JEOL-7100F EBSD (TSL-OIM) 操作マニュアル

本装置の操作に当たっての注意事項

- 1. 初めて本装置を操作する方は、必ず管理者から操作講習を受講し、操作技能 の検定を受けて下さい。
- 2. 本装置の利用時間は平日 9:00-17:00 です。
- 3. 本マニュアルに記載していない操作は決して行わないで下さい。
- 4. 不明な点は必ず管理者に問い合わせてください。
- 5. 異常が現れた際は直ちに操作を中止し、管理者に連絡して下さい。
- 故意または重大な過失によって装置等を損傷させた場合は、修理に要した全額が利用責任者の負担になりますので、操作には十分にご注意ください。
- 1. 上記注意事項を順守されていないと認定された場合は、直ちに本装置の利用が制限されますので、マニュアルを厳守して下さい。
- 8. EBSD の信号は、20~50nm 程度の極表層から検出されます。【切断や研磨による加工歪】、【表面の異物付着】、【酸化被膜などの形成】によって EBSD の信号検出はできなくなります。

参考: 砥粒直径の 1/3 程度まで加工変質層・凹凸が形成される

- 1. サンプルの取り付け
- 1-1. サンプルを試料載せ台に固定する。
 - ※ 導電性テープ(Cu)、カーボンテープ(C、
 AI)などで固定する。
 試料載せ台をひっ
 くり返しサンプルが落ちないことを確認
 すること。
 - ※ EBSD 専用の試料載せ台を用いること。





1-2. 試料載せ台のサンプル高さ調整 サンプルの最上部(測定面)を試料載せ台の高さに一致させるが、 最後に 0.2 ミリ程度底上げをおこなう。



1-3. 【VENT】ボタンを3秒間押し続け、大気導入後(VENT 点灯後)ドアを開ける。



1-4. 試料交換室に試料載せ台を取り付け、ドアを閉める。 試料載せ台の【⇔】マークの方向にセットする



- 1-5. 【EVAC】ボタンを3秒間押し続け、試料交換室を真空排気する。 → 数分後【EVAC】ボタンが点滅から点灯に変わる。
- 1-6. 試料交換棒を利用し、試料載せ台をステージ(SEM内)に挿入する。

※ 注意 ※

- 試料交換棒を水平位置にしたとき<u>ブザーが鳴った場合</u>は、 直ちに作業を中止すること。
- 作業手順に従わなかった場合は、<u>大気リークが生じ</u>真空排気系統が すべて停止する。復旧作業に1日掛かる。
- ① 試料交換棒を水平に倒す。



② 【Up/Down only】の表示を確認する



③・④ グリップを引き、時計方向に回す。



⑤ 【In/Out only】の表示を確認する。



⑥ グリップを奥まで差し込む。



- ⑦ グリップを完全に引き出す。
- ⑧ 【Up/Down only】表示が上にくるようにグリップを反時計方向に回す。



⑦グリップを完全に引き出す

⑧【Up/Down only】表示が上にくるように グリップを反時計方向に回す

⑨【Up/Down only】の表示を確認する



⑩試料交換棒を垂直に立てる。



2. 条件設定

EDX アプリケション【Analysis Station】を起動していた場合は、 照射電流の設定を変更する前に、【Analysis Station】を閉じること

観察モード SEM	加速電圧(kV) 15.0 デ		OL非点補正 X Y 3 4	SEMモニター 試料室真空度 9.6E-5 Pa	
GB-L			Utzył		
		LED 3	ダイナミックフォーカス	試料の高さ誤差 0.0 mm	RBEI
	1 対物級シリ 4			試料交換 ホーム位置	
			揮度変換 ////////////////////////////////////	VENT (大気圧) (別気)	試料ホルダはステージにセットされていません
画像ファイル 観察	条件 軸合わせ				

- 1. 試料載せ台の挿入が完了したら、測定条件を設定する。
 - (1) 該当する試料載せ台を選択する。
 - (2) 照射電流を【15】に設定する。(【Analysis Station】を閉じること)
 - (3) 加速電圧を【15kV】に設定する。
 - (4) WD を【15】に設定する。
 - ※ 加速電圧を 20kV 以上に設定しないで下さい。
 - ※ 試料室真空度が 3.0E-3Pa 以下になるまで待機すること。
- 2. BLACKBOX のスイッチを【EBSD】-A の切り替える。



