

2014/12/12更新

# エネルギー分散型X線 分析装置(EDS) 簡易マニュアル

光電子分光分析研究室

連絡先 坂入正敏 内線7111  
鈴木啓太 内線6882

# 装置使用前に

以下のルールを守って下さい

- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁です。ゴミはきちんと片づける
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐにスタッフに連絡
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物を勝手に持ち出したり、無くしたりしない
- 貴重品の管理は各自でお願いします。長時間部屋から抜ける場合などは、研究室の施錠も各自で行う事
- ステージの移動操作時、各装置のステージ位置稼働制限を守りましょう。動かし過ぎると試料が検出器にぶつかり、故障します
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータなどを変更した場合、装置使用後に必ず設定を元に戻す
- 分析装置PCに直接自分のUSBなど記録メディアを差し込まない。当研究室専用のUSBを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す事
- 分析室内に導入するものは全て素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する事
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。予約時間からずれ込む場合は予約を事前に変更して下さい
- 深夜早朝祝休日に使用する場合、使用中のトラブルは全て貴研究室の責任で対応。また学生は、装置利用について自分の指導教官に知らせておく事。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 初めて使う方は事前にスタッフに連絡を取って、講習を受けて下さい
- ガスの出やすい試料、大きすぎる試料、壊れやすい試料など、分析室真空度を劣化させる試料を勝手に入れない。心配な試料は事前にスタッフにご連絡下さい

# EDS分析の前に

SEMの使用方法については走査電子顕微鏡 (SEM)簡易マニュアルを参照して下さい



EDS分析を始める**15分前**までにEDSの電源をOnにして下さい



15分経過後、EDSソフト「Analysis Station」を立ち上げます



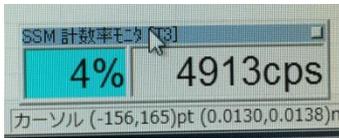
新規プロジェクトを作成するか、既存のプロジェクトを呼び出します

EDSのデータはプロジェクトという単位で管理されます。プロジェクトの中にEDSに取り込んだSEM写真と、SEM写真に紐付けされた分析スペクトルのデータが置かれていきます。1サンプルごとに新規プロジェクトを作ってもいいし、複数のサンプル群を一つのプロジェクトで扱ってもいいです。測定後はプロジェクトを必ず保存しましょう



解析用PCにAnalysis Stationがインストールされています。保存したプロジェクトを開いてデータを編集出来ます

# 分析エリアの取り込み



↑上げ過ぎです  
水色にして下さい

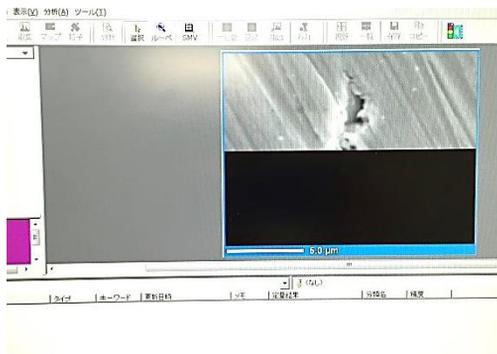
EDS分析を行いたいエリアをAnalysis Station側へ取り込みます

ソフト立ち上げと同時に出てきた「SSM係数率モニタ」を確認し、cpsの値(X線の量)を必要な値まで上げるよう、ビームの加速電圧・スポットサイズを変更します

目安として、スペクトル分析なら5000cps、マッピングなら20000cpsぐらい  
加速電圧20kV、SS65ぐらいがベターです  
cpsの値が低いとS/N比が悪くなり、ノイズが混じります。その場合、測定時間を増やす事である程度解消します



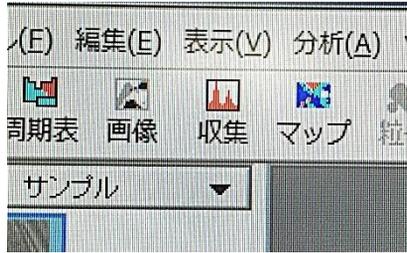
フォーカスやコントラストなどを整えてから「画像」アイコンをクリックしてSEM像を取り込みます



