

2022/1/17更新

電子線後方散乱回折装置 (EBSD)簡易マニュアル 測定編

光電子分光分析研究室

連絡先 鈴木啓太 内線6882

吉田すずか 内線6882

装置使用の前に

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
- 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
- 研究室の物品を勝手に持ち出さない
- 貴重品の管理は各自です。休日や夜間利用の際、研究室の施錠は各自で行う
- EBSDカメラを分析室に導入する時は必ず事前にAESステージ角度を70度に設定する。また、測定終了後はステージ位置を試料交換位置に戻すより先に、必ずEBSDカメラを分析室から抜く。順序を逆にした場合、装置が壊れます
- Ar⁺イオンビームはEBSDカメラを抜いた状態で利用する
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータを変更した場合、使用後に諸設定を元に戻す
- EBSD-PCに直接自分のUSBを差し込まない。施設のデータ移動用USBを利用する。AES-PCのデータについてはAES解析用PCでネットワークフォルダから直接データを取り出す
- 分析室内に導入するものは素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用する。変更の場合は前日までにキャンセル。当日の予約キャンセルは無効です
- 装置利用中の故障トラブルは全て貴研究室の責任です。装置利用について自分の指導教官に必ず知らせておくこと
- 初めて装置を使う際は事前に職員に連絡を取って講習を受ける
- ガスが出やすい試料、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は勝手に入れず、事前にスタッフに相談する

装置使用の前に



AESの使用記録簿に日時、開始時間、氏名、研究室名、**分析室真空度(使用前)**、試料情報、ナノテク課題番号を記載してください

ボールペンを無くさないように



分析室真空計

分析室真空度、イオン化室真空度の値を確認してください。異常に劣化している場合は**スタッフにご連絡ください**

平常時: 分析室 $10^{-7} \sim 10^{-8} \text{ Pa}$

: イオン化室 $0.1 \times 10^{-2} \text{ Pa}$

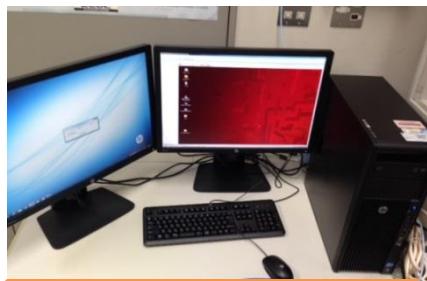


EBSD-PC



AES-PCとソフトウェアは常時立ち上げです。EBSD-PCは電源をつけて、パスワード「**phoenix**」を入力

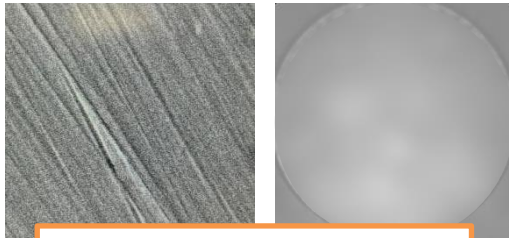
起動後3分ほど待ってから、「TSL OIM Data Collection 5」を立ち上げます



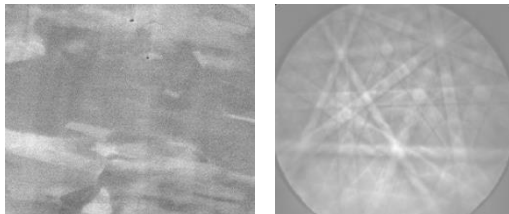
AES・EBSD解析用PC

AES・EBSD解析用PCにはEBSDの測定・解析用のソフトウェアがインストールされています。EBSDデータ測定後、解析用PCデスクトップ上の「data」フォルダ内「EBSDdata」にデータを移動させて編集・解析を行う事が出来ます。ご自由に使って下さい

試料前処理



加工歪がある場合、
EBSDは見えにくい



CPで作成した断面 (SEM像では結晶コントラストが見える) では菊池パターンが明瞭

EBSDの信号はサンプルの極表層 (30~50nm) から出てきます。試料表面の状態が以下のように劣化しているとEBSD測定が行えません

- ・切断や不十分な研磨による加工歪
- ・異物の付着によるコンタミネーション
- ・酸化被膜等の生成

EBSDを発生させるだけの精密な表面研磨が必須です。一般に研磨では研磨粒子の直径の1/3程度の深さまで表面に歪層が生じます。歪層は研磨最終段階で10nm以下に制御する必要があります



自動研磨機



研磨切断機

当施設では研磨切断機、冷間樹脂、自動研磨機が利用出来ます。120番湿式研磨から0.04 μ mコロイダルシリカまでの琢磨が可能です

またクロスセクションポリッシャ (CP) を使ってAr+エッチングによりEBSD測定可能な試料断面を作成する事も出来ます

クロスセクションポリッシャ導入までの前処理装置としての精密平面研磨機 (ハンディラップ) の用意もあります



クロスセクション
ポリッシャ

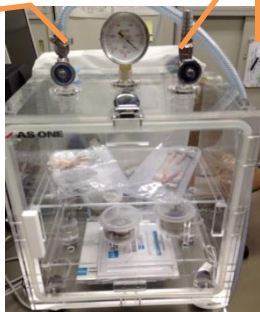


ハンディ
ラップ

オージェマイクロプローブにサンプルを導入後、分析室内でAr+エッチングを行う事も可能で、コンタミや酸化被膜を内部で削る事も出来ます

試料ホルダーへの固定

ポンプ側: 閉



大気側: 開

EBSD試料ホルダーは真空デシケーターに保管してあります。ポンプは常時稼働。大気側、ポンプ側バルブを開け閉めして取り出してください

ホルダーは3種類ありますがEBSDで使えるのは原則**小型ホルダーのみ**です(断面用を使いたい時は要相談)

• 小型ホルダー

(試料サイズ: 厚み4mm × 12mmφ以下)

断面

大型

小型

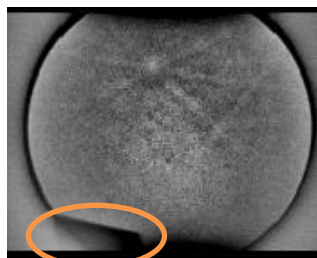


小型ホルダー上部

小型ホルダーの横ネジを外すと、ホルダー蓋部が外れます。蓋部は2種類あります

ホルダーの底と蓋で試料を挟み込むように固定します。厚みがある場合は蓋部を分解してから試料を入れてください

- 固定したらホルダーを振ってみて固定出来ているか確認
- ネジ類はしっかり固定、ネジはなくなさないように
- 接着剤だけの固定は極力避ける事



遮蔽物による影

測定時にホルダーは70度に傾斜されます。その状況下で試料の測定領域表面からEBSDカメラの方向に対して、遮蔽物がないようにセッティングして下さい。試料表面からカメラ方向へ飛び出す電子線に対して障害物があると、菊池パターンは測定出来ません

試料の導入

上げてから回す



試料導入室

VENTボタン

試料導入室ドアのロックを外します。**VENTボタン**を押して導入室を大気に戻します

- VENTボタンを押すと緑に光ります



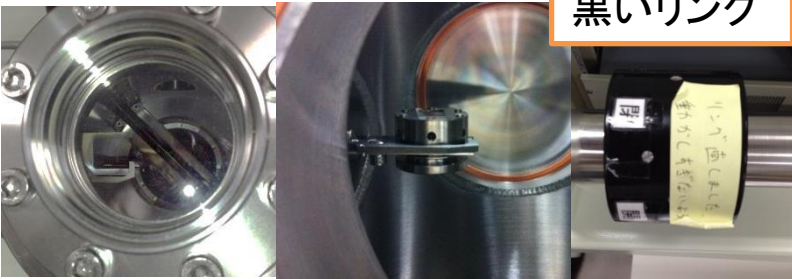
フォーク



ホルダーの**下の溝**にフォークを差し込みます

- 使ったらフォークはアルミ箔で包んでください

黒いリング



導入室内のフォークにホルダーの**上の溝**を差し込んで、黒いリングを回して「**CLOSE**」を上になります

手に持ったフォークを抜き取り、ドアを閉め、ロックをかけ、再び**VENTボタン**を押して導入室を真空に引きます

- 長時間導入室を大気に晒さないでください。真空が劣化します

導入室の上から中が覗けます

回しすぎない



試料導入室真空計

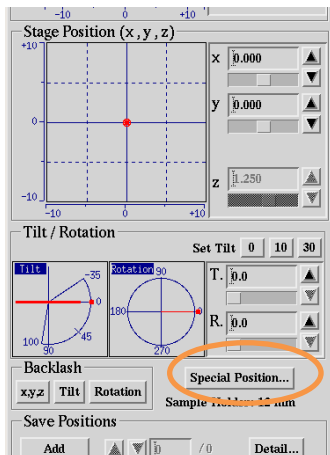
導入室でしばらく真空に引き続けます

- 目安: 金属板一枚なら30分、粉末試料なら2時間ほど

装置のオペレーター板の扉を開け、導入室の真空度を確認します。針が端に届くまで真空を引きます

↑これはまだ真空が引けません

試料の導入



AES-PCでオージェマスター→
observation → sample manipulation で
ウィンドウを立ち上げ、Special Positionを
クリック

