令和6年2月1日改訂

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。

6. 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。

7. 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。

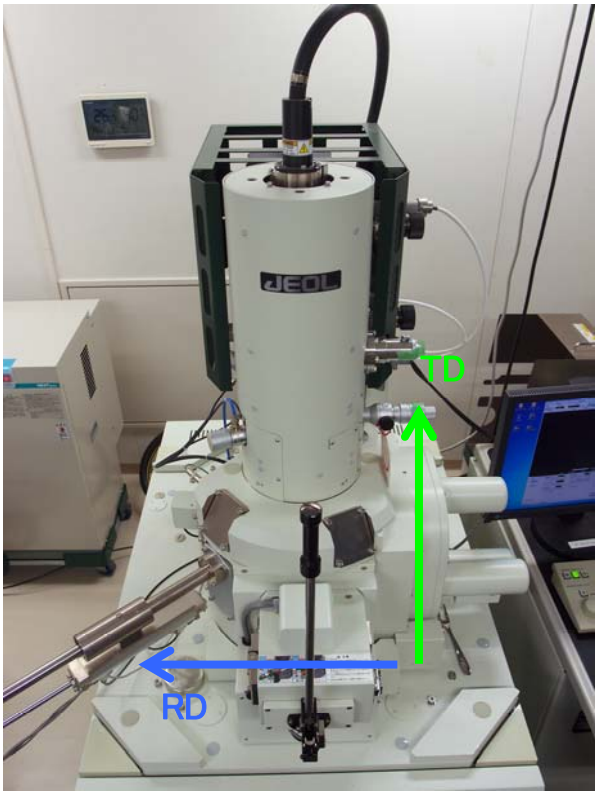
8. EBSD の信号は、20～50nm 程度の極表層から検出されます。【切断や研磨による加工歪】、【表面の異物付着】、【酸化被膜などの形成】によって EBSD の信号検出はできなくなります。
   参考 ： 砥粒直径の 1/3 程度まで加工変質層・凹凸が形成される

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。

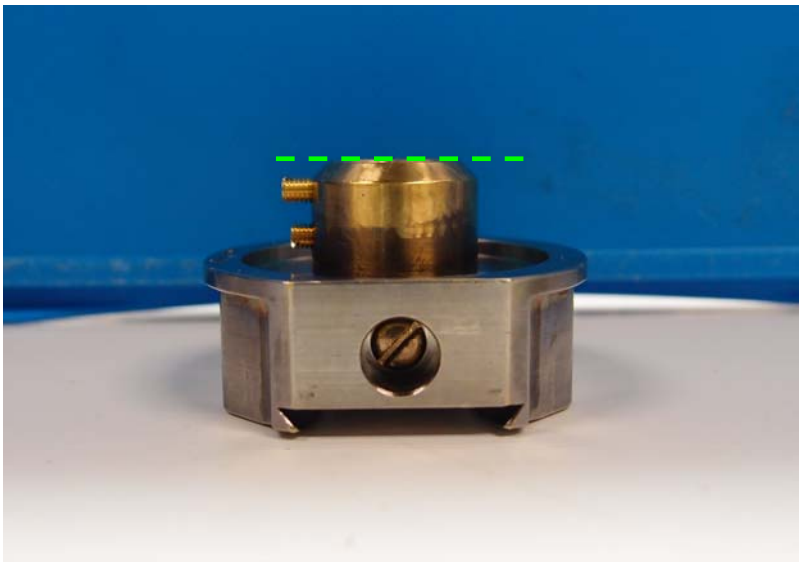
※　導電性テープ（Cu）、カーボンテープ（C、Al）などで固定する。試料載せ台をひっくり返しサンプルが落ちないことを確認すること。

※　**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

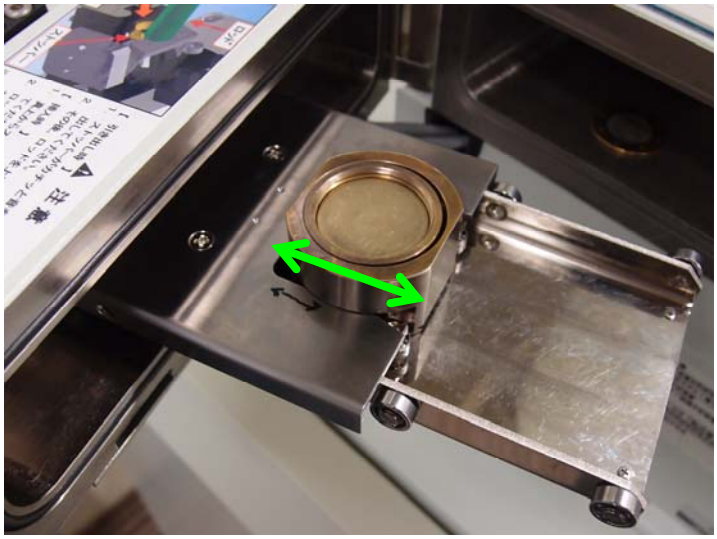
サンプルの最上部（測定面）を試料載せ台の高さに一致させるが、最後に 0.2 ミリ程度底上げをおこなう。



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。

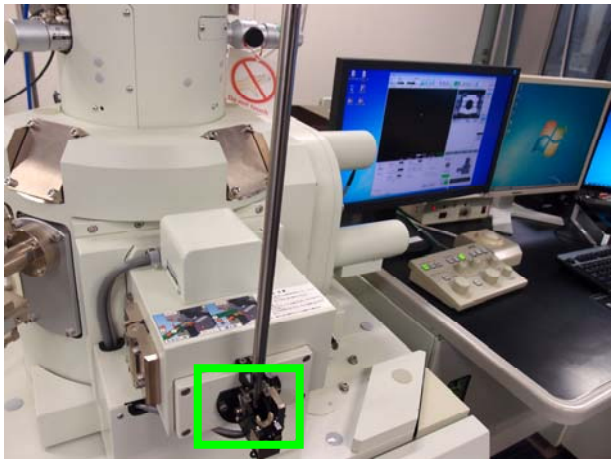
１－６．　試料交換棒を利用し、試料載せ台をステージ（SEM 内）に挿入する。

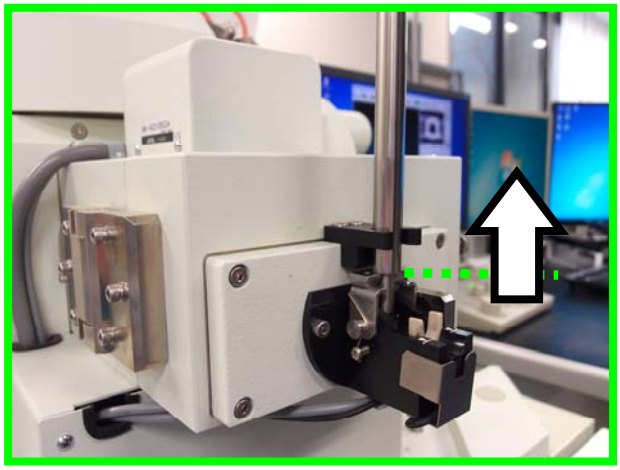
※ 注意 ※

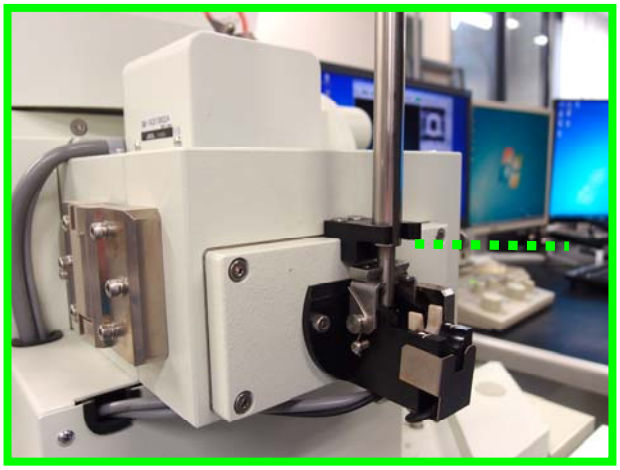
- 試料交換棒を水平位置にしたときブザーが鳴った場合は、直ちに作業を中止すること。