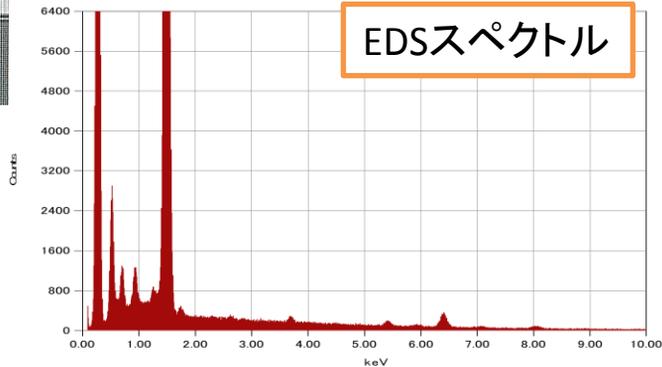
## 加速電圧の値について

各元素の各特性X線で励起に必要な加速電圧の大きさが決まっています。励起出来ないとEDS分析出来ないので注意！ 励起に必要な加速電圧については装置の奥に張ってある周期表ポスターを確認して下さい。また、加速電圧の強さは試料の中で電子ビームが透過して広がるサイズに効いてきます。これは特性X線の発生領域と同等です。加速電圧が強くと例え点分析をしても実際にはその点から深く広くX線を測定している事になります(平均的には1µmほど)。詳しくはポスターのCastaingの式を参照下さい

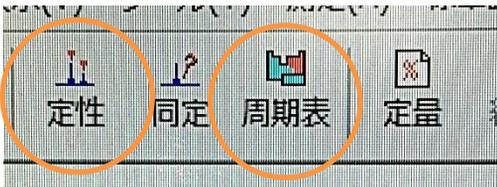
# スペクトル分析(収集・定性)



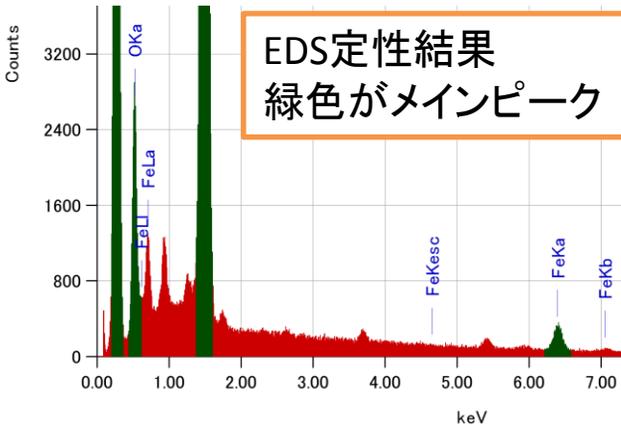
「収集」アイコンで取り込んだSEM像  
 全域のEDSスペクトルを分析します



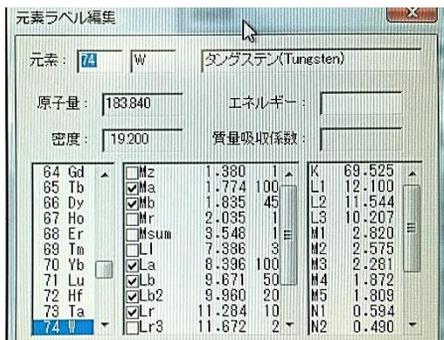
停止で終了



スペクトル取得後、スペクトルウィンドウのメニューの「定性」アイコンでピークの自動定性を行います。「周期表」アイコンで定性元素を確認・変更出来ます

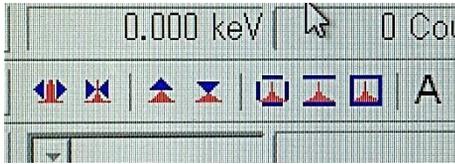


ピンク色が定性した元素

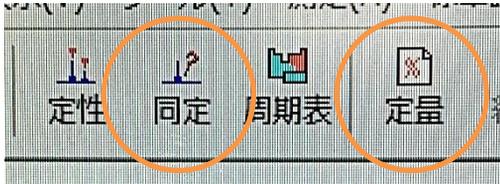


周期表の「ラベル」アイコンで、選択した元素の特性X線のラベリング選択が出来ます。全ての種類の特性X線がラベル付けされていないので、必要に応じて変更して下さい。特に強度の小さいピークはラベルを付けないようになっているので不明な微小ピークがあったらここを確認した方がいいです

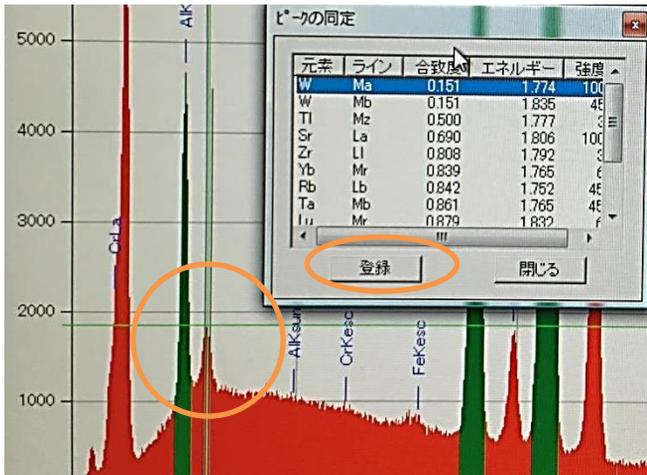
# スペクトル分析(同定・定量)