立ち上がったウィンドウからSample
Change Position→Moveをクリック。New
holderからホルダーの種類12mmを選択
し、Close

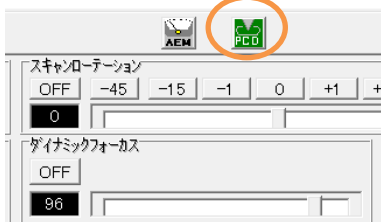
ビームシャッター

閉まっています



下についでる棒を回す

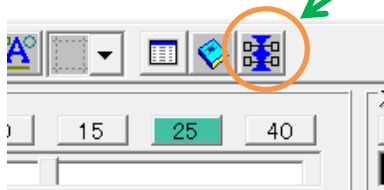
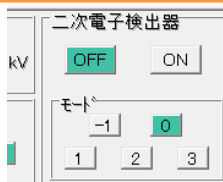
PCDアイコン
緑色In 灰色Out



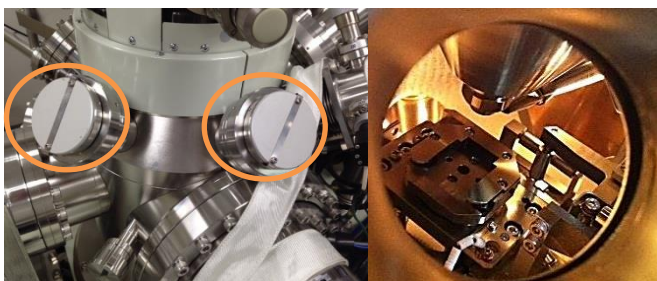
- ・ビームシャッターが閉じている
 - ・PCDが入っている
 - ・二次電子検出器がOFF
- を確認

SEMのコントロール画面が消えてる場合
はこのアイコンをクリック

二次電子検出器



試料の導入



分析室の窓蓋を外して分析室内を確認します



マグネットリングが後ろ端まで来ているのを確認し、V2ボタンを押してV2バルブを開けます
マグネットリングが後ろ端まで来てないと開きません



分析室を覗きながら、マグネットリングを押し出して試料をステージに入れます。マグネットリングを「OPEN」へ回し、フックが外れたのを確認してからマグネットリングを後退させます

V2ボタンを再度押し、V2バルブを閉めます。外した窓蓋を付けます



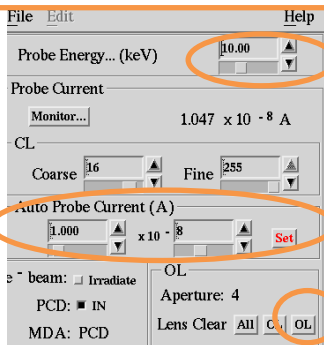
分析室の真空度を確認します。真空度が 5.0×10^{-6} Paより悪い場合、試料を回収して導入室で真空を引き直してください

5.0×10^{-6} Paより真空度が良い場合はそのまま真空引きを続け、 10^{-7} Paオーダーまで真空を引いて下さい

試料の観察

開いてます

probe condition



真空が 10^{-7} Paオーダーに到達したら、ビームシャッターを開けます

オージェマスター→

observation → probe conditionで Probe Energyに電子線の加速電圧、Auto Probe Currentに電流値を入力し、Setボタンをクリック。電流値が設定値に変更されます
EBSD測定において推奨する値は加速電圧10kV~20kV、電流値は0.5~5nAです

重金属系は電圧強め、菊池パターンの信号が弱い場合は電流強めが良いです

低い 加速電圧 高い

低い 分解能 高い

鮮明 表面構造 不鮮明

小 チャージアップ 大

小 ダメージ 大

小 照射電流 大

大 像のざらつき 小

高い 分解能 低い

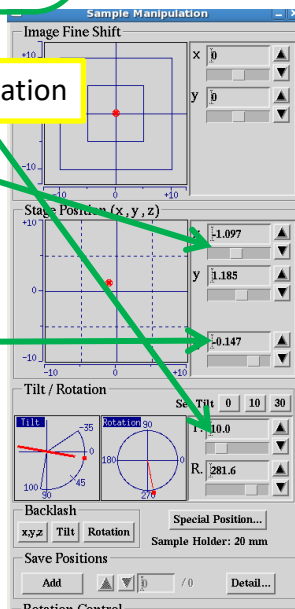
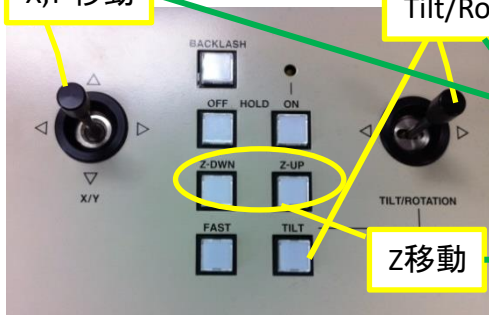
小 ダメージ 大

X,Y 移動

Tilt/Rotation

Z移動

ステージコントローラー

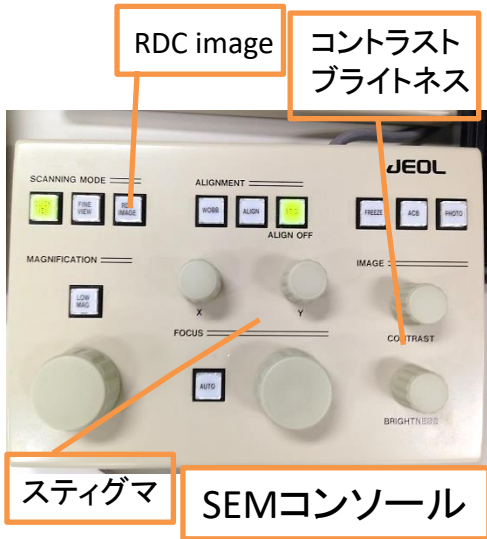


電圧・電流値の設定後、PCDをout、二次電子検出器をonでSEM像が観察出来ます

観察したい場所へステージコントローラー or sample manipulationで移動

大きく移動する場合、サンプルが中で何かにぶつかる事がないよう細心の注意を払う事

軸合わせと撮影



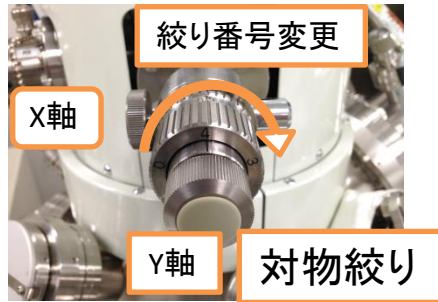
電子ビームの軸合わせを行います。観察箇所でスキャンモードをRDC imageに切り替えて、倍率・フォーカス・コントラスト・ブライツネスを調整

5千倍以上での観察の場合、さらにスティグマXYの調整します

スティグマがずれているとデフォーカス時のぼやけ方が一方向に伸びたようになります。デフォーカスしてみてもぼやけ方が同心円状になるか確認しましょう

数万倍での観察の場合、さらに対物絞りXYの調整をします(電圧電流値を変えたらチェック)。HTウォブラをOnにし、周期的にぼやける画像の視野位置がズレないように対物絞りXYを調整します。終わったらウォブラはOffにし、フォーカス・スティグマを再調整