- 作業手順に従わなかった場合は、大気リークが生じ真空排気系統がすべて停止する。復旧作業に終日掛かる。

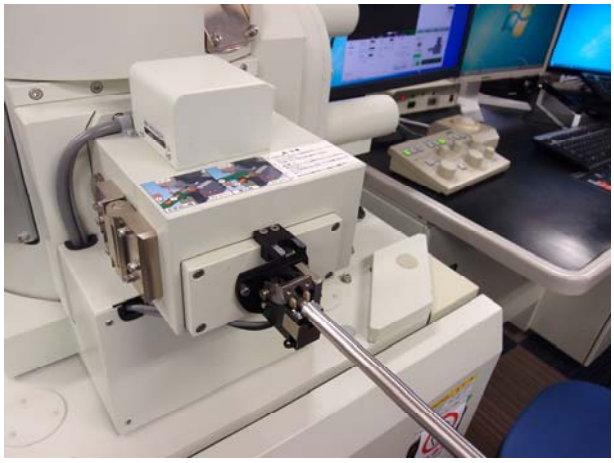
① 交換棒の黒い取っ手をつかみ、引き上げる。



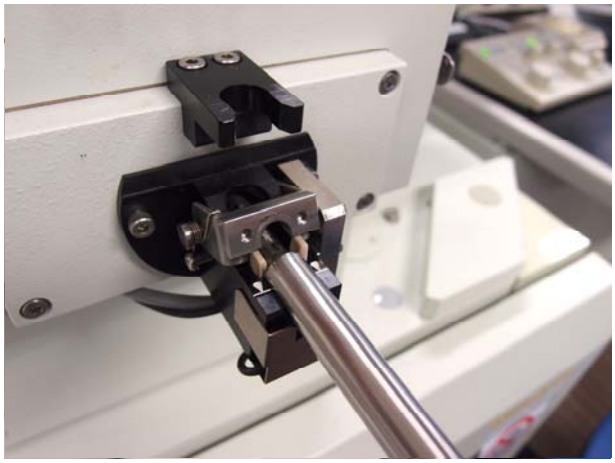


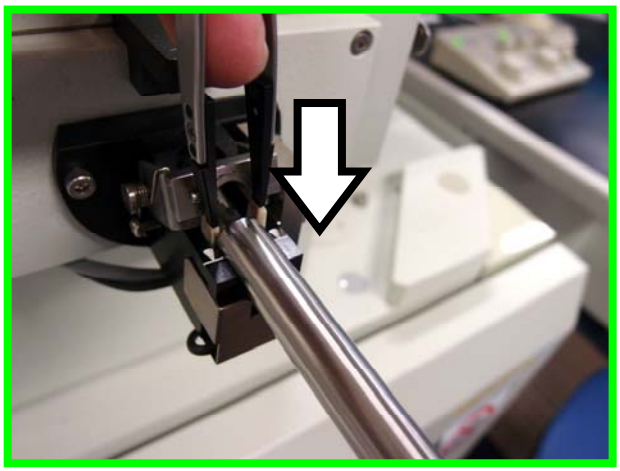


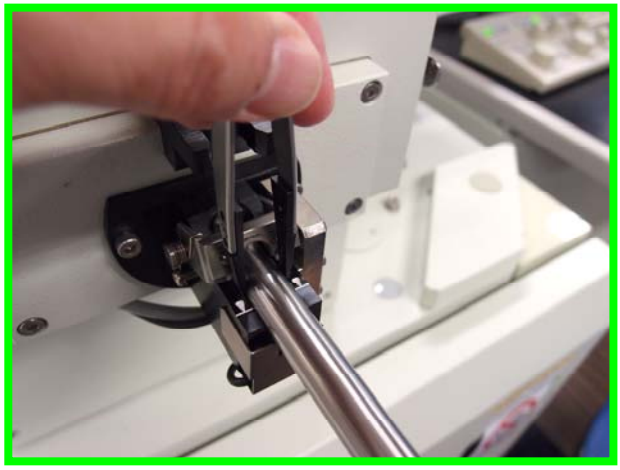
② 引っ張りながら交換棒を水平位置に下ろし、直ちに**手を離す**。



③ 専用工具を U 字型のストッパーに“やさしく”突き指す。
交換棒が途中まで入ることを確認する。
※ この作業中は交換棒には触らないこと。体重を掛けないこと。

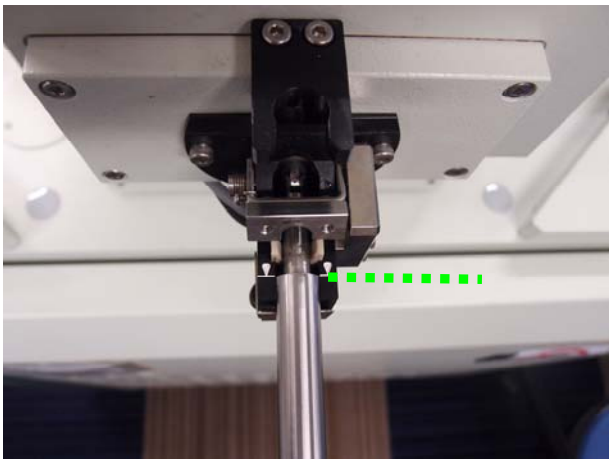




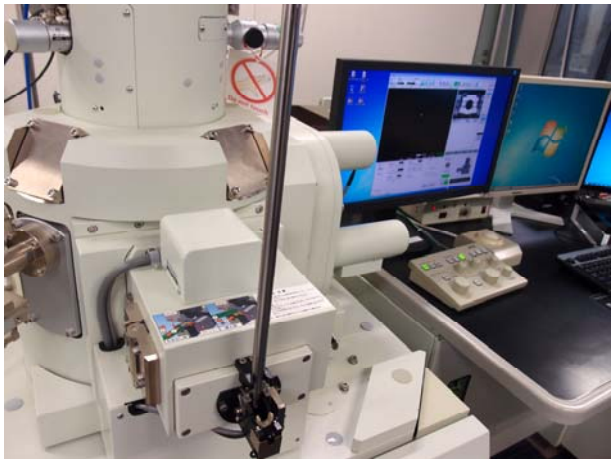


④ 黒い取っ手を掴まずに交換棒を手のひらで押してゆっくり SEM 内に挿入する。
※交換棒は最後まで押し込むこと。

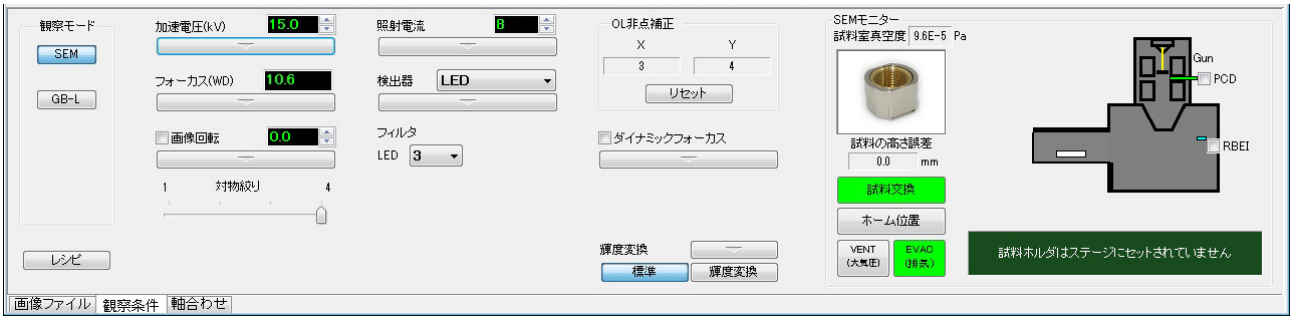
⑤ 挿入後 1 秒程度保持し、まっすぐ・最後まで交換棒を引き出す。



⑥ 交換棒を引っ張りながら、垂直に立てる。

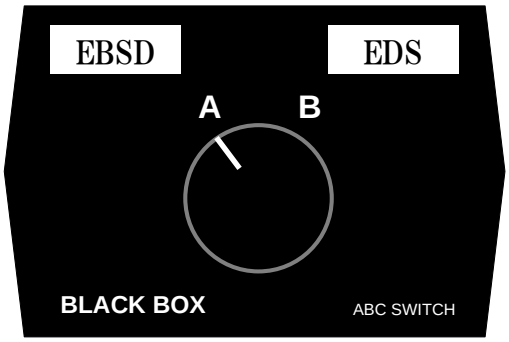


2.　条件設定