スペクトルウィンドウ左下のアイコン類でスケールを変更出来ます

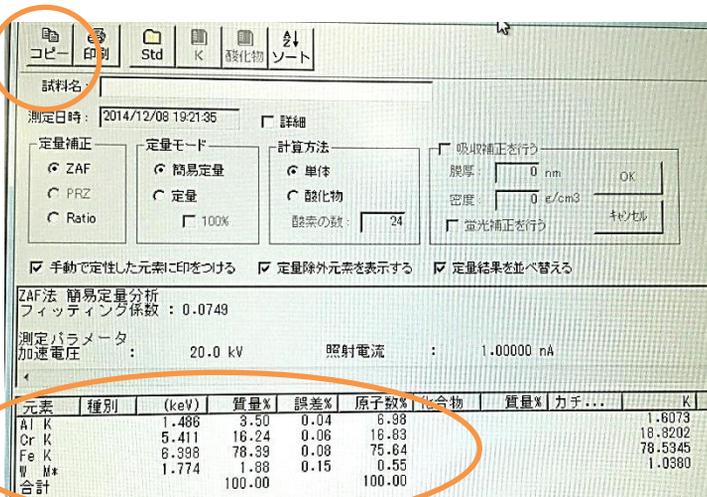


自動定性では判別がつかない微小なピークについては自分でピーク同定を行う必要があります



不明なピークの位置をマウスクリックして十字カーソルを呼び出し、「同定」アイコンをクリックするとピークのエネルギー位置に特性X線を持つ元素の候補テーブルが現れます

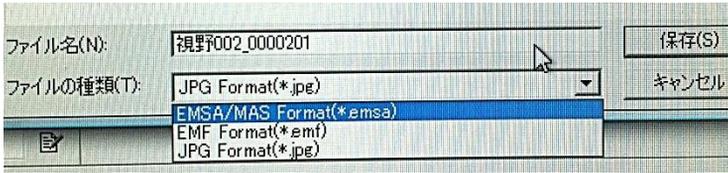
元素を選んで登録すると定性結果として登録されます



「定量」アイコンで定性した元素の相対定量値の結果を確認出来ます

結果の値は出力出来ないのので「コピー」アイコンでテキストとかに保存して下さい

# スペクトル分析(保存・条件)



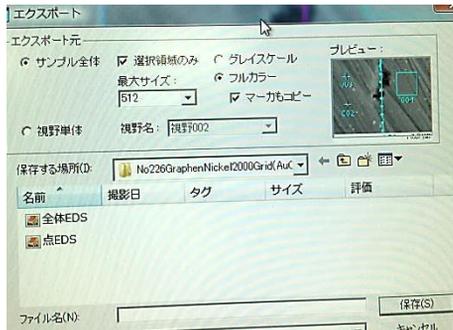
スペクトルウィンドウメニューのファイル→エクスポートでスペクトルデータを出力出来ます

.emsaでグラフデータ保存  
.jpgでスペクトル画像保存

定性・定量結果をスペクトルに残すにはスペクトルウィンドウ自体を保存してから閉じて下さい

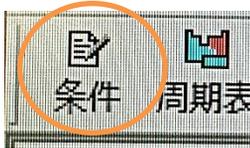
スペクトルデータは取込画像に紐付けされ、画像を選択した時の下のリストに置かれます

ファイル名	タイプ	キーワード	更新日時	メモ
視野000.0_IMG1	IMG1	IMG1	2014年5月8.	
視野000.0_EDS	EDS	EDS	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_IMG1	MAP_IMG1	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_O K	MAP_O K	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_O K	MAP_O K	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_AI K	MAP_AI K	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_SI K	MAP_SI K	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_OI K	MAP_OI K	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_TI K	MAP_TI K	2014年5月8.	
視野000.0_MAP	MAP_Au M	MAP_Au M	2014年5月8.	
視野000.0_PTTD	MAP_PTTD	MAP_PTTD	2014年5月8.	
視野000.0_SID	MAP_SID	MAP_SID	2014年5月8.	