3. ステージの傾斜と EBSD カメラの挿入

PC-SEM								
ファイル(<u>E</u>) ¥	編集(<u>E</u>) ファンク語	ション(<u>O</u>) 画像処	理(I) ツール(I) 設定(5) 保守	·(M) ヘレプ(H)			
観察	ho速電圧 I	Eミッション電流						
OFF ON 1	5.0kV - 8	0.2 µ A	EMI 01-01 7	7/21 OF 74	-X 79-X Auto	ACB Normal	Shift0 ZFC	D Rule Text SRT 17-171 ZA yr Cam
照射電流	コントラスト	明るさ	焦点	倍率	「スティグマX」	スティグマY	実倍率 □	RDC ナビゲータ ステップ・コントロール ステージマップ

(1) 操作ソフト左上観察欄の【OFF】を確認し、ソフト右上【Cam】ボタンをクリック。

- (2) 試料座標が表示されているところを左クリック すると座標入力画面が現れ、
 - $T \Rightarrow 70$
 - Z ⇒ 15

を入力し、移動を押す。

※カメラ画像をモニターし、ステージの移動完了後 右の写真の状態になっていることを確認する。

- (3) 検出器コントローラの【Ready】 が点灯して いることを確認する。
- (4) カメラ画像をモニターしながら、検出器コント ローラの【Forward】を押し、EBSD 検出器の 挿入が完了するまで待つ。異常が見られた 場合は【Retract】を押す。点灯ランプが Withdrawn から Inserted に変わったことを 確認する。







検出器コントローラ

(5) カメラ画像を閉じ、試料室真空度が【3.0E-3Pa】以下に到達していることを確認 した後、SEM ソフト左上観察欄の【ON】をクリックする。

(6) 【ZFC】を選択し、トラックボウル外のZ調整つまみで二次電子像の焦点を合わせる。

※Z値が 14.8 以下にならないよう注意すること!!※14.8 以下となる場合は、試料載せ台を一旦取り出し、 サンプルの高さを再調整すること。



(7) SEM ソフト左下【観察条件】タグを選択し、ダイナミックフォーカスのチェックボッ クスを有効にする。最終操作まで有効にしたままでも構わない。

(8) 必要に応じて Focus の調整とOL(対物レンズ)非点収差補正を行う。Focus は微調整程度とすること。

※ フォーカス(WD)の値は、14.9 ~ 15.1 の範囲以内とすること。

- ※ OL 非点補正以外の軸調整は決して行わないこと。
- ※ 対物可動絞り、ウェネルトは決して触らないこと。

4. OIM 設定と測定

- (1) OIM data collection を起動する。
 Binning を【8×8】の値に設定する。
 右下のカメラ欄の Snapshot Ave を【5】、Scan Frame Avg を【1】にする。
 Exp Range を【0.047 -> 100 (Ms)】にする。
- (2) 【Image Processing】タブを選択し、Image Processing List Default リストが
 - 1 Backgraound Division
 - 2 Dynamic Background
 - 3 Normalize Intensity

となっていることを確認する。

【Capture Bkd】を 50 にする。

※チェックは外さないこと。

Camera Image Proces	ssing	
Binning		
8x8 (174 x 130)		
Gain	-1.95	<u>.</u>
Black	-0.02	×
Exposure	5.13	<u>.</u>
Exp Range		
0.047> 100 (Ms)		
Double Clock Snapshot Avg	5	A
Scan Frame Avg	1	•
Processing: On		

.amera	Image	Processing
Image	Process	ing List: Default
On	Order	Name
ø	1	Background Divisior
2	2	Dynamic Backgroun
Ø	3	Normalize Intensity H
0	Standa Enhanc	rd ed Modify
© © Captr	Standar Enhanc ure Bkd	rd ed Modify Frames: 50 🛬
Captr	Standa Enhanc ure Bkd	rd ed Modify Frames: 50
Capti	Standa Enhanc	rd ed Modify Frames: 50

- (3) 菊池パターンの確認
 - 1. SEM の操作画面を用いて試料の場所を視野に収める。
 - [Interactive]ウインドウの【Capture】をクリックし、SEM の設定倍率を入 力後、SEM 像を取得する。

Indexing	Scan	Interactive	Hough	Phase	Simulation	Grain Size	
							Capture
							Load
							Save
							Save As