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。
   （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

（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。

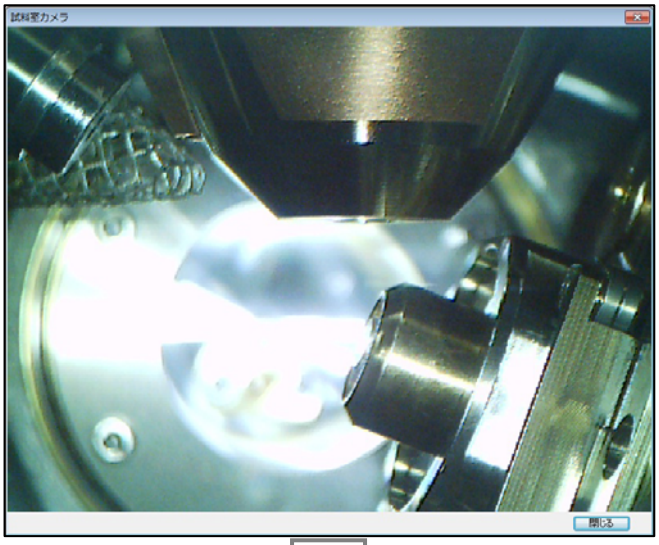
（2）　試料座標が表示されているところを左クリックすると座標入力画面が現れ、

T ⇒ 70

Z ⇒ 15

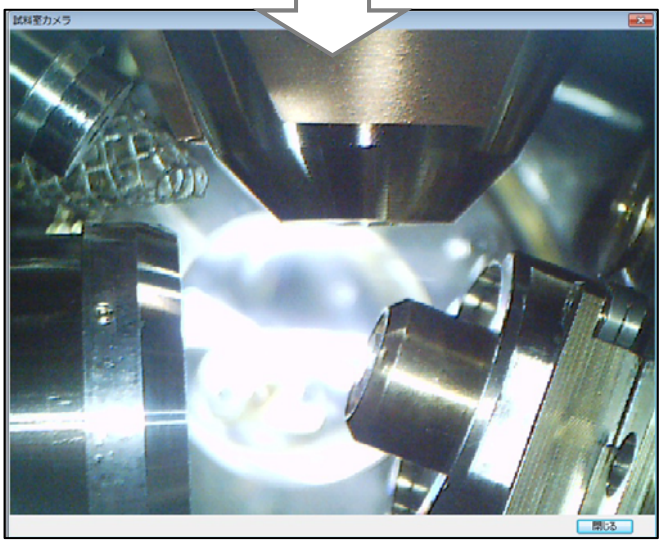
を入力し、移動を押す。

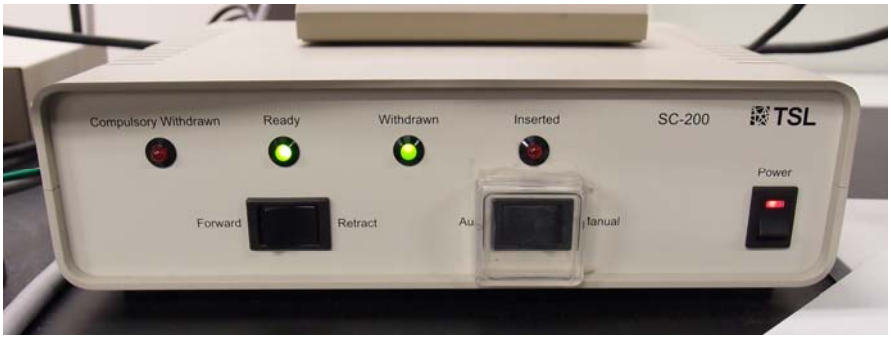
※カメラ画像をモニターし、ステージの移動完了後右の写真の状態になっていることを確認する。



（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。

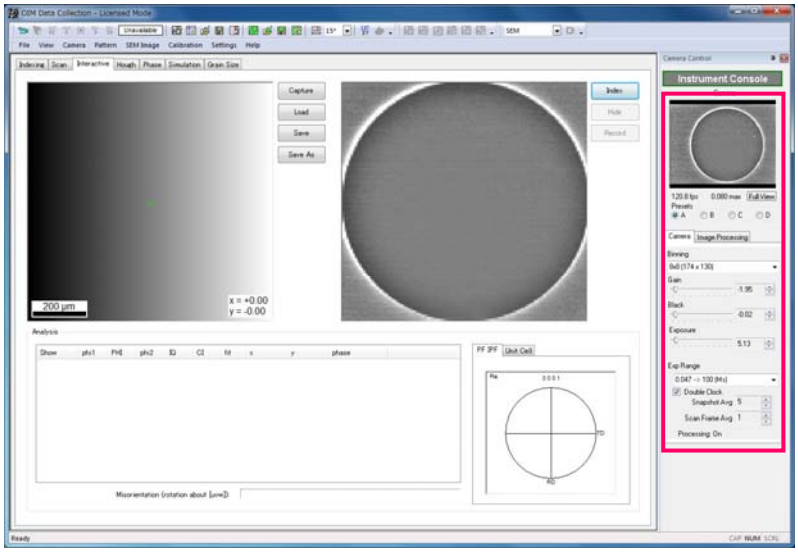
※Z値が 14.8 以下にならないよう注意すること！ ！
※14.8 以下となる場合は、試料載せ台を一旦取り出し、
サンプルの高さを再調整すること。

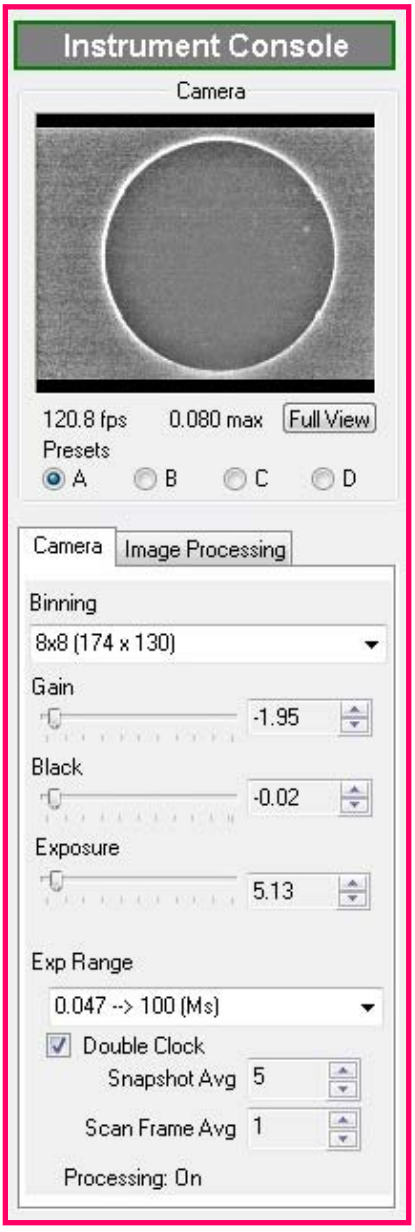
（7） SEM ソフト左下【観察条件】タグを選択し、ダイナミックフォーカスのチェックボックスを有効にする。最終操作まで有効にしたままでも構わない。