取り込んだ画像データやマッピングデータを出力するには画像を選択し、メインウィンドウメニューのファイル→エクスポートで可能です

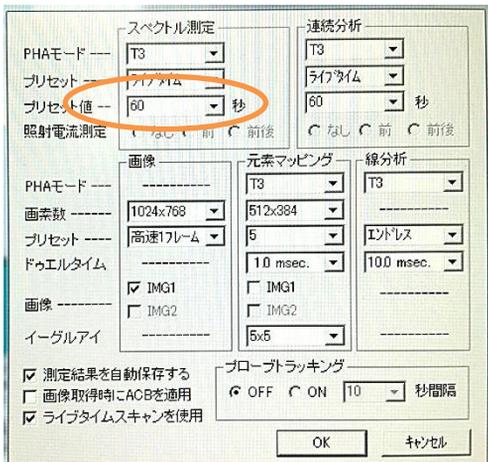
「サンプル全体」を選択すると点分析の位置情報なども合わせて出力出来ます



「条件」アイコンでスペクトル測定 of 積算時間を変更出来ます。X線の強度が小さい時は長く設定します

S/N比は積算時間のルート倍で向上します。時間4倍でS/N比は2倍。例えばX線強度が1/3に落ち込んでいる時にS/N比を同等の精度に持ち込むには9倍の積算時間を要します

条件ではその他、連続分析の積算時間や取込画像・元素マッピングの画素数、マッピングの積算回数、プローブトラッキングの間隔など色々変更出来ます。変更した場合は終了時に元のパラメータに戻して下さい



# 連続分析

「連続」アイコンでは点分析、エリア分析、ライン分析を連続で自動取得する事が出来ます  
スペクトルウィンドウを閉じないと選べません

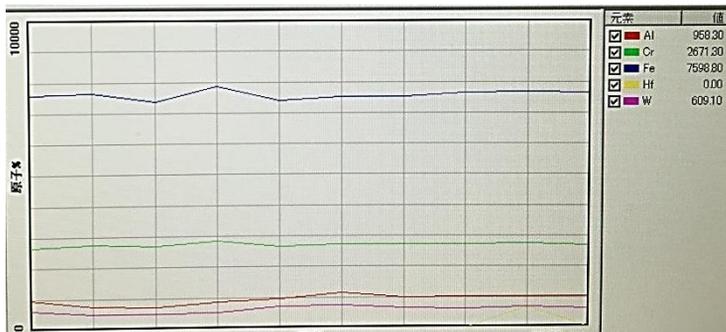
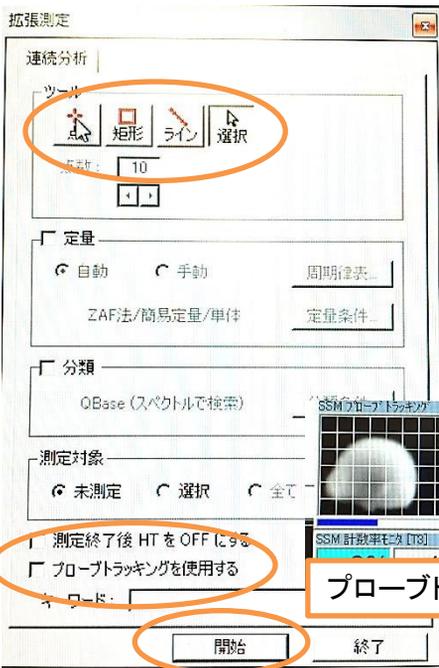
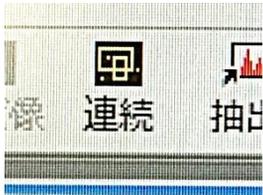
ツールから種類を選択し、取込画像から適当な分析位置を指定します

測定が長時間に及ぶ or 画像の倍率が高い場合は、プローブトラッキングを有効にしておくで試料の位置ズレに対応出来ます

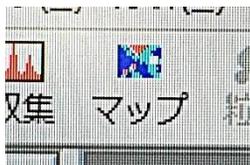
プローブトラッキングとはEDS測定中にある一定間隔でSEM像を取込み、元の取込画像と比較して位置ズレがあった場合にステージを動かさずビームをシフトさせて元の位置に修正する機能です。利用するには、1. 予め「シフトリセット」アイコンを押してからSEM画像を取り込んでおく(SEMマニュアル参照)。以降、マウスドラッグによる位置移動は行わない。2. 「条件」アイコンでプローブトラッキングの間隔を指定しておく。を行って下さい。大体10 $\mu$ m程度のズレなら追っかけられます