対物絞りの番号は通常4番で高倍率観察用になっています。絞り番号を小さくすれば、電流値をさらに上げる事が出来ます。番号を変えた時も対物絞りXYの調整が必要

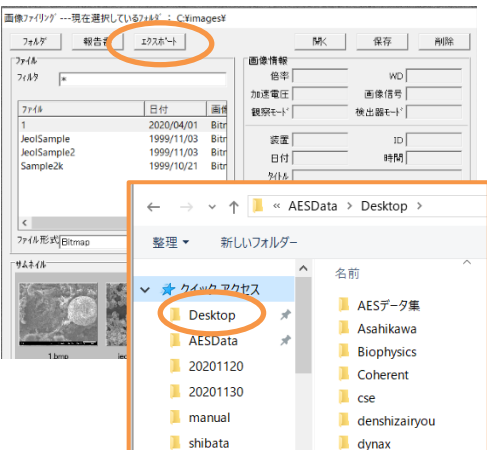


・SEMコンソールの説明

FINE VIEW: スキャンスピードを遅くし、精細な像が取れます。スピードは2段階あり、ボタンを押すと切り替わります

FREEZE: スキャンが1周終わった時に像が固定出来ます

PHOTO: FINE VIEWが始まり、スキャンが終わるとFREEZEし、SEM像を保存するウィンドウが立ち上がります



エクスポートをクリックし、クイックアクセスからDesktopを選択、AES-PC内の自分のフォルダに移動して保存します

AES-PC内の画像データはAES-PCデスクトップ上の「AESdata」→「Desktop」から各自のフォルダにアクセスして見る事が出来ます

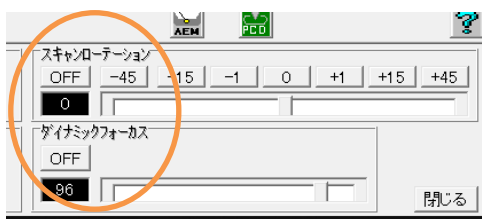
試料観察で使う機能

SEMモード番号は照射電流量が大きい場合(10nA程度)は0番。小さい場合(0.1nA程度)は3番に変更するとSEM像が見やすくなります

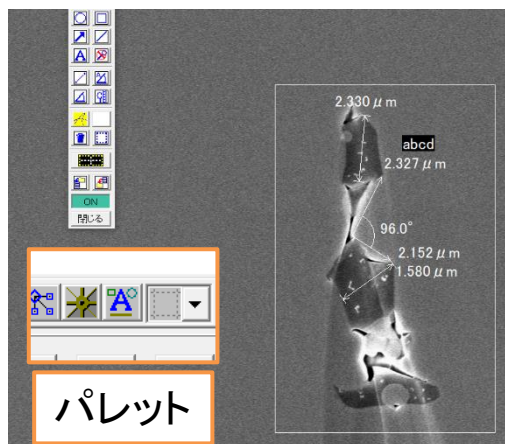


SEMモード番号

スキャンローテーションをONにしてスクロールを操作すると、像が回転します
ダイナミックフォーカスをONにしてスクロールを操作にすると、高低差のあるものでも全体のピントが合いやすくなります。Tilt70°で低倍率の際は使用をお勧めします



パレットボタンをクリックするとSEM像上にテキスト書き込みや、ルーラーで物のサイズなどを測って保存出来ます



ステージ移動せず、SEM像上でマウスドラッグして像を動かす事が出来ます。動かせる範囲はSample Manipulationの**Image Fine Shift**の範囲までです(上下左右10μm程度)。初期値(原点)に戻す場合は、←左図のアイコンをクリックします

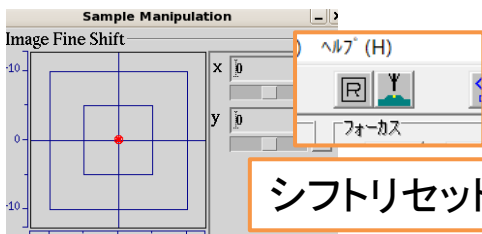
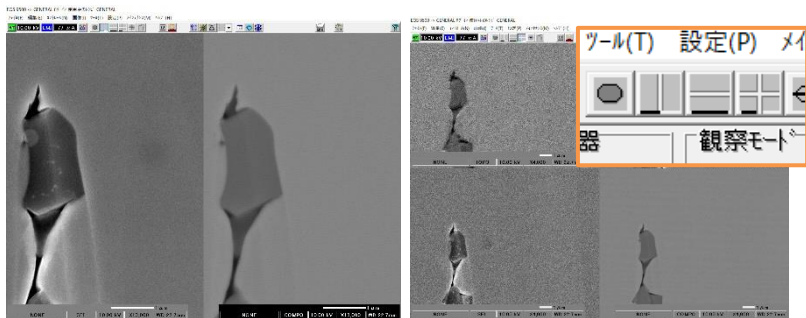
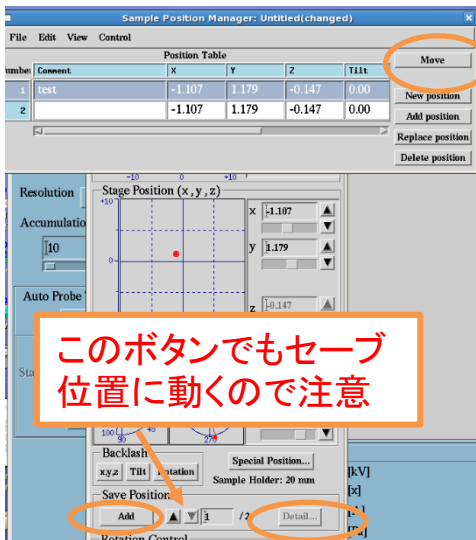


Image Fine Shift

2画面、4画面モードがあります。反射電子像とSEM像を同時に見る事が出来ます



試料観察で使う機能

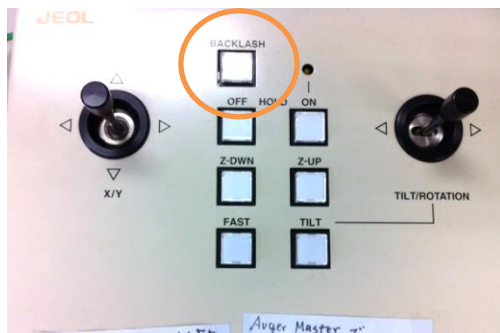


現在のステージ位置を記憶させたい場合は、**Save Positions**のAddをクリック。複数のポイントを記憶出来ます。呼び出す際はDetailをクリックし、テーブル中のNumberを選択し、Moveをクリックします

使い終わった後はposition dataを全部消去して下さい

▲▼ボタンを押すと動きます。間違っ
て押さないように！

EBSDカメラ導入中は必ず注意して扱って
下さい！

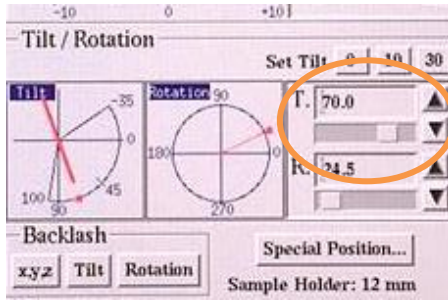


BACKLASHボタン

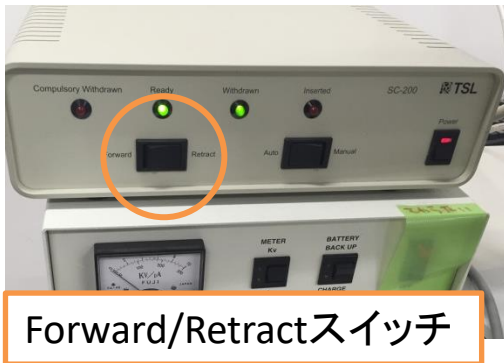
試料を観察中に像が動いてしまう場合

- BACKLASHボタンを押し、BACKLASHを解消する
- 分析室に導入してしばらく待つ
- 帯電に起きている場合は電圧電流値、ステージポジションを調整
- 試料セッティングをやり直す

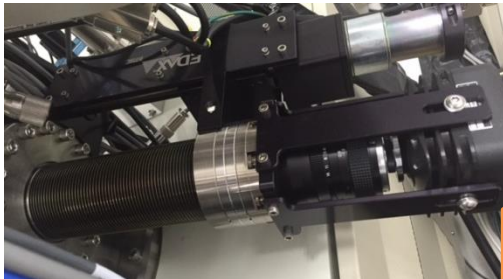
EBSDカメラの導入



1. 二次電子検出器をOFFにし、分析室の窓蓋を取り、分析室を覗ける状態にする
2. 分析室内の状態を確認して問題がなければ**ステージTiltを70度**に変える(少しずつ変える)
3. ステージが70度に傾いた事を必ず視認する
4. 分析室内の状態に問題がなければ、EBSDカメラユニットのForward/Retractスイッチを**Forward**に切り替える。カメラが分析室内に導入される