（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。

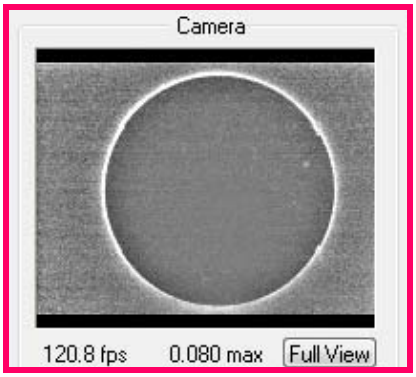
※ フォーカス（WD）の値は、14.9 ～ 15.1 の範囲以内とすること。
※ OL 非点補正以外の軸調整は決して行わないこと。
※ 対物可動絞り、ウェネルトは決して触らないこと。

4.　OIM 設定と測定

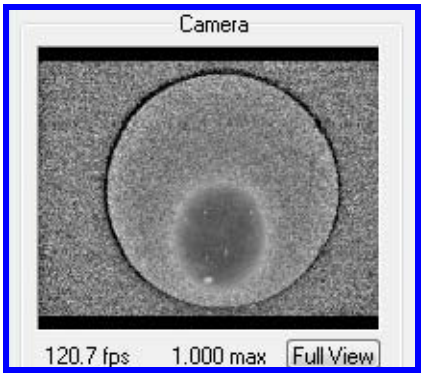




（1） OIM data collection を起動する。
Binning を【８×８】の値に設定する。
右下のカメラ欄の Snapshot Ave を【5】、
Scan Frame Avg を【1】にする。
Exp Range を【0.047 –> 100 (Ms)】にする。
Camera Window の中央部が飽和しないように（ほんのり白くなるように）【Gain】、【Black】、【Exposure】を調整する。それぞれの値は小さいほうが良い。
※同時に【120fps】となるように調整したほうが望ましい。
※歪み・欠陥が多い試料では、Snapshot Avg を【40】以上、Scan Frame Avg を【5】以上にする。