開始をクリックすると測定が順番に行われます

ライン分析では定量結果を、横軸を距離として描く事が出来ます。結果をSEM像に重ねる事も出来ます

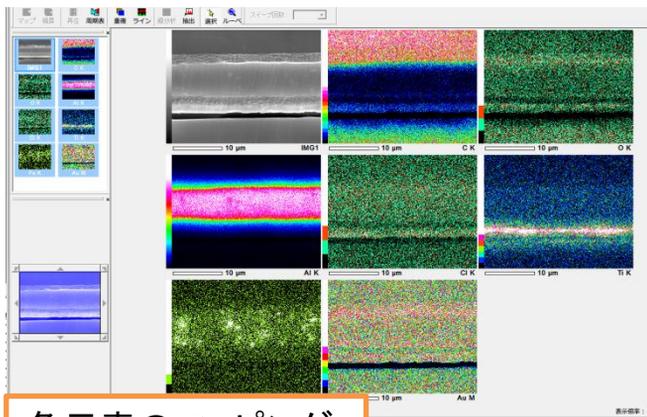


# 元素マッピング(測定)



「マップ」アイコンでは取込画像領域で各元素の強度分布を描く事が出来ます

「条件」アイコンで予めマッピング回数を設定しておいて下さい

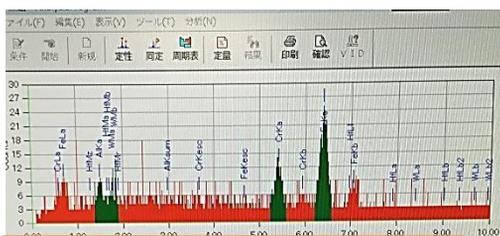


各元素のマッピング

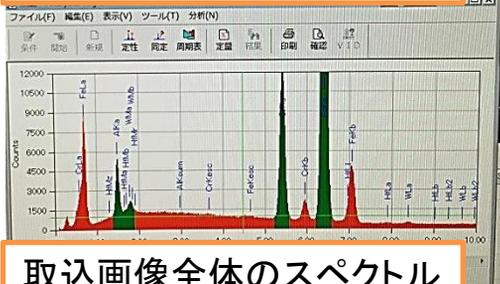
マッピングをスタートすると周期表に予め登録されていた元素のマッピングが行われます。マッピングする元素を追加したい場合は周期表で登録し(ピンク色にする)、「再生」アイコンをクリックします



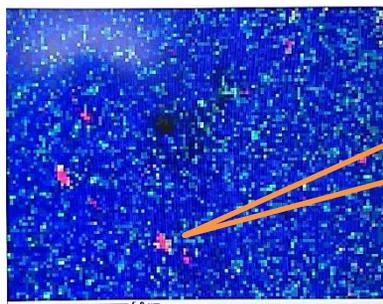
マッピングが行われるのと同時に2つのスペクトルウィンドウでスペクトル収集が行われます。一つは取込画像全体のスペクトル(「収集」と同じ)です。もう一つは「イーグルアイ」と呼ばれるもので、画像の各ピクセルごとのスペクトルの重ね合わせ結果になります。イーグルアイのスペクトルでは一部の微小領域にしか存在しない元素でもそのピークが全体から埋もれずに現れるので、微小元素の発見に使えます



イーグルアイのスペクトル

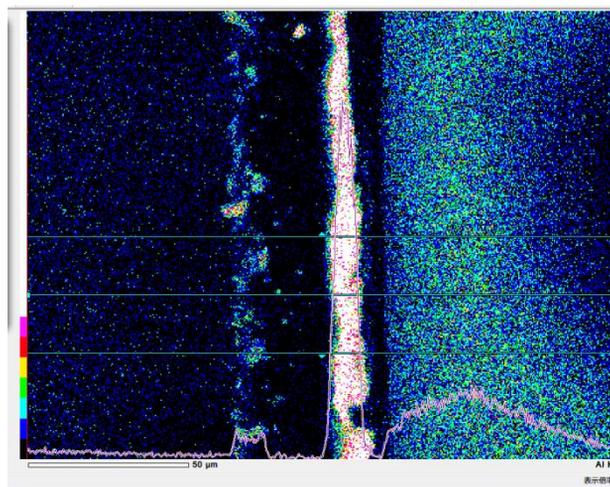
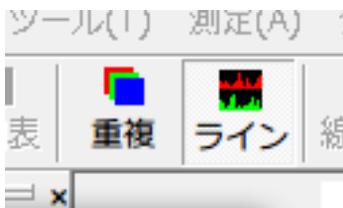
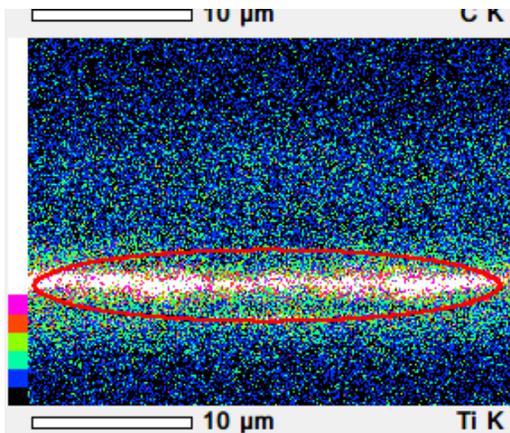
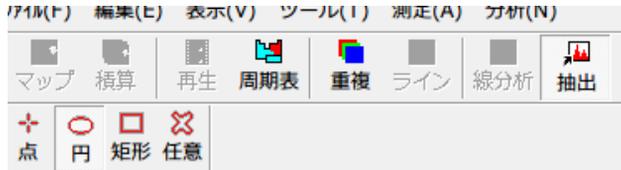