Forward/Retractスイッチ



EBSDカメラ



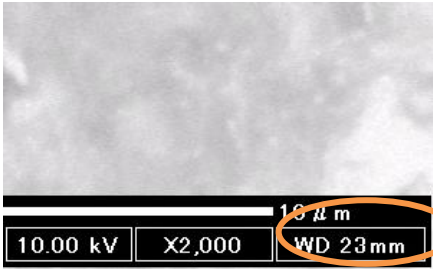
5. 分析室内の状態に問題がないのを確認出来たら窓蓋を付け直し、二次電子検出器ON



EBSDカメラ

以後、十分に注意してステージ操作を行う事！特にTiltの操作はカメラを後方に下げるまで禁止！

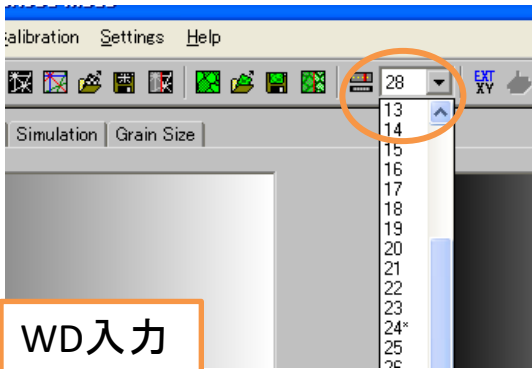
EBSDカメラの導入後



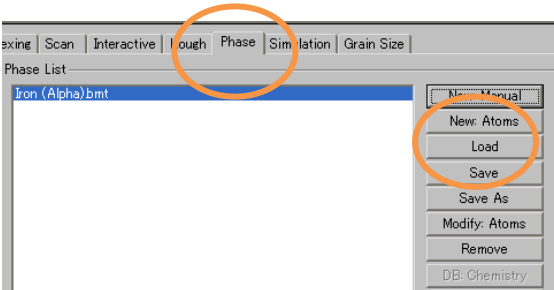
このWDだと失敗します

EBSD測定時、観察場所でフォーカスを合わせた時にSEMのWDが24~32mm (WD27mm推奨)の間に収まるように、ステージ位置を調整して下さい

観察場所を見失わないようにZ軸を下げつつY軸を上げて元の位置に戻り、フォーカスを合わせるとWDの値が大きくなっていきます



SEMのWDの値をEBSDのソフト「TSL OIM Data Collection 5」で設定しておきます



- マテリアルファイルを読み込む

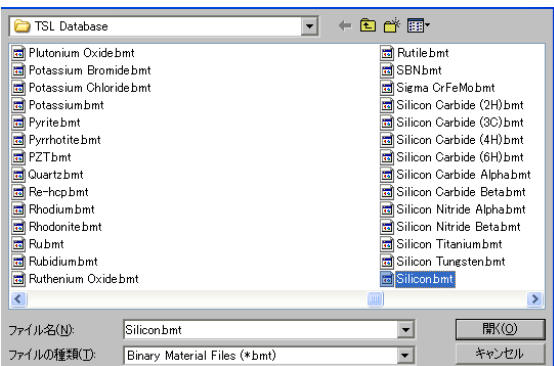
PhaseタブからLoadを選択し、「TSL Database」から試料の構造に合ったマテリアルファイル(.bmt)を開きます

不必要なリストはRemoveします

複数の相がある場合は複数読み込む

TSL Databaseに試料の結晶構造に合うものがない場合は自分でマテリアルファイルを作成します
(「マテリアルファイル作成」を参照)

ドライブのProgram Files→TexSEMのところにTSL Databaseがあります



バックグラウンド処理

測定前に反射電子によるバックグラウンドを撮影し、パターンを含む像から減算する処理を行います



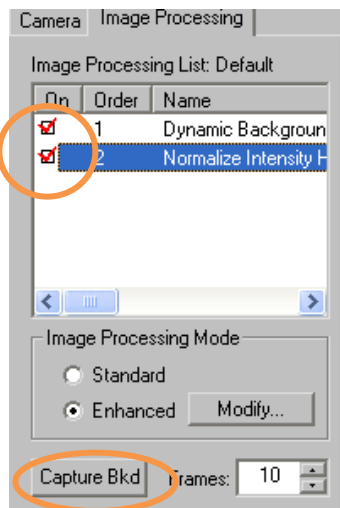
1. SEMの倍率を最低倍率にして、ホルダーの蓋や底など試料以外の場所を視野に収める
2. Interactiveタブの「Capture」をクリック、SEMの倍率を入力後、OKでSEM像を取得



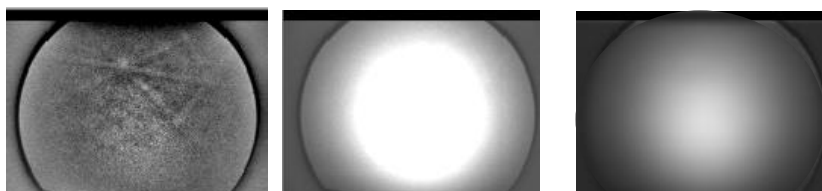
3. 画面右のImage Processingタブ内の を全て外す
4. 画面左のSEM像で試料以外の場所をクリック、電子線照射箇所を変更

画面右のスクリーン像を確認しながら、測定しようとしている結晶の菊池パターンが出ない&バックグラウンドの色合いや遮蔽物による影の形が測定箇所と同等に見える箇所をSEM像内で探しましょう。SEM像上の×印が電子線照射点です