良い例



悪い例

（2）【Image Processing】タブを選択し、Image Processing List Default リストが

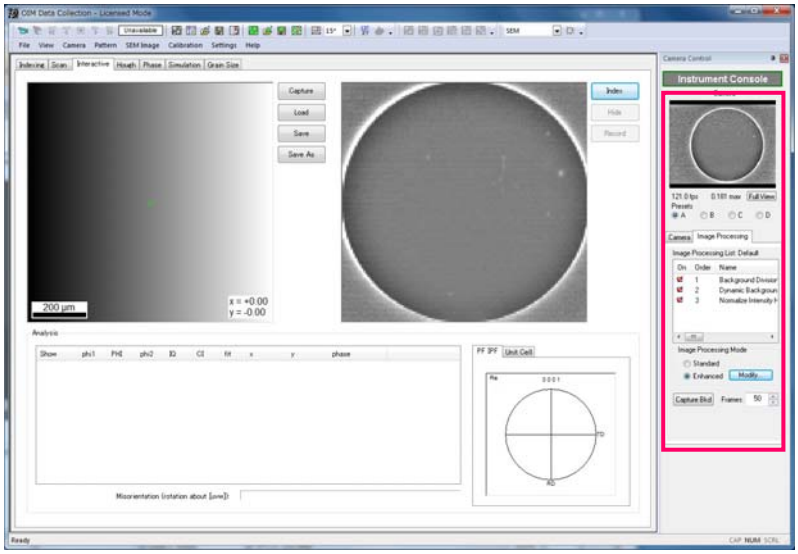
1　Backgraound Division

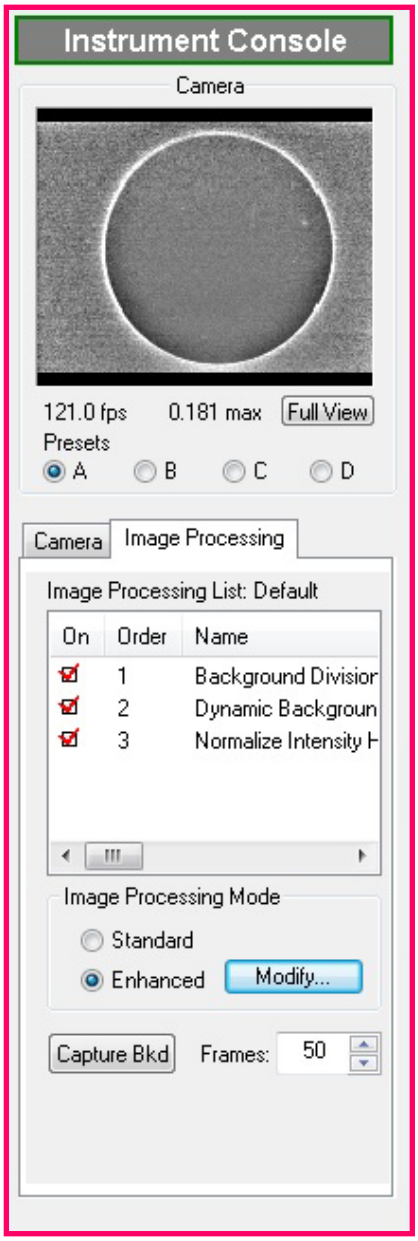
2　Dynamic Background

3　Normalize Intensity

となっていることを確認する。

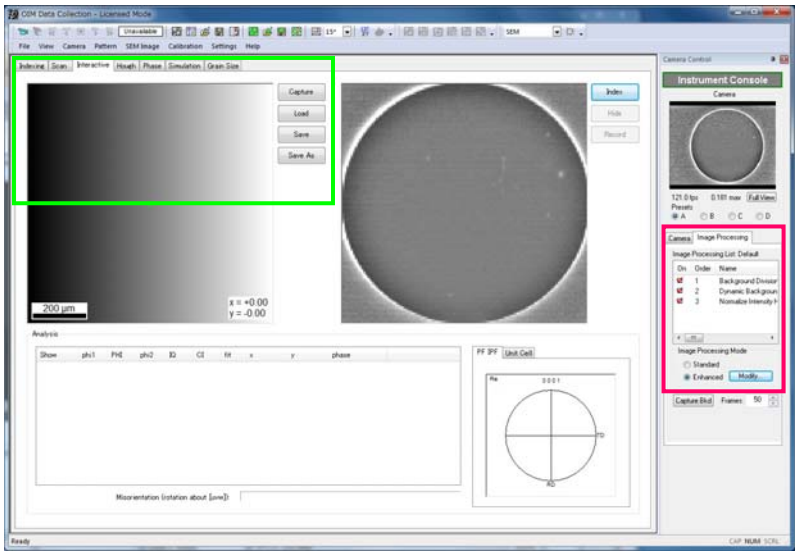
【Capture Bkd】を 50 にする。

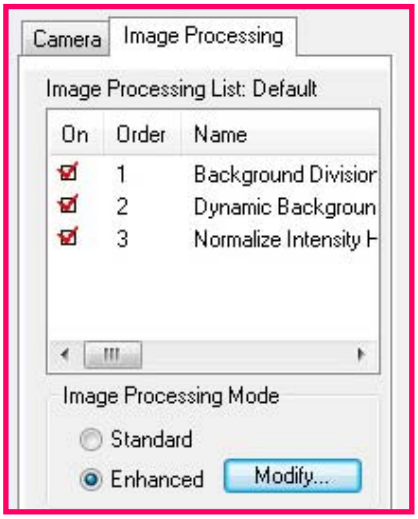




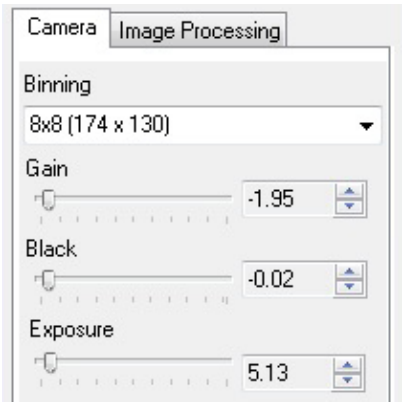
（3）

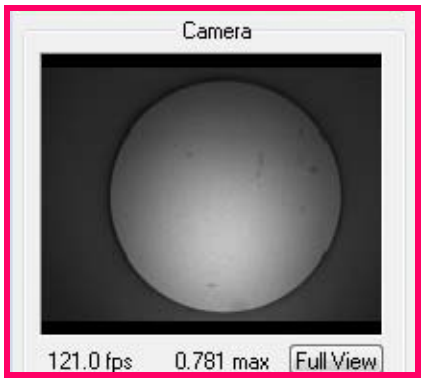
1. SEM の設定倍率を 50～100 倍にし、ホルダーなど試料以外の場所を視野に収める。
2. 【Interactive】ウインドウの【Capture】 をクリックし、SEM の設定倍率を入力後、SEM 像を取得する。
3. 画面右の【Image Processing】タブ内のチェック☑を全て外す。



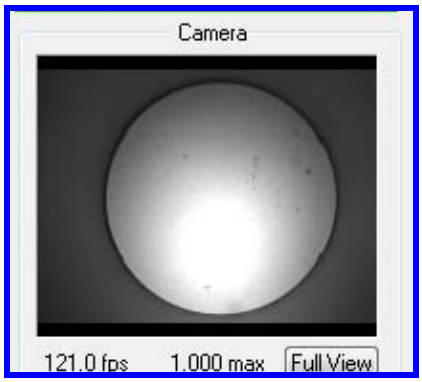


4. 【Camera】タブ内で【Gain】、【Black】、【Exposure】を再調整し、
下図のような輝度に設定する。



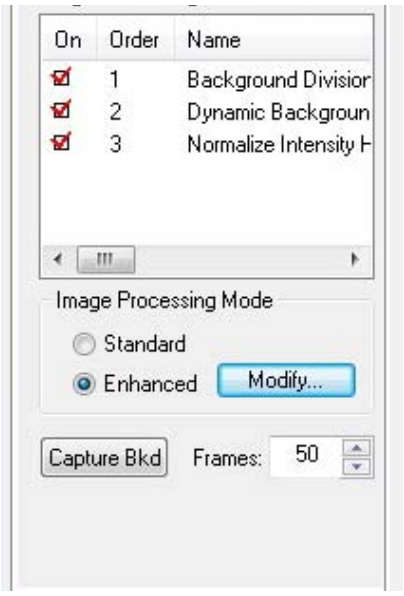


良い例



悪い例

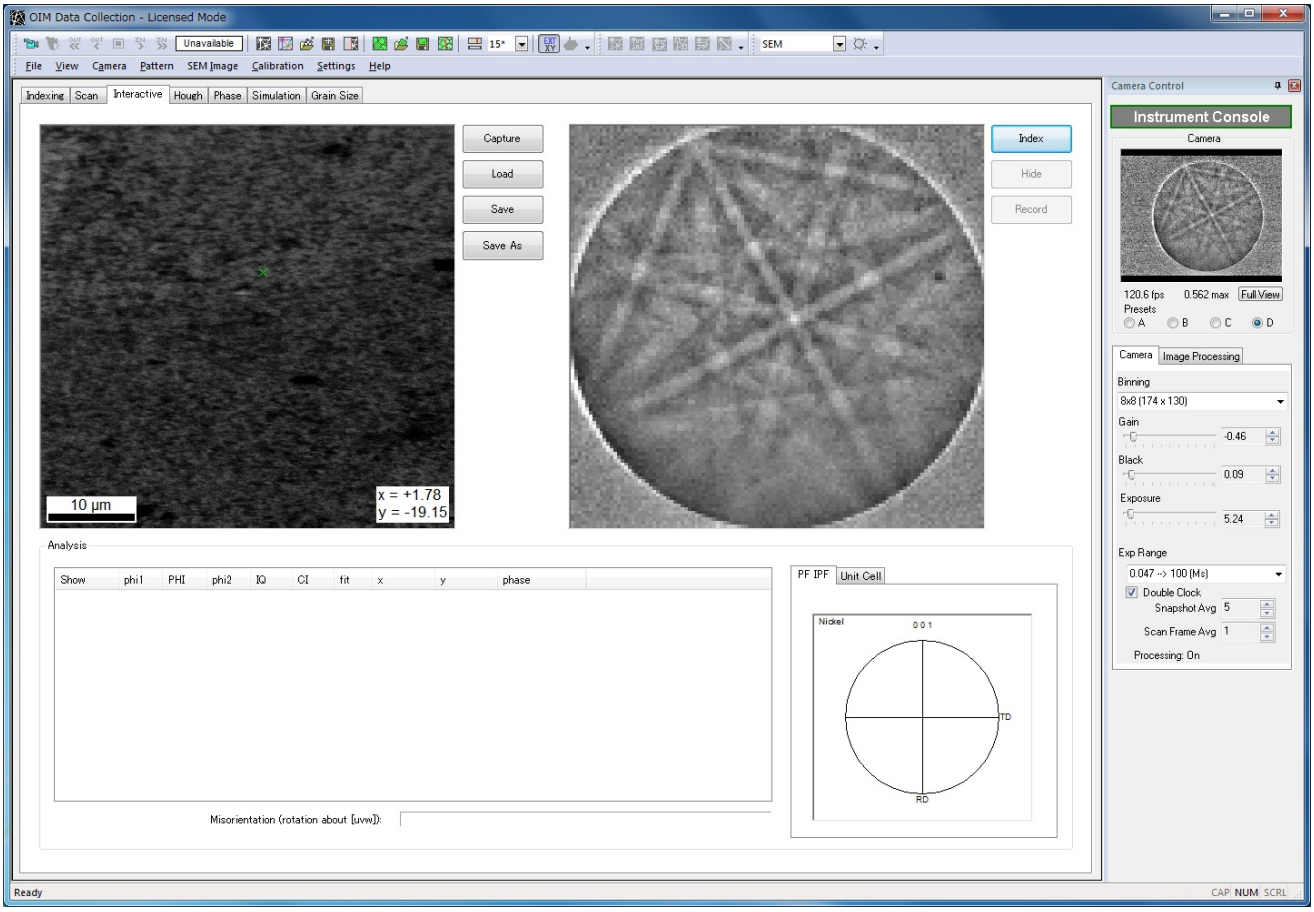
5. 【Image Processing】タブに戻り、
【Capture Bkd】をクリック、List 内のチェック☑を付け直す。