- 3. Capture した画像の数箇所をクリックし、菊池線が現れるかを確認する。
- ※ 菊池線が見えない場合は試料の前処理が不適切か、SEM の設定を変 更する。場合によっては、加速電圧(⇒表面酸化膜の形成)、照射電流 (⇒低い散乱因子)、倍率(⇒小さい結晶子サイズ)を調整する。

1 OIM Data Collection - Licensed Mode	
Eile View Camera Pattern SEMJmage Salibration Settings Help	
Indexing Scan Interactive Hough Phase Simulation Grain Size	Camera Control 🛛 📮 🔝
	Instrument Console
Capture	Camera
Last	1 Ann
Save	
Save As	
	120.6 fps 0.562 max Full View
	OA OB OC OD
	Camera Image Processing
	Binning
	8x8 (174 x 130) 👻
	Gain -0
	Black
x= ±1.78	-0.09 👻
10 μm y=-11/0 y=-1915	Exposure
Anhreis	
	Exp Range
Show phil PHI phi2 IQ CI fit x y phase	Double Clock
Nidel on t	Snapshot Avg 5
	Scan Frame Avg 1 📄
	Processing: On
Misorientation (rotation about [uvw]):	
Ready	CAP NUM SCRL

折情報とは異なることに留意する。作成した結晶

【Phase】ウインドウの【Load】を選択し、【TSL Database】から該当する結晶相(マテリアルファイ ル **.bmt)を選択する。該当しない結晶相は 【Remove】で除外する。TSL Database に該当の結 晶構造が無い場合は、専用ソフトなどを用いて自 分で作成しなければならない。構造情報はX線回

相は、USER Database のフォルダーに保管すること。TSL Database の値は絶対に変更しないこと。

(4) 結晶相の選択

・コンピューター・	OS (C:) • Program Files (x86) • TexSEM	 TSL Database 	▼ 49 TSL Database0386	R ,
盤理 * 新しいフォルダー			81 •	0 10
👉 お気に入り	Chlorite.bmt	Dolomite.bmt	Hopeite.bmt	Magnes
● ダウンロード	Chromium Manganese Oxide.bmt	Enstatite.bmt	Indium Antimony.bmt	Magne
	Chromium Nickel.bmt	Erbium Oxide.bmt	Indium Oxide.bmt	Magne
	Chromium.bmt	Europium.bmt	🗋 Indium.bmt	Magne
E 277	Co5Sm.bmt	FCC Generic.bmt	🗋 Iridium.bmt	Magni
	Cobalt (alpha).bmt	Fe2NiP.bmt	Iron (Alpha).bmt	Magni
🎲 ライブラリ	Cobalt (Beta).bmt	E Fe2Rbmt	Diron (Delta).bmt	Magne
下キュメント	Cobalt Tungsten Carbide.bmt	Fe2Si.bmt	Iron (Gamma).bmt	Magn
■ ピクチャ	Cobalt Zinc Sulfide.bmt	Fe2SiO4.bmt	🗋 Iron Aluminum Oxide.bmt	Magne
	Cobalt-fcc.bmt	Fe3Al2SI3.bmt	Iron Boron.bmt	magn
	Cobaltite Ni Co Fe As S.bmt	E Fe3C.bmt	Iron Chromium Boron.bmt	Mang
J 22-290	Copper Oxide Monoclinic.bmt	Fe3Nb3C.bmt	Iron Chromium Carbide.bmt	Mang
	Copper Oxide.bmt	Fe3O4.bmt	Iron Samarium Silicide.bmt	Mang
🚜 ホームグループ	Copper Palladium.bmt	Fe12 La O19.bmt	Iron Silicate Gamma.bmt	Marca
	Copper Zinc.bmt	Ferrite.bmt	Iron Silicon Oxide.bmt	Marte
■ コンピューター	Copper.bmt	FeSi.bmt	Iron Titanium Oxide.bmt	MgAL
R. 05 (C)	Cr3Ni2Si.bmt	FeTiO3.bmt	Kyanite.bmt	Mg-S
	Cr7C3.bmt	Gallium Antimony.bmt	La2 03.bmt	Mg-S
	Cr23C6.bmt	Gallium Arsenide.bmt	Lead Chloride Hydroxide.bmt	Micro
🐺 ネットワーク	CrC2.bmt	Gallium Phosphide.bmt	Lead Chromium Oxide.bmt	MnSt
P DATAPC-2-PC	Cr5i2.bmt	Gallium.bmt	Lead Germanium Oxide.bmt	Molyt
EDAX-HP	Cu20.bmt	GaN cubic.bmt	Lead Sulfide.bmt	Molvt
JEDPC	Cu6Sn5.bmt	GaN hexagonal.bmt	Lead.bmt	Molyt
SEMUSER-HP	CuAl2.bmt	gamet (Almandine).bmt	LiNb03.bmt	Muso
TT SCHOOL TH	CuAl2O4.bmt	Germanium.bmt	Lithium Fluoride.bmt	Na-K
	CuAlO2.bmt	Gold.bmt	Lithium Hydride.bmt	Nb C.
	Cubanite.bmt	Graphite.bmt	C Lithium.bmt	Nb55
	Diamond.bmt	Gypsum.bmt	LPSO-18R(20120907-3).bmt	DNI3 S
	i dicoside.bmt	hematite.bmt	Magnesium Aluminum Oxide.bmt	Nicke
	*	#		
7788.8(N)-	AlSEa2 hmt		- Binary Material Elles	(* hmt' -