5. 同時に画面右のCameraタブ内で「Gain」「Black」「Exposure」を調整し、下図の成功例のようなスクリーン像を作る



6. Image Processingタブに戻り、「Capture Bkd」をクリック、List内の を付け直す

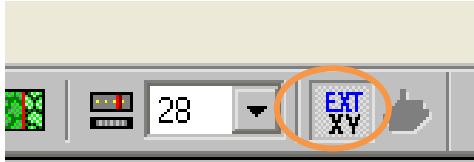


菊池パターンが出ている、光り過ぎ

良いバックグラウンド例

菊地パターンの確認

実際の測定箇所に移り、菊地パターンを検出してマテリアルファイルとの適合性などを確認します

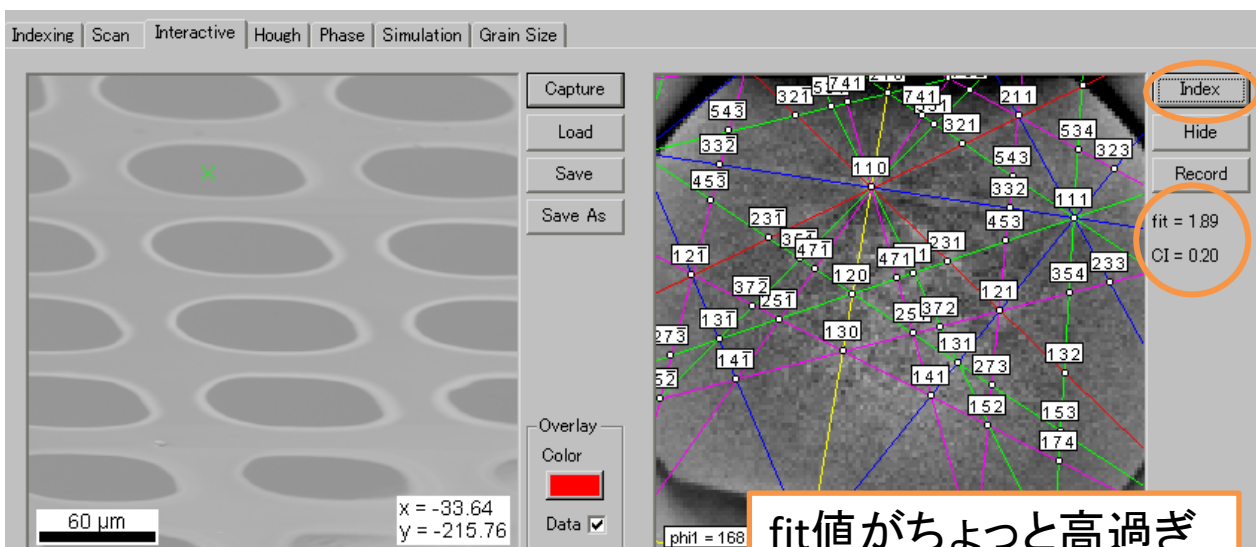


外すとSEMコントロールが復帰

複数相指定の場合のCI値はoverall CI値(相間のVote数を比較したCI値)が表示されます

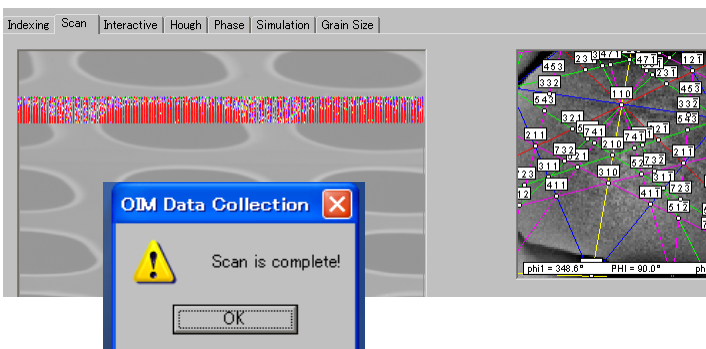
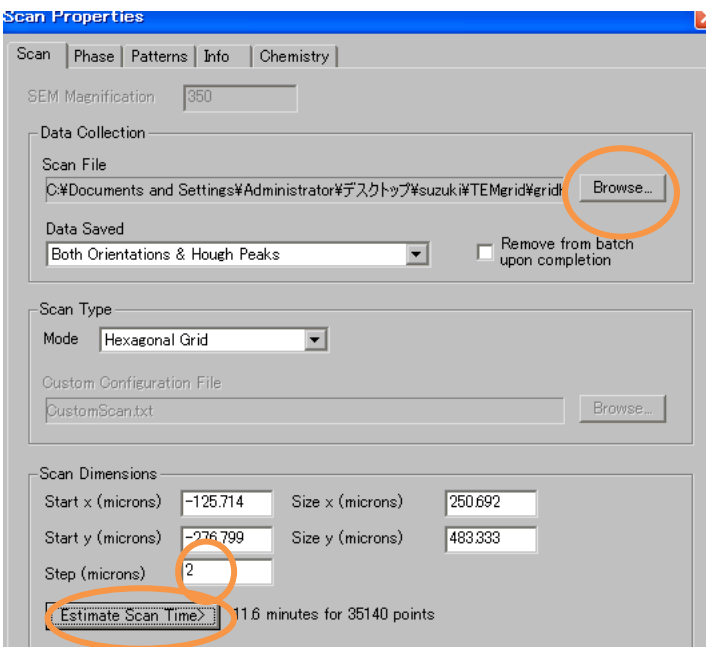
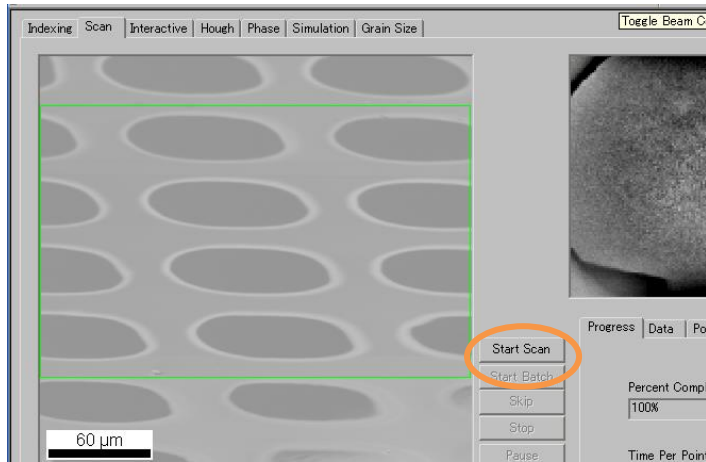
1. 「EXT XY」を押してSEMのコントロールを復帰させる
2. 測定箇所に行き、SEMのフォーカスや倍率を整える。再度Interactiveタブの「Capture」をクリック、SEMの倍率を入力
3. SEM画像で電子線照射箇所を調整しつつ、カメラ画像で菊地パターンの様子を確認。輝度などに調整が必要ならカメラの「Gain」や「Exposure」を随時調整
4. 「Index」をクリックし、菊地パターンと宛がわれたバンドが合っているか確認。fit値とCI値も確認→おかしい場合は「測定結果が良くない場合」を参照

通常、菊地パターンが測定出来てマテリアルファイルが合っていれば、fit値は1.0以下ぐらい。CI値は0.1以上あれば正しい方位解析が出来ている(立方晶系の場合)



EBSD測定

菊地パターンが測定出来て、CI値fit値が良好であれば
スキャンを実行します



1. 「Scan」タブに移動し、SEM画像内で左クリックでスキャン範囲をドラッグして指定します
2. 「Scan Properties」が現れます。Browseをクリックし、データ保存先を指定します
3. 「Step」を適当な値に指定し、「Estimate Scan Time」をクリック、測定時間が表示されるので概ね5～10分程度で済むようなステップに調整します
4. 「OK」をクリック後、「Start Scan」で測定を開始する
低倍率の場合、スキャン範囲はSEM画像の中心部だけ切り取るようにした方がいいです
Stepの設定はビーム径がおおよそ10~20nmになる為、それより小さいStepの値にしてもオーバーラップを生むだけです。極点図で配向性を調べる際の統計的誤差を十分に減らすという意味で、少なくとも5000点は測定領域に収められるStep、または平均結晶粒形の1/4程度のStepが最低でも必要
5. 測定後、OKで戻る

終了の仕方

- まず初めに
 1. 「EXT XY」を押す
 2. EBSDカメラユニットのForward/RetractスイッチをRetractに変更し、カメラを引き抜く
 3. EBSDソフトウェア上で変更したパラメータがあれば、全て初めの状態に戻す
- Ar+イオンガンを使っている場合

試料の取り出しより先にArガスの導入を止めてください

 1. オートバルブコントローラーのスイッチをOff
 2. 冷却時間として3分待つ
 3. Arガスバルブを時計回りに1回転回す(6時の方向に戻す)
- ステージを試料交換位置へ移動

ステージ移動の前に必ず先にEBSDカメラを完全に引き抜いて下さい！ステージを先に戻すとEBSDカメラに衝突します！

 1. 二次電子検出器ON、分析室の窓蓋を取り、分析室内を確認
 2. AES-PCのオージェマスター→observation→sample manipulation →special positionを選択し、Moveをクリック
 3. ホルダー種類選択後、Close
- 試料の取り出し

ホルダー取り出し時は必ず目視確認！

 1. PCDをINに変更、ビームシャッター閉じる
 2. V2ボタンを押す
 3. 黒いリングを前方へ押し出す。Open→Closeへリングを回す
 4. 黒いリングを一番後ろまで引き抜き、ホルダー回収
 5. 再びV2ボタンを押す
 6. 試料導入室のロックを外し、VENTボタンで大気圧開放
- 試料の取り出し後
 1. VENTボタンをもう一度押して、試料導入室を真空に引き直す
 2. 分析室の窓蓋を戻す
 3. サンプル回収。ホルダーは洗浄後、デシケーターへ
 4. データ移動用USBを使用してデータ回収
 5. EBSD-PCのみシャットダウン(ウィンドウ出てくるの遅いです)
 6. 分析室真空度をチェックし、記録簿に残りの項目を記入

測定結果が良くない場合

スキャンしてみたものの結果が芳しくない場合、

- 菊地パターンが上手く測定出来ていない
- 指数付けが上手く評価出来ていない

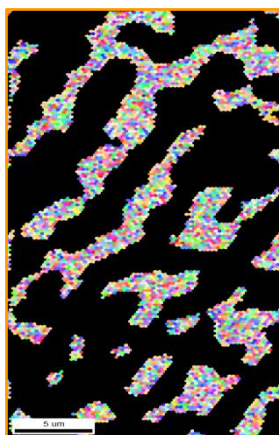
のどちらかまたは両方の可能性があります

菊地パターンが原因の場合は、

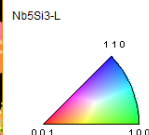
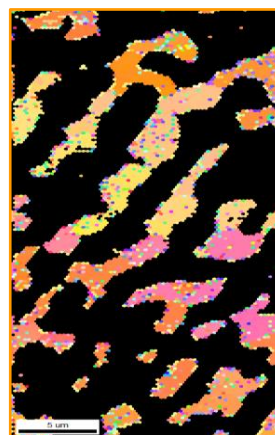
- 試料表面の前処理・作製で失敗している
- ホルダーへのセッティング(カメラに対して影になっている)
- 測定条件(電子銃の設定、カメラの設定)のミス
- バックグラウンド処理が良くない