（4） 菊池パターンの確認

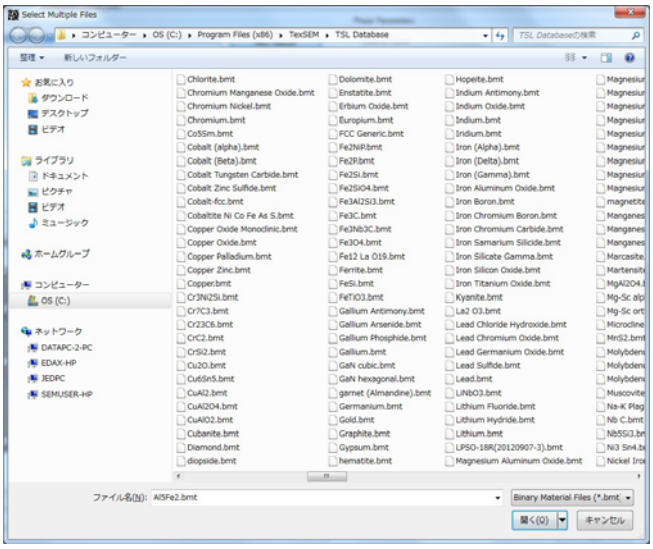
1. ソフト上方の【EXT XY】ボタンを解除し、SEM の操作画面を用いて試料の場所を視野に収める
2. 【Interactive】ウインドウの【Capture】をクリックし、SEM の倍率を直接入力する。
3. Capture した画像の数箇所をクリックし、菊池線が現れるかを確認する。

※ 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。

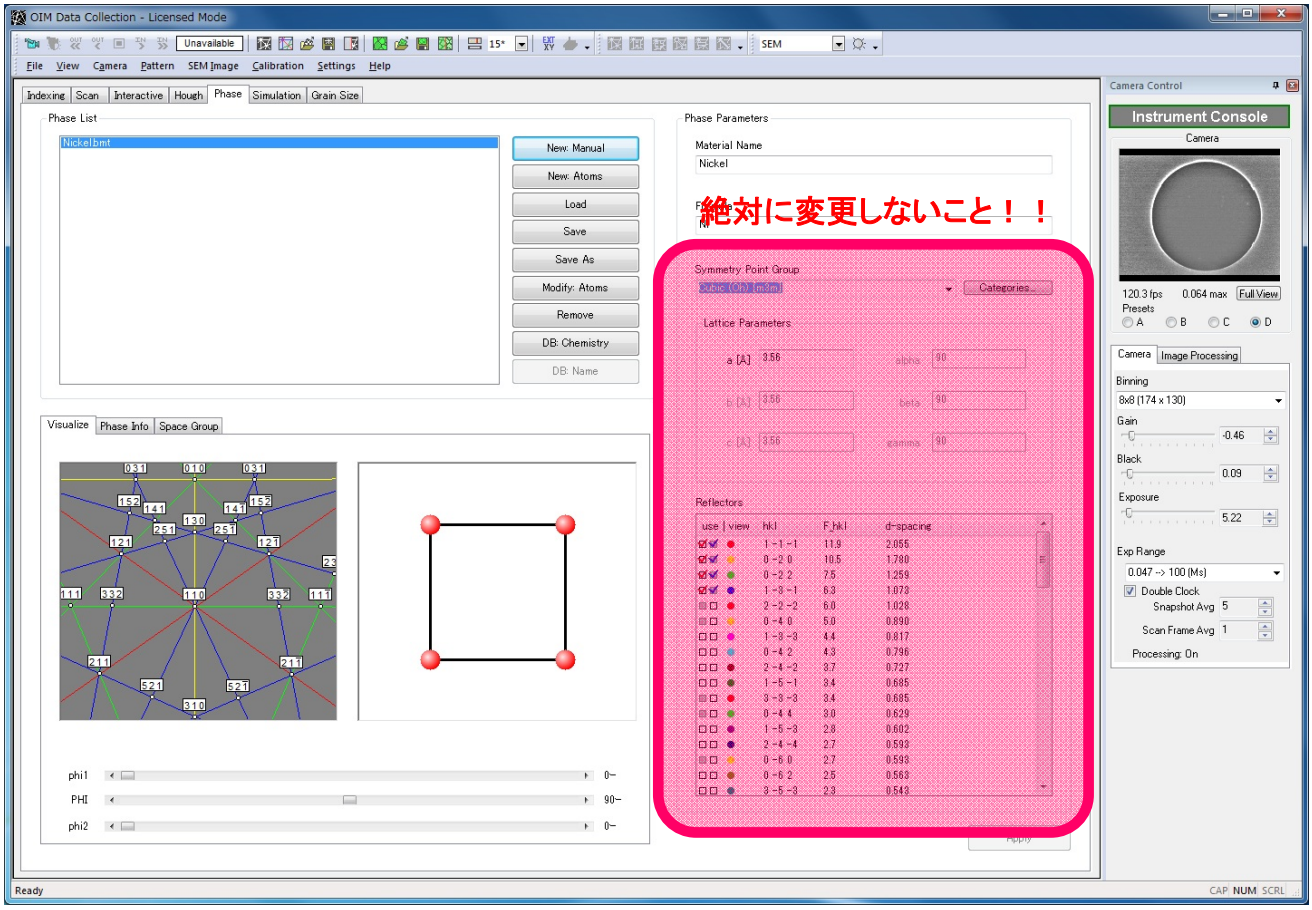


（5） 結晶相の選択

【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 線回折情報とは異なることに留意する。作成した結晶相は、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。**



※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。



（6） 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】⇒3、【Hough Type】⇒Classic、【Convolution Mask】⇒9x9、