※複数の結晶相を選択した場合、CI 値は overall CI 値(相間の Vote 数を比較した CI 値)が表示される。



(5) Hough 値の設定

【Hough】ウインドウを選択し、以下を参考に値を設定する。

[Binned Pattern Size]

通常は 96 とし、菊池線がきれいに見えない試料は 120 以上にする。

[Rho Fraction]

測定対象のサンプルが平坦な表面で、帯電が殆ど生じず、結晶の対称性が高い場 合は 90%とする。これらに該当しない場合は、75~85%にする。

[Max Peak Count]

立方晶系は 7~8 にする。正方晶や六方晶系など結晶対称性の低いサンプルは値を 大きくする(例えば、hcp:10、mono:12)。

[Min. Peak Count] \Rightarrow 3, [Hough Type] \Rightarrow Classic, [Convolution Mask] \Rightarrow 9x9,

【Min. Peak Magnitude】⇒5 に固定する。

[Min. Peak Distance]

検出が最適化されるよう調整。基本 25 とするが、結晶対称性の低い試料は値を小さ くする。

[Vertical Bias]

Hough スポットの分布に合わせて調整する。通常は 0~5%にする。

OIM Data Collection - Licensed Mode	A CONTRACTOR OF A CONTRACTOR O	
🔭 🕏 🖑 🦿 🔍 🕉 Unavalable 🛛 🖾 🖾 🖾 🔛 🕼 📾 🖉 🔛 🔛 🖃 🕄 🔛 👘 📰 🖾	🗟 🕅 🗸 SEM 💽 📿 🗸	
Elle View Camera Pattern SEM Image Calibration Settings Help		Camera Control
Indexing Scan Interactive Hough Phase Simulation Grain Size		
	Hough Type Glassic	Instrument Console
		Calibia
	Hough Resolution	
	Classic Hough	
+ +	Convolution Mark (9v9 (Marting)	
the second s		
and the second second second	Min Book Mamitude Min Book Distance	120.8 fps 0.064 max Full View
	5 24	Presets O A O B O C O D
and the second s		Camera Image Processing
	Peak Symmetry (0.80)	Binning
the second s		8x8 (174 x 130) 👻
and the second s	Vertical Bias (0%)	Gain 0
	0	Black
	hottom top	0.09
		-0 5.24
General Parameters	Progressive Hough	
		0.047 -> 100 (Ms)
lined rattern Size	Min Peak Magnitude	Double Clock
	30	Snapshot Avg 5
Theta Step Size IQ Type	10%	Processing On
1- Hough -	Max Band Width [% of Image]	
	3	
Pho Fraction	Max Angular Difference Between Edges	
Max Peak Count Min Peak Count		
	Hough Time: 0.0069	
	Image Quality: 4690.7 Restore Defaults	
Ready		CAP NUM SCRL



高い(左)/低い(右)結晶対称性を有するサンプルの EBSD パターン 菊池バンドの数密度(晶帯軸に対する菊池バンドの本数)が異なる

(6)【Interactive】ウインドウに戻り、左側の画面に映っている像の任意の場所をクリックして、【Index】をクリックする。その下に CI 値と fit 値が表示される。幾つかの場所で確認し CI 値が 0.1 以上であることを確認する。(CI 値の最大値は 1 であり、Fit 値は 1.0 より小さいほうが望ましい)

CI 値が 0.1 以下である場合は、

- 1. 選択した結晶相(複数相の場合は、単相毎に切り替えて実施)
- 2. SEM の倍率(空間分解能と結晶子サイズの対応)
- 3. Hough 値(特に、【Max Peak Count】と【Min. Peak Distance】)