などが考えられます

菊地パターンの検出にはIQ値という指標が与えられます(解析ソフトで見れる)。IQ値が低い=菊地パターン未検出です。表面の状態をオージェ分析してみる事で原因が分かるかもしれません。またはArイオンエッチングを行う事で原因を除去出来る事があります。使用方法については「オージェ分析 wide scan」「Ar+エッチングの利用法」を参照してください



Ar+エッチング



測定結果が良くない場合(続き)

指数付けが原因の場合は、

- マテリアルファイルが不適切(Reflectorsで指定している結晶面のミス)
- WDの設定ミス
- Hough空間のバンド検出パラメータの設定ミス
- 相判定のミス

などが考えられます

指数付けは測定した菊池パターンをHough空間でバンドとして検出し、バンド間の角度の組み合わせから指数の組み合わせを算出して決定しています。その際、CI値やfit値などの指数付けに対する評価値が算出されます。Indexingタブでこれらを詳細に確認しつつ、原因を探っていきましょう

CI値: EBSDの指数付けを行い、その結晶方位を算出した結果がどれだけ信頼性があるかをVoting法で与える。0.1以上あれば95%以上正しい(結晶の対称性が良い場合)。低い場合に考えられる原因はWDの設定、そもそも菊池パターンが不明瞭、試料のマテリアルファイルが不適切、バンド検出数の設定がおかしい、バンド検出時のHough変換の設定が不適切などが挙げられる。正方晶でa/c軸比が数%の場合、正しい指数付けが出来ていてもCI値が0になる

Voting法でのCI値の算出法: 指数付けの際に3本のバンドの組み合わせに対して一つの方位の解を出し、それを一票(Vote)として、全てのバンドの組み合わせに解を出した結果、最も多くの票を得た方位の票数V1と次点の票を得た方位の票数V2の差を、3本のバンドの組み合わせ総数で割った値

OverAll CI値: 複数のマテリアルファイルを指定している場合、正解として選んだ相の票数と次に票数の大きい相の差を組み合わせの総数で割った値

Fit値: 指数付けして得られた方位から、各バンドが本来どの位置に現れるか計算し、実際検出したバンドに対してズレた角度の平均値。大体 1.0° 以下だと適切。Fit値が悪い場合の原因としてはWDの設定、試料の結晶系データが不適切、Hough空間でのピーク検出位置が不適切などが挙げられる

ランキング指数: 複数相の場合、Vote数、CI値、Fit値、格子定数Fit値に重み付けして足したこの値で相を判定する

WDとステージ位置の設定: CCDカメラに映る菊池パターンが全体的にカメラの上の方にある場合、ステージZ軸とY軸を調整し、さらにWDの値を大きく取りましょう。通常WDは27mmが良いですが、さらに大きく取る事でカメラに映るパターンの位置を下げる事が出来ます

Hough空間の調整

カメラで撮影した像はHough変換という直線を点にする変換が行われ、その空間上で菊地パターンに対応する輝点を検出します。主に調整する項目は以下の通りです。検出すべきバンドが検出されるように調整します

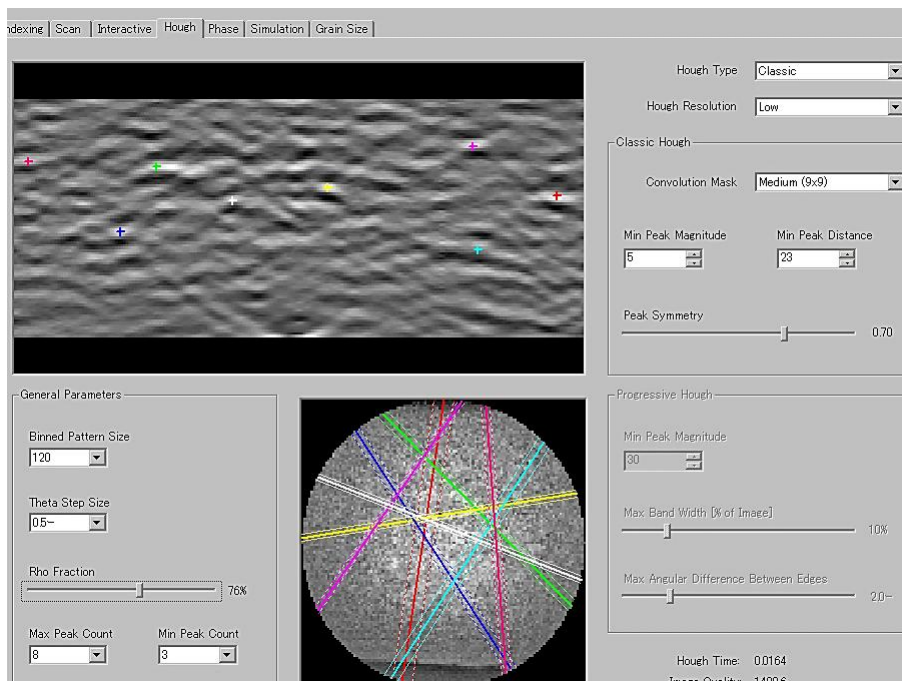
Rho Fraction: Hough: 空間の上下部分をカットする。EBSD像に遮蔽物による影がある場合は大きめが良い

Max Peak Count: 検出するバンド数の指定。対称性の悪い結晶は大きめが良い。FCC・HCPは最低7本。BCCは最低8本

Minimum Peak Magnitude: 検出するピークの最低強度を指定。Hough空間上で右クリックで各ピークの強度値が確認可能

Minimum Peak Distance: 1つのピークを検出したらその点から指定値まで離れた距離で別のピークを探す。結晶の対称性が悪い場合は小さめが良い。普通は23

Peak Symmetry: バンドの検出位置を変える事が出来る。普通は0.75



Convolution Mask: 普通はMedium(9x9)。バンド幅が広い場合13x13が良い

Binned Pattern Size: 120固定

Theta Step Size: 0.5固定

Hough Type: Classic固定

Hough Resolution: Low固定

マテリアルファイル作成

Crystallographic data

Cell parameters a = 0.56201 nm, b = 0.7752 nm, c = 0.7752 nm,
 $\alpha = 120^\circ$, $B = 90^\circ$, $\gamma = 90^\circ$

Cell volume 0.29248 nm³

Crystal Structure (Standardized)

Crystallographic data

Cell parameters a = 0.7752 nm, b = 0.7752 nm, c = 0.56201 nm,
 $\alpha = 90^\circ$, $B = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$

Cell volume 0.29248 nm³

Cell density (calculated) 3.19 Mg m⁻³

Z 4

Atom coordinates

No	Site notation	Atom	Multiplicity	Wyckoff	Site symmetry	x	y	z	Occupancy
1	N1	N	6	c	1	0.0424	0.3891	0.0408	1.0
2	N2	N	6	c	1	0.3169	0.3198	0.2712	1.0
3	N3	N	2	b	3..	1/3	2/3	0.3649	1.0
4	N4	N	2	a	3..	0	0	0.0	1.0
5	Si1	Si	6	c	1	0.0821	0.5089	0.3172	1.0
6	Si2	Si	6	c	1	0.1712	0.2563	0.0274	1.0

Transition from Published Data to Standardized Data
Transition : No data.