取込画像全体のスペクトル



一部にしか存在しない元素なので画像全体のスペクトルでは見つけにくい

# 元素マッピング(抽出・ライン)



マッピング測定データから各種の分析を行う事が出来ます

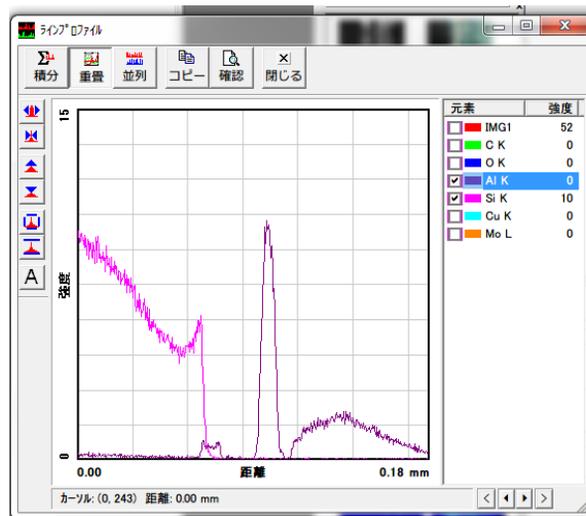
- 抽出

ツールを選んで、画像を囲むと、その領域のスペクトル結果を抽出して表示します

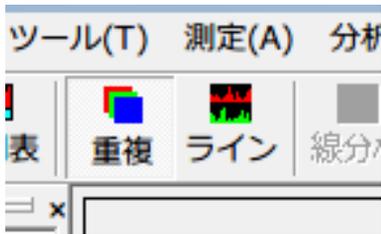
- ライン

画像上の横方向の強度ラインプロファイルを作成します。プロファイルを作るライン幅も変更出来ます

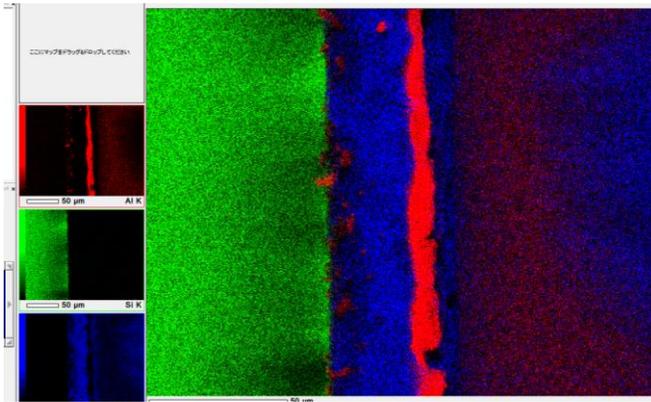
横方向しか出来ません。定量値ではなく、強度値のプロファイルしか出せません



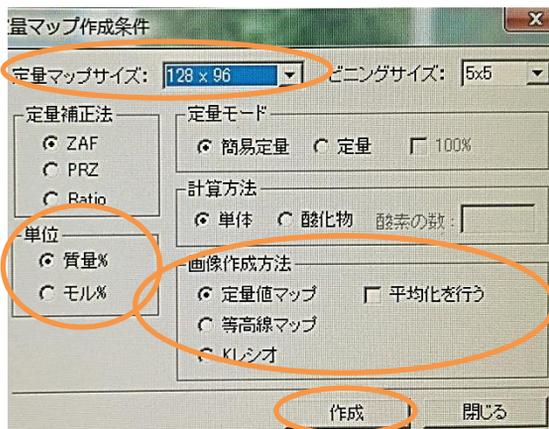
# 元素マッピング(重複・定量化)



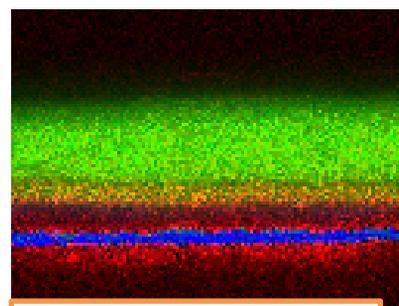
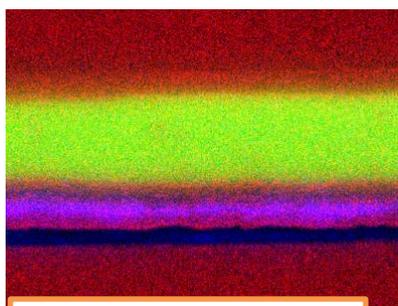
- 重複  
元素ごとにRGBで画の重ね合わせを行えます。画像は右クリックコピーで保存して下さい