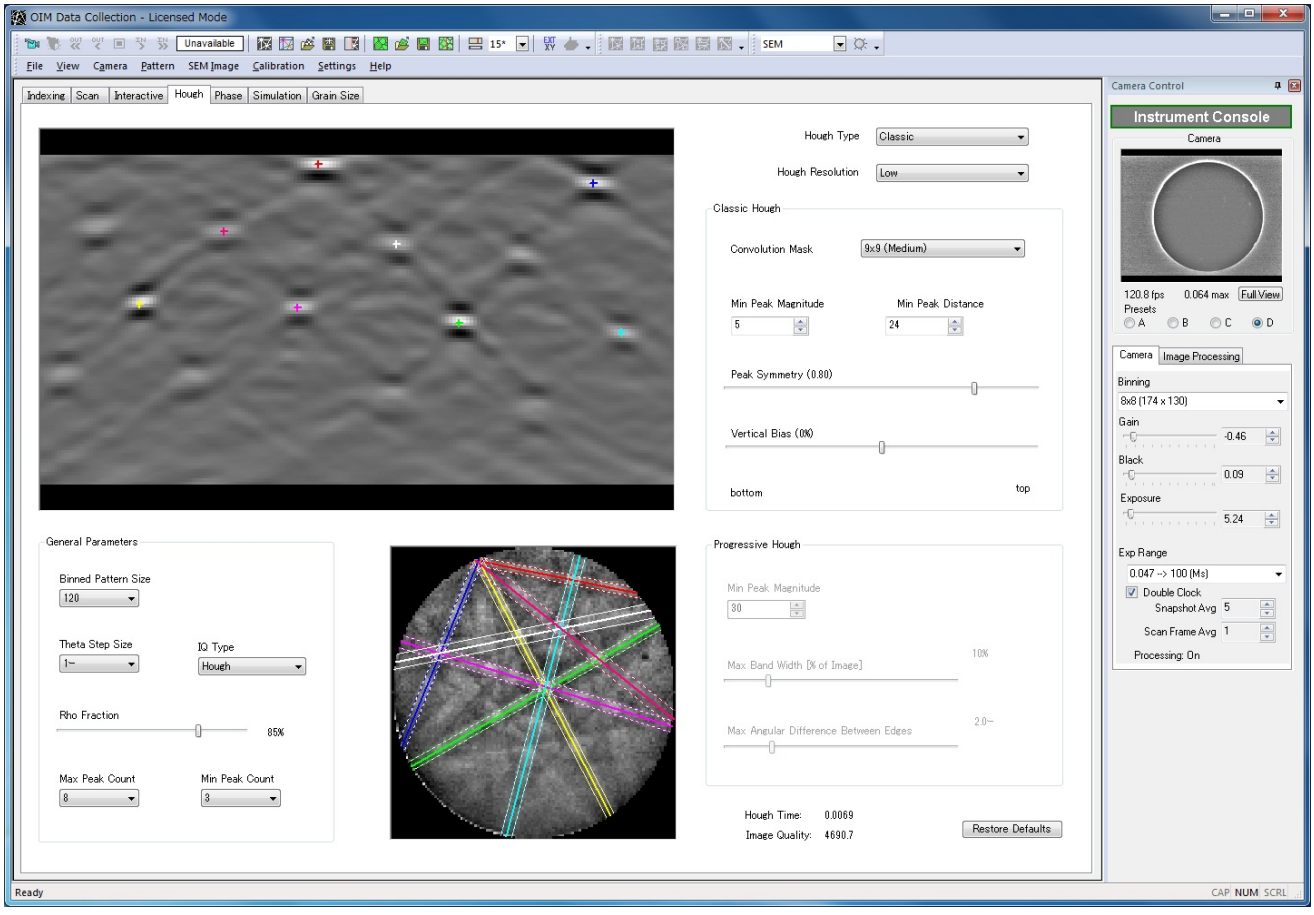
【Min. Peak Magnitude】⇒5 に固定する。

【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。



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

（7）【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

（8） 【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。

（9）【Scan】を開始する

1. 【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。
   ※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。
6. 【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

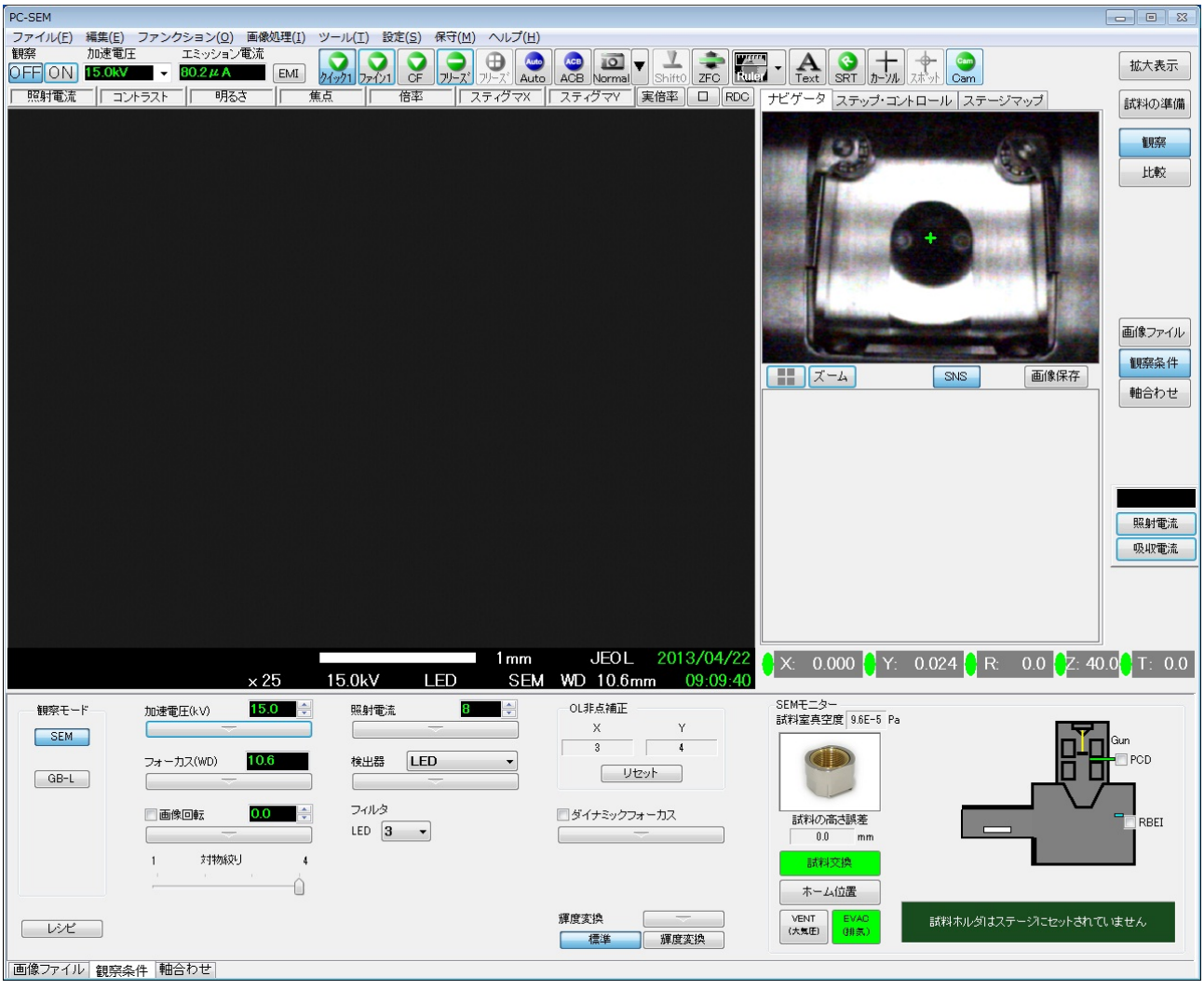
（1） ソフト上方の【EXT XY】ボタンを解除し、操作ソフト左上観察欄の【OFF】をクリックする。

（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【Retract】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）

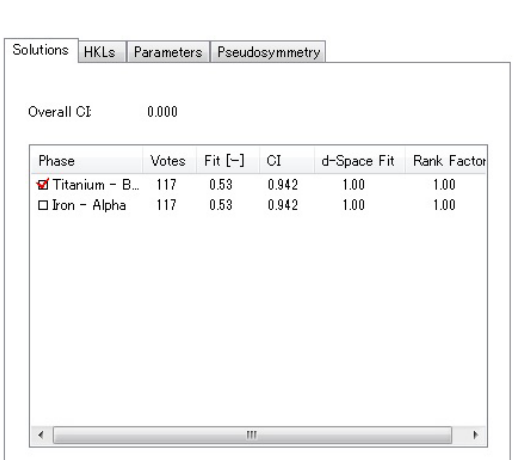
（4） 【試料交換】をクリックする。
⇒ 交換位置に自動的に移動する。
※【EXCH POSH】のランプが点灯したことを確認する