Download crystal structure data(CIF)

「Atom Work」サイト内
cifダウンロード画面

files

USB DISK (F:)

- 160705
- takami
- cBN.cif

ファイル名(N):

ファイルの種類(T): Crystallographic Information Files (*.cif)

cifファイル読み込み

Structure Generator

Enter the location of the atoms in the structure

Count	Element	x	y	z	occ.
4	B	0.000	0.000	0.000	1.000
4	N	0.250	0.250	0.250	1.000

Add Edit Remove

Structure Generator

Structure Generator

「TSL Database」内に試料に合ったマテリアルファイルがない場合は自分でマテリアルファイルを作成します。事前に「Atom Work」(<http://crystdb.nims.go.jp/>)などのサイトで材料の結晶構造のデータファイル(.cif)を探してダウンロードしておくとおと楽です

1. ダウンロードしたcifファイルを「Phase」タブ内のLoadから呼び出す。cifファイルがない場合、「New Atoms」をクリック
2. 「Structure Generator」にcifファイルから読み込まれた結晶群の情報、格子定数、名称、原子位置の構造が入っている。問題があれば都度修正して次へをクリックして先へ行く。cifファイルがない場合はすべて自分で構造情報を入力する
3. 測定する際の加速電圧を「Voltage」に入力して完了をクリック。マテリアルファイル(.bmt)が作成される

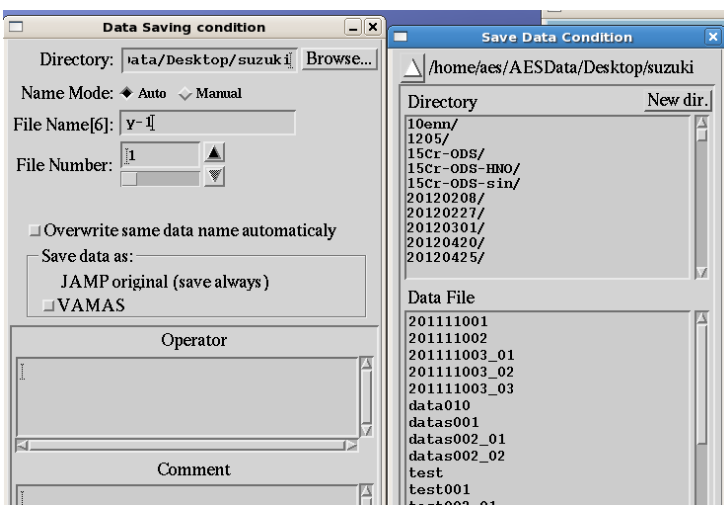
作成したものは自分のフォルダ内で管理してください。「TSL database」に保存しない事

オージェ分析 wide scan

オージェ分析を行う場合は事前にユーセントリック位置へと移動しておいて下さい(「Ar+エッチングの利用法」参照)

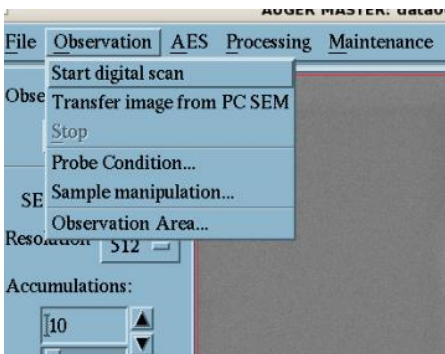
ステージ移動の際には**必ず事前にEBSDカメラは引き抜いて下さい**。またEBSD測定に戻る場合も**事前にステージをtilt70度に戻してからカメラを入れて下さい**

オージェの測定データはAES-PCに保存されます



オージェマスター → file → saving conditionでデータの保存先、保存名を決めます

- 画像・スペクトルデータは保存名+連番で自動保存されます
- 保存名は6文字以内です
- ディレクトリ名などに漢字や変な記号、空白を入れると文字化けなどバグが起きます



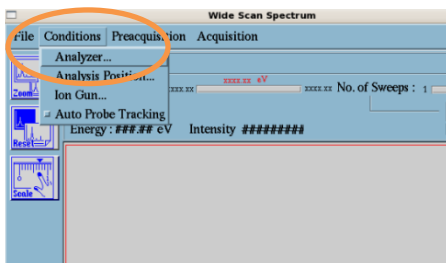
1. 分析エリアの取り込み

オージェマスター → Observation → Start digital scanでSEM像がオージェに取り込まれる

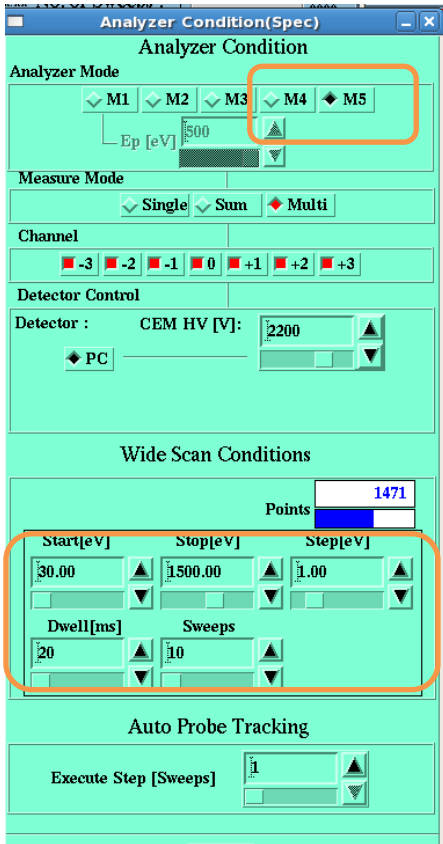
2. 分析条件の設定

オージェマスター → AES → Spectrum → Wide Scan Spectrumでwide scan用のウィンドウが立ち上がる

Wide scan Spectrum → Condition → Analyzerをクリック



オージェ分析 wide scan (続き)

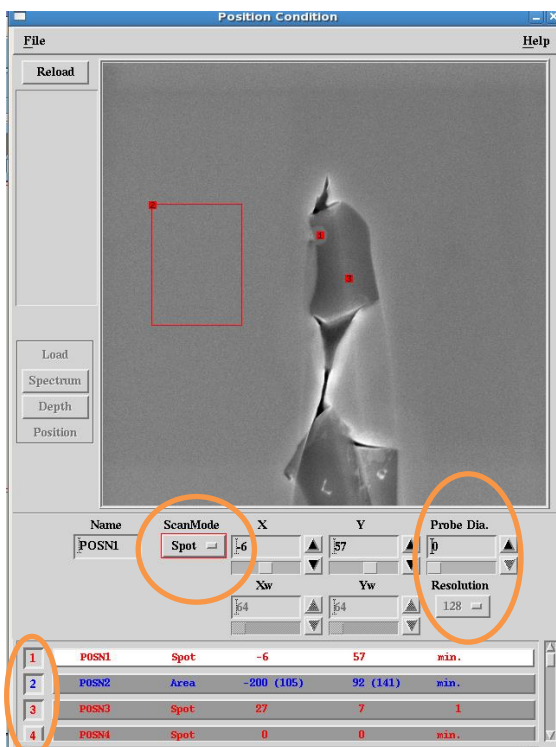


▪ Analyzer mode 選択
M5を選択してください

▪ Wide Scan Conditions 設定
「Start」「Stop」にエネルギー範囲を指定
(Auger Electron Peak Energy Table参照)
「Step」:1.00、「Dwell」:20、「Sweeps」:10

3. 分析箇所の設定

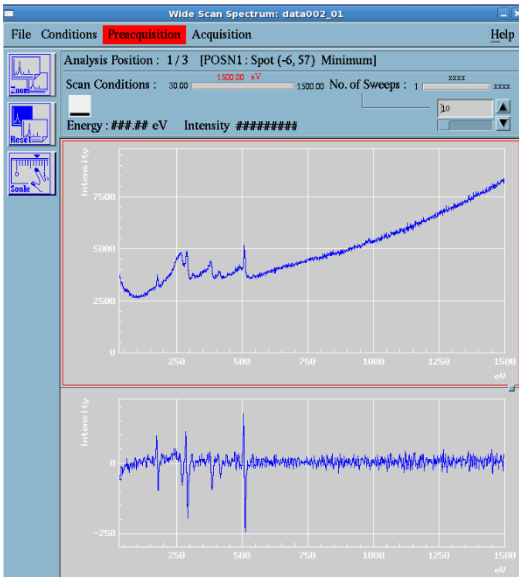
Wide scan Spectrum → Condition →
Analysis Position でオージェマスターに取り
込んだ画像から分析箇所を指定する



▪ 分析箇所の指定

1. 「1」, 「2」などのトグルボタンを押す
2. Scan mode 選択 (Spot, Area)
3. 分析箇所を指定
4. Probe Dia. を指定 (単位は μm)

オージェ分析 wide scan (続き)