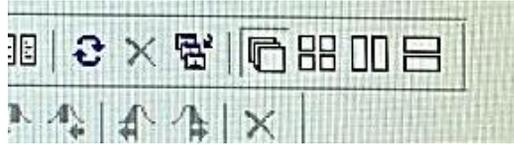
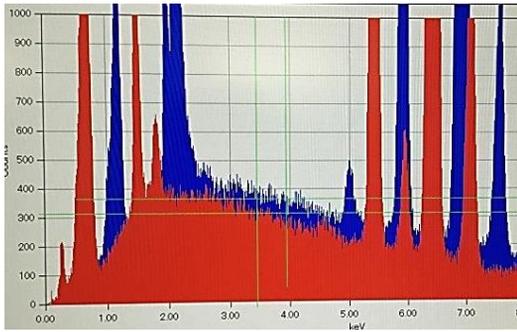
- 定量マップ  
強度マッピングのデータから定量マップに変換します  
マッピングウィンドウメニューから分析→定量マップ作成で、作成条件を選択し(マップサイズ、画像作成方法)、作成をクリック  
計算に少し時間がかかります



そのままのマッピング結果はあくまで各元素の強度分布図なので、1元素での分布状況は分かりますが、元素間で分布量を比較する事は出来ません。また、試料表面の電子線の入りやすさの場所ごとの差やX線検出器方向に対する障害物などでそもそものX線強度に差があり、それが強度分布の結果に影響を与えます。下図は強度マップから定量マップに切り替えた図で、強度で見た時と定量で見た時でTiやAuの分布にかなり違いがあります



# その他の機能



スペクトルウィンドウの左下アイコンで複数スペクトルを並べたり重ねられます



ピークを同定する時、「VID」でスペクトルフィッティング係数を確認する事で同定した元素が正しいかどうか数値的に評価出来ます

ビジュアルピークID

スペクトルフィッティング係数: 0.0925

元素	ライン	合致度	エネルギー	強度
W	Ma	0.181	1.774	100
Zr	Li	0.333	1.792	3
Ti	Mz	0.580	1.777	3
Sr	La	0.694	1.806	100
Tm	Mr	0.770	1.740	6
Rb	Lb	0.788	1.752	45
Ta	Mb	0.841	1.765	45
Hg	Mz	0.879	1.710	1
Yb	Mr	0.926	1.765	1
Si	Ka	1.000	1.730	10

登録

ビジュアルピークID

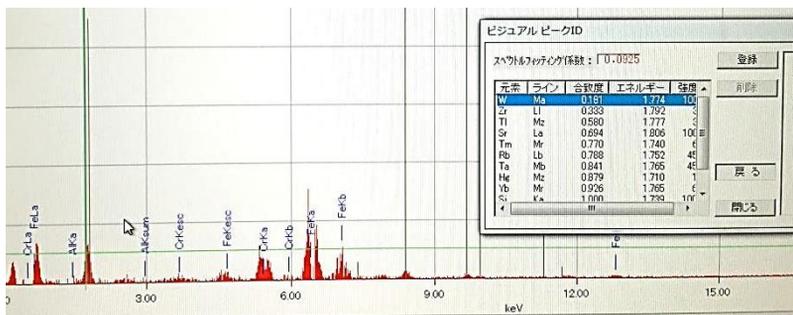
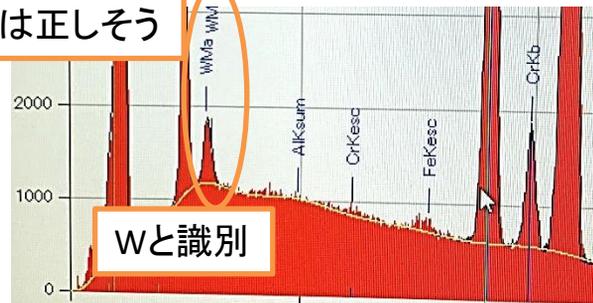
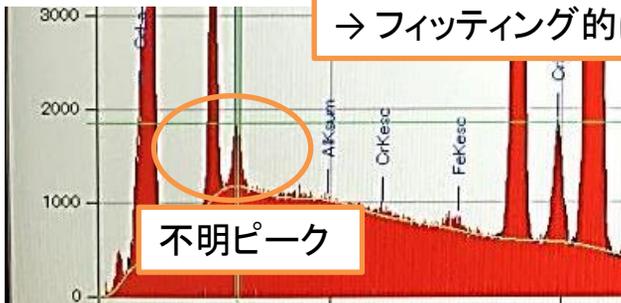
スペクトルフィッティング係数: 0.0848