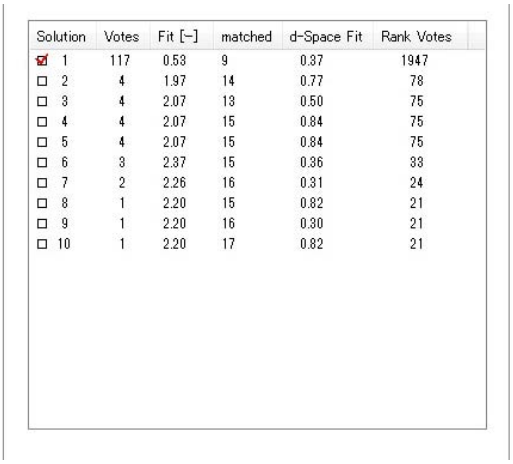
（5） 試料交換棒を利用し、試料載せ台を引き出す。
（4～6 頁参照）



～ CI 値が 0.1 以下である場合の改善策 ～

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）の見直し

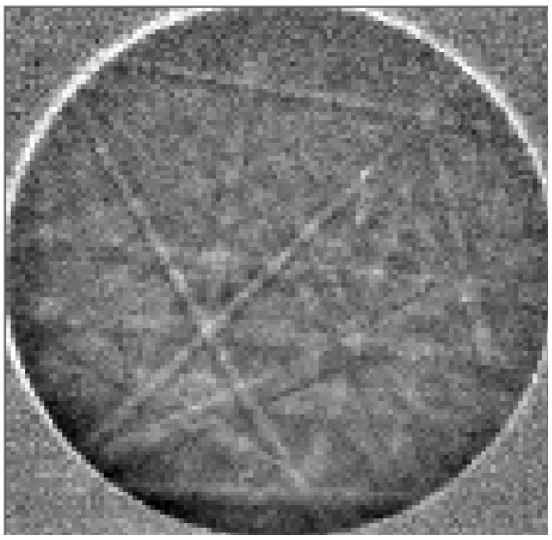




※ それぞれの Vote 値が高いため、overall CI 値が低下している。

※ Fit 値が低く適正であれば、単相毎に測定を実施する。

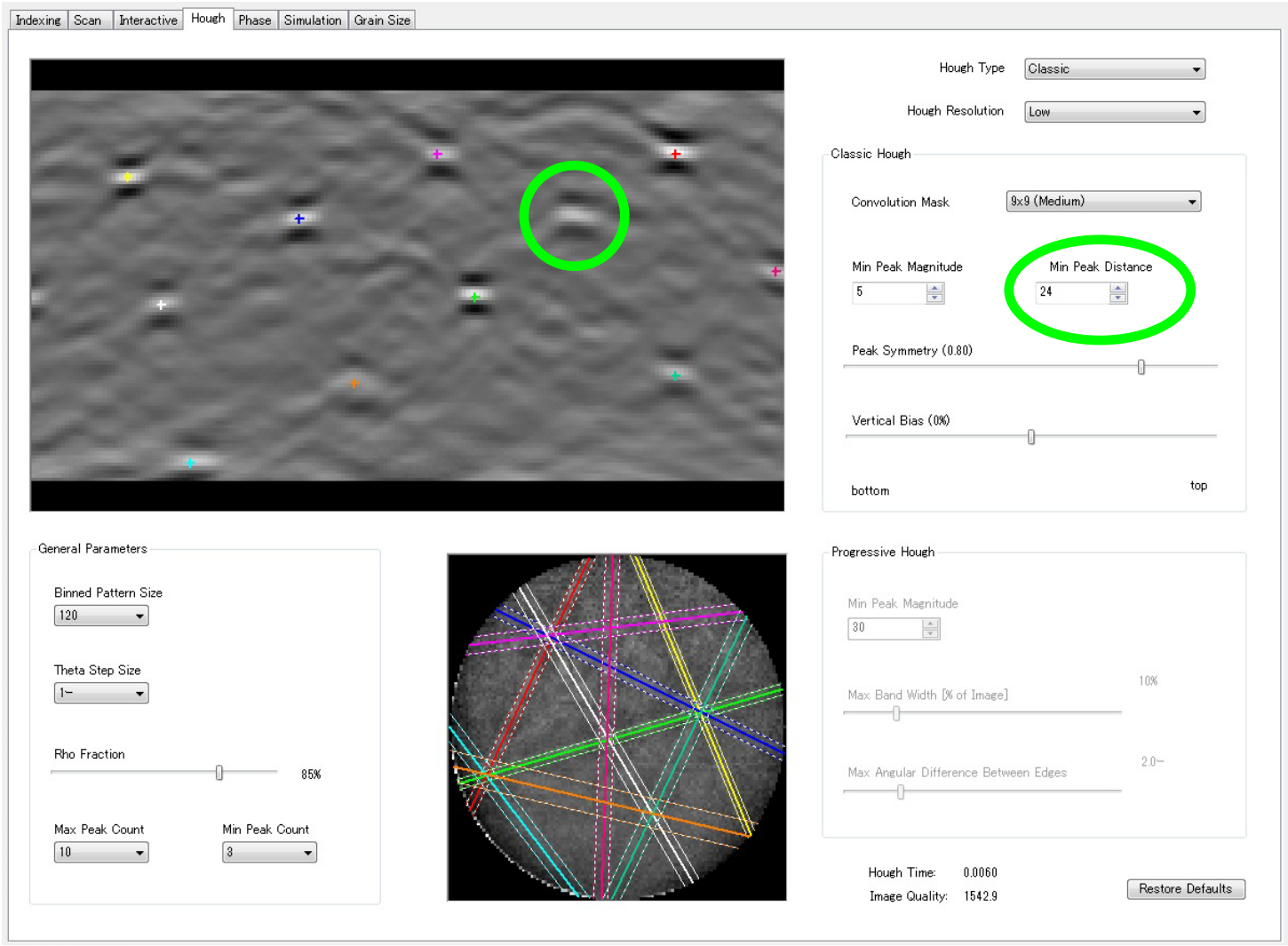
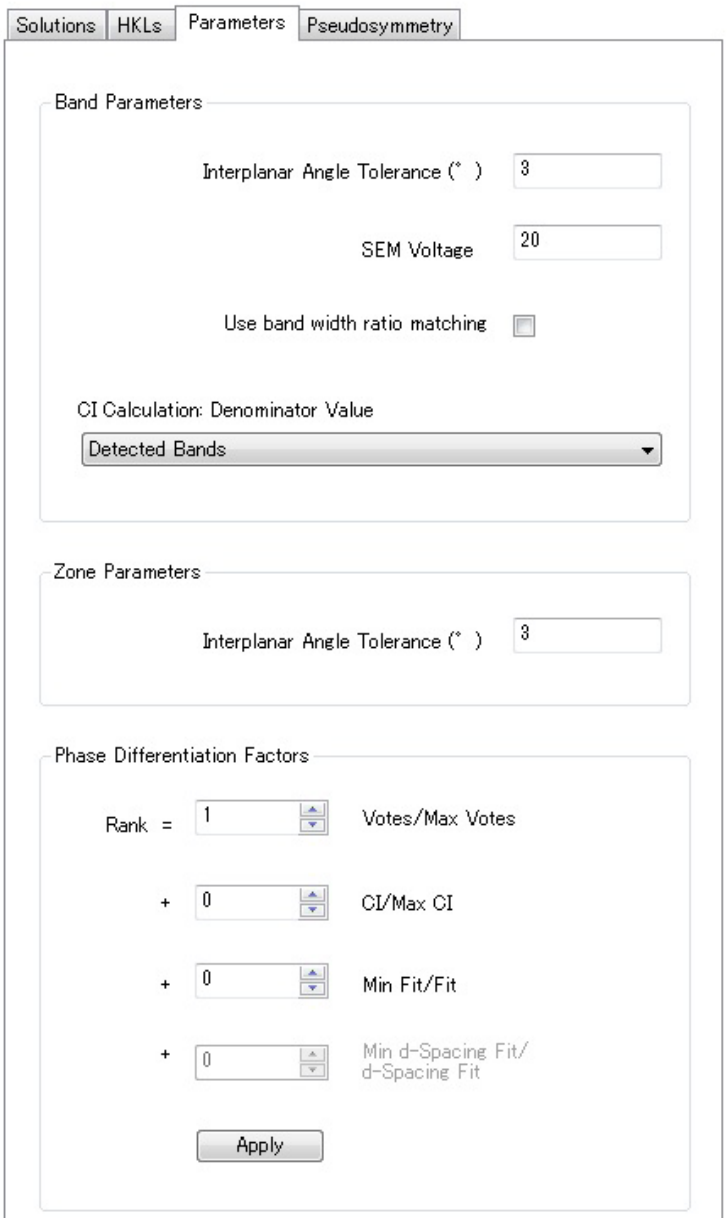
2. SEM の倍率 （空間分解能と結晶子サイズの対応）の変更



※ 2 つの結晶子の結晶粒界を跨いだ EBSD パターン。ただし、対称性の低い結晶との区別には、高度な知識と経験が求められる。

※ 観察倍率を上げて再度 EBSD パターンと Indexing を確認する。

3. Hough の設定値 （特に、【Max Peak Count】と【Min. Peak Distance】）を見直す。



4. Vote、CI、Fit のそれぞれの値に重み付けをおこなう。