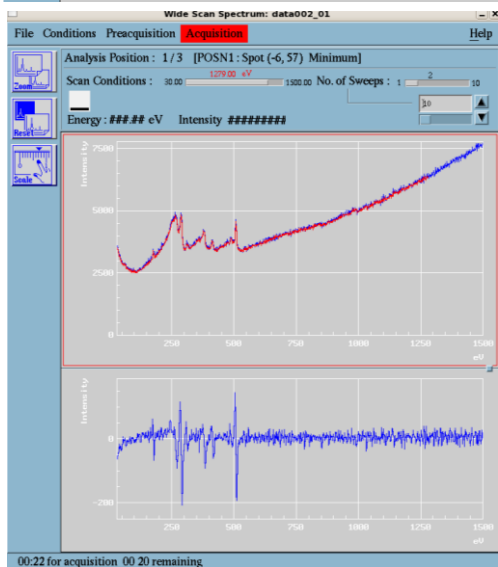
7. 予備測定

Wide Scan Spectrum → Preacquisition
→ Startで予備測定が始まります

- 上側に測定スペクトルが表示され、下側にその微分形が表示されます。青色が一つ前の測定で赤色がリアルタイムの測定です。スペクトルの形状が安定していれば本測定に移れます。この測定データは残りません。Stopしないと永遠に続きます。

・スペクトルがいつまでも安定しない場合

- ✓ 試料が動いている
 - ✓ チャージが起きている
 - ✓ 試料がビームのダメージで変質している、還元している
 - ✓ 分析点が相の間になっている
 - ✓ コンタミネーションが付着している
- 等々が起きている可能性があるので除外していきましょう



8. 本測定

Wide Scan Spectrum → acquisition
→ Startで本測定が開始されます
途中で止める場合はStopを選択

スペクトルデータはオージェマスター
→ Processing → List dataから自分のフォルダを選択し、Listの項目をダブルクリックで呼び出せます。「1st Differentiation」で一次微分処理を行い、「Auger Electron Peak Energy Table」と見比べてピークの同定を行いましょう

それ以上の解析はオージェの解析編を参照のこと

File Name	Type	Date	Time
20110205			
20110208			
20110227			
20110301			
20110420			
20110425			
20110525			
20111115			
201130204			
201130205			
201130206			
201111001	SE Image	2011/11/24	10:07
201111002	SE Image	2011/11/24	10:10
201111003_01	Wide Spec	2011/11/24	10:19
201111003_02	Wide Spec	2011/11/24	10:23
201111003_03	Wide Spec	2011/11/24	10:28
data010	Wide Spec	2013/07/04	14:35
data001	SE Image	2011/10/14	18:29
		1/10/14	18:41
		1/10/14	18:46

Data File List

Ar+エッチングの利用法

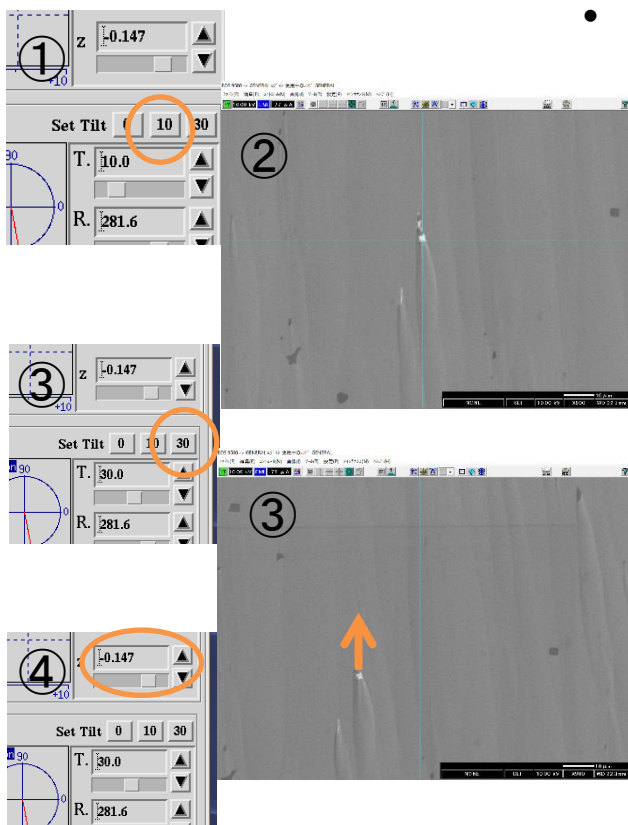
EBSDの前にAr+イオンガンを使って表面のコンタミや酸化膜層・アモルファス層・研磨による歪み層を取り除くと、菊池パターンが鮮明に出る場合があります。EBSD分析の精度を向上させます。SEM画面を中心として1mm×1mmの範囲が削れます

- ・ユーセントリック位置への移動
- ・Arガス導入
- ・Ar+照射

の手順で実行します

- ・ サンプルによってはこの工程により、化学状態が変質するor 余計にアモルファス層が増える場合があります
- ・ EBSDカメラ or 反射電子検出器が分析室に入っている状態ではAr+エッチングは行わないで下さい。既にEBSDカメラを導入している場合は必ず先にEBSDカメラを後退させてからユーセントリック位置への移動後、エッチングを行う

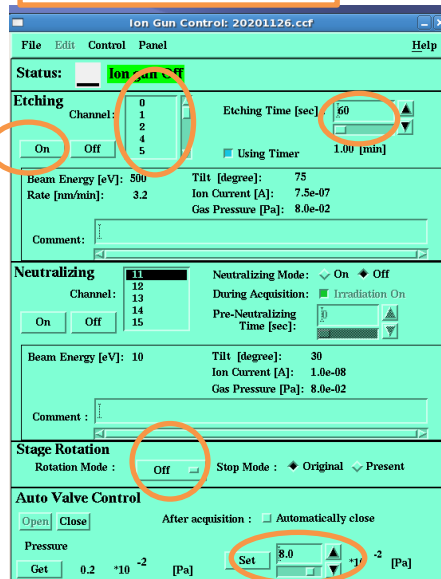
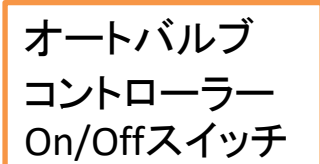
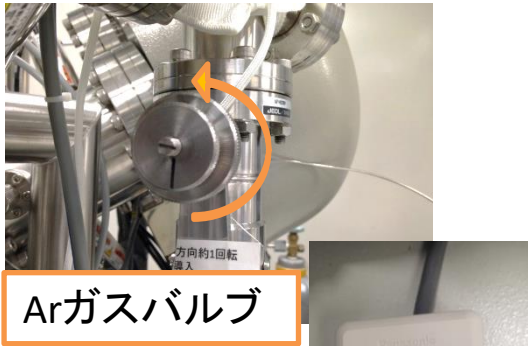
・ ユーセントリック位置へ移動する



- ① tiltを10度に傾ける
 - ② EBSD測定する場所でターゲット(見やすい物)をXY軸で画面中心に移動させる
 - ③ tiltを30度に傾ける。その時ターゲットがSEM画面で上に行ったか下に行ったか確認(横の移動は無視)
 - ④ 上に行った場合Zを下げ、下に行った場合Zを上げてターゲットを元の位置まで戻す(フォーカス随時調整)
- ①~④までを50倍くらいから徐々に上げて1500倍くらいまで合わせる(最後はtilt30度のまま)

- ・ 分析場所を大きく動かした場合は、もう一度ユーセントリック位置の修正を行います

Ar+エッチングの利用法(続き)



・Arガスの導入

分析室真空度を確認！真空度が悪い場合は導入しない
真空度が著しく悪化、またはエラーなどが発生した場合は
すぐにArガスバルブを締めて下さい。向きを間違えないで
下さい

1. Arガスバルブを反時計回りに**ゆっく**
り回し、イオンガンの真空計で約
 9.0×10^{-2} Paまで上げる
通常6時の方向に目印があり、一回転ほどでその値
になります。出し過ぎに注意！
2. オートバルブコントローラースイッチ
をOn
3. オージェマスター→AES→Ion Gun
Conditionをクリック
4. 「Etching」で使用するChannel番号
選択。「Stage Rotation」でOffかOne
wayを選択
One wayはステージを回転させながら照射します。
通常Off
5. 「Auto Valve Control」に8.0と入力
し、Setをクリック
6. ガス圧が指定値に落ち着くのを待
つ

・Ar⁺イオンを照射

1. 「Etching」でエッチング時間を指定
2. 「Etching」のOnボタンで照射開始
観察位置を中心におおよそ1×1mmの範囲が削れます