元素	ライン	合致度	エネルギー	強度
W	Ma	0.181	1.774	100
Zr	Li	0.333	1.792	3
Ti	Mz	0.580	1.777	3
Sr	La	0.694	1.806	100
Tm	Mr	0.770	1.740	6
Rb	Lb	0.788	1.752	45
Ta	Mb	0.841	1.765	45
Hg	Mz	0.879	1.710	1
Yb	Mr	0.926	1.765	1
Si	Ka	1.000	1.730	10

登録

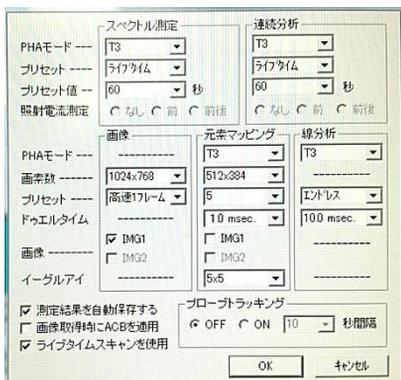
値が小さくなった

不明なピークをWと考え、定性元素の組に入れるとフィッティング係数の値が下がった  
→ フィッティング的には正しそう



他には、定性元素の組で作られる合成スペクトルと実測スペクトルとの残差成分を出す事が出来ます

# EDS分析終了手順



- 「条件」アイコンで変更した各パラメータなどを元に戻して下さい
- プロジェクトの保存を行う
- 「Analysis station」を終了
- EDSの電源をOff
- SEMの終了方法についてはSEM簡易マニュアルを参照して下さい



## • 補足

良くピーク被りする元素例です。この組み合わせが存在していると定性が上手くできなかったり、定量が失敗したりします

Na-K $\alpha$ (1.041KeV)	Cu-L $\alpha$ (0.930KeV)
Mg-K $\alpha$ (1.253KeV)	Zn-L $\alpha$ (1.012KeV)
Al-K $\alpha$ (1.486KeV)	Ge-L $\alpha$ (1.188KeV)
Si-K $\alpha$ (1.739KeV)	As-L $\alpha$ (1.282KeV)
P-K $\alpha$ (2.013KeV)	Tb-M $\alpha$ (1.24KeV)
S-K $\alpha$ (2.307KeV)	Br-L $\alpha$ (1.48KeV)
Cl-K $\alpha$ (2.621KeV)	Rb-L $\alpha$ (1.694KeV)
K-K $\alpha$ (3.312KeV)	Sr-L $\alpha$ (1.806KeV)
	Ta-M $\alpha$ (1.709KeV)
	W-M $\alpha$ (1.774KeV)
	Zr-L $\alpha$ (2.042KeV)
	Ir-M $\alpha$ (1.977KeV)
	Pt-M $\alpha$ (2.048KeV)
	Au-M $\alpha$ (2.120KeV)
	W-M $\gamma$ (2.035KeV)
	Mo-L $\alpha$ (2.293KeV)
	Pb-M $\alpha$ (2.342KeV)
	Bi-M $\alpha$ (2.419KeV)
	Ru-L $\alpha$ (2.558KeV)
	Rh-L $\alpha$ (2.696KeV)
	In-L $\alpha$ (3.286KeV)
	Cd-L $\beta$ (3.316KeV)

Ca-K $\alpha$ (3.690KeV)	K-K $\beta$ (3.589KeV)
Sc-K $\alpha$ (4.088KeV)	Sb-L $\alpha$ (3.604KeV)
Ti-K $\alpha$ (4.508KeV)	Te-L $\alpha$ (3.769KeV)
V-K $\alpha$ (4.949KeV)	Sn-L $\beta$ (3.662KeV)
Cr-K $\alpha$ (5.411KeV)	Ca-K $\beta$ (4.012KeV)
Mn-K $\alpha$ (5.894KeV)	Ba-L $\alpha$ (4.465KeV)
Fe-K $\alpha$ (6.398KeV)	La-L $\alpha$ (4.650KeV)
Co-K $\alpha$ (6.924KeV)	Ti-K $\beta$ (4.931KeV)
Ni-K $\alpha$ (7.471KeV)	V-K $\beta$ (5.426KeV)
Cu-K $\alpha$ (8.040KeV)	Cr-K $\beta$ (5.946KeV)
Zn-K $\alpha$ (8.630KeV)	Mn-K $\beta$ (6.489KeV)
Se-L $\alpha$ (1.379KeV)	Fe-K $\beta$ (7.057KeV)
Tb-M $\alpha$ (1.240KeV)	Co-K $\beta$ (7.648KeV)
	Cu-K $\beta$ (8.263KeV)
	Cu-K $\beta$ (8.904KeV)
	W-M $\gamma$ (1.380KeV)
	As-L $\alpha$ (1.282KeV)