を見直す。

- ※ EBSD では、7 つの基本結晶系と14 のブラベー格子の識別が可能
- ※構造因子の違いを用い結晶系の識別をおこなう
- ※ Vote 値は同じでも Phase に複数層を選択することで CI 値は低下する

(7) 【Indexing】ウインドウにて、WD を変化させ Index ボタンを押し、表示される CI 値と fit 値が一番小さくなる WD に設定する。通常は【15】に固定のままとする。

- (8) 【Scan】を開始する
 - 【Scan】ウインドウを選択し、像の中でスキャンしたい場所を左クリック・ド ラッグで選択する。
 ※下得した正体の解析は、「思たることに注意すること」
 - ※取得した画像の縦横比が異なることに注意すること。
 - 2. スキャン場所を選択すると、Scan Properties の Browse をクリックし、デー タ保存先を指定する。
 - 3. 【Scan Dimensions】でスキャン範囲・場所の微調整をおこなう。
 - 4. 【Step】を適当な値に指定し、【Estimate Scan Time】をクリックし、表示され測定予測時間を参考に調整をおこなう。
 ※照射電子線のスポット径が 1~数 nm、EBSD パターンの形成範囲が
 - 10~20nm であることから、これ以下の分解能は得られないことに留意すること。
 - ※極点図のみを用いて結晶配向の評価であれば、大きなステップ幅で も十分に可能。
 - ※KAM などの歪み評価の場合、組織形状と粒子サイズを考慮した上で、 ステップ幅を固定とすることが重要となる。
 - 5. 【Data Saved】は、再シミュレーションやカイスキャンをしない測定であれ ば、ファイルサイズを低減できる【Orientation】を選択する。
 - Start Scan】をクリックすると測定が開始される。
 ※Progress に残り測定時間が表示されている。

- 5. サンプルの交換もしくは終了操作
 - (1) ソフト上方の【EXT XY】ボタンを解除し、操作ソフト左上観察欄の【OFF】 をクリックする。
 - (2) ソフト右上【Cam】ボタンを押す。
 - (3) カメラ画像をモニターしながら、検出器コントローラの【Forward】を押し、
 EBSD 検出器が"完全に"引き出されるまで待つ。点灯ランプが Inserted から Withdrawn に変わったことを確認する。
 (8 頁参照)
 - (4) 【試料交換】をクリックする。
 - ⇒ 交換位置に自動的に移動する。
 - ※【EXCH POSH】のランプが点灯したことを確認する
 - (5) 試料交換棒を利用し、試料載せ台を引き出す。
 - (4~6 頁参照)

PC-SEM			
ファイル(E) 編集(E) ファンクション(Q) 画像処理(I) ツール(I) 設定(S) 保守(M) ヘルプ(H	1)		
野祭 加速電圧 エミッション電流 OFF ON 15.0kV ▼ 80.2 μ A EMI 0/ (y/1) 27-(y/1) CF 7/-ズ 7/-ズ 7/-ズ Au	to ACB Normal Shift0 ZFC	$ \begin{array}{c c} A \\ \hline Text \\ SRT \\ \hline p - y \\ r \\$	拡大表示
照射電流 コントラスト 明るさ 焦点 倍率 スティグマX	スティグマY 実倍率 □ RDC ナ	ビゲータ ステップ・コントロール ステージマップ	試料の準備
		Image: T-4 SNS ■@@R#7	 観察 比較 画像ファイル 観察条件 軸会わせ
			朝日わせ 照射電流 吸収電流
1mm × 25 15.0kV LED SEI	JEOL 2013/04/22 01 M WD 10.6mm 09:09:40	X: 0.000 🌔 Y: 0.024 🌔 R: 0.0 🌓 Z: 4(0.0 <mark>0</mark> T: 0.0
観察モード 加速電圧(kV) 15.0 照射電流 8 SEM フォーカス(WD) 10.6 検出器 LED GB-L 画像回転 0.0 フィルタ LED 3 LED 1 対物成り 4	OL非点補正 S ※ Y 8 4 Uセット	SEMモニター 鉄料室典空度 98E-5 Pa 該料の高さ誤差 0.0 mm 蘇科交換 市ーム位置	Gun PGD RBEI
	輝度変換 標準 輝度変換	VENT EVAD (大気田) (計点) (計点)	いません