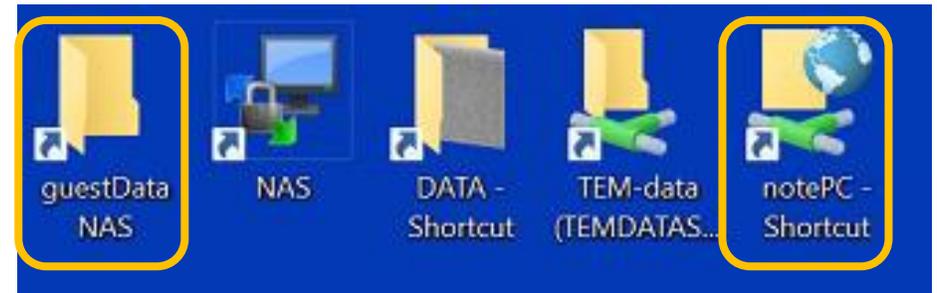


データ取り出し（ノートPC）

- 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

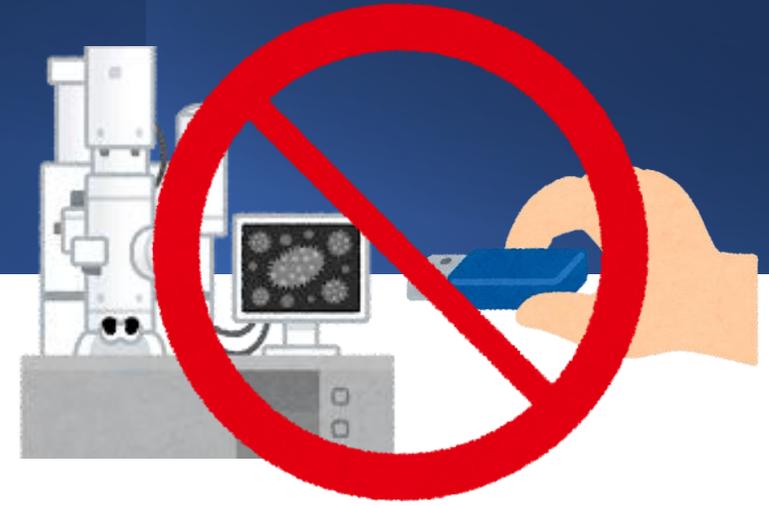


- 共通スペースに保存したデータは他のユーザーに閲覧される可能性があります。
- ストレージ容量確保のため定期的に削除されます。

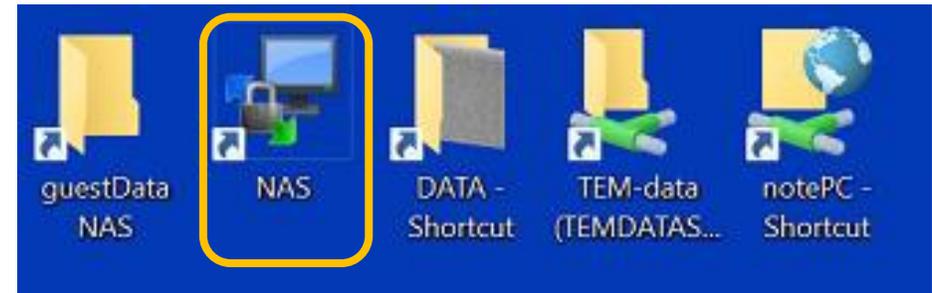
データ取り出し（NAS経由）

- 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

設備詳細・ログ

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

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



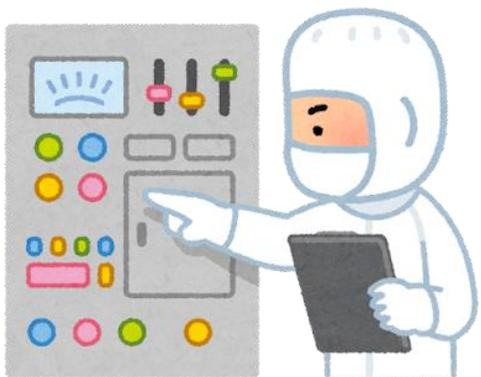
項目	レコード	コメント
Dark Current(暗電流)	<input type="text" value="101"/> uA 2024-04-22 18:44:30	<input type="text"/>
Beam Current(エミッションOn時)	<input type="text"/> uA 2024-05-08 13:10:20	<input type="text"/>
BIAS(COARSE/FINE)	<input type="text" value="77"/> 2024-05-14 08:48:20	<input type="text"/>
真空度 (SIP)	<input type="text" value="1.8"/> x10 ⁻⁵ 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

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
LN2補給 (AM)	実施			
LN2補給 (PM)	実施			
昇圧 (160kV)	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
昇圧 (200kV)	実施			
軸調整 (使用前)	実施			
スタンバイ (160kV)	実施			
ACDヒート	実施☑			
ベーク	実施☑			
コンディショニング	実施☑			
軸調整 (使用后)	実施			
ログ記録	実施			
フィラメント交換	実施			
ベーク終了	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 [ログ一覧]	
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 <input type="button" value="v"/>
主な使用目的	組織・形態観察 <input type="button" value="v"/>
加速電圧	<input type="text" value="200"/> kV
使用ホルダ	2軸傾斜ホルダ <input type="button" value="v"/>
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 <input type="button" value="v"/>
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